



Análisis de los efectos del capital intelectual en la innovación de la industria del sur de Tamaulipas, México

Nahuat-Román, B., Rodríguez-Vargas, M.

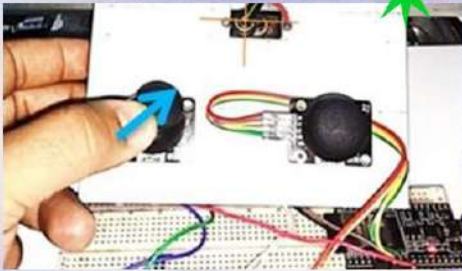
Extracto polifenólico de hojas de mango (*Mangifera indica* L.): Caracterización y actividad antifúngica in vitro

Domínguez-Ruvalcaba, J.E., Calderón-Santoyo, M., González-Gutiérrez, K.N., Ragazzo-Sánchez, J.A.



Recurso educativo para la visualización dinámica e interactiva de operaciones con vectores en la asignatura de física, controlados mediante una tarjeta ESP32

Serrano-Pérez, E., Soberanes-Martín, A., Hernández-Hernández, M.



SIMEMAT



**Trabajos presentados en:
X Simposio de Metalurgia y Materiales, SIMEMAT 2024**

Optimización y Evaluación de Recubrimientos Fotocatalíticos con Nanopartículas de TiO₂ para la Eliminación de Microorganismos Patógenos en Entornos Críticos

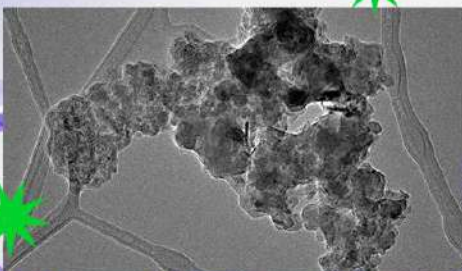
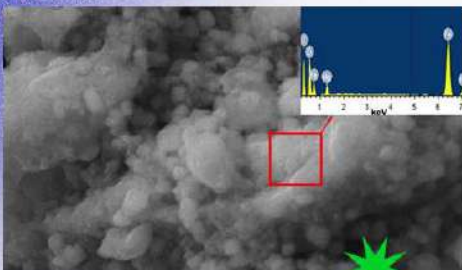
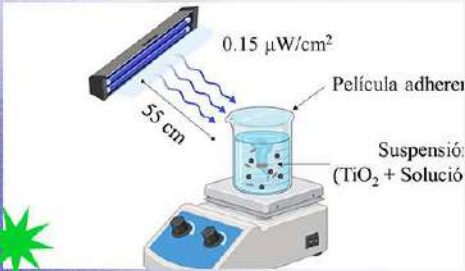
Meléndez-Anzures, F.E., López-Cuellar, E.M., Martínez-de la Cruz, A., Barrón-González, M.P., Contreras-Hernández, L.A.

Magnesium ferrite nanoparticles as cancer treatment adjuvants: synthesis, characterization, and heating capacity

García-Feria, C., Reséndiz-Hernández, P.J., Cortés-Hernández, D.A., Ochoa-Palacios, R.M.

Influence of MgFe₂O₄ on the magnetic properties of glass-Ceramics derived from sol-gel synthesis

De Hoyos-Sifuentes, D.H., Reséndiz-Hernández, P.J., García-Cerda, L.A.



Cintillo Legal

RIIT REVISTA INTERNACIONAL DE INVESTIGACIÓN E INNOVACIÓN TECNOLÓGICA, Vol. 13, No. 75. Julio - Agosto 2025, es una publicación bimestral editada y publicada por **Universidad Autónoma de Coahuila**, boulevard Venustiano Carranza s/n colonia República Oriente, C.P. 25280, Saltillo, Coahuila, Tel. (844) 414 85 82, <https://riit.com.mx/>, correo electrónico: publicacionesriit@uadec.edu.mx. Editor responsable: Dra. **Antonia Mtz.** Reserva de Derechos al Uso Exclusivo No. 04-2022-021512364600-102, ISSN: 2007-9753, ambos otorgados por el Instituto Nacional del Derecho de Autor. Responsable de la última actualización de este número, Departamento de Divulgación y Comunicación Digital de la Dirección de Investigación y Posgrado de la UAdeC, Q.F.B. **Fernando García**, Edificio "D" planta alta, unidad Camporredondo, Saltillo, Coahuila, C.P. 25280, Tel. (844) 414 85 82, fecha de última modificación: 01 Julio 2025.

Las opiniones expresadas por los autores no necesariamente reflejan la postura del editor de la publicación.

Queda prohibida la reproducción total o parcial de los contenidos e imágenes de la publicación sin previa autorización de Universidad Autónoma de Coahuila.

Tabla de Contenido

Título artículo/ Autores	Páginas
Análisis de los efectos del capital intelectual en la innovación de la industria petroquímica del sur de Tamaulipas, México Nahuat-Román, B., Rodríguez-Vargas, M.	1 – 21
Extracto polifenólico de hojas de mango (<i>Mangifera indica</i> L.): Caracterización y actividad antifúngica <i>in vitro</i> Domínguez-Ruvalcaba, J.E., Calderón-Santoyo, M., González-Gutiérrez, K.N., Ragazzo-Sánchez, J.A.	22 – 38
Recurso educativo para la visualización dinámica e interactiva de operaciones con vectores en la asignatura de física, controlados mediante una tarjeta ESP32 Serrano-Pérez, E., Soberanes-Martín, A., Hernández-Hernández, M.	39 – 51
Optimización y Evaluación de Recubrimientos Fotocatalíticos con Nanopartículas de TiO₂ para la Eliminación de Microorganismos Patógenos en Entornos Críticos Meléndez-Anzures, F.E., López-Cuellar, E.M., Martínez-de la Cruz, A., Barrón-González, M.P., Contreras-Hernández, L.A.	52 – 68
Magnesium ferrite nanoparticles as cancer treatment adjuvants: synthesis, characterization, and heating capacity García-Feria, C., Reséndiz-Hernández, P.J., Cortés-Hernández, D.A., Ochoa-Palacios, R.M.	69 – 83
Influence of MgFe₂O₄ on the magnetic properties of glass-Ceramics derived from sol-gel synthesis De Hoyos-Sifuentes, D.H., Reséndiz-Hernández, P.J., García-Cerda, L.A.	84 - 92



Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica

Página principal: www.riit.com.mx

Análisis de los efectos del capital intelectual en la innovación de la industria petroquímica del sur de Tamaulipas, México

Analysis of the effects of intellectual capital on innovation in the petrochemical industry in southern Tamaulipas, Mexico

Nahuat-Román, B.* , Rodríguez-Vargas, M.

Facultad de Comercio y Administración de Tampico, Universidad Autónoma de Tamaulipas.
bernardo.nahuat@uat.edu.mx*; millyrv@docentes.uat.edu.mx

Innovación tecnológica: Capital Intelectual (CI).

Área de aplicación industrial: Industria petroquímica del sur de Tamaulipas.

Recibido: 15 abril 2025

Aceptado: 20 mayo 2025

Abstract

The importance of innovation in companies is widely recognized in the literature and a proposal to detonate it that has been consolidating is the use of internal knowledge-based resources. Therefore, this paper aims to analyze the effects of intellectual capital on innovation in the petrochemical industry in southern Tamaulipas, Mexico. A questionnaire was used to collect the perceptions of 64 individuals working as middle managers in 16 plants in Altamira, Tamaulipas. Subsequently, with the technique of structural equations in its variance analysis modality, it was found that intellectual capital (through the human and structural capital) positively and significantly affects process innovation, highlighting the intensity of human capital, which leads to the conclusion that to the extent that the companies analyzed manage their intellectual capital better, they will be more likely to generate process innovation. The greatest contribution of this work consists in the proposal of a tested and validated instrument for data collection, likewise, it broadens the knowledge of the effects of intellectual capital in a type of innovation scarcely addressed by the literature in Mexico.

Key words: Intangibles, Intellectual capital, Process innovation, Petrochemical cluster.

Resumen

La importancia de la innovación en las empresas es ampliamente reconocida por la literatura y una propuesta para detonarla que ha venido consolidándose es el aprovechamiento de recursos internos basados en el conocimiento. Por ello, este trabajo tiene como objetivo analizar los efectos del capital intelectual en la innovación de la industria petroquímica del sur de Tamaulipas, México. Mediante un cuestionario se recabaron las percepciones de 64 individuos que laboran como mandos intermedios en 16 plantas en Altamira, Tamaulipas. Posteriormente con la técnica de ecuaciones estructurales en su modalidad de análisis de la varianza se comprobó que el capital intelectual (a través de los capitales humano y estructural) afecta positiva y significativamente la innovación de procesos, destacando por su intensidad el capital humano, lo cual lleva a concluir que en la medida que las empresas analizadas gestionen mejor su capital intelectual tendrán mayores probabilidades de generar innovación de procesos. La mayor contribución de este trabajo consiste en la propuesta de un instrumento probado y validado para la recolección de datos, así mismo, amplía el conocimiento de los efectos del capital intelectual en un tipo de innovación escasamente abordada por la literatura en México.

Palabras clave: Intangibles, Capital intelectual, Innovación de procesos, Clúster petroquímico.

1. Introducción

El capital intelectual (CI) por su carácter de intangibilidad se ha convertido en el recurso ideal para empresas que buscan permanecer en un mundo globalizado, con cambios constantes y con una competencia intensa (Obeidat *et al.*, 2017). Estrechamente relacionada con la teoría de los recursos y capacidades que propone que cada entidad es única por sus propios recursos (Ali *et al.*, 2021) y representa el conocimiento que radica en las empresas y con las que estas buscan encarar los retos presentes y a la vez generar otro tipo de ventajas competitivas como la innovación (Murillo *et al.*, 2022).

La innovación por su parte, es esencial para las empresas (Nguyen, 2018) por la competencia sin igual que impera (Patky y Pandey, 2020) y porque el ambiente empresarial está en constante cambio (Ferreira *et al.*, 2020), esta puede verse reflejada en crecimiento en ventas, mejora en la cuota de mercado, satisfacción de los clientes, crecimiento de la cartera de clientes,

entre otros (Ansari *et al.*, 2016). Específicamente la innovación de procesos va íntimamente ligada a la producción y a la innovación de productos (Prester *et al.*, 2016) aunque a diferencia de esta última ha sido poco abordada en la literatura (Goel y Nelson, 2018) tal vez en parte porque el cliente final no la percibe o porque no existe ningún interés o beneficio por parte de las empresas en darla a conocer a su exterior.

En un país en vías de desarrollo como México que no cuenta con los recursos de países industrializados para generar un contexto de innovación se hace indispensable para las empresas analizar cómo sus recursos internos basados en el conocimiento propician ideas nuevas que llevadas a la práctica significan ahorros de tiempo y de esfuerzo, optimización de su producción, entre otras, logrando con ello ser más competitivas (Nahuat y Ochoa, 2020). Así pues, en la medida que se analicen los efectos del CI en la innovación tanto la alta dirección como los

mandos intermedios podrán tomar mejores decisiones en beneficio de la empresa.

Por otra parte, el clúster petroquímico de la ciudad y puerto de Altamira, Tamaulipas de acuerdo a la página oficial del gobierno del estado de Tamaulipas está constituido por 42 empresas que generan 8,400 empleos y el 80% de las resinas de termoplásticos a nivel nacional convirtiéndose con esto en el más importante de México (Gobierno del Estado, 2020). La Coordinación General de Puertos y Marina Mercante perteneciente a la Secretaría de Comunicaciones y Transportes lo confirma como el más importante del País agregando que contribuye con un 11% en el producto interno bruto (PIB) estatal y que genera el 30% de los productos petroquímicos de México (Coordinación General de Puertos y Marina Mercante, 2019).

Por la complejidad de sus actividades químicas de acuerdo a la clasificación de la OECD (2005) se puede calificar su tecnología empleada como media-alta, por lo que es entendible sus altos requerimientos de investigación y desarrollo (Ochoa *et al.*, 2014), es decir innovación. Adicionalmente, si se considera que en la literatura de CI-innovación de productos y procesos existe la creencia que a mayor grado de complejidad de la tecnología utilizada en las empresas mayor será la generación de innovación (Agostini y Nosella, 2017), el clúster petroquímico de Altamira, Tamaulipas se presenta como el contexto idóneo para este estudio.

Además, en virtud que Edvinsson y Malone (1997) señalan que la relación entre los componentes del CI es tan estrecha que alguno de ellos puede verse impactado por otro y que su interacción ha sido poco estudiada (Jardon y Martos, 2012), se fija como objetivo secundario determinar la relación que estos guardan entre sí. Así pues,

considerando lo anterior, la presente investigación busca contestar la pregunta ¿Qué efectos tiene el capital intelectual en la innovación de la industria petroquímica del sur de Tamaulipas?, y para eso adopta como objetivo analizar los efectos del capital intelectual en la innovación de la industria petroquímica del sur de Tamaulipas, México. Este trabajo está organizado por una revisión de la literatura de la relación entre el capital intelectual y la innovación seguido de la metodología aplicada. Posteriormente se presentan los resultados obtenidos y por último las conclusiones junto con las limitaciones y futuras líneas de investigación.

2. Contextualización de la relación CI-innovación

A decir de Edvinson y Malone (1999) el CI tiene sus inicios desde principios de la humanidad, aunque 2 fechas claves destacan frecuentemente en la literatura, la primera cuando John Kenneth Galbraith utiliza por primera vez el término CI en 1969 (Bontis, 1998) y posteriormente cuando Thomas Stewart publica en 1994 su artículo titulado: el activo más valioso de su empresa: el capital intelectual, en la revista Fortune, de ahí en adelante prácticamente inició el estudio formal del tema (Serenko y Bontis, 2004) con autores pioneros como Edvinson, Malone, Brooking, Sveiby, Roos, Bontis, entre otros, que a la postre se volvieron referencias obligadas.

El CI ha recibido de la literatura múltiples sinónimos entre los que se pueden mencionar intangibles, activos intangibles, activos invisibles, recursos ocultos, propiedad intelectual, valores intangibles, conocimiento, entre otros (Delgado-Verde *et al.*, 2014; Nejjari y Aamoum, 2020) y entre sus eventos más citados en la literatura se puede mencionar a Leif Edvinson quien fue el primer director de CI en una empresa, la empresa sueca de seguros Skandia quien

designó el primer departamento de CI y el modelo Navigator que fue el primero en tratar de medir el CI en una empresa, estando estos 3 eventos entrelazados entre sí (Bontis, 2001; Edvinson y Malone, 1999; Edvinsson, 1997).

Para adoptar una conceptualización se revisó literatura de autores clásicos en el tema (Bontis, 1998; Brooking, 1997; Edvinson y Malone, 1999; Roos y Roos, 1997); sin embargo, al tratarse de un estudio de CI-innovación también se consideró la forma como ha sido conceptualizado por autores contemporáneos que han abordado esta relación en diferentes escenarios (por ejemplo: Barkat *et al.*, 2018; Buenechea-Elberdin *et al.*, 2018; Cabrilo y Dahms, 2018), en concreto, después de un análisis a profundidad desde diferentes perspectivas donde la palabra conocimiento es reiterativa esta investigación entiende al CI como el inventario de conocimiento que tiene a su disposición la empresa (Al Mehrez *et al.*,

2020; Alsuwaidi *et al.*, 2020) y que puede ser predictor de innovación (Saengon, 2020).

En lo referente a la clasificación del CI, la literatura que ha abordado su relación con la innovación ha generado diversas propuestas (ver tabla 1) siendo la más aceptada la integrada por los capitales humano, estructural y relacional (Alves *et al.* 2020; Nejari y Aamoum, 2020; Roos *et al.*, 2001; Sveiby, 1997) teniendo cada componente o dimensión características que lo hacen único, por ejemplo: al capital humano se le señala como su componente principal (Iqbal *et al.*, 2019) y el más importante de las empresas (Boudlaie *et al.* 2020), al capital estructural, también llamado capital organizacional (Kianto *et al.*, 2017) como el único propiedad de la empresa (Edvinson y Malone, 1999; Roos y Roos, 1997) y al capital relacional también llamado capital social externo (Kianto *et al.*, 2017) como aquel que se da en base a relaciones hacia el exterior con sus *stakeholders* (Bontis, 1999).

Tabla 1. Clasificaciones del CI utilizadas en el estudio de su relación con la innovación.

Clasificación utilizada	Autor
Capitales humano, estructural, relacional y social	Mostafa <i>et al.</i> (2023)
Capitales humano, de Información y de organización	Ali <i>et al.</i> (2019)
Capitales humano, relacional y de innovación	Agostini <i>et al.</i> (2017)
Capitales humano, estructural y social	Zhang <i>et al.</i> (2019)
Capitales humano, estructural y relacional	Aljuboori <i>et al.</i> (2021)
Capitales humano, estructural y relacional	Allameh (2018)
Capitales humano, estructural y relacional	Nahuat y Rodríguez (2022)
Capitales humano, estructural, y relacional	Obeidat <i>et al.</i> (2021)
Capitales humano, estructural y empleado	Reynaldi y Wijaya (2022)
Capitales humano, estructural, relacional interno/externo	Buenechea-Elberdin <i>et al.</i> (2018)
Capitales humano, estructural y relacional	Nahuat (2020)
Capital humano, estructural, relacional y competencia humana	Al-Jinini <i>et al.</i> (2019)
Capitales humano, estructural, relacional (interno y externo) y de renovación	Buenechea-Elberdin <i>et al.</i> (2018)
Capitales humano, estructural y relacional	Murillo <i>et al.</i> (2022)
Valores personales y actitud empresarial	Sanchez-Baez <i>et al.</i> (2018)
Capitales humano, estructural y relacional	Iviniç (2025)
Capitales humano, estructural, relacional, social y espiritual	Kousar <i>et al.</i> (2019)

Fuente: elaboración propia a partir de autores citados.

La importancia del CI en las organizaciones se manifiesta mediante los señalamientos que recibe constantemente en la literatura, por

ejemplo: un activo intangible dentro de una organización que genera nuevos conceptos, mejora la competitividad y contribuye a

creación de beneficios y riqueza futura (Kym y Moon, 2021), generador de valor (Kanaan et al., 2020), de innovación (Nejjari y Aamoum, 2020), entre otros, no dejando lugar a dudas sobre lo interesante que resulta su estudio.

Si bien el CI como recurso intangible puede ser más valioso que los recursos tangibles Rehman et al. (2021), también lo son otras variables que constantemente se entrelazan con esta para potencializar su efecto, una de estas es la innovación. La innovación en las empresas es la herramienta ideal para permanecer en el mercado en ambientes turbulentos (Obeidat *et al.*, 2017) y estudios previos han demostrado que es un incentivo, para la excelencia organizacional, competitividad, rentabilidad, y eficiencia (Allameh, 2018). Entre los autores más citados de la innovación se encuentran el austriaco Joseph Alois Schumpeter quien la entiende como: a) la introducción de un bien nuevo, b) la introducción de un nuevo método de producción, c) la apertura de un nuevo mercado, d) la conquista de una nueva fuente de suministro y e) la creación de una nueva organización en cualquier industria (Schumpeter, 1934).

El manual de Oslo de la Organización para la Cooperación y el Desarrollo Económicos (OCDE) es otra referencia constante y la conceptualiza como: “la implementación de un producto nuevo o significativamente mejorado (bien o servicio), o proceso, un nuevo método de mercadeo o un nuevo método organizativo en las prácticas de negocios, organización en el lugar de trabajo o relaciones externas” (OCDE, 2005, p.46).

En lo particular, autores que han abordado la relación CI-innovación también han generado sus propias interpretaciones, por ejemplo: Jardon (2018) habla de un cambio de calidad, así como de obtener un nuevo recurso de suministro de materia prima, Buenechea-

Elberdin *et al.* (2017) puntualizan mucho el conocimiento como base de la innovación, Cabrilo y Dahms (2018) la relacionan con una idea puesta en acción y para Reynaldi y Wijaya (2022) es el centro de todas las actividades de la empresa. Así pues, este trabajo considerando su objetivo y conciliando perspectivas clásicas y contemporáneas entiende la innovación como algo nuevo que se implementa en la empresa y que le significa algún beneficio a la misma.

Siguiendo al Manual de Oslo, existen cuatro tipos de innovación: producto, proceso, marketing y organizativa de las cuales se elige en específico para su estudio (como variable dependiente) la innovación de procesos por estar íntimamente ligada a la innovación de productos (Gao y Bernard, 2017) y por haber sido escasamente abordada (Goel y Nelson, 2018). Sus definiciones van desde: “nuevos métodos, dispositivos y conocimientos en tecnología de rendimiento que protege el medio ambiente, reduce los costos de producción y mejora la calidad y cantidad del producto” (Dost *et al.*, 2018, p.2), hasta “Nuevos elementos introducidos en la operación de producción o servicio de una empresa para producir un producto o prestar un servicio” (Prester *et al.*, 2016, p.208).

La OCDE la define como “la implementación de un método de producción o entrega nuevo o significativamente mejorado. Esto incluye cambios significativos en las técnicas, equipos y/o software. Las innovaciones de procesos pueden estar destinadas a disminuir los costos unitarios de producción o entrega, aumentar la calidad o producir o entregar productos nuevos o mejorados significativamente” (OCDE, 2005, p.49), acentuándose en todas su vínculo a la producción. Entre los beneficios de la innovación de procesos se puede mencionar que mejoran en calidad, velocidad y eficiencia en la producción, entre otras, dando

como resultado empresas más competitivas aunque para ello se requiere la existencia de factores previos como la creatividad, conocimiento, ideas, métodos, habilidades (Zhang *et al.*, 2017) mismos que se pueden encontrar en el CI (Ansari *et al.*, 2016).

El CI se relaciona con la innovación por diversas vías entre las que destacan que el conocimiento, habilidades profesionales y la creatividad radicados en los individuos (capital humano) son fuente de nuevas ideas, dicho de otra forma, el conocimiento nuevo requiere de cierto conocimiento previo. Por su parte los sistemas de gestión, los procedimientos operacionales y los procesos de gestión del conocimiento como parte de la memoria de la organización (capital estructural) influyen aportando lo que se ha realizado en el pasado para poder generar cosas nuevas en el presente y futuro. Por ultimo una forma de adquirir conocimiento para innovar es a través del conocimiento que tiene la empresa mediante canales de comunicación con su exterior (capital relacional) ya que no todo el conocimiento previo necesario para innovar se encuentra en su interior (Kianto *et al.*, 2017).

A pesar que en la literatura existen escasos estudios de la relación capital intelectual e innovación (Ivinić *et al.*, 2025) se pueden encontrar autores como Prester *et al.* (2016) quienes en 20 países recabaron la percepción de cada gerente en 890 empresas manufactureras y mediante un análisis de ecuaciones estructurales en su modalidad de análisis de la covarianza (*Covariance-Based*, CB por sus siglas en inglés) comprueban que el capital social (clasificado en interno y externo) y el capital estructural tienen un efecto positivo y significativo en las innovaciones de procesos. Zhang *et al.* (2017) definieron como componentes del CI a los capitales humano, estructural y social y en 645 plantas manufactureras de 10 países mediante la técnica de ecuaciones

estructurales basada en covarianzas comprobaron que dos de sus componentes (capitales humano y estructural) están positivamente asociados con la innovación de procesos.

Continuando en la industria manufacturera, pero en el ámbito mexicano Nahuat *et al.* (2022) deja huella de la relación capital intelectual e innovación de procesos en el sur de Tamaulipas comprobando sus hipótesis que los capitales humano y relacional tienen un efecto positivo y significativo en la innovación de procesos y, por el contrario, rechazando la hipótesis de un efecto positivo del capital estructural en la innovación de procesos. También comprueba una correlación positiva y significativa entre los componentes del capital intelectual.

En el sector servicios también se ha abordado esta relación, por ejemplo Elsetouhi *et al.* (2015), recabaron 198 cuestionarios de gerentes del sector bancario en Egipto, buscando comprobar una asociación positiva y significativa entre los componentes del CI (capitales humano, organizacional, social y cliente) y la innovación de procesos logrando comprobar mediante la técnica de ecuaciones estructurales basada en el análisis de la varianza su hipótesis únicamente con los capitales organizacional y social. Derivado de lo anterior y al ser el CI un constructo multidimensional se proponen las siguientes 3 hipótesis:

H1 El capital humano tiene un efecto positivo y significativo en la innovación de procesos.

H2 El capital estructural tiene un efecto positivo y significativo en la innovación de procesos.

H3 El capital relacional tiene un efecto positivo y significativo en la innovación de procesos.

Ahora bien, en virtud que desde los inicios de su estudio autores pioneros sugirieron una

estrecha relación entre los componentes del CI, presunción que se ha conservado hasta el presente (Zhang *et al.*, 2017) y considerando diversas aproximaciones empíricas, por ejemplo Bontis, uno de los autores más citados del tema quien comprobó esta relación en un estudio realizado en Malasia (Bontis *et al.*, 2000) y otros trabajos realizados en Latinoamérica, específicamente

en empresas madereras de Argentina y a nivel clúster que pudieron evidenciar una correlación entre sus componentes (Jardon y Martos, 2012; Martos *et al.*, 2008) se propone una cuarta hipótesis:

H4 Existe una correlación positiva y significativa entre los componentes del capital intelectual.

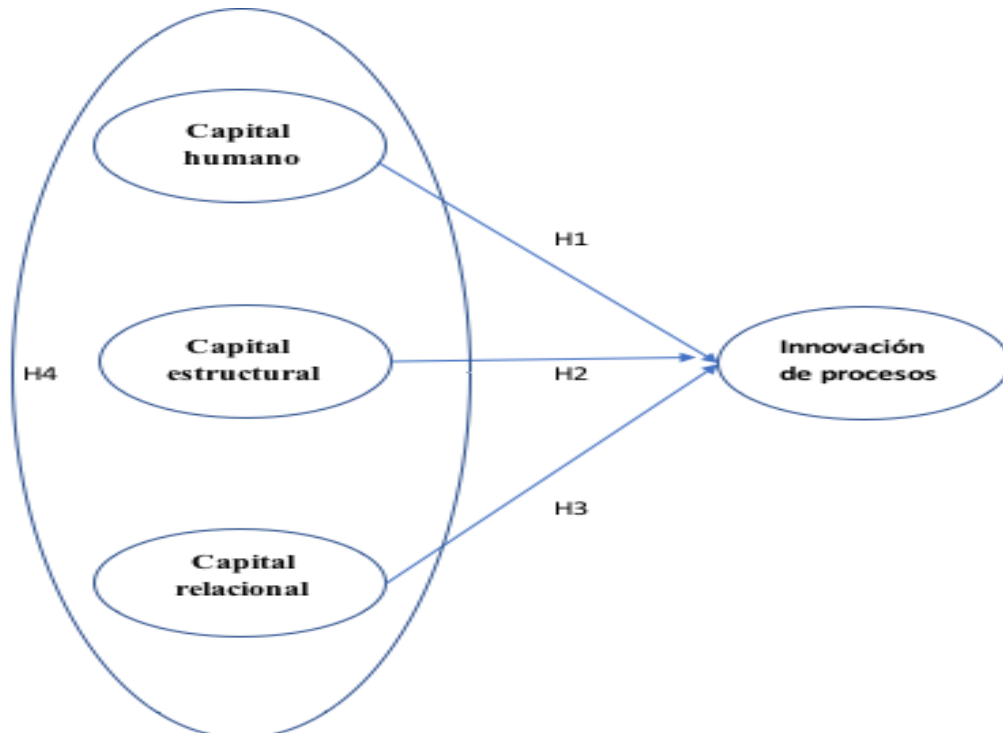


Figura 1. Modelo conceptual propuesto de investigación.

Fuente: elaboración propia.

3. Diseño metodológico

Para probar las hipótesis esta investigación adoptó un enfoque cuantitativo, de corte transversal con alcance explicativo-predictivo. Considerando el hermetismo de las empresas para compartir su información y la forma en que se ha venido estudiando la relación CI-innovación se decidió por un instrumento (cuestionario) basado en percepciones como se ha estudiado frecuentemente (Nahuat, 2020). El paso inicial para su construcción fue una revisión de la literatura donde se obtuvieron 6 ítems para capital humano (basados en: Kianto *et*

al., 2017; Subramaniam y Youndt, 2005), 5 ítems para capital estructural (basados en: Kianto *et al.*, 2017; Subramaniam y Youndt, 2005), 5 ítems para capital relacional (basados en: Buenechea-Elberdin *et al.*, 2018; Cabrilo y Dahms, 2018) y 6 ítems para la innovación de procesos (basados en: Prester *et al.*, 2016).

En total fueron 22 ítems que integraron el cuestionario siendo este validado por expertos, en este caso por 2 académicos y un gerente de las empresas estudiadas recibiendo sugerencias que mejoraron la redacción y

redujeron la ambigüedad y redundancia. Así pues, los ítems fueron medidos a través de una escala Likert de 7 puntos donde 1 significaba totalmente en desacuerdo y 7 totalmente de acuerdo (ver tabla 2).

La técnica estadística para probar las relaciones propuestas (explicativa-predictiva para las hipótesis 1, 2 y 3 y correlacional para la hipótesis 4) fue la de ecuaciones estructurales (*structural equation modeling*, SEM por sus siglas en inglés) en su modalidad de análisis de la varianza también conocida como mínimos cuadrados parciales (*partial least squares* o PLS por sus siglas en inglés) propuesto por Wold (1985) utilizando el software Smartpls versión 3.2.8, este software es de uso frecuente en trabajos de capital intelectual e innovación (por ejemplo: Aramburu y Aramburu, 2015; Asiaei y Jusoh, 2017; Chen *et al.*, 2017; Costa *et al.*, 2014; Mura y Longo, 2013). A los ítems se les dio un carácter de reflectivos por ser un reflejo del constructo (variable) que las agrupa.

Considerando que los trabajos previos adicional a la intensidad tecnológica de sus actividades, seleccionaron para su estudio

empresas con 100 o más empleados (por ejemplo: Buenechea-Elberdin *et al.*, 2018; Kianto *et al.*, 2017), este estudio seleccionó como unidad de análisis las 16 plantas petroquímicas con más de 100 empleados que integran el clúster petroquímico de Altamira, Tamaulipas de acuerdo al Directorio estadístico nacional de unidades económicas también llamado DENUÉ por sus siglas (INEGI, 2018), de donde se obtuvieron 64 cuestionarios validados de empleados ubicados en mandos intermedios relacionados con la producción, por ejemplo: gerentes, jefes de área, supervisores, jefes de turno, encargados de departamento y encargados de área, de preferencia con una antigüedad mayor a 6 meses aplicándose un total de 4 cuestionarios por cada planta.

El levantamiento de la información se desarrolló de enero a junio de 2020, como no se pudo obtener un permiso oficial, el abordaje a los encuestados fue en la parte externa de las empresas garantizándoles el anonimato y enfatizando que la información era para fines académicos y estadísticos. Para mayor detalle de los encuestados se puede consultar la tabla 3.

Tabla 2. Constructos y medidas.

Constructo/	Ítem	
Capital humano (CH)		
Ch1	Nos consideramos altamente habilidosos en nuestros puestos	(Kianto <i>et al.</i> , 2017)
Ch2	Estamos altamente motivados en nuestro trabajo	
Ch3	Tenemos un alto nivel de experiencia en nuestro trabajo	
Ch4	Somos los mejores empleados de la industria	(Subramaniam y Youndt, 2005)
Ch5	Somos creativos y brillantes	
Ch6	Desarrollamos nuevas ideas y conocimiento.	
Capital estructural (CE)		
Ce1	Nuestra planta cuenta con sistemas de información eficientes para respaldar las operaciones diarias	(Kianto <i>et al.</i> , 2017)
Ce2	Nuestra planta tiene una gran cantidad de conocimientos útiles en documentos y bases de datos.	
Ce3	Los manuales, reglamentos y bases de datos existentes son fácilmente accesibles.	
Ce4	Mucho de nuestro conocimiento se encuentra documentado en manuales, reglamentos, bases de datos.	(Subramaniam y Youndt, 2005)
Ce5	La cultura organizacional está ampliamente difundida en la planta	

Capital relacional (CR)		
Cr1	Nuestra empresa y sus grupos de interés externos, como clientes, proveedores y socios, se entienden bien.	(Buenechea-Elberdin <i>et al.</i> , 2018)
Cr2	Nuestra empresa y sus grupos de interés externos colaboran con frecuencia para resolver problemas.	
Cr3	La cooperación entre nuestra empresa y sus partes interesadas externas funciona sin problemas.	
Cr4	Los empleados se apoyan para solucionar problemas	(Cabrilo y Dahms, 2018)
Cr5	La cooperación interna es cordial	
Innovación de procesos (IPROC)		
Iproc1	Los procesos son importantes en nuestra planta	(Prester <i>et al.</i> , 2016)
Iproc2	No tenemos dificultad en introducir nuevos procesos en nuestra planta.	
Iproc3	Somos pioneros desarrollando nuevos procesos en la industria	
Iproc4	Nuestra planta se mantiene a la vanguardia en procesos	
Iproc5	Frecuentemente introducimos procesos radicalmente diferente a los que utilizamos en nuestra planta	
Iproc6	Estamos aprendiendo procesos más novedosos en nuestra planta que nuestros competidores	

Fuente: elaboración propia en base a autores citados.

Tabla 3. Características de los encuestados.

Característica	Observaciones	Porcentaje
Sexo		
Hombre	47	74%
Mujer	17	26%
Área de trabajo		
Operaciones	38	59%
Administrativo	26	41%
Antigüedad en la empresa		
< 6 meses	12	25%
> 1 año	33	52%
> 5 años	19	23%

Fuente: elaboración propia en base a SPSS.

4. Resultados

Inicialmente se realizó una exploración de los datos recabados, asegurando no existieran valores ausentes (*missing values* en inglés) o valores atípicos o anómalos (*outliers* en inglés), como la técnica elegida no exige normalidad (Wendra *et al.*, 2019) se procedió a la parte explicativa-predictiva. El modelo de ecuaciones estructurales se llevó a cabo en tres etapas, en la primera se validaron los supuestos del modelo de medida (también llamado modelo externo), para posteriormente abordar el análisis del modelo estructural (también llamado modelo interno)

y por último se comprobó la bondad del ajuste del modelo.

En la primera etapa, el paso inicial fue revisar los valores de las cargas o pesos estandarizados en los 22 ítems utilizados para medir el capital intelectual y la innovación de procesos, depurándose los ítems Iproc6, Iproc5, Ce1, Cr5 en el orden escrito por no cumplir con el peso factorial mínimo de .700 sugerido por Hair *et al.* (2017); sin embargo, siguiendo a los mismos autores quienes señalan que aquellos con carga en un rango de 0.40 a 0.70 solo se deben eliminar si ayudan a la confiabilidad compuesta se decidió

conservar los ítems Iproc1, ch1, ch5. Al final 18 ítems con ponderaciones factoriales que oscilan entre 0.601 y 0.969 se conservaron en el modelo.

La fiabilidad en las escalas de medición fue validada con el Alfa de Cronbach, el índice de la fiabilidad compuesta (IFC) y la Varianza Media Extraída (AVE). Tanto el Alfa de Cronbach como la Fiabilidad compuesta alcanzaron valores superiores a .700 que van de la mano con los mínimos sugeridos por diversos autores (Hair *et al.*, 2017; Nunally y Bernstein, 1994). Respecto al AVE los valores están por encima del 0.50 cumpliendo con el mínimo aceptable (Fornell y Larcker, 1981).

Por último, para garantizar la validez del constructo se evaluó la validez discriminante buscando con esto tener la seguridad que las variables del modelo no presenten relación entre ellas. Para su comprobación se consideró el criterio de Fornell y Larcker

(1981), la evaluación de la matriz de cargas y cargas cruzadas (Barclay *et al.*, 1995) y el ratio de correlaciones Heterotrait-Monotrait también llamado HTMT (Henseler *et al.*, 2015) validando con esto que la raíz cuadrada del AVE de cada variable es mayor que la correlación que esta pudiera tener con otra variable.

En la tabla 4 se muestra un concentrado de lo analizado en el modelo de medida donde se puede destacar que los valores más elevados tanto de carga factorial en ítems, AVE, Alfa de Cronbach correspondieron a la variable capital estructural, en sentido inverso, la variable innovación de procesos obtuvo los valores inferiores, pero dentro de lo exigido para considerarse aceptable. Por otro lado, analizando la eliminación de ítems se observa que el capital humano no perdió ninguno de los ítems propuestos, el capital estructural y el capital relacional perdieron 1 ítem cada una y la variable innovación de procesos fue la que más ítems perdió con 2.

Tabla 4. Valores finales del modelo de medida.

Variable latente	Indicadores	Validez convergente		Criterios de calidad Consistencia interna		Validez discriminante
		Cargas	AVE	Fiabilidad compuesta	Alfa de Cronbach	
		>0.70	>0.50	>0.70	>0.70	HTMT
CH	ch1	0.681	0.593	0.896	0.893	Si (<.74)
	ch2	0.923				
	ch3	0.752				
	ch4	0.790				
	ch5	0.667				
	ch6	0.779				
CE	ce2	0.942	0.808	0.944	0.941	Si (<.83)
	ce3	0.802				
	ce4	0.969				
	ce5	0.873				
CR	cr1	0.754	0.709	0.907	0.906	Si (<.78)
	cr2	0.888				
	cr3	0.835				
	cr4	0.885				

IPROC	Iproc1	0.601	0.567	0.837	0.835	Si (<.82)
	Iproc2	0.841				
	Iproc3	0.810				
	Iproc4	0.736				

Fuente: elaboración propia en base a resultados de Smartpls.

En la segunda etapa se procedió con la valoración del modelo estructural. El análisis de la multicolinealidad del modelo presenta valores inferiores a 5 en sus 4 variables cumpliendo con este supuesto (Henseler *et al.*, 2014). El coeficiente de determinación o R^2 resultante fue de 0.385 (38.5%) y la R^2 ajustada fue de 0.354 (35.4%), de acuerdo Hair *et al.*, (2017) el grado en que el modelo propuesto explica la variable endógena se puede considerar débil aunque significativa.

Por último, se procedió a la evaluación de los coeficientes Path, respondiendo con ello a las Hipótesis 1, 2 y 3, las evidencias encontradas muestran que los capitales humano y estructural tienen un efecto positivo y significativo sobre la innovación de procesos. En sentido inverso al propuesto, el capital relacional tiene un efecto negativo sobre la innovación de procesos (para mayor detalle ver la tabla 5).

Tabla 5. Valoración del modelo estructural.

Relaciones (hipótesis)	Path	Valores t	Valores P	Intervalos de confianza 5%	Intervalos de confianza 95%	Significancia	Hipótesis
CH->IPROC	0.680***	5.502	0.000	0.500	0.905	SI	Aceptada
CE->IPROC	0.302*	1.667	0.048	-0.002	0.587	SI	Aceptada
CR->IPROC	-0.451	2.326	0.010	-0.774	-0.134	SI	Rechazada

*p<.05, **p<.01 y ***p<.001; ns: no significativo.

Fuente: Elaboración propia a partir de información generada en el software Smartpls.

Para la H4 que proponía una correlación entre los 3 componentes del CI, los resultados permiten confirmar esa suposición, los componentes del CI están correlacionados de forma positiva y significativa entre sí comprobándose con el estadístico t con

valores ≥ 1.96 complementado con los p valores ≤ 0.05 de cada relación entre los componentes del CI. En la tabla 6 se pueden ver las relaciones destacando por su intensidad la relación de los capitales relacional y estructural.

Tabla 6. Valores de la correlación.

Relaciones (hipótesis)	Path	Valores t	Valores P	Intervalos de confianza 5%	Intervalos de confianza 95%	Significancia
CH->CE	0.269**	2.724	0.003	0.123	0.447	SI
CR->CE	0.656***	7.644	0.000	0.506	0.783	SI
CR->CH	0.495***	4.189	0.000	0.300	0.685	SI

Fuente: Elaboración propia a partir de información generada en el software Smartpls.

En la última etapa se analizó el ajuste del modelo considerando el residual estandarizado de la raíz cuadrada media (*standardized root mean square residual*,

SRMR por sus siglas en inglés) mismo que adoptó un valor de 0.07, si se considera un buen ajuste cuando este indicador toma valores menores a 0.08 (Hu y Bentler, 1998)

se habla entonces en este caso de un modelo aceptable o verdadero.

En síntesis, de acuerdo con los resultados obtenidos los capitales humano y estructural tienen un efecto positivo y significativo en la innovación de procesos. En el caso del capital relacional no se encontró evidencia de sus efectos sobre la innovación de procesos. Por otro lado, queda en evidencia que los capitales humano, estructural y relacional se correlacionan entre sí, todo dentro de un modelo considerado como aceptable o verdadero.

5. Discusión

A pesar que varios estudios han comprobado una relación positiva entre los componentes del capital intelectual y la innovación (Alrowwad, 2020), este trabajo presenta particularidades ya que los resultados muestran estadísticamente que los capitales humano y estructural tienen un efecto positivo y significativo sobre la innovación de procesos alineándose con la literatura que ha medido estas variables (por ejemplo: Elsetouhi *et al.*, 2015; Prester *et al.*, 2016; Zhang *et al.*, 2017) así como aproximaciones que han medido el efecto del CI en otro tipo de innovaciones, llámese de producto (por ejemplo: Zhang *et al.*, 2018), de servicios (por ejemplo: Tsou *et al.*, 2016), organizacional (por ejemplo: Alshamsi *et al.*, 2019), individual (por ejemplo: Mura y Longo, 2013), entre otras. Lo anterior permite suponer que las habilidades, experiencia, motivación y creatividad de los trabajadores, así como el conocimiento que la empresa tiene documentado y al alcance de los empleados producen incuestionablemente una influencia favorable en los diversos tipos de innovación, incluida la innovación de procesos.

En el caso del capital relacional muestra un efecto negativo sobre la innovación de procesos, lo cual, aunque va en contra de lo propuesto por la investigación y del grueso de la literatura, existen trabajos que han obtenido el mismo resultado (por ejemplo: Xu *et al.*, 2019), en este caso se puede explicar porque estas empresas en su mayoría son inversiones de origen extranjero y muchas de sus relaciones con clientes, proveedores, entre otras, son a nivel corporativo en sus países de origen, esto va muy de la mano con lo dicho por Perez *et al.* (2014) quienes señalan una falta de vinculación de empresas transnacionales manufactureras ubicadas en Tamaulipas con proveedores y clientes locales.

Ahora bien, si se considera que Ansari *et al.* (2016) en su estudio de CI-innovación en un clúster petroquímico ubicado en Irán, con una metodología parcialmente similar si logró comprobar una relación positiva del capital relacional (como parte del CI) con el desempeño de la innovación, surge una primera conclusión que coincide con la de otros autores y es en el sentido que todavía falta mucho por comprender del tema (Buenechea-Elberdin, 2017; Dost *et al.*, 2016), por lo que se requiere seguir profundizando y contrastando evidencias.

Por último, el resultado de la H4 mostró los 3 componentes correlacionados de forma positiva y significativa como se esperaba en base a autores pioneros y al resultado de aproximaciones previas de CI-innovación. En otras palabras, los componentes se moverán en la misma dirección, sea en incremento o decremento.

6. Conclusiones

El objetivo de esta investigación fue analizar los efectos del capital intelectual en la innovación de la industria petroquímica del sur de Tamaulipas, México. El resultado

(exclusivo de las 16 empresas analizadas) se alinea parcialmente con lo propuesto por el grueso de la literatura, el capital intelectual a través de 2 de sus componentes (capitales humano y estructural) tuvo un efecto positivo y significativo en la innovación de procesos; sin embargo, su otro componente (capital relacional) no mostró un efecto positivo.

Por otro lado, con base en la literatura se comprobó una correlación positiva y significativa entre los componentes del capital intelectual, es decir, se mueven en una misma dirección por estar estrechamente ligados. No es difícil suponer que en la medida que las empresas capten un capital humano mejor calificado podrán surgir propuestas para mejorar sus manuales, políticas o reglamentos y a la vez se ampliarán las relaciones con su exterior.

Una conclusión en el campo de la gerencia es que al registrar el mayor peso el capital estructural se convierte en un soporte para aquellos nuevos gerentes que van ingresando en esta industria, es decir, no tienen que empezar desde el inicio si no con procedimientos o normas ya estructuradas y documentadas. Así mismo, considerando los resultados, este estudio adquiere importancia por la relocalización de empresas y por posibles aranceles que pudiera aplicar el gobierno de Estados Unidos, pudiendo hacer más eficientes y competitivas las empresas de este giro potencializando la innovación mediante el capital intelectual les dará mayor oportunidad en este escenario de incertidumbre.

Las contribuciones de este trabajo van en dos vertientes, en el campo del conocimiento presenta un instrumento confiable y validado para medir la relación entre el capital intelectual a través de sus componentes y la innovación de procesos, así mismo amplía el conocimiento de la relación CI-innovación. Por el lado práctico evidencia en las empresas

objeto de estudio la importancia de gestionar y desarrollar su capital intelectual ya que de acuerdo a los resultados representa un motor para la innovación. A nivel gubernamental sugiere que se deben establecer políticas industriales que propicien el CI como una vía para detonar la innovación en las empresas.

Entre las limitaciones de este estudio se puede mencionar que no se contó con un permiso oficial de las empresas que hubiera permitido ampliar la información. Una segunda limitante es que los resultados corresponden al año 2020 lo que debe considerarse al momento de consultar este trabajo. Por último, una tercera limitante es el tamaño reducido de la muestra, esto sumado a que el 25% de los encuestados no cumplían con la condición de tener una antigüedad mayor de 6 meses puede etiquetar el estudio como únicamente un acercamiento al fenómeno. Con la finalidad de poder contrastar resultados se sugiere para futuras líneas de investigación abordar este tipo de relación en clústers similares en países con las características de México.

Referencias

- Agostini, Lara, y Nosella, Anna (2017), Enhancing radical innovation performance through intellectual capital components. *Journal of Intellectual Capital*, Año 18, No.4, Reino Unido, Emerald Publishing Limited, pp 789–806.
- Agostini, Lara; Nosella, Anna y Filippini, Roberto (2017), Does intellectual capital allow improving innovation performance? A quantitative analysis in the SME context. *Journal of Intellectual Capital*, Año 18, No. 2, Reino Unido, Emerald Publishing Limited, pp 400–418.
- Al-Jinini, Dina; Dahiyat, Samer y Bontis, Nick (2019), *Intellectual capital*,

- entrepreneurial orientation, and technical innovation in small and medium-sized enterprises. *Knowledge and Process Management*, Año 26, No.2, Estados Unidos de América, John Wiley & Sons Ltd., pp 69–85.
- Aljuboori, Z.M.; Singh, H.; Haddad, H.; Al-Ramahi, N.M.; Ali, M.A. (2021). Intellectual Capital and Firm Performance Correlation: The Mediation Role of Innovation Capability in Malaysian Manufacturing SMEs Perspective. *Sustainability*, 14, 154. <https://doi.org/10.3390/su14010154>
- Ali, Hasrati; Rahman, Abdul; Nurdasila, Darsono y Sofyan, Idris (2019), Contribution of intellectual capital strategic readiness and government innovation. *Opción*, Año 35, No.23, Venezuela, Universidad de Zulia, pp 1253–1276.
- Ali, Mostafa A., Nazimah Hussin, Hossam Haddad, Reem Al-Araj, and Ibtihal A. Abed. (2021). A Multidimensional View of Intellectual Capital: The Impact on Innovation Performance. *Journal of Open Innovation: Technology, Market, and Complexity* 7: 1–27. [
- Allameh, Sayyed (2018), Antecedents and consequences of intellectual capital: The role of social capital, knowledge sharing and innovation. *Journal of Intellectual Capital*, Año 19, No.5, Reino Unido, Emerald Publishing Limited, pp 858–874.
- Al Mehrez, A. A., Alshurideh, M., Al Kurdi, B., & Salloum, S. A. (2020, October). Internal Factors Affect Knowledge Management and Firm Performance: A Systematic Review. *In International Conference on Advanced Intelligent Systems and Informatics* (pp. 632-643). Springer, Cham.
- Alrowwad, Ala. (2020). Innovation and Intellectual Capital as Intermediary Variables among Transformational Leadership, Transactional Leadership, and Organizational Performance. *Journal of Management Development* 39: 196–222.
- Alshamsi, Saif; Isaac, Osama y Bhaumik, Amya (2019), Effect of transformational leadership on intellectual capital and organizational innovation. *International Journal on Emerging Technologies*, Año 10, No.1a, Alemania, pp 66–76.
- Al Suwaidi, F., Alshurideh, M., Al Kurdi, B., & Salloum, S. A. (2020). The impact of innovation management in SMEs performance: A systematic review. *In International Conference on Advanced Intelligent Systems and Informatics* (pp. 720-730). Springer, Cham.
- Alves, H., Cepeda-Carrion, I., Ortega-Gutierrez, J. and Edvarsoon, B. (2020), “The role of intellectual capital in fostering SD-Oriented and firm performance”, *Journal of Intellectual Capital*, Vol. 22 No. 1, pp. 57-75.
- Ansari, Reza; Barati, Azar y Sharabiani, Ali (2016), The role of dynamic capability in intellectual capital and innovative performance. *International Journal of Innovation and Learning*, Año 20, No.1, Reino Unido, Inderscience Publishers, pp 47-67
- Aramburu, Nekane, y Josune, Saenz (2015), Structural capital, innovation capability, and size effect: An empirical study. *Journal of Management & Organization*, Año 17, No.03, Reino Unido, Cambridge University Press, pp 307–325.

- Asiaei, Kaveh y Jusoh, Ruzita (2017), Using a robust performance measurement system to illuminate intellectual capital. *International Journal of Accounting Information Systems*, Año 26, No. 2017, Reino Unido, Elsevier Ltd., pp 1–19.
- Barclay, Donald; Higgins, Charles y Thompson, Ron (1995), The partial least squares (PLS) approach to causal modeling: personal computer adoption and use as an illustration. *Technology Studies, Special Issue on Research Methodology*, Año 2, No.2, Estados Unidos de América, Epsilon Pi Tau Inc., pp 285–309.
- Barkat, Waseem; Beh, Loo-See; Ahmed, Adeel y Ahmed, Riaz (2018), Impact of intellectual capital on innovation capability and organizational performance: An empirical investigation. *Serbian Journal of Management*, Año13, No.2, Serbia, University of Belgrade, pp 365–379.
- Bontis, Nick (1998), Intellectual capital: An exploratory study that develops measure and models. *Management Decision*, Año36, No.2, Reino Unido, Emerald Group Publishing Ltd., pp 63–76.
- Bontis, Nick (1999), Managing organizational knowledge by diagnosing intellectual capital: Framing and advancing the state of the field. *International Journal of Technology Management*, Año18, No.5, Reino Unido, Inderscience Enterprises Ltd., pp 433–462.
- Bontis, Nick (2001), Assessing knowledge assets: A review of the models used to measure intellectual capital. *International Journal of Management Reviews*, Año3, No.1, Reino Unido, Blackwell Publishing Inc., pp 41–60.
- Bontis, Nick; Chong, William y Richardson, Stanley (2000), Intellectual capital and business performance in Malaysian industries. *Journal of Intellectual Capital*, Año 1, No.1, Reino Unido, Emerald Publishing Limited, pp 85–100.
- Boudlaie, H., Mahdiraji, H.A., Shamsi, S., Jafari-Sadeghi, V. and Garcia-Pereze, A. (2020), “Designing a human resource scorecard: an empirical stakeholder-based study with a company culture perspective”, *Journal of Entrepreneurship, Management and Innovation*, Vol. 16 No. 4, pp. 113-147.
- Brooking, Annie (1997), El capital intelectual. El principal activo de las empresas del tercer milenio. Barcelona, España, Paidós.
- Buenechea-Elberdin, Marta (2017), Structured literature review about intellectual capital and innovation. *Journal of Intellectual Capital*, Año18, No.2, Reino Unido, Emerald Publishing Limited, pp 262–285.
- Buenechea-Elberdin, Marta; Kianto, Aino y Sáenz, Josune (2018), Intellectual capital drivers of product and managerial innovation in high-tech and low-tech firms. *R and D Management*, Reino Unido, Blackwell Publishing Inc., Año48, No.3, pp 290–307.
- Buenechea-Elberdin, Marta; Sáenz, Josune y Kianto, Aino (2017), Exploring the role of human capital, renewal capital and entrepreneurial capital in innovation performance in high-tech and low-tech firms. *Knowledge Management Research and Practice*, Año15, No.3, Reino Unido, Palgrave Macmillan Ltd., pp 369–379.

- Buenechea-Elberdin, Marta; Sáenz, Josune y Kianto, Aino (2018), Knowledge management strategies, intellectual capital, and innovation performance: a comparison between high- and low-tech firms. *Journal of Knowledge Management*, Año22, No.8, Reino Unido, Emerald Group Publishing Ltd., pp 1757–1781.
- Cabrilo, Slađana y Dahms, Sven (2018), How strategic knowledge management drives intellectual capital to superior innovation and market performance. *Journal of Knowledge Management*, Año22, No.3, Reino Unido, Emerald Group Publishing Ltd., pp 621–648.
- Chen, Xiayu; Huang, Qian y Davison, Robert (2017), Economic and Social Satisfaction of Buyers on Consumer-to-Consumer Platforms: The Role of Relational Capital. *International Journal of Electronic Commerce*, Año21, No.2, Estados Unidos de América, M.E.Sharpe, pp 219–248.
- Coordinación General de Puertos y Marina Mercante (2019), Puerto Altamira. recuperado de: https://www.puertoaltamira.com.mx/upl/sec/Presentacion_General_APIALT_2019.pdf. fecha de consulta 2 de junio de 2020.
- Costa, Ricardo; Fernández-Jardon Carlos y Figueroa Pedro (2014), Critical elements for product innovation at Portuguese innovative SMEs: An intellectual capital perspective. *Knowledge Management Research and Practice*, Año 12, No.3, Reino Unido, Palgrave Macmillan Ltd., pp 322–338.
- Delgado-Verde, Miriam; Martín De Castro, Gregorio; Navas-López, José y Amores-Salvadó, Javier (2014), Vertical relationships, complementarity and product innovation: An intellectual capital-based view. *Knowledge Management Research and Practice*, Año12, No.2, Reyno Unido, Palgrave Macmillan Ltd., pp 226–235.
- Dost, Mir; Arshad, Muhammad y Afsar, Bielal (2018), The Influence of Entrepreneurial Orientation on Types of Process Innovation Capabilities and Moderating Role of Social Capital. *Entrepreneurship Research Journal*, Año 8, No.4, Alemania, de Gruyter, pp 1–15.
- Dost, Mir; Badir, Yuosre; Ali, Zeeshan y Tariq, Adeel (2016), The impact of intellectual capital on innovation generation and adoption. *Journal of Intellectual Capital*, Año17, No.4, Reino Unido, Emerald Publishing Limited, pp 675–695.
- Edvinson, Leif y Malone, Michael (1999), El capital intelectual: Como identificar y calcular el valor inexplorado de los recursos intangibles de su empresa. España, Gestión 2000.
- Edvinsson, Leif (1997), Developing intellectual capital at Skandia. *Long Range Planning*, Año 30, No.3, Reino Unido, Elsevier Ltd., pp 366–373.
- Edvinsson, Leif y Malone, Michael (1997), *Intellectual Capital: Realizing your company's true value by finding its hidden roots*. New York, Harper Collins.
- Elssetouhi, Ahmed; Elbeltagi, Ibrahim y Haddoud, Mohamed (2015), Intellectual Capital and Innovations: Is Organisational Capital a Missing Link in the Service Sector?. *International Journal of Innovation Management*, Singapore, World Scientific Publishing

Co, Año 18, No.02, pp 1-29

Ferreira, Jorge, Arnaldo Coelho, and Luiz Moutinho (2020). Dynamic Capabilities, Creativity and Innovation Capability and Their Impact on Competitive Advantage and Firm Performance: The Moderating Role of Entrepreneurial Orientation. *Technovation* 92:102061.

Fornell, Claes y Larcker, David (1981), Evaluating structural equation models with unobservable variables and measurement error. *Journal of Marketing Research*, Año 18, No.1, Estados Unidos de América, SAGE journals, pp 39-50.

Gao, James, y Bernard, Alain (2017), An overview of knowledge sharing in new product development. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, Año 94, No.5-8, Alemania, Springer Verlag, pp 1545–1550.

Gobierno del Estado. (2020). Sectores Estratégicos. Recuperado de: <https://www.tamaulipas.gob.mx/desarrolloeconomico/sectores-estrategicos/>. fecha de consulta 1 de junio de 2020.

Goel, Rajeev, y Nelson, Michael (2018), Determinants of process innovation introductions: Evidence from 115 developing countries. *Manage Decis Econ.*, Año 39, No. 5, Estados Unidos de América, John Wiley & Sons Inc., pp 515-525.

Hair, Joseph; Hult, Tomas; Ringle, Christian y Sarstedt, Marko (2017). A primer on partial least squares structural equation modeling (PLS-SEM). Estados Unidos de América, Sage publications.

Henseler, Jorg; Dijkstra, Theo; Sarstedt, Marko; Ringle, Christian; Diamantopoulos, Adamantios; Straub,

Detmar; Ketchen, David; Hair, Joseph; Hult, Tomas y Calantone, Roger (2014), Common Beliefs and Reality About PLS: Comments on Rönkkö and Evermann (2013). *Organizational Research Methods*, Año17, No.2, Estados Unidos de América, SAGE Publications, pp 182–209.

Henseler, Jorg; Ringle, Christian y Sarstedt, Marko (2015), A new criterion for assessing discriminant validity in variance-based structural equation modeling. *Journal of the Academy of Marketing Science*, Año43, No.1, Alemania, Springer, pp 115–135.

Hu, Li-tze, y Bentler, Peter (1998), Fit Indices in Covariance Structure Modeling: Sensitivity to Underparameterized Model Misspecification. *Psychological Methods*, Año 3, No.4, Estados Unidos de América, American Psychological Association, pp 424–453.

INEGI. (2018). Directorio Estadístico Nacional de Unidades Económicas. Recuperado de <http://www.beta.inegi.org.mx/app/mapa/denue/>. fecha de consulta 1 de junio de 2020.

Iqbal, Amjad; Latif, Fawad; Marimon, Frederic; Sahibzada, Umar y Hussain, Saddam (2019), From knowledge management to organizational performance: Modelling the mediating role of innovation and intellectual capital in higher education. *Journal of Enterprise Information Management*, Año32, No.1, Reino Unido, Emerald Group Publishing Ltd., pp 36–59.

Ivinic, F.;Zemla, S., y Zemla, N. (2025).The Relationship between Intellectual Capital and Innovations. *Athens Journal of Business & Economics*. 11(2).

- Jardon, Carlos (2018), Moderating effect of intellectual capital on innovativeness in Latin American subsistence small businesses. *Knowledge Management Research and Practice*, Año 16, No. 1, Reino Unido, Palgrave Macmillan Ltd., pp 134–143.
- Jardon, Carlos y Martos, Maria (2012), Intellectual capital as competitive advantage in emerging clusters in Latin America. *Journal of Intellectual Capital*, Año 13, No.4, Reino Unido, Emerald Publishing Limited, pp 462–481.
- Kanaan, R.K., Obeidat, U.N., Obeidat, B.Y., Al-Zu'bi, M.O., & Abuhashesh, M. (2020). The effect of intellectual capital on competitive advantage in the Jordanian Telecommunication Sector. *Journal of Business & Management (COES&RJBM)*, 8(1), 1-19.
- Kianto, Aino; Sáenz, Josune y Aramburu, Nekane (2017), Knowledge-based human resource management practices, intellectual capital and innovation. *Journal of Business Research*, Año 81, Países Bajos, Elsevier BV, pp 11–20.
- Kym H, Moon Y (2021) *A Study on the Model Development for Intellectual Capital Valuation*. Available at: <https://aisel.aisnet.org/cgi/viewcontent.cgi?article=1071&context=iceb2003>.
- Kousar, Shazia; Zafar, Mahwish; Batool, Syeda y Sajjad, Ali (2019), The mediating role of absorptive capacity in the relationship between intellectual capital and organizational innovation in higher education institutes of Punjab, Pakistan. *Pakistan Journal of Commerce and Social Science*, Pakistán, Johar Education Society Pakistan, Año 13, No.3, pp 656–679.
- Martos, Maria; Fernandez-jardon, Carlos, y Figueroa, Pedro (2008), Evaluación y relaciones entre las dimensiones del capital intelectual : El caso de la cadena de la madera de Oberá (Argentina). *Intangible Capital*, Año 4, No.2, España, Intangible Capital, pp 67–101.
- Mostafa A., Nazimah Hussin, Hakeem Hammood Flayyih, Hossam Haddad, NidalMahmoud Al-Ramahi, Tareq Hammad Almubaydeen, Sahraa Anwer Hussein, and Areej Saad Hasan Abunaila. (2023), A Multidimensional View of Intellectual Capital and Dynamic Innovative Performance. *Journal of Risk and Financial Management* 16: 139. <https://doi.org/10.3390/jrfm16030139>
- Mura, Matteo y Longo, Mariolina (2013), Developing a tool for intellectual capital assessment: An individual-level perspective. *Expert Systems*, Año 30, No.5, Reino Unido, Blackwell Publishing Inc., pp 436–450.
- Murillo, Marisol; España, Norma y Chávez, Moisés (2022). Factor de Influencia en la Conformación del Capital Intelectual y su Impacto en la Innovación en Pymes Familiares. *Revista de Investigación Académica Sin Frontera: Facultad Interdisciplinaria de Ciencias Económicas Administrativas-Departamento de Ciencias Económico Administrativas-Campus Navojoa*, (38).
- Nahuat, B. (2020). Influencia del capital intelectual en la innovación: una perspectiva al nivel del individuo. *Nova scientia*, 12(25).
- Nahuat, B., & Ochoa, M. L. (2020). Capital intelectual y su relación con la innovación: una revisión

- de la literatura. *Revista de Psicología y Ciencias Del Comportamiento de La Unidad Académica de Ciencias Jurídicas y Sociales*, 11(2), 196-213. DOI: [10.29059/rpcc.20201215-124](https://doi.org/10.29059/rpcc.20201215-124)
- Nahuat, B. y Rodríguez, M. (2022). Efectos del capital intelectual en la innovación. El caso de la industria manufacturera del sur de Tamaulipas. *Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica*. 10(56).
- Nejjari, Zakarai y Aamoum, Hanane (2020), Intellectual capital as a generator of innovation in companies: A systematic review. *Humanities and Social Sciences Reviews*, Año 8, No.1, India, GIAP Journals, pp 464–479.
- Nguyen, Duy (2018), The impact of intellectual capital and knowledge flows on incremental and radical innovation: Empirical findings from a transition economy of Vietnam. *Asia-Pacific Journal of Business Administration*, Año 10, No. 2/3, Reino Unido, Emerald Group Publishing Ltd., pp 149–170.
- Nunally, Jum y Bernstein, Ira (1994). *Psychometric Theory*. New York, Mc Graw-Hill.
- Obeidat, Bader.; Tarhini, Ali; Ra', Ed Masa' y Osama, Noor (2017), The impact of intellectual capital on innovation via the mediating role of knowledge management: a structural equation modelling approach. *International Journal of Knowledge Management Studies*, Año 8, No. 3/4, Reino Unido, Inderscience Publishers, pp. 273-298
- Obeidat, U., Obeidat, B., Alrowwad, A., Alshurideh, M., Masadeh, R., & Abuhashesh, M. (2021). The effect of intellectual capital on competitive advantage: The mediating role of innovation. *Management Science Letters*, 11(4), 1331-1344.
- OCDE. (2005). Oslo Manual. Suiza, OECD y Eurostat.
- Ochoa, Roberto; Cogco Rogelio y Pérez, Jorge (2014). La flexibilidad contractual de la industria petroquímica del sur de Tamaulipas y la precariedad laboral: Estudio de caso de la industria DMT-Miramar (1994-2008). In M. Á. Porrúa (Ed.), *Los retos de la política Industrial ante la reconfiguración espacial en México* (Primera, pp. 67–95). México, D. F., MAPorrúa.
- OECD (2005). *OECD Science, Technology and Industry Scoreboard*. Recuperado de: https://doi.org/10.1787/sti_scoreboard-2005-en. fecha de consulta 5 de enero de 2020.
- Patky, J., y Pandey, S. K. (2020). Does Flexibility in Human Resource Practices Increase Innovation? Mediating Role of Intellectual Capital. *South Asian Journal of Human Resources Management*, 7(2), 257–275. <https://doi.org/10.1177/2322093720934243>
- Perez, Jorge; Ceballos, Guadalupe y Cogco, Rogelio (2014). Los retos de la política industrial ante la reconfiguración espacial en México. Ciudad de México, MAPorrúa.
- Prester, Jasna; Podrug, Najla y Darabos, Maja (2016), Four-Component Model of Intellectual Capital and its Impact on Process and Product Innovations. Italia, In Proceedings of the 8th European conference on Intellectual Capital ECIC

- 2016, Academic Conferences and Publishing International Limited Reading.
- Rehman, S.U., Ashfaq, K., Bresciani, S., Giacosa, E. and Mueller, J. (2023), "Nexus among intellectual capital, interorganizational learning, industrial Internet of things technology and innovation performance: a resource-based perspective", *Journal of Intellectual Capital*, Vol. 24 No. 2, pp. 509-534. <https://doi.org/10.1108/JIC-03-2021-0095>
- Reynaldi, D., & Wijaya, C. (2022). The Influence of Intellectual Capital and Innovation on the Performance of SOEs in the Banking Sector in Indonesia. *Technium Soc. Sci. J.*, 36, 86.
- Roos, Göran y Roos, Johan (1997), Measuring your company's intellectual performance. Long Range Planning, Año 30, No.3, Reino Unido, Elsevier Ltd., pp 413-426.
- Roos, Göran; Bainbridge, Alain y Jacobsen, Kristine (2001), Intellectual capital analysis as a strategic tool. *Strategy & Leadership*, Año 29, No.4, Reino Unido, Emerald Group Publishing Ltd., pp 21-26.
- Saengon, P. (2020). The influence of structural capital, rational capital and innovation performance on the knowledge related to HRM practices in pharmacy business in Thailand: mediating role of human capital. *Systematic Reviews in Pharmacy*, 11(1).
- Sanchez-Baez, Edgar; Fernandez-Serrano, Jose y Romero, Isidoro (2018), Personal values and entrepreneurial attitude as intellectual capital: impact on innovation in small enterprises. *Amfiteatru Economic*, Año 20, No.49, Rumania, Academy of Economic Studies, pp 771-787.
- Schumpeter, Joseph Alois (1934). *The Theory of Economic Development: An inquiry into profits, capital, credit, interest and the business cycle*. Estados Unidos de América, Harvard University Press.
- Serenko, Alexander y Bontis, Nick (2004), Meta-review of knowledge management and intellectual capital literature: Citation impact and research productivity rankings. *Knowledge and Process Management*, Año 11, No.3, Estados Unidos de América, John Wiley & Sons, Ltd., pp 185-198.
- Subramaniam, Mohan y Youndt, Mark (2005), The Influence of Intellectual Capital on the Types of Innovative Capabilities. *Academy of Management Journal*, Año 48, No.3, Estados Unidos de América, Academy of Management, pp 450-463.
- Sveiby, Karl (1997). *The new organizational wealth: managing and measuring intangible asset*. Estados Unidos de América, Berrett-Koehler Publishers.
- Tsou, Hung-Tai; Chen, Ja-Shen y Liao, Shih (2016), Enhancing intellectual capital for e-service innovation. *Innovation: Management, Policy and Practice*, Año 18, No.1, Reino Unido, Taylor & Francis, pp 30-53.
- Wendra, Wendra; Sule, Ernie; Joeliaty, Joeliaty y Azis, Yudi (2019), Exploring dynamic capabilities, intellectual capital and innovation performance relationship: Evidence from the garment manufacturing. *Business: Theory and Practice*, Año 20, No. 2019, Lituania,

Vilnius Gediminas Technical University,
pp 123–136.

Wold, Herman (1985). *Partial Least Squares*.
New York, Wiley.

Xu, Jian; Shang, Yue; Yu, Weizhen y Liu,
Feng (2019), Intellectual capital,
technological innovation and firm
performance: Evidence from China's
manufacturing sector. *Sustainability*
(Switzerland), Año 11, No.19, Suiza,
Elsevier BV, pp 1–16.

Zhang, Min; Lettice, Fiona y Pawar, Kulwant
(2019), Effects of intellectual capital and
university knowledge in indigenous
innovation: evidence from Indian SMEs.
Production Planning and Control, Año
30, No. 10-12, Reino Unido, Taylor &
Francis, pp 799–812.

Zhang, Min; Qi, Yinan y Guo, Hangfei
(2017), Impacts of intellectual capital on
process innovation and mass
customisation capability: direct and
mediating effects. *International Journal
of Production Research*, Año 55, No.23,
Reino Unido, Taylor & Francis, pp
6971–6983.

Zhang, Min; Qi, Yinan; Wang, Zhiqiang;
Pawar, Kulwant y Zhao, Xiande (2018),
How does intellectual capital affect
product innovation performance?
Evidence from China and India.
*International Journal of Operations &
Production Management*, Año 38, No. 3,
Reino Unido, Emerald Group Publishing
Ltd., pp 1–41.



Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica

Página principal: www.riit.com.mx

Extracto polifenólico de hojas de mango (*Mangifera indica* L.): Caracterización y actividad antifúngica *in vitro*

Polyphenolic extract of mango leaves (*Mangifera indica* L.): Characterization and *in vitro* antifungal activity

Domínguez-Ruvalcaba, J.E., Calderón-Santoyo, M., González-Gutiérrez, K.N., Ragazzo-Sánchez, J.A.*

Laboratorio Integral de Investigación en Alimentos, Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Tepic, Av. Tecnológico 2595, Tepic, Nayarit, C.P. 63175, México.

jeemdominguezru@ittec.edu.mx; mcalderon@tecni.mx; kanagonzalezgu@ittec.edu.mx; jragazzo@tecni.mx*

Innovación tecnológica: Obtención de un extracto polifenólico a partir de hojas de mango.

Área de aplicación industrial: Obtención de fungicidas naturales.

Recibido: 24 octubre 2024

Aceptado: 20 mayo 2025

Abstract

The growing search for natural and environmentally friendly fungicides has led to research into the use of agro-industrial by-products. Mango leaves, obtained from orchard pruning, are an important source of high biological value compounds (HBVC) with possible antifungal activity. This study aimed to evaluate the feasibility of using a mango leaf extract obtained by ultrasound to inhibit phytopathogens that infect fruits of commercial interest. To obtain the extract, ultrasound was applied at different extraction times (10, 20, and 30 min) and the antioxidant capacity, total soluble phenols, and total flavonoids were evaluated. The phytochemical identification of the extract was performed with an HPLC-UV/VIS and the antifungal activity against *Penicillium digitatum* and *Botrytis cinerea* was assessed. The extraction for 30 min allowed obtaining a higher quantity of polyphenols (305.92 ± 3.52 mg. eq. trolox, 141.35 ± 3.18 mg GAE, 18.95 ± 0.66 mg. eq. rutin, for antioxidant capacity, total soluble phenols and total flavonoids, respectively). The compounds identified were mangiferin and chlorogenic, hydroxybenzoic, caffeic, and coumaric acids. A

complete inhibition of *P. digitatum* and *B. cinerea* was obtained at concentrations of 20.51 and 9.35 mg/mL of extract, respectively. Mango leaf extract is an important source of CAVB with good antifungal capacity against fungi of commercial interest. This suggests its potential use as a natural alternative to conventional fungicides, offering a safe option for fruit treatment in the postharvest stage.

Keywords: Agroindustrial byproduct, Antifungal capacity, Phytochemical composition, Ultrasound-assisted extraction.

Resumen

La creciente búsqueda de fungicidas naturales y amigables con el ambiente ha causado que las investigaciones se dirijan hacia el aprovechamiento de los subproductos agroindustriales. Las hojas de mango, obtenidas de la poda de los huertos, son una fuente importante de compuestos de alto valor biológico (CAVB) con posible actividad antifúngica. El objetivo del estudio fue evaluar la viabilidad del uso de un extracto de hojas de mango obtenido por ultrasonido en la inhibición de fitopatógenos que infectan frutos de interés comercial. Para obtener el extracto se aplicó ultrasonido a diferentes tiempos (10, 20 y 30 min) y se evaluó la capacidad antioxidante, fenoles solubles totales y flavonoides totales. La identificación fitoquímica del extracto se realizó mediante HPLC-UV/VIS y se evaluó la actividad antifúngica frente a *Penicillium digitatum* y *Botrytis cinerea*. La extracción por 30 min permitió obtener mayor cantidad de polifenoles (305.92 ± 3.52 mg. eq. trolox, 141.35 ± 3.18 mg EAG y 18.95 ± 0.66 mg eq. rutina, para capacidad antioxidante, fenoles solubles totales y flavonoides totales, respectivamente). Los compuestos identificados fueron mangiferina y el ácido clorogénico, hidroxibenzoico, cafeico y cumárico. Se obtuvo una inhibición total de *P. digitatum* y *B. cinerea* a concentraciones de 20.51 y 9.35 mg/mL de extracto, respectivamente. El extracto de hojas de mango es una fuente importante de CAVB con buena capacidad antifúngica contra hongos de interés comercial. Esto sugiere su potencial uso como una alternativa natural a los fungicidas convencionales, ofreciendo una opción segura para el tratamiento de frutos en la etapa de poscosecha.

Palabras clave: Capacidad antifúngica, Composición fitoquímica, Extracción asistida por ultrasonido, Subproducto agroindustrial.

1. Introducción

México es un importante productor de mango a nivel mundial, donde el 90% de su superficie sembrada se encuentra en Chiapas, Guerrero, Oaxaca y Nayarit (1). Por cultivar se obtienen cerca de 58 kg de hojas secas (2). A estas hojas se les han identificado compuestos de alto valor biológico (CAVB). Los CAVB pueden ser enzimas,

microorganismos y metabolitos secundarios con actividad biológica benéfica en los seres vivos (3). Algunos de los metabolitos que se encuentran en las hojas de mango son compuestos fenólicos como benzofenonas, flavonoides, terpenoides y xantonas (4). Existen técnicas mediante las cuales se pueden aislar estos compuestos, como los métodos de extracción modernos (5). Entre

las tecnologías de extracción destaca la extracción asistida por enzimas, microondas y por ultrasonido (EAU) (6). Estas tecnologías presentan ventajas, como la reducción en el uso de disolvente, un menor tiempo de extracción y mayor rendimiento en comparación con los métodos de extracción convencionales.

La EAU crea ondas que viajan a través del disolvente, las cuales producen ciclos de compresión y expansión que inducen el fenómeno de cavitación (7). La cavitación genera microburbujas que al exceder un diámetro crítico explotan y aumentan la temperatura del medio (8). Este fenómeno logra fragmentar y generar poros en la célula vegetal, provocando una mayor difusión de solutos al solvente de extracción (9,10). Al variar las condiciones de frecuencia, potencia, temperatura y polaridad del disolvente, varía la cantidad y calidad de los CAVB obtenidos (10).

Los compuestos fenólicos reportados en las hojas de mango son efectivos para inhibir el crecimiento de bacterias y hongos fitopatógenos (11). Recientemente, se ha utilizado un extracto acuoso y etanólico para inhibir el crecimiento micelial de *Penicillium oxalicum* (12). Los compuestos fenólicos pueden causar la despolimerización de la membrana plasmática, fuga del citoplasma y daño al material genético, ocasionando la muerte del hongo fitopatógeno (13). Sin embargo, no existen reportes sobre la efectividad de los compuestos fenólicos presentes en las hojas de mango frente a hongos como *Penicillium digitatum* y *Botrytis cinerea*. La exploración del potencial antifúngico del extracto de hojas de mango contra estos patógenos es importante debido a que *P. digitatum* y *B. cinerea* son los responsables de la enfermedad del moho verde (14) y moho gris (15) en frutos de naranja y arándano, respectivamente. Estas enfermedades generan grandes desperdicios,

pérdidas poscosecha y disminución de la calidad de la fruta, lo que se traduce en grandes pérdidas económicas. Para solucionar este creciente problema, es importante investigar métodos de control de fitopatógenos poscosecha novedosos, no tóxicos y ecológicos. Por lo tanto, la investigación tuvo como objetivo obtener un extracto de hojas de mango y evaluar su capacidad para inhibir el crecimiento de *P. digitatum* y *B. cinerea*, en frutos de importancia económica a nivel mundial.

2. Materiales y métodos

2.1 Material vegetal

Las hojas de mango var. Ataulfo fueron recolectadas en huertos ubicados en estación Pani (Nayarit, México, latitud 21.736944, longitud -105.006111). Las hojas fueron limpiadas, lavadas y deshidratadas en un horno convectivo (Nova Tech, CA-550, Jalisco, México) a 40 °C por 24 h. Después, las hojas se pulverizaron con un molino eléctrico (Gustark, 2000, Ciudad de México, México). El polvo se tamizó en una malla 100 (0.150 mm) y se almacenó a temperatura ambiente.

2.2 Obtención del extracto de hojas de mango mediante extracción asistida por ultrasonido (EAU)

El extracto de hojas de mango se obtuvo mediante EAU con un baño de ultrasonido Kendal (CD4820, Eaton Sacon, Reino Unido). La muestra en polvo se mezcló con etanol-agua (4:1) en una relación 1:10 (g de muestra:mL solvente). La muestra se trató por 10, 20 y 30 min a 25 ± 1 °C y 42 kHz. Para la separación del solvente y la muestra, el extracto obtenido se filtró con un papel Wattman # 100 y con una bomba de vacío. Por último, al filtrado se le removió el solvente con un rota-evaporador de vacío a 55 ± 1 °C (RV10 Basic, IKA, Staufen, Alemania). Para determinar el rendimiento de extracción, la muestra se secó en una

termobalanza (MA35, Sartorius, Gotinga, Alemania) y se calculó de acuerdo a la ecuación 1 (16). Para las siguientes determinaciones se utilizó el extracto húmedo.

$$\text{Rendimiento (\%)} = \frac{\text{Sólidos solubles}}{\text{Gramos de muestra}} * 100 \quad (\text{Ec. 1})$$

2.3 Determinación fitoquímica del extracto de hojas de mango

2.3.1 Determinación de la actividad de radicales libres ABTS⁺

El ensayo de ABTS⁺ se realizó de acuerdo al método descrito por (17). La solución madre de radical ABTS⁺ a 7mM de reactivo (2, ácido 2'-azino-bis-3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic) con 2.45 mM de persulfato de potasio, se mantuvo en oscuridad por 16 horas. La solución madre se diluyó en agua desionizada y se ajustó a una absorbancia de 0.70 ± 0.020 a 734 nm. Después, 50 μ L de extracto se mezclaron con 950 μ L de la solución de trabajo ABTS⁺ y se almacenó en oscuridad por 8 min. Los valores de absorbancia se midieron a 734 nm usando un espectrofotómetro (Cary 50 Bio UV-VIS, Varían, Sídney, Australia). Los resultados se expresaron como mg equivalentes de trolox. Por otra parte, se determinó el valor de la concentración inhibitoria 50 (CI₅₀), la cual se definió como la concentración de extracto de hoja de mango (mg/mL) necesaria para alcanzar el 50% de actividad antioxidante. La CI₅₀ se determinó a partir de la ecuación de regresión lineal de la curva que representa la actividad antioxidante frente a la concentración de la muestra (18).

2.3.2 Determinación de fenoles solubles totales

Los compuestos fenólicos se determinaron mediante un método espectrofotométrico (19). Una alícuota de 50 μ L de cada tiempo de extracción se mezcló con 1 mL de agua desionizada y 0.5 mL de reactivo de Folin-

Ciocalteu. Posteriormente, se le añadieron 2.5 mL de solución de carbonato de sodio (Na₂CO₃) al 20%. La mezcla se dejó en oscuridad durante 20 min. Se midió la absorbancia a 735 nm usando un espectrofotómetro. Se realizó una curva de calibración con ácido gálico (0.05-0.5 mg/mL) para cuantificar los compuestos fenólicos presentes en el extracto, los resultados se presentaron como mg equivalentes de ácido gálico/g muestra.

2.3.3 Determinación de flavonoides totales (FT)

Para realizar la curva de calibración de los FT, 1 mL de solución de tricloruro de aluminio (20 g en 1 L de etanol al 95%) se mezcló con 1 mL de solución de rutina (0.05 g de rutina en 100 mL de etanol) y 50 μ L de ácido acético. La mezcla se aforó a 25 mL con etanol. Las muestras se incubaron en oscuridad durante 40 min y se leyó la absorbancia a 415 nm. Para determinar los FT se reemplazó la solución de rutina por el extracto (20). Los resultados se expresaron en mg eq. rutina.

2.4. Determinación de la composición fitoquímica del extracto de hojas de mango por HPLC-UV/VIS

Los compuestos se identificaron con un HPLC 1525 (Water, Massachusetts, USA) con una bomba binaria y detector UV. La separación se llevó a cabo en una columna C-18/ODSHXPERSIL (5 μ m y 250 \times 4.6 μ m). La elución del gradiente se programó como fase móvil A (3% de ácido acético en agua grado HPLC) y fase móvil B (acetonitrilo). Se inyectaron 10 μ L de muestra a una velocidad de 1 mL/min por 20 min. El gradiente cambió siguiendo estas condiciones inicio: 90% del gradiente A y 10% del gradiente B, después de 6 min: 20% de solvente A y 80% de B, seguido de 14 min con 90% A y 10% de B. Todas las muestras se detectaron a 254 nm (21). Para la identificación de los compuestos

se comparó el tiempo de retención de los picos con estándares auténticos: ácido hidroxibenzoico, ácido cafeico, ácido clorogénico, ácido cumárico y mangiferina (Sigma-Aldrich, Darmstadt, Alemania). Para cada estándar se realizó una curva de calibración.

2.5 Evaluación de la actividad antifúngica y concentración mínima inhibitoria del extracto de hojas de mango

2.5.1 Preparación de los hongos fitopatógenos

Los hongos fitopatógenos evaluados en este estudio fueron aislados y caracterizados previamente: *P. digitatum* (Número de acceso: CECT21108) de naranja (*Citrus sinensis*) y *B. cinerea* (Número de acceso: PP377694) de fruto de arándano (*Vaccinium corymbosum*) fueron criopreservados en glicerol al 80% (v/v) a -80 °C hasta su uso. Cada hongo fue cultivado individualmente en cajas Petri con Agar Papa Dextrosa (APD) (BD Bioxon, Estado de México, México) e incubado durante 7 días a 28 °C. La suspensión de esporas de cada hongo se preparó a partir de cultivos de 8 días de antigüedad, a los cuales se le añadieron 10 mL de solución estéril de NaCl al 0.85% y se rasparon con un asa estéril. El líquido se filtró con una gasa estéril y se recuperó en un tubo cónico. La concentración de esporas se ajustó a 1×10^5 esporas/mL con un hemocitómetro (22).

2.5.2 Evaluación antifúngica *in vitro*

Se evaluó la actividad antifúngica del extracto contra *B. cinerea* y *P. digitatum*. Al APD se le agregaron diferentes concentraciones de extracto (2.5, 5, 7.5 y 10 mg/mL) y se dejó solidificar. Se realizó un orificio de 7 mm en el centro de las placas y se inoculó un plug de micelio o 50 µL de suspensión de esporas de cada hongo fitopatógeno. Las placas se incubaron durante 7 días a 28 °C. El diámetro de crecimiento se

registró por 7 días y como control se consideró el diámetro de los hongos cultivados sin extracto (16). El porcentaje de inhibición fue calculado de acuerdo con la ecuación 2:

$$\text{Inhibición (\%)} = \left[\frac{dc-dt}{dc} \right] \times 100 \quad (\text{Ec. 2})$$

Donde: (dc) es el diámetro de la colonia fúngica en ausencia de extracto y (dt) es el diámetro de la colonia fúngica en presencia de las diferentes concentraciones de extracto.

2.5.3 Concentración mínima inhibitoria (CMI)

Para calcular la CMI, los valores de la ecuación lineal se obtuvieron graficando el diámetro de crecimiento micelial frente a la concentración del extracto. En una relación lineal el diámetro de crecimiento del fitopatógeno disminuye proporcionalmente con la concentración de extracto (23).

2.6 Análisis estadístico

Los resultados se expresaron como media \pm desviación estándar. Cada experimento se repitió tres veces con tres réplicas por tratamiento. Las variables respuesta se evaluaron con un análisis de varianza (ANOVA). Únicamente para la prueba de inhibición *in vitro*, el análisis de los datos se realizó con un ANOVA factorial. Se consideraron 2 factores (el tiempo de extracción y la concentración de extracto), con 3 niveles para tiempo de extracción (10, 20 y 30 min) y 4 niveles para la concentración (2.5, 5, 7.5 y 10 mg/mL de extracto). Para determinar las diferencias significativas entre tratamientos se aplicó una prueba de Tukey con un nivel de confianza del 95% ($P < 0.05$). Los datos se procesaron con el programa MINITAB.

3. Resultados y discusión

3.1 Determinación del rendimiento

Los rendimientos de extracción más altos se obtuvieron con los tratamientos de 20 y 30 min con un 21.83 y 23.17 % de sólidos solubles, respectivamente (Tabla 1) ($P > 0.05$). Se observó un aumento en los compuestos de interés conforme aumentó el tiempo de extracción. Estos resultados son similares a los reportados por (24), quienes obtuvieron un rendimiento del 23% de

sólidos solubles utilizando un tiempo de extracción de 30 min en hojas de kratom. Este comportamiento es provocado por la fragmentación y formación de poros en el tejido vegetal producido por el aumento del tiempo de sonicación, lo cual resulta en una mayor transferencia de solutos al solvente de extracción (10). De igual manera, el ultrasonido acelera el equilibrio entre los compuestos de interés en el disolvente con la pared celular (25).

Tabla 1. Rendimiento y compuestos de interés del extracto de hojas de mango obtenido mediante extracción asistida por ultrasonido (EAU).

Tiempo de extracción (min)	Rendimiento (%)	Capacidad antioxidante (mg eq. trolox/g muestra)	CI ₅₀ capacidad antioxidante (mg eq. trolox/g muestra)	Fenoles solubles totales (mg EAG/g muestra)	Flavonoides totales (mg eq. rutina/g muestra)
Control sin EAU	14.2 ± 0.73 ^c	201.60 ± 4.02 ^c	147.12 ± 0.53 ^c	20.1 ± 1.21 ^d	15.99 ± 0.48 ^c
10	19.17 ± 2.93 ^b	290.39 ± 6.16 ^b	155.41 ± 0.43 ^b	26.99 ± 1.97 ^c	20.93 ± 0.56 ^a
20	21.83 ± 1.47 ^{ab}	292.07 ± 0.13 ^b	155.55 ± 0.08 ^b	84.85 ± 3.33 ^b	20.61 ± 0.69 ^{ab}
30	23.17 ± 3.06 ^a	305.92 ± 3.52 ^a	156.50 ± 0.25 ^a	141.35 ± 3.18 ^a	18.95 ± 0.66 ^b

Los resultados expresan la media ± desviación estándar. En cada columna las letras diferentes significan diferencia significativa ($P < 0.05$).

3.2 Capacidad antioxidante y contenido de fenoles solubles totales

La determinación fitoquímica del extracto de hojas de mango se presenta en la tabla 1. Se observó que el incremento del tiempo de extracción aumentó la capacidad antioxidante (305.92 mg eq. trolox/g de muestra), la CI₅₀ (156.50 mg eq. trolox/g de muestra) y el contenido de fenoles solubles totales (141.35 mg EAG/g muestra), respecto al control sin EAU ($P < 0.05$) (Tabla 1). Entre las técnicas existentes para evaluar la capacidad antioxidante, la técnica de ABTS se utiliza por su capacidad para reaccionar tanto con los compuestos lipofílicos como hidrofílicos. En este contexto, el aumento de la CI₅₀ (Tabla 1) podría estar relacionado con un mayor contenido de compuestos fenólicos, tal como lo sugieren algunos estudios, así como con la

presencia de sustituyentes hidroxilo, lo que conlleva a un aumento en la actividad antioxidante, ya que estos compuestos pueden donar electrones y estabilizar los radicales libres (18).

No obstante, los resultados más altos se obtuvieron con el tiempo de extracción de 30 min (141.35 mg EAG/g muestra). Estos resultados son superiores a los obtenidos por (26), quienes reportaron 32 mg EAG, para el extracto de hojas de mango, obtenido en condiciones similares a las presentadas en este estudio. La diferencia en la cantidad de fenoles solubles totales puede estar relacionada con la variedad del árbol, el clima, el tipo de suelo, los nutrientes, el estado de floración y el momento de corte de las hojas ya sea en precosecha o postcosecha (27).

Por otra parte, el incremento de la capacidad antioxidante y del contenido de fenoles solubles totales se puede atribuir al uso de mezclas hidroalcohólicas. Estas mezclas facilitan la extracción de los compuestos fenólicos debido a que el agua hincha la matriz vegetal y el etanol induce la ruptura de los enlaces del soluto (28,29). Algunas interacciones que se pueden romper son los enlaces dipolo-dipolo, dipolo-dipolo inducido y los enlaces de hidrogeno (30). La alta capacidad antioxidante de los compuestos fenólicos se relaciona con los grupos hidroxilos en la estructura del anillo aromático que pueden donar electrones con facilidad (31,32). Asimismo, autores como (33) mencionan que cuanto mayor sean los grupos hidroxilo en la estructura, dependiendo del tipo de compuesto fenólico, aumentará su capacidad antioxidante.

En este sentido, los resultados demuestran que los extractos evaluados presentan un alto potencial antioxidante. Este efecto puede desempeñar un rol dual en la inhibición de hongos fitopatógenos. Por un lado, los compuestos fenólicos y flavonoides presentes en los extractos pueden actuar como antioxidantes en sistemas vegetales, protegiendo a las plantas contra el estrés oxidativo inducido por infecciones (27). Por otro lado, ciertos antioxidantes pueden ejercer actividad antimicrobiana mediante mecanismos alternativos, como daño al material genético, fuga de componentes intracelulares, alteración de la membrana celular o la quelación de iones metálicos esenciales para la homeostasis redox del hongo, generando un desequilibrio que favorece la acumulación de especies reactivas de oxígeno dentro del patógeno (32). Así, el potencial inhibitorio podría explicarse por la capacidad del extracto para desestabilizar el sistema antioxidante interno de los hongos, promoviendo un ambiente oxidativo que resulta letal para su crecimiento (16). De este modo, los extractos naturales se perfilan

como alternativas prometedoras para el control de hongos fitopatógenos, ya que su actividad antioxidante no solo protege al hospedero, sino que también contribuye a la actividad antifúngica a través de mecanismos específicos.

3.3 Determinación de flavonoides totales

En la determinación de flavonoides totales no existe diferencia significativa entre los tiempos de extracción de 10 y 20 min (20.93 y 20.61 mg. eq. rutina, respectivamente) (Tabla 1). Este comportamiento difiere con el presentado para fenoles solubles totales y se puede deber a que los flavonoides se encuentran mayormente en el citoplasma de la célula vegetal. De esta manera, la EAU facilita su obtención a causa de un aumento en la permeabilidad de la pared celular (34). Los flavonoides llegan a un equilibrio entre la solución y el soluto, por lo tanto, al usar un mayor tiempo de extracción se puede provocar la formación de especies reactivas de oxígeno, haciendo que estos pierdan su funcionalidad (35,36). En comparación con lo reportado por (26), observaron variación de 22 a 40 mg de equivalentes de rutina de un extracto de hojas de mango obtenido por ultrasonido. Esta diferencia se podría relacionar a los diferentes cultivares, la temporada, el suelo y el clima de donde se obtuvo la muestra (27). Por otra parte, se ha informado que, en un extracto de hojas de mango, el pretratamiento con ultra alta presión incrementó significativamente el contenido de flavonoides totales, de 13 a 24 mg eq. rutina/g de extracto (37). Estos resultados resaltan la influencia de las condiciones de extracción y de las características agronómicas en la concentración final de flavonoides. Por lo tanto, optimizar el proceso de extracción cobra relevancia no solo desde una perspectiva nutracéutica, sino también para aplicaciones en el manejo de enfermedades en cultivos agrícolas.

3.4 Identificación fitoquímica del extracto por HPLC-UV/VIS

Debido a que los tratamientos con 10 y 20 min de EAU presentaron valores de capacidad antioxidante y fenoles solubles totales significativamente menores al tratamiento con 30 min, únicamente se realizó el análisis por HPLC-UV/Vis del tratamiento más efectivo (EAU de 30 min).

En el extracto hidroalcohólico de hoja de mango se lograron identificar cinco compuestos (Tabla 2). Estos compuestos fueron mangiferina, ácido clorogénico, ácido hidroxibenzoico, ácido cafeico y ácido cumárico (Figura 1). Los principales

compuestos en el extracto fueron el ácido clorogénico y el ácido hidroxibenzoico en una concentración de 5.47 y 4.31 mg/mL, respectivamente. La identificación de los compuestos presentes en un extracto fenólico es un punto importante para conocer y definir sus posibles propiedades antioxidantes y antifúngicas. Diversos autores han identificado en extractos de hoja de mango a la mangiferina (37), al ácido clorogénico (38), ácido hidroxibenzoico (26), ácido cafeico y ácido cumárico (39). Por lo tanto, el conocimiento detallado del perfil fenólico del extracto de mango proporcionó una base científica para su potencial aplicación en el control de hongos fitopatógenos.

Tabla 2. Identificación y concentración de los compuestos del extracto de hojas de mango.

Compuesto	RT (min)	Concentración (mg/mL)
Mangiferina	0.60	0.06 ± 0.02
Ácido clorogénico	1.42	5.47 ± 0.02
Ácido hidroxibenzoico	1.71	4.31 ± 0.04
Ácido cafeico	1.90	3.33 ± 0.03
Ácido cumárico	2.41	3.00 ± 0.03

RT: Tiempo de retención.

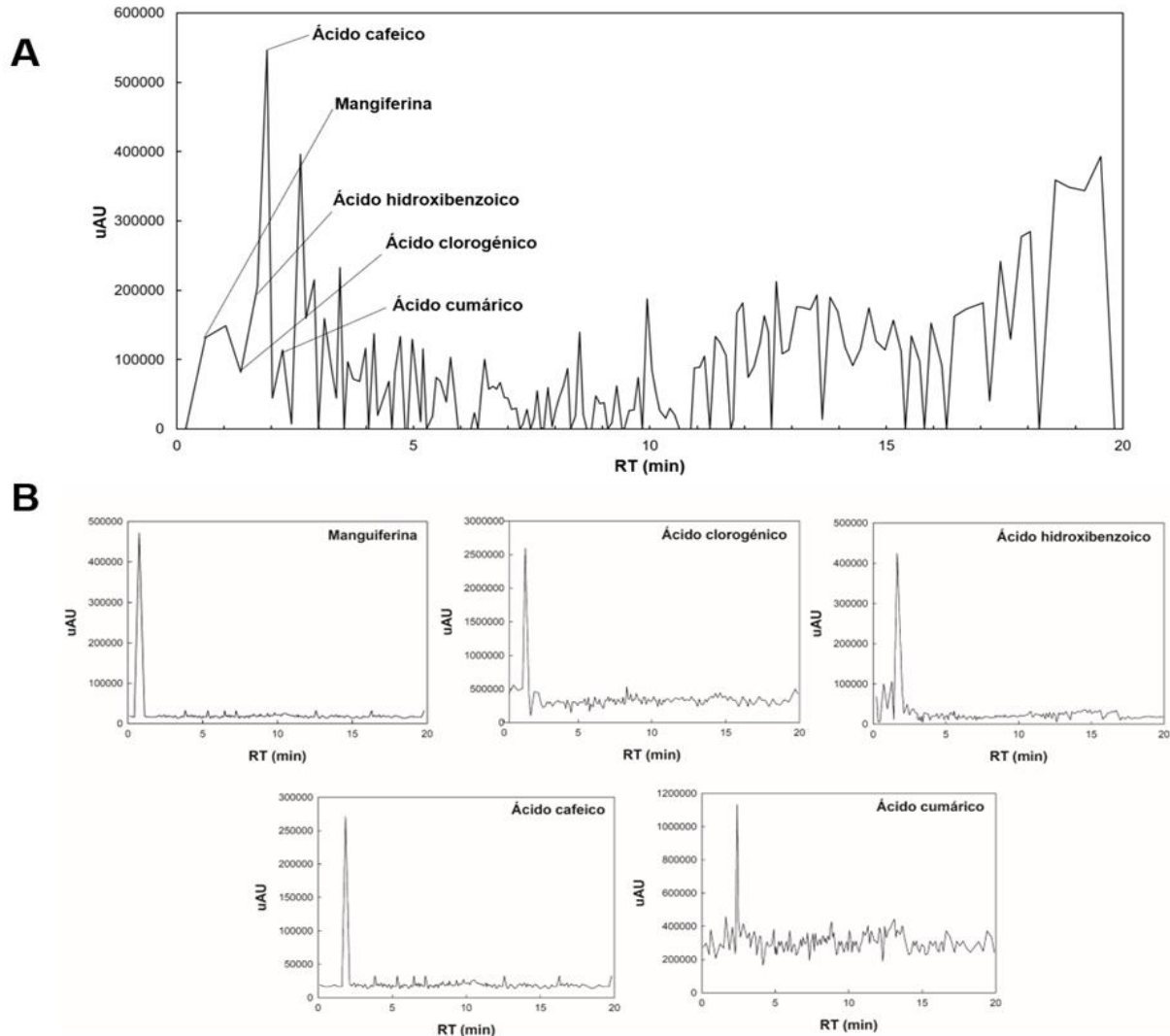


Figura 1. Cromatograma del extracto de hoja de mango obtenido mediante EAU durante 30 min (A) y cromatograma de estándares auténticos mangiferina, ácido clorogénico, ácido hidroxibenzoico, ácido cafeico y ácido cumárico (B). uAU: altura y RT: tiempo de retención.

3.5 Evaluación de la actividad antifúngica *in vitro* y concentración mínima inhibitoria

3.5.1 Actividad antifúngica *in vitro* del extracto de hojas de mango

Los extractos de hoja de mango presentaron actividad antifúngica *in vitro* (Figura 2). El tiempo óptimo de extracción (30 min) mostró un aumento en el porcentaje de inhibición en comparación a los resultados obtenidos en el tiempo de 10 min ($P < 0.05$). *B. cinerea* aumentó 18% y *P. digitatum* 24%, utilizando una concentración de 10 mg/mL que podría estar relacionado con una mayor cantidad de CAVB en el extracto. Resultados similares se

han reportado por (40), quienes utilizaron una concentración de 5 g/L para inhibir el crecimiento micelial de *Colletotrichum gloeosporioides* y *Alternaria solani* al aplicar EAU por 30 min en propóleo. Una alta concentración de CAVB puede causar la despolimerización de la membrana citoplasmática y dañar la expresión de algunos genes (41,42). Específicamente, el ácido cafeico, ácido hidroxibenzoico y ácido cumárico pueden causar daño a la membrana plasmática ocasionando fuga de los componentes intracelulares (43). La mangiferina podría causar una

despolimerización de la membrana, fuga del citoplasma y daño al material genético (44), mientras que el ácido clorogénico aumenta la permeabilidad de la pared fúngica al impedir la síntesis de 1, 6- β -glucano (45,46). Por último, se ha reportado que los flavonoides tienen la capacidad de penetrar la estructura de la membrana y la pared celular, lo que ocasiona la formación de agujeros y fuga de ADN, ARN y otros contenidos celulares. Además, pueden alterar el proceso del metabolismo respiratorio mitocondrial, la biosíntesis de proteínas y el metabolismo de aminoácidos, lo que provoca la muerte celular (47).

Por otra parte, dado que los compuestos fenólicos son conocidos por interactuar con carbohidratos y proteínas a través de formación de ésteres, oxidación y complejación proteica, es importante considerar su posible efecto sobre los elementos que componen el medio (APD). No obstante, la inhibición fúngica observada en este estudio mostró una relación dosis-dependiente, lo que sugiere que el efecto es atribuible a la acción directa de los extractos sobre los hongos, y no sobre el medio APD afectando la disponibilidad de nutrientes para el hongo. Esta interpretación es consistente con estudios previos donde los compuestos fenólicos ejercen actividad antifúngica mediante mecanismos específicos que causan la muerte celular del fitopatógeno (44,47).

Los mecanismos de acción anteriormente mencionados refuerzan el valor del extracto de hoja de mango como una alternativa viable en el control biológico de hongos fitopatógenos. Además, la eficacia inhibitoria demostrada posiciona a este extracto como un método de control funcional dentro de las estrategias de manejo biológico, con potencial de aplicación en sistemas de producción orgánica y sustentable.

3.5.2 Determinación de la concentración mínima inhibitoria (CMI) de los hongos fitopatógenos

Las concentraciones (2.5, 5, 7.5 y 10 mg/mL) fueron adecuadas para evaluar la relación dosis-respuesta y fueron determinadas con base en estudios previos que reportan actividad antifúngica en rangos similares (16,22,23), así como en pruebas preliminares que verificaron la solubilidad y estabilidad del extracto en estos niveles.

La CMI de *B. cinerea* fue de 9.35 mg/mL y de *P. digitatum* 20 mg/mL (Tabla 3), con estos resultados es posible ver la afinidad que tienen los CAVB sobre las proteínas en la membrana de los hongos fitopatógenos. Los resultados presentados para las CMI son similares a los reportados por (48) quienes utilizaron el extracto de hojas y semillas de moringa oleífera para inhibir a *B. cinerea* empleando concentraciones de 10 y 15 mg/mL, respectivamente con inhibición del 100% del hongo fitopatógeno. Por último, (49), reportaron el uso de un extracto de cáscara de granada obtenido por maceración (6 h). Con el extracto se logró inhibir el 100% de *P. digitatum* con una CMI de 20 mg/mL al emplear metanol y 22.5 mg/mL al emplear agua como disolvente. En los extractos reportados anteriormente se han identificado diversos compuestos pertenecientes al flavonol, ácidos hidroxicinámicos y terpenos. Existen reportes que afirman que el conjunto de estos compuestos puede causar la disrupción de la membrana celular, desorganizar los organelos y lisis celular (50,51).

Por otro lado, *P. digitatum* y *B. cinerea* son hongos fitopatógenos de gran importancia económica en la agricultura, ya que afectan a cultivos de alto valor comercial, como la naranja y el arándano, respectivamente (14,15). La capacidad de estos hongos para dañar a los cultivos puede resultar en pérdidas

significativas en la producción y comercialización, reducción de la calidad de los frutos y en un aumento de los costos de manejo y control. Por lo tanto, los resultados de este estudio son importantes para el desarrollo de estrategias de control efectivas y sostenibles que ayuden a mitigar el impacto

económico, ecológico y social de estas enfermedades en la agricultura (52). En un futuro, este enfoque puede contribuir a la seguridad alimentaria y al fortalecimiento de la economía agrícola, especialmente en regiones con una alta incidencia de enfermedades fúngicas.

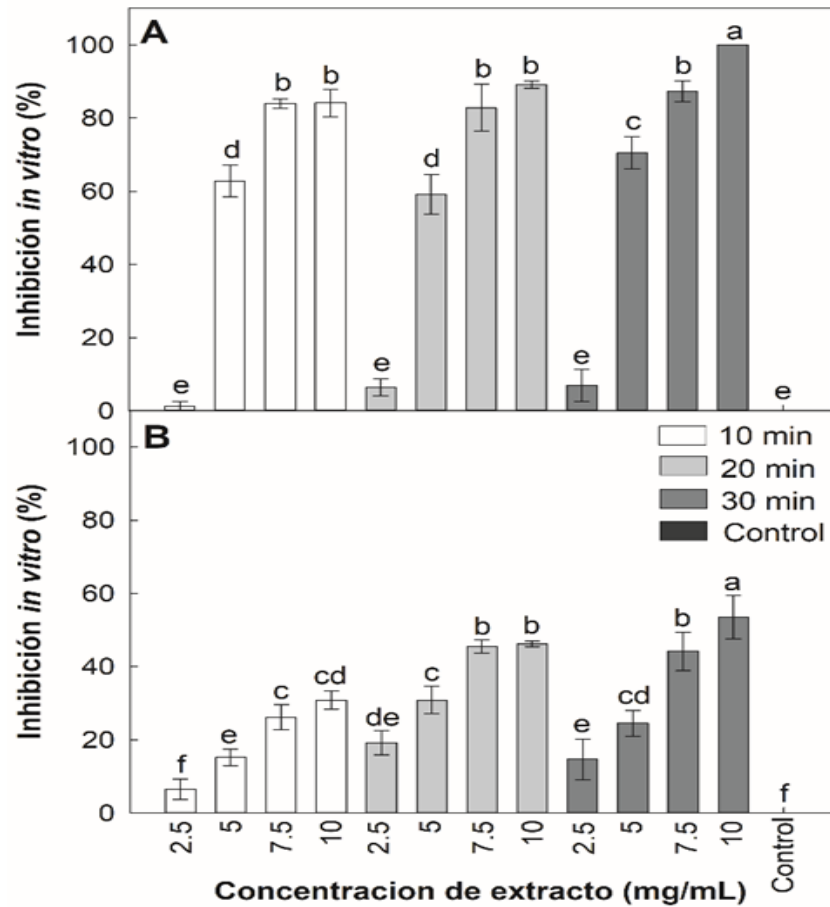


Figura 2. Actividad antifúngica de los extractos de hoja de mango obtenidos a los 10, 20 y 30 min de extracción contra los hongos fitopatógenos *Botrytis cinerea* (A) y *Penicillium digitatum* (B). Control negativo: placas de Petri con APD inoculadas con *B. cinerea* y *P. digitatum* en ausencia de extracto. Las barras son la media y las líneas verticales representan la desviación estándar. En cada gráfico las letras diferentes significan diferencia significativa entre tratamientos ($P < 0.05$).

Tabla 3. Ecuaciones y concentración mínima inhibitoria (CMI) para *Botrytis cinerea* y *Penicillium digitatum*.

Hongo	Ecuación de la curva	R ²	CMI mg/mL
<i>Botrytis cinerea</i>	$Y = -0.4567x + 4.2778$	0.9018	9.35
<i>Penicillium digitatum</i>	$Y = -0.1437x + 2.9871$	0.9533	20.51

CMI: concentración mínima inhibitoria.

4. Conclusiones

La EAU es una tecnología eficiente para la obtención de extractos de hojas de mango con alto contenido de CAVB en tiempos relativamente cortos. La EAU contribuye a evitar los efectos adversos que generan otras técnicas de extracción novedosas o ya establecidas. La actividad antifúngica *in vitro* del extracto sugiere su potencial uso como una alternativa efectiva y natural para la inhibición de hongos fitopatógenos que infectan a frutos de interés y para reemplazar a los fungicidas sintéticos. Por otra parte, el uso de hojas de mango provee valor agregado a los desperdicios agroindustriales de los cultivos de este fruto.

Agradecimientos

El primer autor agradece a la Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación (SECIHTI) por la beca otorgada para los estudios de posgrado dentro del Programa de Maestría en Ciencias en Alimentos.

5. Referencias

1. Rebolledo-Martínez, A., Peralta-Antonio, N., Rebolledo-Martínez, L., Becerril-Román, E. A. & Rebolledo-García, R. L. (2019). Effect of rootstock in tree growth, dry matter, flowering, yield and quality of 'Manila' mango. *Scientia Horticulturae*, 251, 155–61. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2019.03.0122>
2. Avilán, L., Horci-Escalante, L., Marín R, C., Soto, E., Pérez, M., Rodríguez, M., et al. (2007). Contenido estimado de npk en el follaje removido por la poda en mango sembrado en alta densidad. *Agronomía Tropical*, 57(2), 113–21.
3. Ramos-Hernández, J., Ragazzo-Sánchez, J., Calderón-Santoyo, M., Ortiz-Basurto, R., Prieto, C. & Lagaron, J. (2018). Use of electrospayed agave fructans as nanoencapsulating hydrocolloids for bioactives. *Nanomaterials*, 8(11), 868. <https://doi.org/10.3390/nano8110868>
4. Guamán-Balcázar, M. C., Montes, A., Pereyra, C. & de la Ossa E, M. (2017). Precipitation of mango leaves antioxidants by supercritical antisolvent process. *Journal of Supercritical Fluids*, 128, 218–26. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2017.05.031>
5. Rodríguez-García, S. L. & Raghavan, V. (2022). Green extraction techniques from fruit and vegetable waste to obtain bioactive compounds—A review". *Critical Reviews in Food Science and Nutrition* 62(23), 6446. <https://doi.org/10.1080/10408398.2021.1901651>
6. García-Santoyo, K., Ozuna-López, C. & Mares-Mares, E. (2020). Extracción de compuestos bioactivos y capacidad antioxidante de flor de jamaica (*Hibiscus sabdariffa* L.) asistida por ultrasonidos de potencia. *Investigación y Desarrollo en Ciencia y Tecnología de Alimentos*, 5, 227–232.
7. Aziz, N. A., Hasham, R., Sarmidi, M. R., Suhaimi, S. H. & Idris, M. K. H. (2021). A review on extraction techniques and therapeutic value of polar bioactives from Asian medicinal herbs: Case study on *Orthosiphon aristatus*, *Eurycoma longifolia* and *Andrographis paniculate*. *Saudi Pharmaceutical Journal*, 29(2), 143–65. <https://doi.org/10.1016/j.jsps.2020.12.016>
8. Dzah, C. S., Duan, Y., Zhang, H., Wen, C., Zhang, J., Chen, G., et al. (2020). The effects of ultrasound assisted extraction on yield, antioxidant, anticancer and

- antimicrobial activity of polyphenol extracts: A review. *Food Bioscience*, 35, 100547. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2020.100547>
9. Lavilla, I. & Bendicho, C. (2017). Fundamentals of ultrasound-assisted extraction. in: water extraction of bioactive compounds". *Elsevier*; p. 291–316. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-809380-1.00011-5>
 10. Kumar, K., Srivastav, S. & Sharanagat, V. S. (2021). Ultrasound assisted extraction (UAE) of bioactive compounds from fruit and vegetable processing by-products: A review. *Ultrasonics Sonochemistry*, 70, 105325. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2020.105325>
 11. Castañeda-Valbuena, D., Ayora-Talavera, T., Luján-Hidalgo, C., Álvarez-Gutiérrez, P., Martínez-Galero, N. & Meza-Gordillo, R. (2021). Ultrasound extraction conditions effect on antioxidant capacity of mango by-product extracts. *Food and Bioprocess Processing*, 127, 212–24. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2021.03.002>
 12. Oseghale, F. O., Fasina, K. A., Ohifueme, A. & Omoruyi, J. (2020). Biocontrol of food spoilage microorganisms using leaf extracts from *Magnifera indica* (Mango) and *Psidium guajava* (Guava). *Journal of Chemical Society of Nigeria*, 45(4), 712–23. <https://doi.org/10.46602/jcsn.v45i4.496>
 13. Ballesteros, L. F., Ramirez, M. J., Orrego, C. E., Teixeira, J. A., & Mussatto, S. I. (2017). Encapsulation of antioxidant phenolic compounds extracted from spent coffee grounds by freeze-drying and spray-drying using different coating materials. *Food Chemistry*, 237, 623–631. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.05.142>
 14. Bhatta, U. K. (2022). Alternative management approaches of citrus diseases caused by *Penicillium digitatum* (Green mold) and *Penicillium italicum* (Blue mold). *Frontiers in Plant Science*, 12, 833328. <https://doi.org/10.3389/fpls.2021.833328>
 15. Chacón, F. I., Sineli, P. E., Mansilla, F. I., Pereyra, M. M., Diaz, M. A., Volentini, S. I., et al. (2022). Native cultivable bacteria from the blueberry microbiome as novel potential biocontrol agents. *Microorganisms*, 10(5), 969. <https://doi.org/10.3390/microorganisms10050969>
 16. Vázquez-González, Y., Ragazzo-Sánchez, J. A. & Calderón-Santoyo, M. (2020). Characterization and antifungal activity of jackfruit (*Artocarpus heterophyllus* Lam.) leaf extract obtained using conventional and emerging technologies. *Food Chemistry*, 330, 127211. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.127211>
 17. Ruiz-Montañez, G., Burgos-Hernández, A., Calderón-Santoyo, M., López-Saiz, C. M., Velázquez-Contreras, C. A., Navarro-Ocaña, A., et al. (2015). Screening antimutagenic and antiproliferative properties of extracts isolated from Jackfruit pulp (*Artocarpus heterophyllus* Lam). *Food Chemistry*, 175, 409–16. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.11.122>
 18. Calderón-Chiu, C., Calderón-Santoyo, M., Herman-Lara, E. & Ragazzo-Sánchez, J. A. (2021). Jackfruit (*Artocarpus heterophyllus* Lam) leaf as a

- new source to obtain protein hydrolysates: Physicochemical characterization, techno-functional properties and antioxidant capacity. *Food Hydrocolloids*, 1(112), 106319. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106319>
19. Liu, S., Lin, J., Wang, C., Chen, H. & Yang, D. (2009). Antioxidant properties of various solvent extracts from lychee (*Litchi chinensis* Sonn.) flowers. *Food Chemistry*, 114(2), 577–81. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.09.088>
20. Dobravalskytė, D., Rimantas-Venskutonis, P., Talou, T., Zebib, B., Merah, O. & Ragažinskienė, O. (2013). Antioxidant properties and composition of deodorized extracts of *Tussilago farfara* L. *Records of Natural Products*, 7(3), 201-209.
21. Lerma-Torres, J. M., Navarro-Ocaña, A., Calderón-Santoyo, M., Hernández-Vázquez, L., Ruiz-Montañez, G. & Ragazzo-Sánchez, J. A. (2019). Preparative scale extraction of mangiferin and lupeol from mango (*Mangifera indica* L.) leaves and bark by different extraction methods. *Food Science and Technology*, 56(10), 4625–31. <https://doi.org/10.1007/s13197-019-03909-0>
22. Covarrubias-Rivera, L., López-Cruz, R., Ragazzo-Sánchez, J. A., Iñiguez-Moreno, M. & Calderón-Santoyo, M. (2022). Determination by isothermal microcalorimetry of the sensitivity of phytopathogenic fungi of tropical fruits against an ethanolic extract of jackfruit leaf (*Artocarpus heterophyllus* Lam.). *Journal of Microbiological Methods*, 195, 106457. <https://doi.org/10.1016/j.mimet.2022.106457>
23. Calderón-Santoyo, M., González-Gutiérrez, K. N., Vilchis-Gómez, D. S., Dominguez-Ruvalcaba, J. E. & Ragazzo-Sánchez, J. A. (2024). *Dalea carthagenensis* una nueva fuente de compuestos antioxidantes: Identificación de polifenoles y actividad antifúngica contra *Rhizopus stolonifer* en yaca. *Revista Bio Ciencias*. <https://doi.org/10.15741/revbio.11.e1686>
24. Zakaria, F., Tan, J. K., Mohd-Faudzi, S. M., Abdul-Rahman, M. B. & Ashari, S. E. (2021). Ultrasound-assisted extraction conditions optimisation using response surface methodology from *Mitragyna speciosa* (Korth.) Havil leaves. *Ultrasonic Sonochemistry*, 81, 105851. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2021.105851>
25. Zou, T. B., Xia, E. Q., He, T. P., Huang, M. Y., Jia, Q. & Li, H. W. (2014). Ultrasound-assisted extraction of mangiferin from mango (*Mangifera indica* L.) leaves using response surface methodology. *Molecules*, 19(2), 1411–21. <https://doi.org/10.3390/molecules19021411>
26. Wu, L., Wu, W., Cai, Y., Li, C. & Wang, L. (2020). HPLC fingerprinting-based multivariate analysis of phenolic compounds in mango leaves varieties: Correlation to their antioxidant activity and in silico α -glucosidase inhibitory ability. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 191, 113616. <https://doi.org/10.1016/j.jpba.2020.113616>
27. Yang, L., Wen, K. S., Ruan, X., Zhao, Y. X., Wei, F. & Wang, Q. (2018). Response of plant secondary metabolites to

- environmental factors. *Molecules*, 23(4), 762.
<https://doi.org/10.3390/molecules23040762>
28. Drevelegka, I. & Goula, A. M. (2020). Recovery of grape pomace phenolic compounds through optimized extraction and adsorption processes. *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification*, 149, 107845.
<https://doi.org/10.1016/j.cep.2020.107845>
29. Medina-Torres, N., Ayora-Talavera, T., Espinosa-Andrews, H., Sánchez-Contreras, A. & Pacheco, N. (2017). Ultrasound assisted extraction for the recovery of phenolic compounds from vegetable sources. *Agronomy*, 7(3), 47.
<https://doi.org/10.3390/agronomy7030047>
30. Lang, Q. & Wai, C. M. (2001). Supercritical fluid extraction in herbal and natural product studies-a practical review. *Talanta*, 53(4), 771–782.
[https://doi.org/10.1016/s0039-9140\(00\)00557-9](https://doi.org/10.1016/s0039-9140(00)00557-9)
31. Falleh, H., Ksouri, R., Lucchessi, ME., Abdelly, C. & Magné, C. (2012). Ultrasound-assisted extraction: Effect of extraction time and solvent power on the levels of polyphenols and antioxidant activity of *Mesembryanthemum edule* L. *Aizoaceae* Shoots. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 11(2), 243–9.
<https://doi.org/10.4314/tjpr.v11i2.10>
32. Pak-Dek, M., Osman, A., Gooda-Sahib, N., Saari, N., Markom, M., Hamid, A. A., et al. (2011). Effects of extraction techniques on phenolic components and antioxidant activity of Mengkudu (*Morinda citrifolia* L.) leaf extracts. *Journal of Medicinal Plants Research*, 5(20), 5050–5057.
33. Cao, Y., Fang, S., Fu, X., Shang, X. & Yang, W. (2019). Seasonal variation in phenolic compounds and antioxidant activity in leaves of *Cyclocarya paliurus* (Batal.) Iljinskaja. *Forests*, 10(8), 624.
<https://doi.org/10.3390/f10080624>
34. Zhang, L., Shan, Y., Tang, K. & Putheti, R. (2009). Ultrasound-assisted extraction flavonoids from Lotus (*Nelumbo nuficera Gaertn*) leaf and evaluation of its anti-fatigue activity. *International Journal of Physical Sciences*, 4(8), 418-422
35. Yang, L., Cao, Y. L., Jiang, J. G., Lin, Q. S., Chen, J. & Zhu, L. (2010). Response surface optimization of ultrasound-assisted flavonoids extraction from the flower of *Citrus aurantium* L'. var. *amara* Engl. *Journal of Separation Science*, 33(9), 1349–55.
<https://doi.org/10.1002/jssc.200900776>
36. Biesaga, M. (2011). Influence of extraction methods on stability of flavonoids. *Journal of Chromatography A*, 1218(18), 2505–2812.
<https://doi.org/10.1016/j.chroma.2011.02.059>
37. Zhang, J., Wang, Y. D., Xue, Q. W., Zhao, T. R., Khan, A., Wang, Y. F., et al. (2022). The effect of ultra-high pretreatment on free, esterified and insoluble-bound phenolics from mango leaves and their antioxidant and cytoprotective activities. *Food Chemistry*, 368, 130864.
<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.130864>
38. Alshammaa, D. (2016). Preliminary screening and phytochemical profile of *Mangifera indica* leave's extracts, cultivated in Iraq. *International Journal of*

- Current Microbiology and Applied Sciences*, 5(9), 163–73. <https://doi.org/10.20546/ijcm.2016.509.018>
39. Zhang, J., Wang, Y. D., Xue, Q. W., Zhao, T. R., Khan, A., Wang, Y. F., et al. (2022). The effect of ultra-high pretreatment on free, esterified and insoluble-bound phenolics from mango leaves and their antioxidant and cytoprotective activities. *Food Chemistry*, 368, 130864. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.130864>
40. Pobiega, K., Kraśniewska, K., Derewiaka, D. & Gniewosz, M. (2019). Comparison of the antimicrobial activity of propolis extracts obtained by means of various extraction methods. *Journal of Food Science and Technology*, 56(12), 5386–95. <https://doi.org/10.1007/s13197-019-04009-9>.
41. Bashi, D. S., Dowom, S. A., Bazzaz, B. S. F., Khanzadeh, F., Soheili, V. & Mohammadpour, A. (2016). Evaluation, prediction and optimization the ultrasound-assisted extraction method using response surface methodology: Antioxidant and biological properties of *Stachys parviflora* L. *Iranian Journal of Basic Medical Sciences*, 19(5), 529–41. <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/27403260>
42. Safdar, M. N., Kausar, T., Jabbar, S., Mumtaz, A., Ahad, K. & Saddozai, A. A. (2017). Extraction and quantification of polyphenols from kinnow (*Citrus reticulata* L.) peel using ultrasound and maceration techniques. *Journal of Food and Drug Analysis*, 25(3), 488–500. <https://doi.org/10.1016/j.jfda.2016.07.010>
43. Kyselka, J., Rabiej, D., Dragoun, M., Kreps, F., Burčová, Z., Němečková, I., et al. (2017). Antioxidant and antimicrobial activity of linseed lignans and phenolic acids. *European Food Research and Technology*, 243(9), 1633–44. <https://doi.org/10.1007/s00217-017-2871-9>
44. Kumar, M., Saurabh, V., Tomar, M., Hasan, M., Changan, S., Sasi, M., et al. (2021). Mango (*Mangifera indica* L.) leaves: Nutritional composition, phytochemical profile, and health-promoting bioactivities. *Antioxidants*, 10(2), 299. <https://doi.org/10.3390/antiox10020299>
45. Tayel, A. A., Moussa, S. H., Salem, M. F., Mazrou, K. E. & El-Tras, W. F. (2016). Control of citrus molds using bioactive coatings incorporated with fungal chitosan/plant extracts composite. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 96(4), 1306–1312. <https://doi.org/10.1002/jsfa.7223>
46. Ma, C. M., Kully, M., Khan, J. K., Hattori, M. & Daneshtalab, M. (2007). Synthesis of chlorogenic acid derivatives with promising antifungal activity. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, 15(21), 6830–33. <https://doi.org/10.1016/j.bmc.2007.07.038>
47. Luo, J., Xu, F., Zhang, X., Shao, X., Wei, Y. & Wang, H. (2020). Transcriptome analysis of *Penicillium italicum* in response to the flavonoids from *Sedum aizoon* L. *World Journal of Microbiology and Biotechnology*, 36, 62. <https://doi.org/10.1007/s11274-020-02836-z>
48. Ahmadu, T., Ahmad, K., Ismail, S. I., Rashed, O., Asib, N. & Omar, D. (2021). Antifungal efficacy of *Moringa oleifera*

- leaf and seed extracts against *Botrytis cinerea* causing gray mold disease of tomato (*Solanum lycopersicum* L.). *Brazilian Journal of Biology*, 81(4), 1007–22. <https://doi.org/10.1590/1519-6984.233173>
49. Tayel, A. A., El-Baz, A. F., Salem, M. F. & El-Hadary, M. H. (2009). Potential applications of pomegranate peel extract for the control of citrus green mould. *Journal of Plant Diseases and Protection*, 116(6), 252-256. <https://doi.org/10.1007/BF03356318>.
50. Luo, J., Xu, F., Zhang, X., Shao, X., Wei, Y. & Wang, H. (2020). Transcriptome analysis of *Penicillium italicum* in response to the flavonoids from *Sedum aizoon* L. *World Journal of Microbiology and Biotechnology*, 36(5), 62. <https://doi.org/10.1007/s11274-020-02836-z>
51. Rao, A., Zhang, Y., Muend, S. & Rao, R. (2010). Mechanism of antifungal activity of terpenoid phenols resembles calcium stress and inhibition of the TOR pathway. *Antimicrobial Agents and Chemotherapy*, 54(12), 5062–5069. <https://doi.org/10.1128/AAC.01050-10>
52. Muriithi, B. W., Dubois, T., Kirui, L., Latorff, H. M. G., Mohamed, S., Abdel-Rahman, E. M., et al. (2024). Impact of integrating pest and pollinator management training on knowledge, perceptions, and livelihoods of avocado farmers in Kenya. *Journal of Integrated Pest Management*, 15(1), 35. <https://doi.org/10.1093/jipm/pmae025>



Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica

Página principal: www.riit.com.mx

Recurso educativo para la visualización dinámica e interactiva de operaciones con vectores en la asignatura de física, controlados mediante una tarjeta ESP32

Educational resource for the dynamic and interactive visualization of vector operations in the physics subject, controlled by means of an ESP32 board

Serrano-Pérez, E.*, Soberanes-Martín, A., Hernández-Hernández, M.

Universidad Autónoma del Estado de México, Centro Universitario UAEM Valle de Chalco; C.P. 566615, México.
eserranop_s@uaemex.mx*; asoberanesm@uaemex.mx; mhernandezh@uaemex.mx

Innovación tecnológica: Manipulación dinámica, interactiva y en tiempo real de operaciones con vectores en una hoja de cálculo con una tarjeta ESP32.

Área de aplicación industrial: Enseñanza mediante la hoja de cálculo, aulas y laboratorios de educación de la física.

Recibido: 12 diciembre 2024

Aceptado: 08 mayo 2025

Abstract

Physics is perceived as one of the most difficult subjects to learn, particularly the operations of vector addition and subtraction are two of the topics students find more difficult. It is necessary to develop educational resources that help their learning, whether face-to-face, online, or remote modalities. Educational resources must be developed both individually and collectively, with interactive features that appeal to an increasingly digital student community. The educational process is enhanced by the simultaneous visualization of the information it manipulates, using a graphical and numerical interface, so that the user receives feedback on the vector operations he/she performs in real time. The development of an educational resource is presented that allows the dynamic and interactive visualization of two-dimensional vector operations within a spreadsheet environment. The manipulation of the magnitudes and directions of two vectors is performed based on the readings of two physical Joysticks with an ESP32 card. Using graphics that are automatically updated in real time, the magnitudes, directions and senses of the vectors are displayed, which are

added and subtracted to obtain a resulting vector. The resulting vector angle is sent to a micro servomotor that positions its axis with respect to the X-coordinated axis in order to provide the student with feedback in the physical world of the operations performed in the virtual environment, the product of multiple mathematical operations performed. The different functionalities provided by the spreadsheet for editing graphics facilitate the identification of the multiple details required during the study of vectors, such as their magnitude, direction and sense. In this way, a tangible educational resource was obtained that facilitates the manipulation of vectors interactively, in tune with a graphic and numerical visualization system that provides the user with complete information on the characteristics of the vectors and the results of performing the different operations carried out between them. In addition, the system obtained is adaptable to allow addressing topics related to vectors, such as statics, where the representation of force systems with vectors is required, or the manipulation of real and virtual educational robots, since the calculation of angles and positions in a workspace is frequently required, situations that will be explored in future communications.

Keywords: Spreadsheet, Vectors, Interactivity, Microcontroller.

Resumen

La asignatura de física es percibida como una de las más complicadas de aprender, en particular las operaciones de suma y resta de vectores son dos de las temáticas que más se le dificultan a los estudiantes. Se requiere la generación de recursos educativos que favorezcan su aprendizaje ya sea en modalidad presencial, en línea o a distancia. Es necesario que los recursos educativos puedan construirse tanto de forma individual como colectiva, con características interactivas atractivas para una comunidad estudiantil cada vez más digitalizada. El proceso educativo se favorece de la visualización simultánea de la información que manipula, mediante una interfaz gráfica y numérica, a fin de que el usuario reciba retroalimentación sobre las operaciones con vectores que realiza en tiempo real. Se presenta el desarrollo de un recurso educativo que permite la visualización dinámica e interactiva de operaciones con vectores en dos dimensiones dentro del ambiente de una hoja de cálculo. La manipulación de las magnitudes y direcciones de dos vectores se realiza a partir de las lecturas de dos Joysticks físicos con una tarjeta ESP32. Mediante gráficos que se actualizan automáticamente y en tiempo real, se visualizan las magnitudes, direcciones y sentidos de los vectores, que se suman y se restan para obtener un vector resultante. El ángulo del vector resultante se envía a un micro servomotor que ubica su eje con respecto al eje coordenado X con el objetivo de retroalimentar al estudiante con una respuesta en el mundo físico de las operaciones que se realizan en el ambiente virtual, producto de múltiples operaciones matemáticas efectuadas. Las distintas funcionalidades que provee la hoja de cálculo para la edición de los gráficos facilitan la identificación de los múltiples detalles que se requieren durante el estudio de los vectores, como lo son la magnitud, dirección y sentido de ellos. De esta manera, se obtuvo un recurso educativo tangible que favorece la manipulación de vectores de forma interactiva, en sintonía con un sistema de visualización gráfico y numérico que provee al usuario la información completa de las características de los vectores y los resultados de efectuar las distintas operaciones

que se llevan a cabo entre ellos. Además, el sistema obtenido es adaptable para permitir abordar temáticas relacionadas con vectores, como lo es la estática, donde se requiere la representación de sistemas de fuerzas con vectores, o la manipulación de robots educativos reales y virtuales, ya que frecuentemente se requiere el cálculo de ángulos y posiciones en un espacio de trabajo, situaciones que serán exploradas en siguientes comunicaciones.

Palabras clave: Hoja de cálculo, Vectores, Interactividad, Microcontrolador.

1. Introducción

El uso de las tarjetas con microcontrolador en el ámbito educativo se ha difundido rápidamente entre la comunidad académica. Las tarjetas basadas en Arduino han permitido el desarrollo de múltiples innovaciones en tecnología educativa. El objetivo de tales desarrollos busca mejorar la práctica docente y fortalecer el aprendizaje de los estudiantes a fin de brindar un contexto de aplicación de la teoría. En la actualidad, las tarjetas basadas en Arduino se pueden comunicar con hojas de cálculo (Çoban & Erol, 2021), así como con software más especializado como Matlab (Teng et al., 2024) o Labview (Wu et al., 2024). Particularmente la hoja de texto y hoja de cálculo son utilizadas con distintos propósitos durante las primeras etapas de formación de los estudiantes y su uso continúa hasta las etapas de especialización y el ejercicio profesional.

Con la reciente incorporación del complemento para transmisión de datos en serie de Excel, se agiliza la comunicación entre una computadora personal y diversos dispositivos de hardware mediante comunicación serial. En particular, la tarjeta ESP32 se ha popularizado entre la comunidad estudiantil ya que cuenta una gran capacidad de procesamiento y conectividad (Lamprecht et al., 2021) a bajo costo, lo que le permite considerarse como una tarjeta de desarrollo atractiva para la implementación de múltiples tecnologías educativas accesibles tanto para docentes como estudiantes. Este contexto es particularmente atractivo para asignaturas como la física, ya que situaciones como la pandemia de COVID-19 han acelerado

la necesidad de contar con recursos educativos que sean accesibles para los estudiantes y favorezcan la revisión de conceptos teóricos en el marco de una aplicación real. Se considera importante que el estudiante consolide los conceptos teóricos mediante un sentido práctico de aplicación en una problemática del mundo real, a fin de que el estudiante no pierda el enfoque y mejore la atención en la temática que se estudia. En este sentido, la hoja de cálculo es una importante herramienta educativa que puede ser utilizada de forma individual en ambientes educativos presenciales, en línea (Sabaruddin et al., 2024) e incluso a distancia (Pratidhina et al., 2020). Para el caso particular de la Física, generalmente se inicia con el estudio de magnitudes escalares y vectoriales, abundando en las características de los vectores y ejecutando algunos ejercicios para el cálculo de la magnitud y ángulo de la resultante a partir de dos vectores. Los conceptos de magnitud, dirección y componente llegan a representar las mayores dificultades para la comunidad estudiantil, e incluso la representación gráfica que involucra el uso de los cuadrantes en el plano cartesiano llega a convertirse en un obstáculo para la visualización numérica de los resultados (Zavala & Barniol, 2010). De esta manera, la temática de vectores, al ser uno de las áreas de la física, se percibe como difícil ya que implica la construcción de dibujos o gráficos que representen la situación en estudio (Angell et al., 2004). Es posible iniciar su estudio mediante fórmulas de aplicación numérica, como el caso de las operaciones aritméticas entre ellos, sin embargo, es fundamental su representación mediante el

plano coordinado, a fin de verificar resultados numéricos a través de la visualización e interpretación de su representación gráfica. El proceso de graficación también añade complejidad, debido a que existen diversos métodos con características particulares en su implementación (Hawkins et al., 2009). Las herramientas computacionales actuales, pueden facilitar la representación y visualización de los diversos métodos de operaciones aritméticas con vectores. Por ejemplo, la hoja de cálculo permite el almacenamiento de los datos, la graficación y ajuste automático de resultados. Además, con la adición de un componente para comunicación de dispositivos seriales, es posible trasladar los resultados numéricos hacia la operación de dispositivos en el mundo real, como pueden ser prototipos mecatrónicos o robótica educativa que requiere de representación vectorial en su funcionamiento, brindando al estudiante un contexto completo de aplicación en la vida real desde una perspectiva tecnológica y computacional.

De esta manera, la hoja de cálculo se visualiza como una importante herramienta de desarrollo que permite realizar operaciones tanto simples como complejas, así como almacenar las operaciones en pequeñas celdas que se pueden consultar a simple vista. La presentación de los resultados es inmediata, se pueden consultar, acceder y recuperar únicamente ubicando la referencia de la coordenada donde se realizaron los cálculos. Además, se facilita la representación numérica en forma de gráficos que se actualizan rápidamente en cuanto se realiza alguna modificación al contenido de las celdas. Esta situación es particularmente útil para la representación de distintos fenómenos físicos como el análisis de los vectores utilizando la hoja de cálculo (Razzak & Uddin, 2023). Dentro de la hoja de cálculo también se incluyen elementos de control virtual como “sliders” para modificar y definir los valores de las celdas, lo que permite incrementar el nivel de interactividad entre el usuario y la hoja de cálculo, agilizando la manipulación numérica

de los datos (Mergel, 2022). La interacción con los objetos multimedia es importante, ya que le permite al estudiante explorar el comportamiento y las reacciones de los objetos virtuales como parte de un proceso de retroalimentación mediante información visual y/o sensorial. Este proceso le permite al usuario identificar sus errores y efectuar acciones correctivas para eventualmente consolidar el conocimiento (Schulmeister, 2003). Esta experiencia educativa añade un enfoque digital mediante la integración de componentes electrónicos, mecánicos y herramientas de visualización gráfica, que le permiten al estudiante elevar el nivel de interacción con el recurso educativo. La temática en cuestión se ha focalizado en la suma y resta de dos vectores utilizando tanto el método del paralelogramo como del triángulo. Se trata de dos de las operaciones que con mayor frecuencia se dificultan para los estudiantes (Wutchana et al., 2015; Zhao, 2024), por lo que, al contar con una herramienta de visualización gráfica e interactiva, se cuenta con una herramienta de guía y verificación de resultados; además, se favorece el entendimiento de las operaciones que se realizan de forma abstracta a través del cálculo numérico. Este proceso es comúnmente llevado a cabo por parte del profesor mediante el pizarrón y el estudiante con lápiz, papel y un juego de geometría. El objetivo que persigue el recurso educativo desarrollado es favorecer el aprendizaje de una comunidad estudiantil que cada vez se encuentra más digitalizada, la cual requiere herramientas educativas interactivas que provean retroalimentación visual y sensorial en favor de una consolidación gradual del conocimiento.

2. Materiales y Métodos

Se han utilizado dos Joysticks para la manipulación en tiempo real de dos vectores en el plano cartesiano. Cada uno de los Joysticks está constituido internamente por dos resistores variables, los cuales modifican su valor de resistencia dependiendo de la posición en la que

se encuentran en un determinado instante de tiempo. Inicialmente al no ejercer ninguna fuerza sobre las palancas del Joystick, se obtiene una posición intermedia, ya que cuenta con un sistema interno de muelles que reposicionan la palanca a la posición central, cuando se deja de ejercer alguna acción sobre el Joystick. Al ejercer fuerza sobre el Joystick, se modifica la posición de cada uno de los potenciómetros embebidos en el mismo, por lo que es posible obtener un valor de resistencia tanto para el eje coordenado X como para el eje coordenado Y. Dicho valor corresponde con la posición final que define el usuario mediante la acción manual que realiza. La estructura del Joystick cuenta con pines de alimentación, por lo que es posible obtener dos señales analógicas de voltaje para cada uno de los ejes, en representación de las posiciones para cada uno de los ejes. La tarjeta ESP32 cuenta con un pin

de alimentación de 3.3 volts. De esta manera, la señal analógica que va del rango de los 0 a los 3.3 volts, es convertida a un número entero en el rango de 0 a 4095 por medio de la tarjeta ESP32 y el convertido analógico-digital. Se agregó un micro servomotor, que permite representar y visualizar físicamente el ángulo del vector resultante de la operación suma, que se obtiene a partir de la manipulación de dos vectores mediante los Joysticks. El servomotor utilizado al ser de bajo costo, únicamente permite obtener posiciones que van de 0 a 180 grados (Zhang & An, 2021). El servomotor es un dispositivo comúnmente utilizado en el desarrollo de sistemas de control para robots y dispositivos mecatrónicos (Luna & Chong, 2020; Chen et al., 2024; Emmanuel et al., 2021; Priandana et al., 2021). El diagrama de conexión eléctrica se observa en la Figura 1.

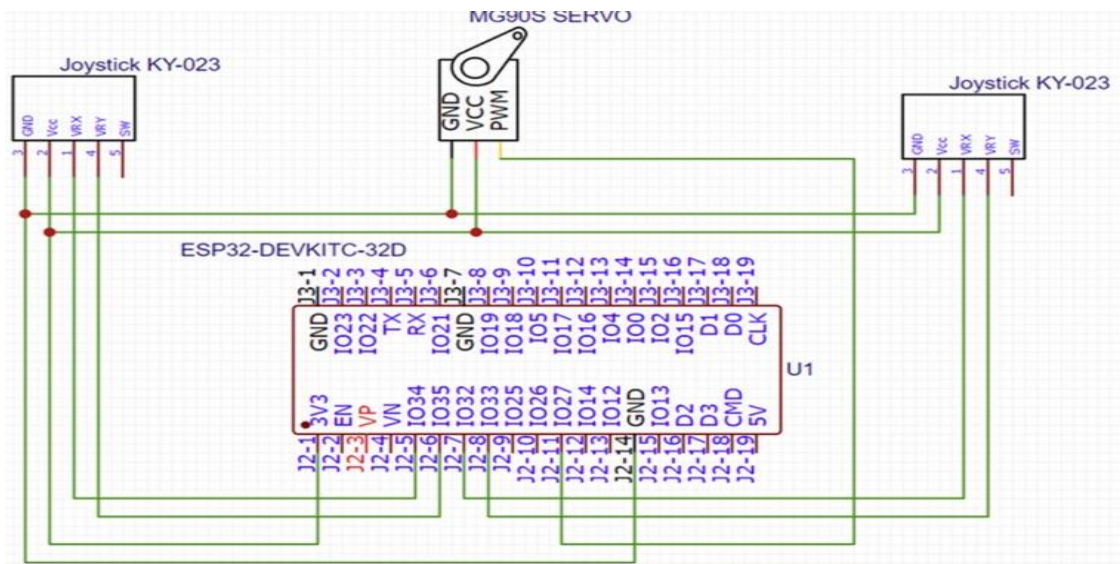


Figura 1. Diagrama de conexión eléctrica de los componentes del sistema.

La programación de la tarjeta ESP32 se realizó utilizando el Entorno de Desarrollo Integrado Arduino y la librería “ESP32Servo.h”. Se declaró el pin 27 como señal de control para el servomotor. Se declararon las variables $x1$, $y1$, $x2$ y $x3$ para almacenar las lecturas de las señales analógicas provenientes de los Joysticks. Se habilitó mediante código, la comunicación serial con una velocidad de

transferencia de 9600 bits/segundo. El programa requirió la lectura de las 4 señales analógicas que representan los ejes coordenados horizontales (abscisas) y verticales (ordenadas) de cada uno de los 2 Joysticks. Es importante señalar que el complemento de Excel utilizado para la lectura de dispositivos seriales, requiere que los datos de entrada sean empaquetados en forma tabular separados por coma, tal y como

se observa en el extracto del código de programación en lenguaje Arduino de la Figura 2.

```
void loop() {
  valorx1 = analogRead(34);
  valory1 = analogRead(35);
  valorx2 = analogRead(32);
  valory2 = analogRead(33);

  Serial.print(valorx1);
  Serial.print(",");
  Serial.print(valory1);
  Serial.print(",");
  Serial.print(valorx2);
  Serial.print(",");
  Serial.print(valory2);
  Serial.print(",");
  Serial.println();
  delay(50);
}
```

Figura 2. Extracto del código de programación que permite la lectura de las 4 señales analógicas de los 2 Joysticks e imprime en formato serial con valores separados por coma.

La definición del código de programación referente a las lecturas de las señales analógicas se realizó utilizando los pines 32, 33, 34 y 35, en sintonía con la conexión física del diagrama de conexión eléctrica que se mostró en la Figura 1. De esta manera, en cada ciclo de ejecución se imprime en formato serial, un renglón que consta de los 4 valores de los 2 Joysticks separados por una coma. La cadena de valores se puede leer con el complemento de Excel, una vez que se selecciona la tarjeta ESP32 conectada a un puerto serie (en este caso COM6). Con este proceso se inicia la transferencia de datos a través del icono “Start Data”, como se observa en la Figura 3.

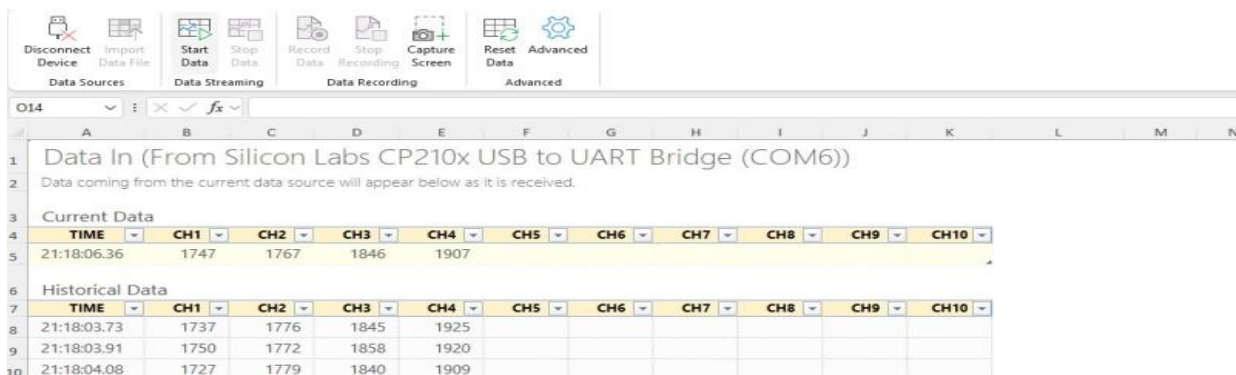


Figura 3. Selección de dispositivo a través del puerto serial y habilitación de la transferencia de datos entre la tarjeta ESP32 y la hoja de cálculo con el complemento “Data streamer” de Excel.

El complemento de Excel también cuenta con una hoja que permite la salida de datos hacia el dispositivo serial, en este caso la tarjeta ESP32, como se observa en la Figura 4.

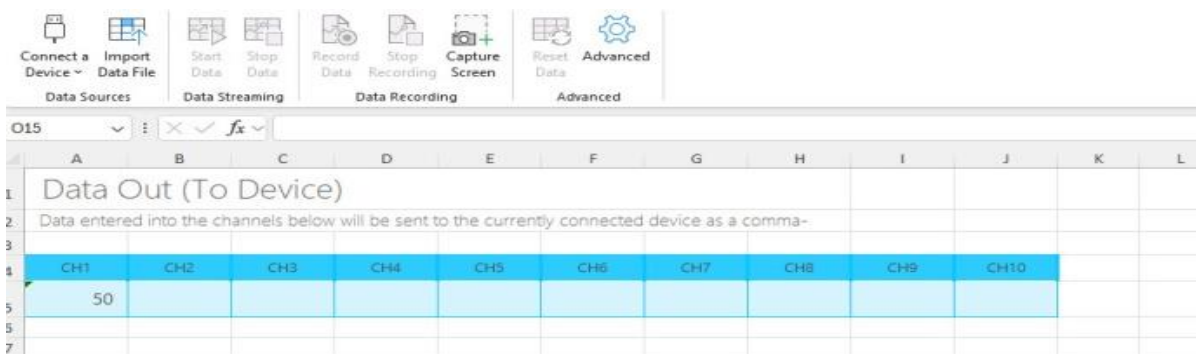


Figura 4. Valor de salida del ángulo de la resultante en Excel hacia la tarjeta ESP32 con el complemento “Data streamer”.

De esta manera, se requirió declarar una función en lenguaje Arduino para recibir el dato serial que proviene de Excel y enviarlo como salida física a través del pin 27, que corresponde con la señal de control al servomotor. En este caso, el valor de salida corresponde con el valor calculado del ángulo del vector resultante de la suma de vectores, sin embargo, se puede seleccionar cualquier otro valor de interés, con la única precaución de no superar el límite físico permisible del servomotor.

El gráfico que permite la representación visual de los vectores cuenta con cuatro cuadrantes, de tal manera que es posible utilizar valores tanto negativos como positivos en el eje coordenado X como el eje coordenado Y. La tarjeta ESP32 se ha utilizado para capturar las cuatro señales analógicas de los dos Joysticks y enviarlas en formato serie hacia la hoja de cálculo. En la hoja de cálculo, se realizó un escalamiento para representar la posición del Joystick que va de 0 a 4095 con valores que van de -5 a 5 tanto para eje coordenado X como para el eje coordenado Y, tal y como se observa en la Figura 5.

AV	AW	AX	AY	AZ	BA
DATOS DESDE LA TARJETA ESP32					
	X1	y1	x2	y2	
	1902.00	0.00	1812.00	1893.00	
Escalamiento -5 A 5					
	-0.36	5.00	-0.58	0.38	

Figura 5. Captura de datos que se envían desde la tarjeta ESP32 hacia la hoja de cálculo y su escalamiento.

Es importante señalar que dada la posición en la cual se ubicaron los Joysticks en una placa de cartón, fue necesario invertir el signo de la señal del eje coordenado Y para cada uno de ellos. Otra particularidad encontrada es que, al ser dispositivos de muy bajo costo, no son muy exactos y se obtiene una relación no-lineal de resistencia-posición. Por ejemplo, al capturar los datos en la posición inicial de los Joysticks

se obtiene una ligera desviación en la posición central que debería corresponder con la posición intermedia de la escala. Una vez que se realizó el escalamiento con el objetivo de delimitar las magnitudes en la representación vectorial, se utilizaron los datos de los componentes tanto para el eje coordenado X como el eje coordenado Y, para representar los dos vectores de trabajo en un plano cartesiano. Los componentes del vector que se manipulan físicamente a través de los dos Joysticks permiten modificar tanto la magnitud como la dirección de cada uno de los vectores.

3. Resultados y discusión

La primera operación que se ejecuta y visualiza en tiempo real tanto de forma numérica como a través de un gráfico en la hoja de cálculo, es la suma de vectores. El método del paralelogramo requiere la representación de segmentos paralelos de cada uno de los vectores, donde la diagonal es la resultante (Bueche & Hecht, 1991). La función de línea punteada de la hoja de cálculo es bastante útil para una efectiva visualización de este procedimiento de generación de segmentos paralelos a los vectores. El uso de colores también favorece la identificación de la relación que existe entre el segmento paralelo y el vector. Además, el uso de la terminación en punta de flecha de los vectores es particularmente útil para diferenciar si se trata de un segmento o de un vector donde la punta indica el sentido. Otra característica importante es que las celdas almacenan la información de los puntos de las coordenadas del origen y final de cada uno de los elementos que conforman el gráfico, ya sea de segmentos paralelos o de los vectores entre sí. De esta manera, se puede consultar rápida y visualmente la información numérica que da origen a la representación gráfica de la operación entre los vectores, tal y como se observa en la Figura 6.

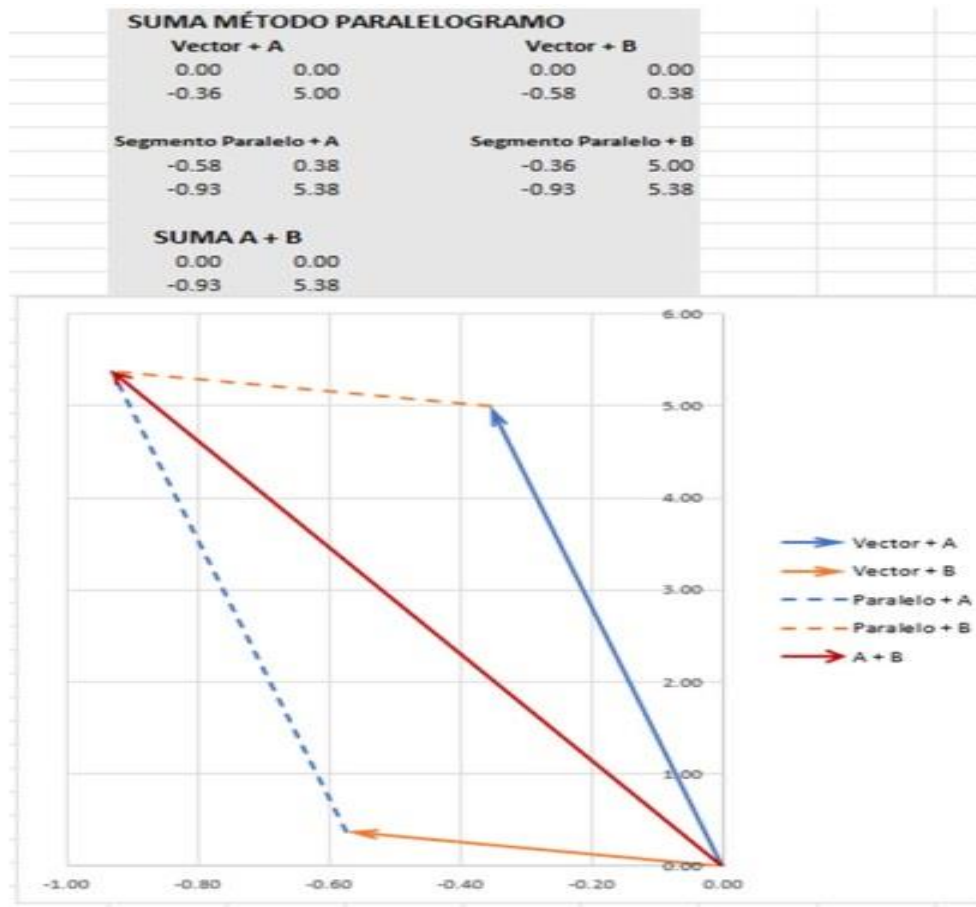


Figura 6. Suma de vectores mediante el método del paralelogramo.

El segundo método utilizado en la suma de dos vectores es del triángulo, donde se requiere un procedimiento denominado como “punta-cola” (Bueche & Hecht, 1991). En este caso se requiere que el origen del segundo vector se coloque en la punta de la flecha del primer vector tal y como se observa en la Figura 7.

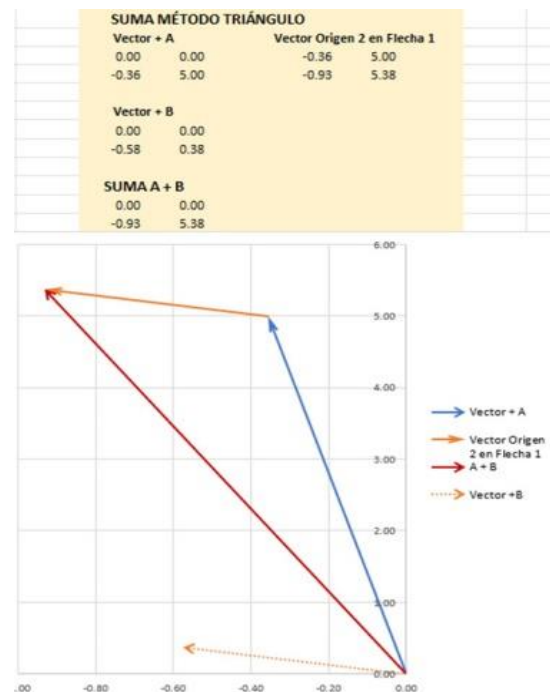


Figura 7. Suma de vectores mediante el método del triángulo.

En el gráfico generado se seleccionó inicialmente el vector +A y se colocó posteriormente el vector +B; sin embargo, es posible seleccionar primero el vector +B y posteriormente colocar el vector +A en la punta de la flecha del vector +B, de esta manera se obtendría el mismo resultado.

La segunda operación que aborda el recurso educativo es la resta de dos vectores, utilizando tanto el método del paralelogramo como el método del triángulo. En el caso particular que se tiene una operación de sustracción se presenta el caso de que es necesario invertir el sentido del vector que se resta, pero conservando la magnitud de este. Para facilitar el proceso de representación e interpretación de dicha operación, se ha colocado la mayor cantidad de detalles posibles mediante las distintas funcionalidades que otorgan los gráficos elaborados dentro la hoja de cálculo. El uso de distintos colores y estilos de línea, facilitan la identificación de la mayor cantidad de detalles visuales que favorecen la interpretación geométrica de los vectores y sus operaciones. En el caso de la resta de vectores, utilizando tanto el método del paralelogramo como del método del triángulo, resulta bastante útil interpretar la resta “A - B” como “+A + (-B)” a fin de clarificar el procedimiento y observar detalles que se requieren para el procedimiento de cálculo y su representación gráfica. En el caso del método del paralelogramo se agregó el vector +B con el objetivo de visualizar explícitamente que el vector -B tiene la misma magnitud, pero con un sentido contrario, tal y como se observa en la Figura 8.

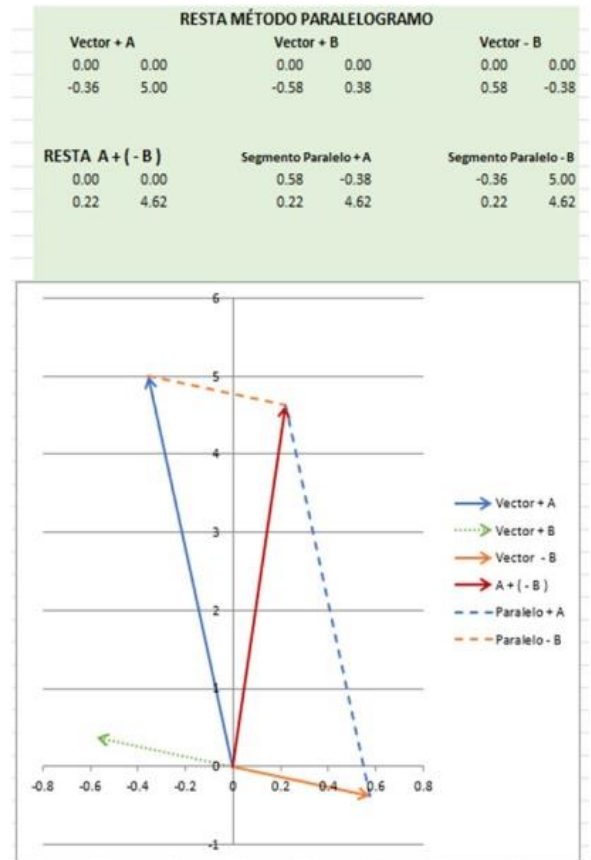


Figura 8. Resta de vectores utilizando el método del paralelogramo.

En el caso de la resta de vectores con el método del triángulo también se ha agregado tanto el vector +B como el vector -B con el objetivo de visualizar explícitamente el origen de los datos y del procedimiento que se lleva a cabo, tal y como se muestra en la Figura 9.



Figura 9. Resta de vectores utilizando el método del triángulo.

Otro tema de interés, además de calcular el vector resultante al realizar operaciones de suma o resta de vectores, es la obtención del ángulo resultante. Este proceso se puede llevar a cabo al efectuar la operación de arco tangente del cociente de la componente rectangular del vector en el eje coordenado “Y” con la componente rectangular del eje coordenado “X” (Giancoli & Olguín, 2006). Para la implementación en la hoja de cálculo de Excel se recomienda utilizar la función “ATAN2” en conjunto con la función “DEGREES” con la finalidad de obtener valores de ángulos positivos, dado que existe una analogía con la lectura de ángulos utilizando el transportador y la mayoría de los estudiantes han tenido una experiencia previa con su uso. El resultado obtenido del ángulo del vector resultante se envía a la tarjeta ESP32, con el objetivo de

controlar la posición del eje del servomotor, donde el usuario visualiza y percibe el resultado de efectuar la operación con los vectores que manipula a través de los Joysticks con sus manos. El programa en lenguaje Arduino para la programación de la tarjeta ESP32 requirió el uso de la librería para servomotores (Harrington & Bennett, 2024) a fin de agilizar el proceso de control para el ángulo que se calcula con el vector resultante. De esta manera, el programa requiere la lectura de las cuatro señales analógicas de los Joysticks, la conversión analógico digital y la impresión en formato serial con valores separados por coma para ser enviados a la hoja de cálculo. Una vez que se realizan los cálculos en la hoja de cálculo, el valor de ángulo correspondiente al vector resultante, se envía a través de la celda de salida de datos. Se puede asignar el valor del ángulo de la resultante de los vectores ya sea para la operación de suma o de resta; sin embargo, se debe tener en cuenta que el servomotor elegido no puede ubicar físicamente su eje más allá de 180 grados sobre el eje coordenado “X”. El programa en lenguaje Arduino requiere también la declaración de la lectura de valor del ángulo en formato serial y finalmente mediante la librería se envía el ángulo obtenido al micro servomotor. Este proceso se realiza de forma cíclica mientras se mantenga comunicación entre la tarjeta ESP32 y la hoja de cálculo. El recurso educativo interactivo permite la manipulación y visualización del cálculo de la resultante, así como el ángulo con respecto al eje coordenado de referencia “X”, en forma dinámica y en tiempo real. A partir del movimiento de los Joysticks es posible modificar tanto la magnitud como el ángulo de los dos vectores, con la finalidad de observar y percibir en el mundo físico, el ángulo de la resultante de vectores mediante la posición del eje del micro servomotor, tal y como se observa en la Figura 10.

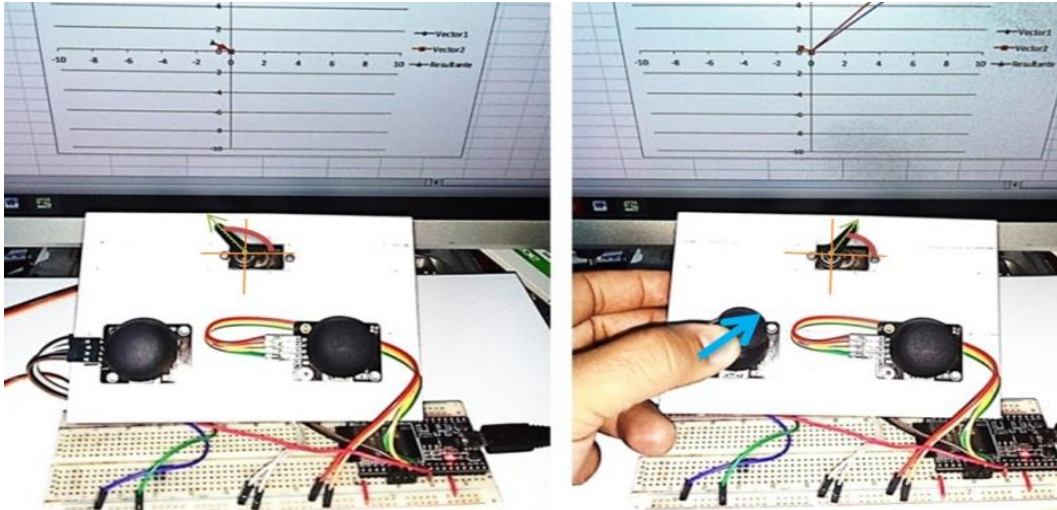


Figura 10. Representación del ángulo del vector resultante en una suma de vectores con un servomotor.

Los cálculos de la resultante y el ángulo se llevan a cabo mediante las celdas de hoja de cálculo en forma dinámica, delegando únicamente las funciones de entrada y salida de datos a la tarjeta ESP32. En este caso las entradas son las mediciones de las componentes en el eje coordenado “X” y en el eje coordenado “Y” de cada uno de los Joysticks. La salida corresponde con el ángulo del vector resultante que se envía como instrucción de control hacia el micro servomotor.

4. Conclusiones

Se desarrolló un recurso educativo que permite la visualización gráfica y en tiempo real de operaciones de suma y resta de vectores utilizando una tarjeta ESP32 con dos Joysticks y un micro servomotor. Con la integración de los componentes, se obtuvo un sistema de adquisición de datos para la representación dinámica e interactiva de las operaciones algebraicas con vectores. En particular, se ha mostró la suma y resta de dos vectores en dos dimensiones con gráficos de Excel que se manipulan y actualizan dinámicamente. El control de la magnitud y dirección de cada uno de los dos vectores se realizó mediante la manipulación física de dos Joysticks utilizando la medición de las componentes para cada uno de los dispositivos. Se verificó que los resultados de las operaciones se visualizan de

forma gráfica en la hoja de cálculo, aprovechando las múltiples funciones con las que cuenta para la representación, como lo son distintos estilos, colores y anchos de línea; además, de la colocación de punta de flecha y un sistema automático de auto escala de los ejes que facilitan la lectura visual de los procedimientos y los resultados. Este proceso permite mostrar al usuario los múltiples detalles que se deben tomar en cuenta durante el abordaje de la temática de operaciones con vectores. Se visualiza que el sistema es flexible para ser modificado con el objetivo de ser adaptado en diversas unidades de estudio y agregar temáticas consecuentes; por ejemplo, en unidades como estática donde se abordan temáticas relacionadas con la representación de fuerzas mediante diagramas de cuerpo libre.

Dadas las bondades identificadas al utilizar la hoja de cálculo en conjunto con la tarjeta ESP32 y la generación de gráficos en tiempo real, se planea próximamente abordar en siguientes investigaciones más temáticas en el ámbito de las matemáticas, la física y desarrollos de robótica educativa, con el objetivo de promover el aprendizaje con el uso de ambientes virtuales, ya sea en forma presencial, a distancia o en línea y que puedan ser llevados a cabo por el estudiante en forma individual o en grupo

mediante la implementación de sistemas electrónicos de bajo costo.

5. Agradecimientos

Se reconoce el apoyo de SECIHTI a través del programa SNII y el programa de becas posdoctorales por México.

6. Referencias

1. Angell, C., Guttersrud, Ø., Henriksen, E. K., & Isnes, A. (2004). Physics: Frightful, but fun. Pupils' and teachers' views of physics and physics teaching. *Science education*, 88(5), 683-706.
2. Bueche, F. J., Hecht, E., & Castellanos, J. H. P. (1991). *Física general*. McGraw-Hill.
3. Chen, C., Lv, Z., Wu, S., Li, K., Chen, Z., & Huang, Z. (2024). Design of control system for six-degree-of-freedom robotic arm. *Journal of Physics: Conference Series*, 2724(1), 012006. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2724/1/012006>
4. Çoban, A., & Erol, M. (2021). Teaching kinematics via arduino based STEM education material. *Physics Education*, 57(1), 015010. <https://doi.org/10.1088/1361-6552/ac342d>
5. Emmanuel, P. J., Nagasuresh, M., Mary, X. A., Roshini, R., & Stanley, P. K. (2021, June). Mobile application based assistive bot for intralogistics. In *Journal of Physics: Conference Series* (Vol. 1937, No. 1, p. 012028). IOP Publishing.
6. Giancoli, D. C., & Olguín, V. C. (2006). *Física: Principios con aplicaciones*.
7. Harrington, K., & Bennett, J. (2024). *ESP32Servo | Arduino Documentation*. <https://docs.arduino.cc/libraries/esp32servo/>
8. Hawkins, J. M., Thompson, J. R., & Wittmann, M. C. (2009, November). Students consistency of graphical vector addition method on 2-D vector addition tasks. In *AIP Conference Proceedings* (Vol. 1179, No. 1, pp. 161-164). American Institute of Physics.
9. Lamprecht, P., Haller-Seeber, S., & Piater, J. (2021). A Block-based IDE Extension for the ESP32. En W. Lepuschitz, M. Merdan, G. Koppensteiner, R. Balogh, & D. Obdržálek (Eds.), *Robotics in Education* (pp. 304-310). Springer International Publishing.
10. Luna, A., & Chong, M. (2020, July). A PBL approach for teaching electronics fundamentals by developing robotics projects. In *2020 XIV Technologies Applied to Electronics Teaching Conference (TAAE)* (pp. 1-7). IEEE.
11. Mergel, D. (2022). *Physics with Excel and Python: Using the Same Data Structure Volume I: Basics, Exercises and Tasks*. Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-82325-2>
12. Pratidhina, E., Dwandaru, W. S. B., & Kuswanto, H. (2020). Exploring Fraunhofer diffraction through Tracker and spreadsheet: An alternative lab activity for distance learning. *Revista Mexicana de Física E*, 17(2 Jul-Dec), 285-290. <https://doi.org/10.31349/RevMexFisE.17.285>
13. Priandana, K., Margaretha, F., Sinaga, D. A. D., & Kusumoputro, B. (2021, October). Development of Mobile Robot Education Kit Prototype for Elementary School Students. In *2021 International Conference on Computer System, Information Technology, and Electrical Engineering (COSITE)* (pp. 198-203). IEEE.
14. Razzak, A., & Uddin, Z. (2023). GUI of vector analysis on spreadsheets for students and teachers. *Revista Mexicana de Física E*, 20(1 Jan-Jun), 010208 1-3. <https://doi.org/10.31349/RevMexFisE.20.010208>

15. Sabaruddin, Pratidhina, E., Kuswanto, H., & Alkiram, S. (2024). Visualization of non-linear continuous wave dispersion effects on fiber grating with spreadsheets in online learning. *Revista Mexicana de Física E*, 21(2 Jul-Dec), 020203 1-5. <https://doi.org/10.31349/RevMexFisE.21.020203>
16. Schulmeister, R. (2003). Taxonomy of multimedia component interactivity. A contribution to the current metadata debate. *Studies in Communication Sciences. Studi di scienze della comunicazione. Special Issue*, 61-80.
17. Teng, L., Tang, Y. M., Wu, R. P. H., Tsui, G. C. P., Tsang, Y. P., & Tang, C. Y. (2024). Exploring the efficacy of collaborative learning in a remote robotics laboratory: A comparative analysis of performance and pedagogical approaches. *Smart Learning Environments*, 11(1), 15. <https://doi.org/10.1186/s40561-024-00305-w>
18. Wu, B., Xu, Y., Zhou, G., & Fan, Y. (2024). Computer-Based Experiment for the Motion of Spring Oscillator on a Linear Air Track Using Ultrasonic Sensor. *Sensors*, 24(14). <https://doi.org/10.3390/s24144441>
19. Wutchana, U., Bunrangsri, K., & Emarat, N. (2015). Teaching Basic Vector Concepts: A Worksheet for the Recovery of Students' Vector Understanding. *International Journal of Physics and Chemistry Education*, 7(1), 18-28. <https://doi.org/10.51724/ijpce.v7i1.43>
20. Zavala, G., & Barniol, P. (2010). Students' Understanding of the Concepts of Vector Components and Vector Products. *AIP Conference Proceedings*, 1289(1), 341-344. <https://doi.org/10.1063/1.3515240>
21. Zhang, Y., & An, M. (2021). *Structure and software architecture design of an extremely low-cost quadruped robot for education*. 1931(1), 012007.
22. Zhao, Y. (2024). From Tiles to Worksheet: Exploring Concreteness Fading in Learning Vector Addition. *Education Sciences*, 14(7). <https://doi.org/10.3390/educsci14070730>



Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica

Página principal: www.riit.com.mx

Optimización y Evaluación de Recubrimientos Fotocatalíticos con Nanopartículas de TiO₂ para la Eliminación de Microorganismos Patógenos en Entornos Críticos

Optimization and Evaluation of Photocatalytic Coatings with TiO₂ Nanoparticles for the Elimination of Pathogenic Microorganisms in Critical Environments

Meléndez-Anzures, F.E.^{1,3}, López-Cuellar, E.M.^{1*}, Martínez-de la Cruz, A.¹, Barrón-González, M.P.², Contreras-Hernández, L.A.²

¹ Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica. Universidad Autónoma de Nuevo León. C.P. 66455. San Nicolás de los Garza, Nuevo León. México.

² Facultad de Ciencias Biológicas. Universidad Autónoma de Nuevo León. C.P. 66455. San Nicolás de los Garza, Nuevo León. México.

³ Instituto para el Futuro de la Educación. Tecnológico de Monterrey. C.P. 64700. Monterrey, Nuevo León. México.
frank.melendezan@uanl.edu.mx; enrique.lopezcl@uanl.edu.mx*; azael.martinezdl@uanl.edu.mx;
maria.barrongn@uanl.edu.mx; luis.contrershdz@uanl.edu.mx

Innovación tecnológica: Implementación de metodologías avanzadas para evaluar y mejorar la eficacia de recubrimientos fotocatalíticos antibacterianos.

Área de aplicación industrial: Ambientes críticos como hospitales, escuelas y otras instalaciones públicas donde la reducción de patógenos es esencial para la salud pública y la seguridad.

Recibido: 20 enero 2025

Aceptado: 12 mayo 2025

Abstract

Humid indoor environments facilitate the proliferation of microorganisms, posing significant risks to public health. This study focuses on the efficacy of photocatalytic coatings with Degussa P25 titanium dioxide (TiO₂) nanoparticles in eliminating *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus* under UV irradiation. The aim was not only to demonstrate the effectiveness of these coatings but also to improve the evaluation methodology for future photocatalytic materials. Two methodologies were applied: the glass adhesion method, based on ISO 27447:2009, and a photocatalytic powder test in liquid suspension, adapted from the scientific literature. The results showed a significant reduction in the number of bacterial colony-forming units (CFUs) with the photocatalytic coatings, in contrast to the controls where

bacterial concentrations remained constant. Several relevant methodological improvements were implemented, such as extending the range of UV intensities and times, enhancing coating application methods, evaluating variable testing conditions, and optimizing inoculum and photocatalytic suspension distribution. These methodological improvements are crucial for the evaluation of new photocatalytic materials with potential applications in critical environments such as hospitals and schools, thus promoting public health and safety by reducing the spread of pathogens.

Keywords: TiO₂ photocatalysis, Antibacterial coatings, Pathogen elimination, *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*.

Resumen

Los ambientes interiores húmedos facilitan la proliferación de microorganismos, lo que plantea riesgos importantes para la salud pública. Este estudio se centra en la eficacia de recubrimientos fotocatalíticos con nanopartículas de dióxido de titanio (TiO₂) Degussa p25 para eliminar *Escherichia coli* y *Staphylococcus aureus* bajo irradiación UV. El objetivo fue no solo demostrar la efectividad de estos recubrimientos, sino también mejorar la metodología de evaluación para futuros materiales fotocatalíticos. Se aplicaron dos metodologías: el método de adhesión en vidrio, basado en la norma ISO 27447:2009, y una prueba con polvo fotocatalítico en suspensión líquida, adaptada con base en la literatura científica. Los resultados mostraron una reducción significativa en el número de unidades formadoras de colonias (UFC) bacterianas con los recubrimientos fotocatalíticos, en contraste con los controles donde las concentraciones bacterianas se mantuvieron constantes. Se implementaron varias mejoras metodológicas relevantes como la ampliación de la gama de intensidades y tiempos de exposición UV, métodos mejorados de aplicación de recubrimientos, evaluación de condiciones de prueba variables y optimización de la distribución del inóculo y la suspensión fotocatalítica. Estas mejoras metodológicas son cruciales para la evaluación de nuevos materiales fotocatalíticos, con aplicaciones potenciales en entornos críticos como hospitales y escuelas, promoviendo así la salud pública y la seguridad al reducir la propagación de patógenos.

Palabras clave: Fotocatálisis TiO₂, Recubrimientos antibacterianos, Eliminación de patógenos, *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*.

1. Introducción

Los ambientes interiores con altos niveles de humedad, como baños, cocinas, hospitales y edificios con problemas de ventilación proporcionan condiciones ideales para la proliferación de microorganismos patógenos [1]. Según la Organización Mundial de la Salud (OMS),

las infecciones asociadas a la atención médica afectan a 1 de cada 10 pacientes hospitalizados, constituyendo una de las principales causas de morbilidad y mortalidad a nivel global [2]. Estas infecciones generan un gasto económico significativo en los sistemas de salud debido a hospitalizaciones prolongadas y

tratamientos adicionales [3]. Asimismo, en entornos educativos como escuelas, los niños, cuyos sistemas inmunológicos están en desarrollo, son especialmente vulnerables a infecciones comunes, lo que resalta la importancia de estrategias efectivas y sostenibles para reducir la transmisión de enfermedades [4]. Entre los microorganismos más relevantes se encuentra *Escherichia coli*, una bacteria gramnegativa que forma parte de la microbiota intestinal normal. Algunas cepas, como las productoras de toxinas Shiga, pueden causar enfermedades gastrointestinales severas y, en casos graves, infecciones sistémicas como septicemia y meningitis [5]. Por otro lado, *Staphylococcus aureus* es una bacteria grampositiva ampliamente conocida por su capacidad para causar infecciones graves y desarrollar resistencia a múltiples antibióticos [6]. En particular, las cepas resistentes a meticilina (MRSA) se han asociado con altos índices de mortalidad y costos significativos en hospitales, afectando especialmente a pacientes inmunocomprometidos [7].

Los métodos convencionales de limpieza y desinfección, aunque efectivos, presentan limitaciones en superficies porosas o de difícil acceso y dependen en gran medida de agentes químicos, lo que aumenta el riesgo de resistencia microbiana y contaminación ambiental [8]. En este contexto, los recubrimientos fotocatalíticos basados en dióxido de titanio (TiO_2) emergen como una alternativa prometedora [9].

El TiO_2 es un material químicamente estable, no tóxico y seguro para los humanos, ampliamente utilizado por sus propiedades fotocatalíticas. Su durabilidad y capacidad para operar bajo irradiación UV lo convierten en una herramienta eficaz para aplicaciones en entornos críticos

como hospitales y escuelas, donde las superficies deben mantenerse desinfectadas de manera continua y eficiente [10].

Bajo irradiación UV, el TiO_2 absorbe fotones con una energía igual o superior a su banda prohibida (bandgap). Este proceso genera electrones excitados en la banda de conducción y vacantes (huecos) en la banda de valencia, que actúan como centros reactivos. En presencia de agua y oxígeno, estos centros catalizan la formación de especies altamente reactivas, como radicales hidroxilos (OH) y especies reactivas de oxígeno (ROS). Estas moléculas destruyen componentes esenciales de los microorganismos, como membranas celulares, lípidos, proteínas y ácidos nucleicos, llevándolos a su inactivación o muerte [11, 12]. Estudios previos han demostrado que este mecanismo es altamente eficaz contra una amplia gama de microorganismos, incluyendo bacterias, hongos y virus [13–15]. Su capacidad antimicrobiana continua y su bajo mantenimiento lo hacen ideal para aplicaciones en sistemas de ventilación, superficies de contacto y revestimientos arquitectónicos en entornos de alta sensibilidad [16]. En este contexto, el presente estudio tiene como objetivo evaluar la eficacia de los recubrimientos fotocatalíticos con nanopartículas de TiO_2 Degussa P25 para eliminar *E. coli* y *S. aureus* bajo irradiación UV, demostrando su potencial como herramienta de desinfección en entornos críticos, y optimizar la metodología existente para la evaluación de la actividad fotocatalítica. Lo anterior busca facilitar futuros estudios comparativos sobre materiales fotocatalíticos, mejorando la consistencia y aplicabilidad de los resultados obtenidos.

2. Metodología

Para evaluar la actividad antibacteriana de los recubrimientos fotocatalíticos de TiO₂, se emplearon dos métodos principales: el método de adhesión en vidrio y las pruebas con polvo fotocatalítico en suspensión líquida. El primero se diseñó siguiendo los lineamientos establecidos en la norma ISO 27447:2009 [17], mientras que el segundo se adaptó con base en las condiciones descritas en un artículo de referencia publicado en una revista indexada [18]. Ambos métodos incluyeron adaptaciones específicas para optimizar la precisión y reproducibilidad de los resultados en este estudio. A continuación, se detallan las adaptaciones y procedimientos empleados en cada método.

2.1 Materiales y microorganismos utilizados

El dióxido de titanio (TiO₂) utilizado en este estudio corresponde al producto comercial AEROXIDE® TiO₂ P25 (Evonik Industries, Alemania), reconocido por su eficiencia fotocatalítica y uso frecuente como material de referencia en estudios científicos. Este producto presenta una composición bifásica (anatasa ~75 %, rutilo ~25 %), un tamaño de partícula primaria entre 10 y 50 nm (principalmente entre 15 y 25 nm), y un área superficial específica de 35 a 65 m²/g, de acuerdo con la ficha técnica del fabricante. No se realizó caracterización estructural adicional, dado que el propósito del estudio fue evaluar la eficacia funcional de un producto comercial estandarizado bajo condiciones controladas. Esta decisión metodológica garantiza la comparabilidad con estudios

previos y permite enfocar el análisis en la validación experimental de metodologías de evaluación fotocatalítica.

Para los ensayos microbiológicos se utilizaron dos cepas bacterianas de referencia: *Escherichia coli* (ATCC® 25922TM), y *Staphylococcus aureus* (ATCC® 29213TM), seleccionadas por su relevancia clínica y su uso común en estudios de sensibilidad antimicrobiana. Las cepas se cultivaron en medios soya tripticasa, tanto en forma líquida (TSB) como sólida (TSA), bajo condiciones estandarizadas.

Todos los reactivos utilizados fueron de grado analítico o microbiológico, adquiridos de proveedores certificados como Sigma-Aldrich y BD Difco. Las soluciones salinas isotónicas se prepararon con NaCl al 0.85 % p/v en agua destilada estéril y fueron esterilizadas mediante autoclave a 121 °C durante 15 minutos. Todas las etapas experimentales se realizaron en condiciones asépticas controladas, garantizando la integridad microbiológica y la reproducibilidad de los resultados.

2.2 Método de adhesión en vidrio

En este estudio se empleó el método de adhesión en vidrio para analizar la actividad antibacteriana de recubrimientos fotocatalíticos de TiO₂. El procedimiento incluyó una fuente de radiación UV de 365 nm colocada a 60 cm de distancia sobre la muestra, proporcionando una intensidad de 0.15 μW/cm² como se muestra en la figura 1.

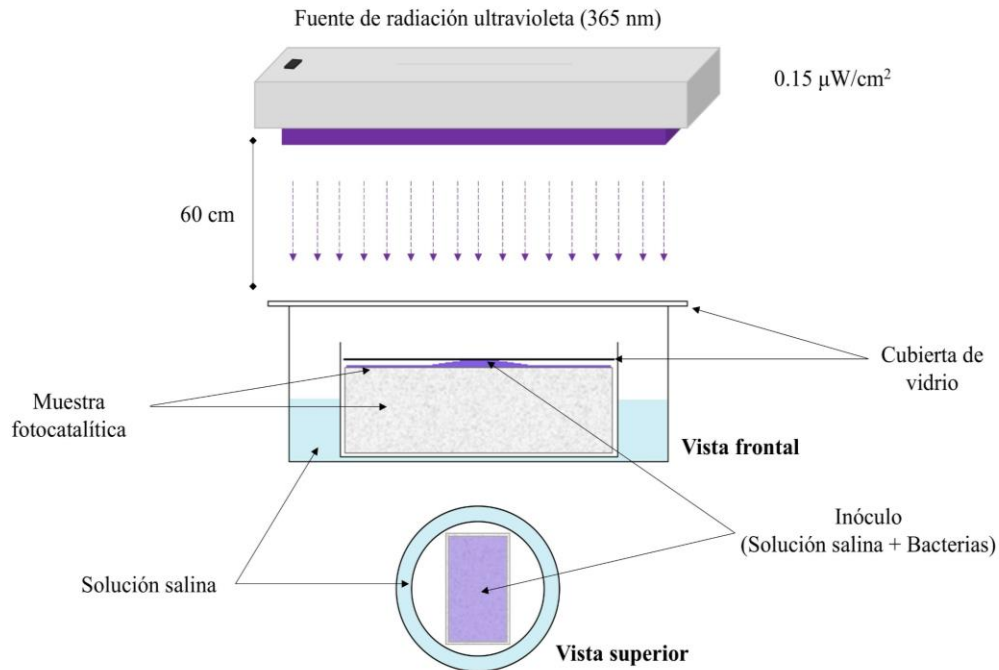


Figura 1. Método de adhesión en vidrio.

Los recubrimientos de TiO_2 se aplicaron en múltiples capas sobre un material de soporte, y se utilizó una lámina de vidrio con un espesor de ≤ 1.1 mm como cubierta. Esta cubierta, previamente esterilizada, actuó como barrera inerte, sin absorción de agua, y presentó una alta tasa de transparencia ($>85\%$) en el rango de 340-380 nm, asegurando una exposición uniforme bajo irradiación UV. En esta prueba se trabajó con las cepas descritas previamente (*E. coli* y *S. aureus*), empleando una suspensión bacteriana estandarizada preparada en solución salina al 0.85 %, con una concentración inicial de 10^5 células/mL. Esta preparación sin medio nutritivo evitó la proliferación bacteriana durante la prueba y permitió una comparación más precisa con el control. El procedimiento experimental se llevó a cabo utilizando muestras con dimensiones de $50 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$ y un espesor de 10 mm, las cuales fueron previamente esterilizadas. La inoculación se realizó aplicando 3 mL de suspensión bacteriana estandarizada, con una concentración inicial de 10^5 células/mL. Posteriormente, se

recuperó el volumen total de la muestra tratada y se realizaron diluciones seriadas en solución salina para garantizar un recuento bacteriano preciso mediante el método de recuento en placa. Para asegurar la reproducibilidad de los resultados, el conteo de colonias se mantuvo en un rango de 30-300 UFC/mL. El tiempo de exposición se evaluó a intervalos de 2 y 4 horas, seleccionados con base en pruebas preliminares que demostraron su capacidad para maximizar la eficacia antibacteriana y permitir una observación clara de la evolución de la actividad fotocatalítica bajo condiciones controladas. Este enfoque aseguró resultados confiables sobre la efectividad de los recubrimientos en la eliminación de bacterias. Las condiciones experimentales mencionadas anteriormente se diseñaron en base a las directrices de la norma ISO 27447:2009 [17], adaptándolas para optimizar la eficacia del recubrimiento. En la Tabla 1, se describen las principales adaptaciones realizadas en el estudio actual en comparación con la norma.

Tabla 1. Comparación de condiciones experimentales entre la norma ISO 27447:2009 y el estudio actual para evaluar recubrimientos fotocatalíticos.

Aspecto Evaluado	Norma ISO 27447	Estudio Actual
Intensidad de Luz UV	Rango permitido: 1-250 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$	Intensidad de luz UV utilizada: 0.15 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$, seleccionado como el más eficaz para eliminar <i>E. coli</i> y <i>S. aureus</i>
Tiempo de Exposición	4-8 horas dependiendo del material	Rango evaluado: 2-4 horas; selección de la duración óptima para maximizar la eficacia antibacteriana
Condiciones Ambientales	No especificadas en detalle; flexibilidad para ajustar temperatura y humedad relativa	Humedad relativa: 50-80%; Temperatura: 25 °C seleccionada para maximizar la eficacia y la estabilidad de resultados
Aplicación del Recubrimiento	No especificado en detalle; flexibilidad en técnicas de aplicación	Aplicación mediante técnica por capas (enlucido en capas), asegurando la uniformidad del recubrimiento con una primera capa de adhesión, seguida por capas de nivelación y alisado para garantizar un acabado liso y uniforme
Distribución del Inóculo	Inoculación mediante pipeteo uniforme, con dilución en medio nutritivo (caldo de digestión de caseína y soja) para asegurar el crecimiento durante la prueba	Distribución mejorada utilizando 2 mL de suspensión bacteriana estandarizada aplicada mediante pipeteo controlado, usando solución salina en lugar de medio nutritivo

2.1 Pruebas con polvo fotocatalítico en suspensión líquida

En este estudio, se utilizó el método de pruebas con polvo fotocatalítico en suspensión líquida para evaluar la actividad antibacteriana del TiO_2 . Al igual que en el experimento anterior, se empleó una fuente de radiación ultravioleta de 365 nm, posicionada a 55 cm sobre la muestra, con una intensidad de 0.15 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$, como se muestra en la figura 2.

El polvo fotocatalítico se disolvió en una solución salina fisiológica estéril y se añadió a vasos de precipitado estériles que contenían la suspensión bacteriana. Durante el ensayo, las muestras se mantuvieron en agitación constante mediante un agitador magnético para asegurar una distribución homogénea tanto del TiO_2 como de las bacterias. Los vasos de precipitado se colocaron bajo la fuente de luz UV, cubiertos con una película adherente inerte, no absorbente de agua, con propiedades de sellado óptimas y una transparencia superior al 85% en el rango de 340 a 380 nm, garantizando así la exposición adecuada al TiO_2 y evitando alteraciones externas.

Al igual que en el método anterior, se emplearon las cepas previamente descritas (*E. coli* y *S. aureus*), utilizando una suspensión bacteriana en solución salina al 0.85 % p/v (NaCl) con una concentración inicial de 10^5 células/mL. La prueba consistió en una mezcla de 27 mL de solución salina con 3 mL de suspensión bacteriana. Como control, se utilizó la misma mezcla sin la adición de TiO_2 , estableciendo la concentración del polvo fotocatalítico en 1 g/L. Para el análisis, se tomaron muestras de 1 mL tras 2 y 4 horas de exposición. Estas muestras se sometieron a diluciones seriadas en solución salina y, posteriormente, se realizó el conteo de unidades formadoras de colonias (UFC/mL) mediante el método de recuento en placa. El rango de conteo se mantuvo entre 30 y 300 UFC/mL, garantizando la reproducibilidad y precisión de los resultados. Este enfoque metodológico permitió evaluar de manera confiable la eficacia antibacteriana del polvo fotocatalítico bajo condiciones controladas, proporcionando datos relevantes sobre su desempeño frente a las bacterias. En la Tabla 2, se describen las principales adaptaciones realizadas en el estudio actual en comparación con un artículo de referencia [18].

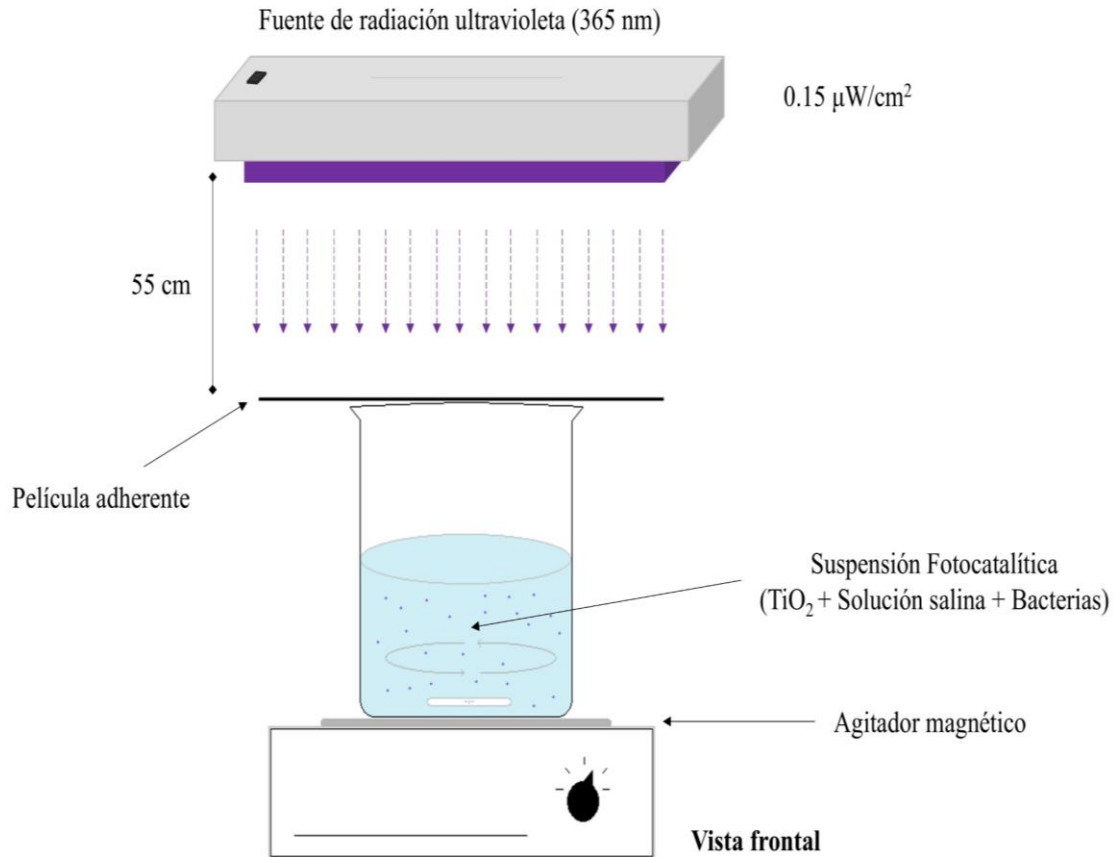


Figura 2. Método de pruebas con polvo fotocatalítico en suspensión líquida.

2.2 Tipos de muestras para evaluar la actividad antibacteriana

Para este estudio, se emplearon diferentes tipos de muestras con el objetivo de evaluar la actividad antibacteriana del TiO_2 bajo diversas condiciones experimentales. Estas muestras se utilizaron tanto en el método de adhesión en vidrio como en el método de pruebas con polvo fotocatalítico en suspensión líquida y se clasificaron de la siguiente manera:

- Control de bacterias: Muestra que contenía únicamente la suspensión bacteriana, sin tratamiento con TiO_2 ni exposición a irradiación UV. Esta condición sirvió como referencia para el crecimiento bacteriano en condiciones normales.
- Bacterias + TiO_2 : Muestra que contenía la suspensión bacteriana en presencia de TiO_2 , pero sin exposición a irradiación UV. Esta condición permitió evaluar el efecto del TiO_2 en ausencia de radiación.
- Bacterias + UV: Muestra de bacterias expuesta únicamente a irradiación UV, sin la presencia de TiO_2 . Esta condición evaluó el efecto de la radiación UV sobre las bacterias en ausencia de un fotocatalizador.
- Bacterias + UV + TiO_2 : Muestra de bacterias tratada con TiO_2 y expuesta simultáneamente a irradiación UV. Esta condición representó el tratamiento completo, combinando la acción del TiO_2 como fotocatalizador y la irradiación UV.

Tabla 2. Comparación de condiciones experimentales entre un artículo de referencia y el estudio actual para evaluación de polvos fotocatalíticos en suspensión líquida.

Aspecto Evaluado	Referencia	Estudio Actual
Intensidad de Luz UV	250 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$	0.15 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$
Tiempo de Exposición	6 horas	2-4 horas
Condiciones Ambientales	Humedad: 90%, Temp: 25-30 °C	Humedad: 50-80%, Temperatura: 25 °C
Preparación del Polvo Fotocatalítico	Caldo nutritivo (1/500 NB), con agitación inicial	Solución salina, con agitación continua
Suspensión Bacteriana e Inóculo	Caldo nutritivo, favorece la replicación bacteriana	Solución salina, manteniendo la concentración bacteriana constante

3. Resultados

En esta sección se presentan los resultados de tres experimentos independientes, realizados por triplicado, para evaluar la reducción de bacterias viables de *E. coli* y *S. aureus* utilizando el método de adhesión en vidrio y el método de pruebas con polvo fotocatalítico en suspensión líquida. Aunque se realizaron mediciones a 2 horas de tratamiento, no se observaron diferencias significativas en el crecimiento bacteriano bajo ninguna de las condiciones evaluadas, por lo que estos resultados no se presentan. Los resultados corresponden únicamente a las mediciones realizadas a las 4 horas de tratamiento, donde se observaron cambios significativos en la reducción de bacterias viables. Se realizó un ANOVA para evaluar diferencias significativas entre las condiciones experimentales. Posteriormente, se aplicó un análisis *post hoc* mediante la prueba de Tukey para determinar las comparaciones específicas entre las condiciones. Este enfoque permitió evaluar la eficacia del TiO_2 y su interacción con la irradiación UV en la reducción de bacterias viables.

3.1 Método de adhesión en vidrio

En este estudio, se evaluaron cuatro condiciones experimentales para analizar la actividad antibacteriana de recubrimientos de TiO_2 mediante el método de adhesión en vidrio. Los resultados obtenidos se presentan en la figura 3, donde el gráfico A muestra los resultados para *E. coli* y el gráfico B para *S. aureus*. Las muestras sin tratamiento (control

de bacterias) mostraron recuentos bacterianos constantes, con aproximadamente 350 UFC/mL para *E. coli* y valores similares para *S. aureus*. Estos resultados evidencian la consistencia y reproducibilidad de los experimentos, proporcionando un punto de referencia confiable para evaluar las demás condiciones. En las muestras tratadas únicamente con TiO_2 sin exposición a luz UV, no se observó una reducción significativa en los recuentos de células viables para ninguno de los microorganismos. Los valores se mantuvieron similares a los del control, indicando que el TiO_2 , en ausencia de irradiación, no genera efectos bactericidas bajo estas condiciones.

Por otro lado, la exposición a radiación UV sin la presencia de TiO_2 resultó en una ligera disminución de los recuentos bacterianos en ambos microorganismos. Sin embargo, esta reducción no es significativa, lo que sugiere que, aunque la radiación UV puede tener un efecto limitado, no es suficiente por sí sola para garantizar una desinfección efectiva en las condiciones evaluadas. Finalmente, la combinación de TiO_2 y radiación UV demostró un efecto fotocatalítico efectivo, logrando una reducción significativa en los recuentos de células viables de *E. coli* y *S. aureus*. Después de 4 horas de tratamiento, se observó una eliminación casi completa de las bacterias, lo que destaca la eficacia de los recubrimientos fotocatalíticos bajo estas condiciones experimentales.

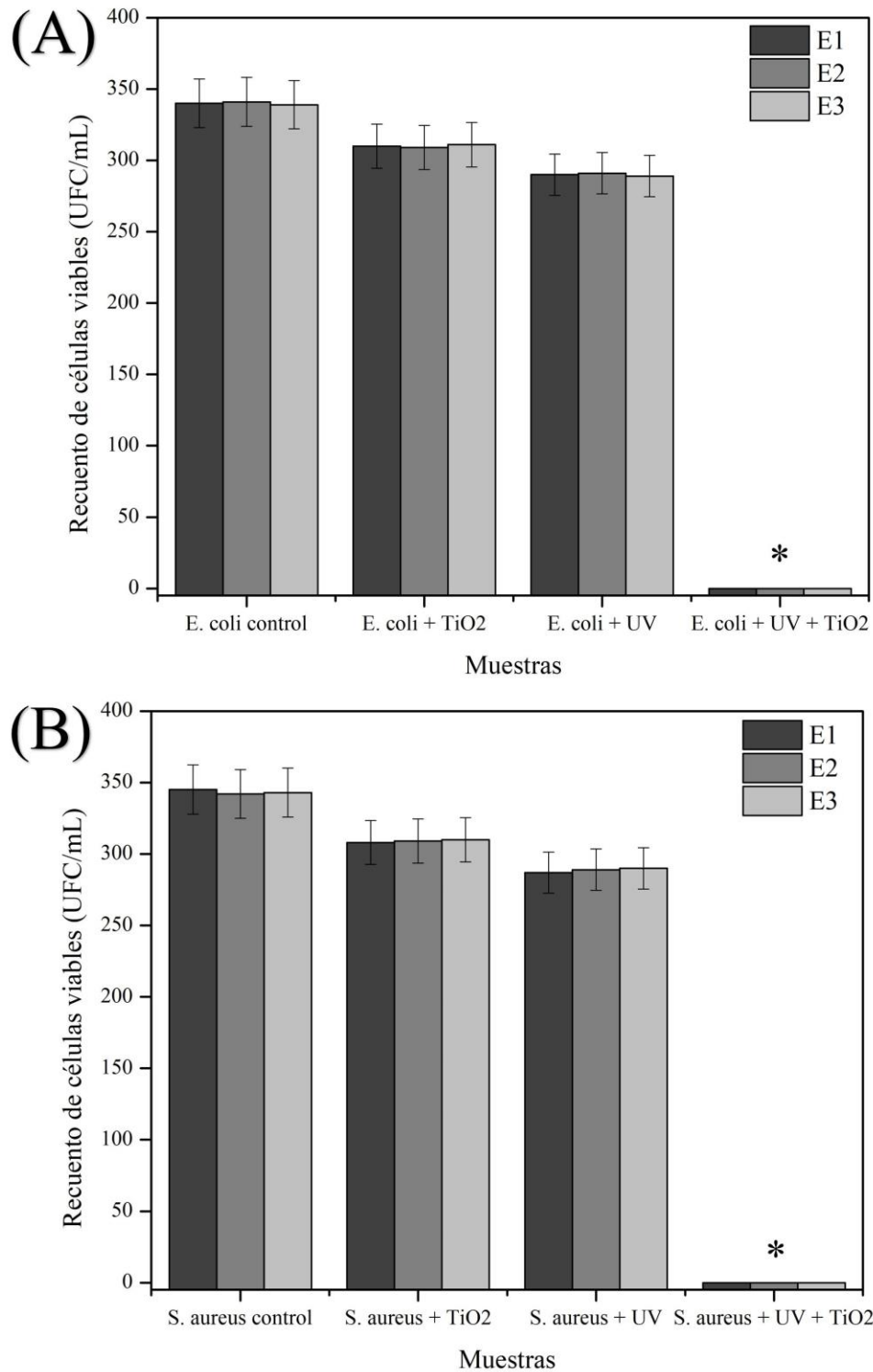


Figura 3. Recuento de células viables de *E. coli* (A) y *S. aureus* (B) después de 4 h de tratamiento utilizando el método de adhesión en vidrio. Las barras representan los datos promedio de tres experimentos independientes realizados por triplicado (E1, E2, E3). *Indica que la combinación de radiación UV y TiO₂ produjo una diferencia estadísticamente significativa en la reducción de las bacterias viables en comparación con las demás condiciones evaluadas.

3.2 Pruebas con polvo fotocatalítico en suspensión líquida

En este estudio, se evaluaron cuatro condiciones experimentales para analizar la actividad antibacteriana de polvos fotocatalíticos de TiO₂ en suspensión líquida. Los resultados obtenidos se presentan en la figura 4, donde el gráfico A muestra los resultados para *E. coli* y el gráfico B para *S. aureus*.

Las muestras sin tratamiento (control de bacterias) presentaron recuentos bacterianos normales y consistentes entre los tres experimentos, con valores de aproximadamente 50-60 UFC/mL para *E. coli* y niveles equivalentes para *S. aureus*. Estos resultados proporcionaron un punto de referencia confiable para evaluar el impacto de las demás condiciones experimentales.

En las muestras tratadas únicamente con TiO₂ sin exposición a luz UV, no se observó una reducción significativa en los recuentos de células viables para ninguno de los microorganismos. Los valores obtenidos fueron similares a los del control, indicando que el TiO₂, en ausencia de irradiación, no induce efectos bactericidas. La exposición a radiación UV sin la presencia de TiO₂ provocó una ligera disminución en los recuentos bacterianos tanto para *E. coli* como para *S. aureus*. Sin embargo, esta reducción no fue significativa, lo que indica que la radiación UV por sí sola tiene un efecto limitado y no suficiente para garantizar una desinfección efectiva bajo las condiciones evaluadas.

Finalmente, la combinación de luz UV y TiO₂ mostró un efecto fotocatalítico efectivo, logrando una reducción significativa en los recuentos de células viables para ambos microorganismos. En esta condición, se observó una eliminación casi completa de las bacterias después de 4 horas de tratamiento, evidenciando un efecto consistente y

reproducibile en los tres experimentos independientes para *E. coli* y *S. aureus*. Estos resultados destacan la capacidad de los polvos fotocatalíticos de TiO₂ para actuar como agentes antimicrobianos efectivos bajo irradiación UV, confirmando su potencial aplicación en la eliminación de patógenos en diversas superficies.

4. Discusiones

Los resultados obtenidos en este estudio demuestran la eficacia del TiO₂ como agente fotocatalítico para la inactivación de bacterias bajo irradiación UV, evaluado mediante dos enfoques experimentales: el método de adhesión en vidrio y las pruebas con polvo fotocatalítico en suspensión líquida. Ambos métodos revelaron una reducción significativa en el recuento de bacterias viables de *E. coli* y *S. aureus*, con una eliminación casi completa tras 4 horas de tratamiento. Este efecto fotocatalítico valida no solo la eficacia del TiO₂, sino también la relevancia de las metodologías implementadas como herramientas confiables para la evaluación de materiales antimicrobianos en entornos críticos. El método de adhesión en vidrio, diseñado para evaluar recubrimientos sólidos, demostró su eficacia al proporcionar un contacto uniforme entre las bacterias, el material y la radiación UV. Este enfoque es particularmente relevante para aplicaciones en superficies sólidas, como aquellas presentes en hospitales y laboratorios, donde se requiere una desinfección constante y confiable [19]. La aplicación de recubrimientos en capas uniformes no solo optimizó la interacción fotocatalítica, sino que también permitió una evaluación reproducible de la actividad antimicrobiana en configuraciones sólidas. Estos resultados son consistentes con estudios previos que han mostrado que recubrimientos de TiO₂ aplicados en superficies sólidas eliminan bacterias patógenas de manera eficiente bajo irradiación UV [20].

Por otro lado, las pruebas con polvo fotocatalítico en suspensión líquida ofrecieron un enfoque versátil, adecuado para evaluar materiales en suspensión.

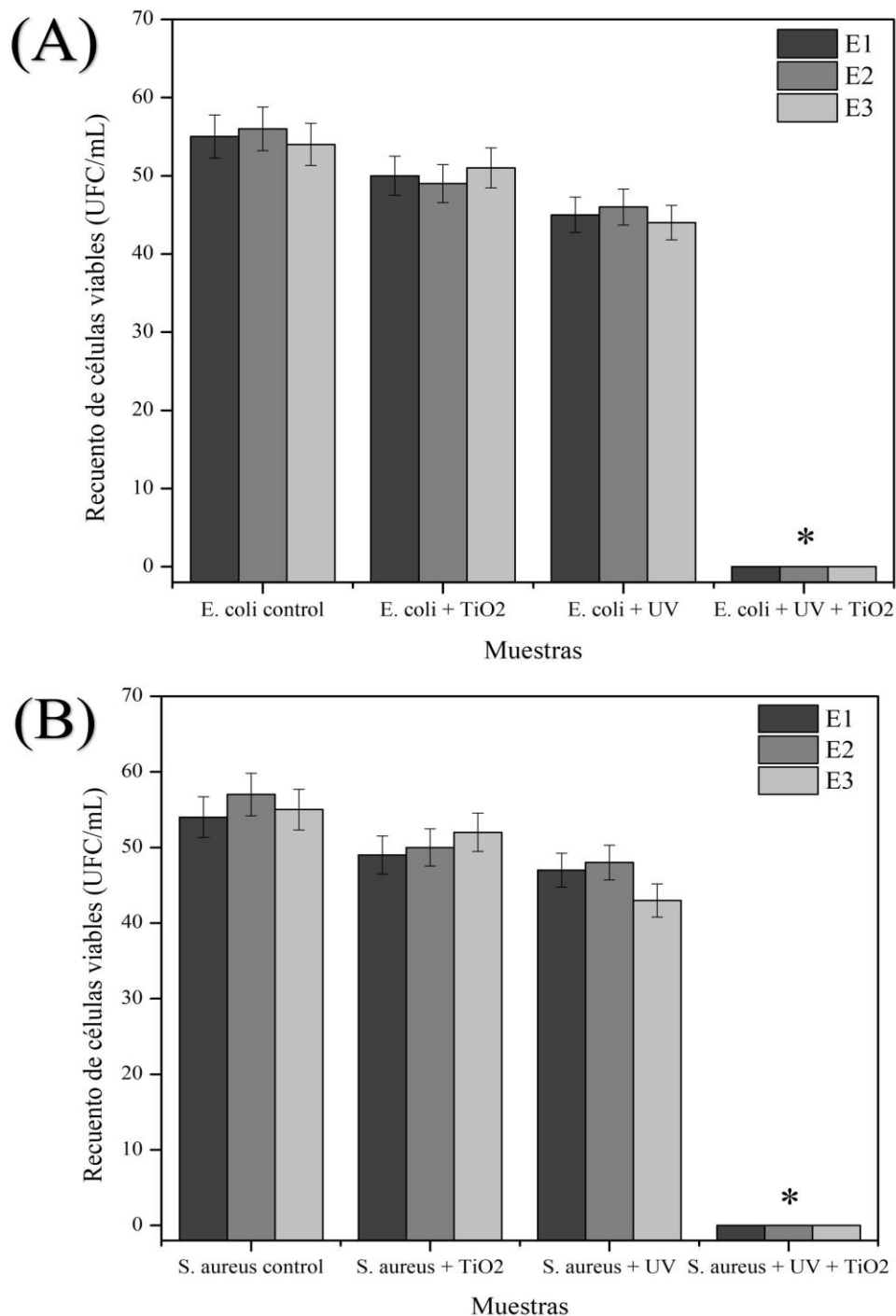


Figura 4. Recuento de células viables de *E. coli* (A) y *S. aureus* (B) después de 4 h de tratamiento utilizando el método de prueba polvo fotocatalítico en suspensión líquida. Las barras representan los datos promedio de tres experimentos independientes realizados por triplicado (E1, E2, E3). *Indica que la combinación de radiación UV y TiO₂ produjo una diferencia estadísticamente significativa en la reducción de las bacterias viables en comparación con las demás condiciones evaluadas.

Este método destacó por su capacidad para mantener una distribución homogénea del TiO₂

y las bacterias mediante agitación constante, asegurando la interacción uniforme entre ambas. Además de validar la eficacia del TiO_2 , esta metodología establece un marco sólido para la evaluación de materiales emergentes, como nanocompuestos funcionalizados, recubrimientos híbridos y materiales dopados. La adaptabilidad de este enfoque amplía su aplicabilidad hacia sistemas acuosos y líquidos, como el tratamiento de agua y la desinfección de aire, y contribuye al diseño de soluciones antimicrobianas innovadoras [21].

Un aspecto fundamental de este estudio fue la selección de una intensidad controlada de luz UV ($0.15 \mu\text{W}/\text{cm}^2$), significativamente menor al rango permitido por la norma ISO 27447:2009 [17] ($1\text{-}250 \mu\text{W}/\text{cm}^2$). Esta intensidad minimizó la acción bactericida directa de la radiación UV, lo que permitió demostrar que la reducción bacteriana observada era atribuible exclusivamente al efecto fotocatalítico del TiO_2 . Este enfoque no solo resalta la contribución específica del material, sino que también mejora la precisión al interpretar los resultados en comparación con estudios que emplean intensidades UV más altas.

El uso de solución salina en lugar de medio de cultivo representó otra mejora metodológica significativa. Mientras que el caldo nutritivo favorece la replicación bacteriana durante los ensayos, la solución salina permitió mantener una concentración bacteriana constante, eliminando posibles interferencias en los resultados [22, 23]. Esto aseguró que las diferencias observadas en los recuentos bacterianos fueran atribuibles únicamente al efecto del material fotocatalítico, mejorando así la reproducibilidad y validez de los datos obtenidos.

El control de las condiciones ambientales, como una humedad relativa del 50-80% y una temperatura constante de $25 \text{ }^\circ\text{C}$, también jugó un papel crucial en la optimización de la

actividad fotocatalítica del TiO_2 . Estas condiciones reproducen entornos reales en los que se podrían implementar estas tecnologías, como hospitales y laboratorios, y garantizan que los resultados sean relevantes para aplicaciones prácticas [24].

Además de estas condiciones, es importante considerar las diferencias inherentes entre los dos enfoques metodológicos empleados. Aunque ambos métodos emplearon concentraciones bacterianas iniciales equivalentes y se aplicaron bajo condiciones controladas, sus configuraciones experimentales difieren sustancialmente. El método de adhesión en vidrio fue diseñado para evaluar superficies planas en contacto directo con la suspensión bacteriana, mientras que el método con polvo fotocatalítico se desarrolló en un sistema en suspensión líquida con agitación constante, lo que modifica la dinámica de interacción entre el material y los microorganismos. Además, las superficies activas disponibles, los volúmenes de reacción y la distribución del TiO_2 en el medio son diferentes, lo que influye directamente en la exposición efectiva de las bacterias al material. Estas diferencias también se reflejan en el proceso de cuantificación microbiológica; se aplicaron diluciones seriadas adaptadas a cada configuración experimental para asegurar que el recuento de colonias se mantuviera dentro del rango aceptable de 30 a 300 UFC/mL, lo cual afecta la escala de lectura final. Como resultado, las diferencias observadas en los recuentos no reflejan una mayor o menor eficacia del tratamiento, sino que corresponden a la dinámica particular de interacción bacterias-material en cada sistema, influida por el entorno experimental y el modo en que se integra el material fotocatalítico. Es importante enfatizar que el objetivo de este estudio no fue establecer una comparación cuantitativa entre metodologías, sino validar la eficacia del TiO_2 utilizando dos enfoques complementarios, cada uno diseñado para adaptarse a la forma física del material evaluado y al modo de aplicación.

Mientras que el método de adhesión en vidrio es apropiado para analizar recubrimientos sólidos aplicados sobre superficies planas o materiales compactos, las pruebas con polvo fotocatalítico permiten evaluar formulaciones en forma dispersa o en suspensión, como polvos sueltos o nanocompuestos en medios líquidos.

En conjunto, estos resultados experimentales no solo validan ambos enfoques, sino que también coinciden con hallazgos previos que explican los mecanismos subyacentes de la acción fotocatalítica del TiO₂. Los resultados de este estudio son consistentes con investigaciones previas que han documentado la capacidad del TiO₂ para generar especies reactivas de oxígeno (ROS), como radicales hidroxilo y superóxido, bajo irradiación UV. Estas ROS atacan componentes esenciales de las bacterias, incluyendo sus membranas celulares, proteínas y ácidos nucleicos, lo que lleva a su inactivación [25–27]. La fase anatasa del TiO₂, es ampliamente reconocida como la más activa fotocatalíticamente, lo que explica la alta eficiencia observada [28]. Investigaciones previas en sistemas acuosos han reportado que configuraciones UV/TiO₂ son altamente eficaces para la eliminación de patógenos en efluentes tratados, lo que refuerza la versatilidad del TiO₂ para aplicaciones en superficies y sistemas líquidos [29–31]. Finalmente, las adaptaciones metodológicas realizadas en este estudio representan un avance significativo respecto a la norma ISO 27447:2009 [17], y el artículo de referencia [18]. Mientras que la norma y los trabajos previos ofrecen un rango amplio de parámetros experimentales, este estudio implementó condiciones específicas que optimizan la reproducibilidad y relevancia de los resultados. La evaluación meticulosa mediante estas metodologías no solo valida el efecto fotocatalítico del TiO₂, sino que también establece un marco confiable para la investigación de materiales emergentes con aplicaciones antimicrobianas. Este enfoque

contribuye directamente al desarrollo de tecnologías avanzadas para la desinfección y control de microorganismos, marcando un avance importante en la prevención de infecciones y la protección de la salud pública.

5. Conclusiones

Este estudio demuestra la eficacia del TiO₂ como agente fotocatalítico para la inactivación de bacterias bajo irradiación UV, validado a través de metodologías optimizadas que integran avances significativos en el diseño experimental. La aplicación uniforme mediante enlucido en capas fue fundamental para garantizar un contacto adecuado entre el material fotocatalítico y las bacterias, mientras que el uso de solución salina contribuyó a mantener la estabilidad de la concentración bacteriana, evitando su replicación durante las pruebas. Además, la agitación continua permitió una distribución homogénea del material fotocatalítico, asegurando una evaluación más precisa y reproducible. El ajuste de la intensidad de luz UV a niveles bajos, en contraste con los rangos más altos permitidos por normas como la ISO 27447:2009, excluyó la acción bactericida directa de la radiación UV y permitió atribuir la reducción bacteriana exclusivamente al efecto fotocatalítico del TiO₂. Este enfoque refleja escenarios más realistas para su implementación en entornos críticos, como hospitales, laboratorios y sistemas de saneamiento, donde las condiciones de irradiación pueden ser limitadas. Los resultados obtenidos con el método de adhesión en vidrio y las pruebas con polvo fotocatalítico en suspensión líquida no solo evidencian la efectividad del TiO₂, sino que también proporcionan una base metodológica robusta para la evaluación de nuevos materiales fotocatalíticos, incluyendo nanocompuestos y recubrimientos híbridos. La versatilidad del método con polvo fotocatalítico amplía las posibilidades de analizar materiales diseñados para aplicaciones antimicrobianas en sistemas

líquidos y superficies complejas, lo que lo posiciona como una herramienta clave para futuras investigaciones. Un aporte relevante de este estudio es que plantea la elección de la metodología en función de la forma del material y del tipo de aplicación prevista; mientras que el método de adhesión en vidrio resulta adecuado para recubrimientos sólidos aplicados sobre superficies, debido a que permite mantener un contacto controlado y reproducible con el inóculo bacteriano, las pruebas en suspensión líquida permiten evaluar formulaciones dispersas o polvos activos, ya que aseguran una distribución homogénea del material en el medio y una interacción efectiva con las bacterias. Esta adaptabilidad metodológica resulta esencial para facilitar la evaluación comparativa de materiales emergentes con potencial antimicrobiano, respondiendo a la diversidad de configuraciones presentes en los desarrollos actuales en fotocatalisis.

Por último, las mejoras implementadas en este estudio, como la precisión en la inoculación, el control de condiciones ambientales y la adaptación de parámetros experimentales específicos, contribuyen al avance hacia la estandarización de metodologías para evaluar la actividad fotocatalítica. Estas innovaciones no solo facilitan la reproducibilidad de los resultados, sino que también refuerzan la comparabilidad con estudios previos, permitiendo identificar materiales con un mayor potencial para aplicaciones en la desinfección y prevención de infecciones en entornos críticos. La validación y expansión de estas metodologías representan un paso esencial hacia la implementación práctica de tecnologías fotocatalíticas en escenarios diversos y realistas.

6. Perspectivas

El trabajo futuro se centrará en continuar con la estandarización de los parámetros de evaluación, un paso fundamental para

garantizar la reproducibilidad y la comparabilidad en el análisis de materiales fotocatalíticos. Ampliar el rango de microorganismos evaluados, incluyendo hongos y virus, permitirá explorar la efectividad del TiO_2 frente a una mayor diversidad de patógenos, lo que incrementará su aplicabilidad en escenarios críticos. Además, será crucial investigar cómo variaciones en la temperatura y la humedad relativa afectan la actividad fotocatalítica, replicando condiciones reales y ofreciendo un marco más completo para su implementación práctica.

La estabilidad a largo plazo de los recubrimientos fotocatalíticos también deberá ser objeto de estudio, evaluando su durabilidad estructural y funcional bajo condiciones prolongadas de uso. Paralelamente, el desarrollo de nuevas composiciones, como combinaciones de TiO_2 con nanocompuestos o materiales dopados, podría abrir posibilidades innovadoras para optimizar su desempeño antimicrobiano y ampliar sus aplicaciones en diferentes contextos.

Asimismo, será imprescindible realizar evaluaciones de toxicidad y biocompatibilidad en diversas superficies y entornos, asegurando que el material no solo sea efectivo sino también seguro para su uso en entornos sensibles. Por último, la validación en escenarios reales como hospitales, escuelas y sistemas de saneamiento será esencial para confirmar la efectividad del TiO_2 en condiciones prácticas, contribuyendo al diseño de soluciones sostenibles y efectivas para la reducción de patógenos y la mejora de la salud pública.

7. Referencias

1. Ni, J., Huang, S., Liang, Z., Chen, Z., Zhang, S., Li, G., & An, T. (2024). Concentration, pathogenic composition, and exposure risks of bioaerosol in large

- indoor public environments: A comparative study of urban and suburban areas. *Science of The Total Environment*, 957, 177790. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2024.177790>
2. World Health Organization. (2011). Report on the burden of endemic health care-associated infection worldwide. Geneva: World Health Organization. Retrieved from <https://apps.who.int/iris/handle/10665/80135>
 3. Asegu, L. M., Kitschen, A., Neuwirth, M. M., & others. (2024). The economic burden of nosocomial infections for hospitals: Evidence from Germany. *BMC Infectious Diseases*, 24, 1294. <https://doi.org/10.1186/s12879-024-10176-8>
 4. Kurt, G., & Serdaroğlu, H. U. (2024). Prevalence of infectious diseases in children at preschool education institutions and stakeholder opinions. *Children*, 11(4), 447. <https://doi.org/10.3390/children11040447>
 5. Rock, C., & Dannenberg, M. S. (2014). Human pathogenic Enterobacteriaceae. In Reference Module in Biomedical Sciences. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-801238-3.00136-7>
 6. Seyyed Mousavi, M. N., Mehramuz, B., Sadeghi, J., Alizadeh, N., Ahangar Oskouee, M., & Samadi Kafil, H. (2017). The pathogenesis of *Staphylococcus aureus* in autoimmune diseases. *Microbial Pathogenesis*, 111, 503–507. <https://doi.org/10.1016/j.micpath.2017.09.028>
 7. Green, B. N., Johnson, C. D., Egan, J. T., Rosenthal, M., Griffith, E. A., & Evans, M. W. (2012). Methicillin-resistant *Staphylococcus aureus*: An overview for manual therapists. *Journal of Chiropractic Medicine*, 11(1), 64–76. <https://doi.org/10.1016/j.jcm.2011.12.001>
 8. Täubel, M., Castagnoli, E., Salthammer, T., Morawska, L., & Salonen, H. (2024). The impact of cleaning on the microbiomes of indoor surfaces. *Indoor Environments*, 1(3), 100021. <https://doi.org/10.1016/j.indenv.2024.100021>
 9. Foster, H. A., Ditta, I. B., Varghese, S., & Steele, A. (2011). Photocatalytic disinfection using titanium dioxide: Spectrum and mechanism of antimicrobial activity. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 90(6), 1847–1868. <https://doi.org/10.1007/s00253-011-3213-7>
 10. Ayorinde, T., & Sayes, C. M. (2023). An updated review of industrially relevant titanium dioxide and its environmental health effects. *Journal of Hazardous Materials Letters*, 4, 100085. <https://doi.org/10.1016/j.hazl.2023.100085>
 11. Tasisa, Y. E., Sarma, T. K., Krishnaraj, R., & Sarma, S. (2024). Band gap engineering of titanium dioxide (TiO₂) nanoparticles prepared via green route and its visible light driven for environmental remediation. *Results in Chemistry*, 11, 101850. <https://doi.org/10.1016/j.rechem.2024.101850>
 12. Abu-Dalo, M., Jaradat, A., Albiss, B. A., & Al-Rawashdeh, N. A. F. (2019). Green synthesis of TiO₂ NPs/pristine pomegranate peel extract nanocomposite and its antimicrobial activity for water

- disinfection. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 7(5), 103370. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2019.103370>
13. Younis, A. B., Milosavljevic, V., Fialova, T., & others. (2023). Synthesis and characterization of TiO₂ nanoparticles combined with geraniol and their synergistic antibacterial activity. *BMC Microbiology*, 23, 207. <https://doi.org/10.1186/s12866-023-02955-1>
 14. Moradpoor, H., Safaei, M., Golshah, A., Mozaffari, H. R., Sharifi, R., Imani, M. M., & Mobarakeh, M. S. (2021). Green synthesis and antifungal effect of titanium dioxide nanoparticles on oral *Candida albicans* pathogen. *Inorganic Chemistry Communications*, 130, 108748. <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2021.108748>
 15. Bregnocchi, A., Jafari, R., & Momen, G. (2022). Design strategies for antiviral coatings and surfaces: A review. *Applied Surface Science Advances*, 8, 100224. <https://doi.org/10.1016/j.apsadv.2022.100224>
 16. Wei, Y., Meng, H., Wu, Q., Bai, X., & Zhang, Y. (2023). TiO₂-based photocatalytic building material for air purification in sustainable and low-carbon cities: A review. *Catalysts*, 13(12), 1466. <https://doi.org/10.3390/catal13121466>
 17. ISO. (2009). ISO 27447:2009 - Test method for antibacterial activity of semiconducting photocatalytic materials. International Organization for Standardization.
 18. Verdier, T., Coutand, M., Bertron, A., & Roques, C. (2014). Antibacterial activity of TiO₂ photocatalyst alone or in coatings on *E. coli*: The influence of methodological aspects. *Coatings*, 4(3), 670–686. <https://doi.org/10.3390/coatings4030670>
 19. Hsu, C.-Y., Mahmoud, Z. H., Abdullaev, S., Ali, F. K., Naeem, Y. A., Mizher, R. M., Karim, M. M., Abdulwahid, A. S., Ahmadi, Z., Habibzadeh, S., & Kianfar, E. (2024). Nano titanium oxide (nano-TiO₂): A review of synthesis methods, properties, and applications. *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*, 9, 100626. <https://doi.org/10.1016/j.cscee.2024.100626>
 20. Kumaravel, V., Nair, K. M., Mathew, S., Bartlett, J., Kennedy, J. E., Manning, H. G., Whelan, B. J., Leyland, N. S., & Pillai, S. C. (2021). Antimicrobial TiO₂ nanocomposite coatings for surfaces, dental and orthopaedic implants. *Chemical Engineering Journal*, 416, 129071. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.129071>
 21. Nishu, & Kumar, S. (2023). Smart and innovative nanotechnology applications for water purification. *Hybrid Advances*, 3, 100044. <https://doi.org/10.1016/j.hybadv.2023.100044>
 22. Rotini, A., Tornambè, A., Cossi, R., Iamunno, F., Benvenuto, G., Berducci, M. T., Maggi, C., Thaller, M. C., Cicero, A. M., Manfra, L., & Migliore, L. (2017). Salinity-based toxicity of CuO nanoparticles, CuO-bulk and Cu ion to *Vibrio anguillarum*. *Frontiers in Microbiology*, 8, 2076. <https://doi.org/10.3389/fmicb.2017.02076>
 23. Zeng, F., Cao, S., Jin, W., Zhou, X., Ding, W., Tu, R., Han, S.-F., Wang, C., Jiang, Q., Huang, H., & Ding, F. (2020). Inactivation of chlorine-resistant bacterial spores in

- drinking water using UV irradiation, UV/hydrogen peroxide and UV/peroxymonosulfate: Efficiency and mechanism. *Journal of Cleaner Production*, 243, 118666. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.118666>
24. Seiß, V., Thiel, S., & Eichelbaum, M. (2022). Preparation and real world applications of titania composite materials for photocatalytic surface, air, and water purification: State of the art. *Inorganics*, 10(9), 139. <https://doi.org/10.3390/inorganics10090139>
25. Pleskova, S. N., Golubeva, I. S., & Verevkin, Y. K. (2016). Bactericidal activity of titanium dioxide ultraviolet-induced films. *Materials Science and Engineering: C*, 59, 807–817. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2015.10.021>
26. Tong, Y., Shi, G., Hu, G., Hu, X., Han, L., Xie, X., Xu, Y., Zhang, R., Sun, J., & Zhong, J. (2021). Photo-catalyzed TiO₂ inactivates pathogenic viruses by attacking viral genome. *Chemical Engineering Journal*, 414, 128788. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.128788>
27. Rokicka-Konieczna, P., & Morawski, A. W. (2024). Photocatalytic bacterial destruction and mineralization by TiO₂-based photocatalysts: A mini review. *Molecules*, 29(10), 2221. <https://doi.org/10.3390/molecules29102221>
28. Ohno, T., Sarukawa, K., Tokieda, K., & Matsumura, M. (2001). Morphology of a TiO₂ photocatalyst (Degussa, P-25) consisting of anatase and rutile crystalline phases. *Journal of Catalysis*, 203(1), 82–86. <https://doi.org/10.1006/jcat.2001.3316>
29. Reddy, P. V. L., Kavitha, B., Reddy, P. A. K., & Kim, K.-H. (2017). TiO₂-based photocatalytic disinfection of microbes in aqueous media: A review. *Environmental Research*, 154, 296–303. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2017.01.018>
30. Armaković, S. J., Savanović, M. M., & Armaković, S. (2023). Titanium dioxide as the most used photocatalyst for water purification: An overview. *Catalysts*, 13(1), 26. <https://doi.org/10.3390/catal13010026>
31. Gatou, M.-A., Syrrakou, A., Lagopati, N., & Pavlatou, E. A. (2024). Photocatalytic TiO₂-based nanostructures as a promising material for diverse environmental applications: A review. *Reactions*, 5(1), 135–194. <https://doi.org/10.3390/reactions5010007>



Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica

Página principal: www.riit.com.mx

Magnesium ferrite nanoparticles as cancer treatment adjuvants: synthesis, characterization, and heating capacity

Nanopartículas de ferrita de magnesio como coadyuvantes del tratamiento del cáncer: síntesis, caracterización y capacidad de calentamiento

García-Feria, C.^a, Reséndiz-Hernández, P.J.^{a*}, Cortés-Hernández, D.A.^b, Ochoa-Palacios, R.M.^a

^a División de Estudios de Posgrado e Investigación, Tecnológico Nacional de México/ I. T. de Saltillo, Blvd. Venustiano Carranza 2400, Col. Tecnológico, Saltillo 25280, Coahuila, México.

^b Cinvestav-Unidad Saltillo, Av. Industria Metalúrgica #1062, Parque Industrial Saltillo-Ramos Arizpe, Ramos Arizpe 25900, Coahuila, México.

gferiacarolina@gmail.com; perla.rh@saltillo.tecnm.mx*; dora.cortes@cinvestav.edu.mx;
rocio.op@saltillo.tecnm.mx

Technological innovation: Synthesis of nanoparticles that can be used in cancer therapy by means of magnetic hyperthermia.

Industrial application area: Biomedical.

Received: november 02th, 2024

Accepted: may 06th, 2025

Resumen

Se utilizó un método de síntesis por vía húmeda, mediante microemulsión para obtener nanopartículas magnéticas con la fórmula general $Mg_xFe_{3-x}O_4$, donde $x = 0.2, 0.4, 0.6, 0.8$ y 1 . Después de evaluar las propiedades magnéticas y la capacidad de calentamiento de los polvos sintetizados, se encontró que los resultados más adecuados corresponden a los valores de $x = 0.8$ y 1 . El análisis de XRD reveló una estructura de espinela que corresponde a la fase pura de $MgFe_2O_4$; formada gracias a los cationes metálicos de magnesio (Mg^{2+}) reemplazando a los iones metálicos de hierro ($Fe^{3+} - Fe^{2+}$). Usando la técnica SEM-EDX, se encontraron agregados de nanopartículas que variaban entre de 5 a $20 \mu m$ (tratadas a $900^\circ C$). Los resultados del análisis por TGA-DSC indicaron pérdidas del 50% del material precursor y mostraron el inicio de la formación de la fase cristalina a los $500^\circ C$. El análisis por TEM confirma la existencia de la fase de $MgFe_2O_4$, con morfología esférica y un tamaño promedio de partícula de $31 nm$. El análisis VSM demostró un comportamiento superparamagnético; en donde el valor de magnetización de saturación máximo

encontrado en las nanopartículas (MgFe_2O_4) fue de 18.52 emu/g. La prueba de inducción magnética de estado sólido reveló que el uso de 6,0 mg de nanopartículas por tabla de solución permite elevar la temperatura del medio (H_2O) a 44.32 °C en menos de 10 minutos. Los niveles de citotoxicidad para células eritrocitarias en presencia de ferritas de magnesio fueron superiores al 50% hasta por 60 horas. Con base en los resultados, estas nanopartículas podrían ser efectivas en el tratamiento del cáncer mediante terapia de hipertermia magnética, ya que son capaces de alcanzar temperaturas que inducen inestabilidad térmica en proteínas y nutrientes en la zona afectada, lo que conduce a la muerte de las células neoplásicas. A diferencia de las células normales, las células cancerosas presentan mayor sensibilidad a las variaciones de temperatura.

Palabras clave: Ferritas, Hipertermia, Microemulsión, Nanopartículas, Superparamagnético.

Abstract

A microemulsion wet synthesis method was employed to obtain magnetic nanoparticles with the general formula $\text{Mg}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$, where $x = 0.2, 0.4, 0.6, 0.8,$ and 1. After evaluating the magnetic properties and heating capacity of the synthesized powders, it was found that the most suitable results correspond to the values of $x = 0.8$ and 1. XRD analysis revealed a spinel structure corresponding to the pure phase of MgFe_2O_4 , formed due to magnesium metal cations (Mg^{2+}) replacing iron metal ions ($\text{Fe}^{3+} - \text{Fe}^{2+}$). Using the SEM-EDX technique, aggregates of nanoparticles ranging from 5 to 20 μm were found (heat treatment at 900 °C). The results of the TGA-DSC analysis indicated a 50% loss of the precursor material and showed the onset of crystalline phase formation at 500 °C. TEM analysis confirms the presence of the MgFe_2O_4 phase, with a spherical morphology and an average particle size of 31 nm. VSM analysis demonstrated superparamagnetic behavior, where the maximum saturation magnetization value found in the nanoparticles (MgFe_2O_4) was 18.52 emu/g. The solid-state magnetic induction test revealed that using 6.0 mg of nanoparticles per ml of solution allows the temperature of the medium (H_2O) to rise to 44.32 °C in less than 10 minutes. Cytotoxicity levels for erythrocyte cells in the presence of magnesium ferrites were up to 60 hours higher than 50% and very close to the control used. Based on the results, these nanoparticles could be effective in cancer treatment through magnetic hyperthermia therapy, as they can reach temperatures that induce thermal instability in proteins and nutrients in the affected area, leading to the death of neoplastic cells. Unlike normal cells, cancer cells exhibit greater sensitivity to temperature variations.

Keywords: Ferrites, Hyperthermia, Microemulsion, Nanoparticles, Superparamagnetic.

1. Introduction

Soft nanoferrites are compounds characterized by the general formula $\text{MO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ and a cubic crystal structure, where M denotes a divalent metal ion such as

$\text{Mg}^{2+}, \text{Fe}^{2+}, \text{Mn}^{2+}, \text{Ni}^{2+},$ or Zn^{2+} . These materials exhibit an inverse spinel structure, a variation of the original spinel mineral ($\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) [1]. Due to their unique magnetic properties, soft nanoferrites are widely utilized in applications including ferrofluids,

magnetic hyperthermia, biosensing technologies, and targeted drug delivery systems [1][2].

Magnesium ferrite is often synthesized in the field of nanoferrites using a combination of wet synthesis techniques, including microemulsion [3][4], coprecipitation [5], and sol-gel [3]. Microemulsions are liquid systems composed of water, oil, surfactants, and occasionally co-surfactants, and are commonly used in nanoparticle synthesis. This process offers several advantages, including precise control over particle size and distribution, ease of production, and thermodynamic stability. From a biological perspective, magnesium ions are the predominant divalent cations within the cytoplasm. They are the only ones present at concentrations exceeding the millimolar range in their unbound, free form [2] [4].

The materials used for nanoparticles can combine both therapeutic and diagnostic properties within a single formulation, with one notable example being cancer therapy [5][6][7]. Cancer is a type of tissue growth that is caused by the proliferation of abnormal cells that are capable of infiltrating and destroying other tissues. The most common cause of cancer is aberrant activity or mutations in the biological genes that control cell division and growth [8][9][10][11]. Exposure of magnetic nanoparticles to an alternating current magnetic field causes them to reach a temperature of 41–46 °C, which kills tumor cells. This is known as magnetic hyperthermia. This therapy is an appealing alternative for destroying cancer cells due to its ability to generate localized heat in a specific area [12][7][13][14].

Magnesium-based nanoparticles have been investigated as potential agents in various biological systems. According to Rangnath *et al.*[15]. The use of nanoferrites as heating agents with applications in magnetic hyperthermia has been explored [13][14]. The outcomes of this study may make lasting contributions to the advancement of research in this field.

2. Materials and methods

2.1 Materials

The chemical reagents employed in this study included: magnesium nitrate hexahydrate $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, iron (III) chloride hexahydrate $\text{FeCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, n-hexane C_6H_{14} (99.7% - J.T. Baker), ammonium hydroxide NH_4OH , n-butanol $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CH}_2\text{OH}$ (99%), Brij 35 (Polyoxyethylene (23) lauryl ether) $\text{C}_{12}\text{H}_{25}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{23}\text{OH}$ (99%), and distilled water.

2.2 Synthesis of MgFe_2O_4 nanoparticles by microemulsion method

The synthesis of magnesium ferrites was initiated. 1. 5 grams of Brij 35 were dissolved in a mixture of hexane and butanol 2. The mixture was stirred for 30 minutes. 3. The aqueous solutions of iron chloride and magnesium nitrate ($\text{Mg}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$, where $x = 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, \text{ or } 1$) were prepared and incorporated into the initial mixture while stirring for 10 min. 4. Incorporation of the NH_4 dropwise for 30 minutes. 5. Mixing for further 15 minutes, trying to maintain a pH of 11. 6. Rinsing with distilled water followed by precursor preparation through decantation. 7. Aging for 24 h at 100 °C. 8. Grinding of the dried material is followed by heat treatment at 900 °C for 2 h (Figure 1).

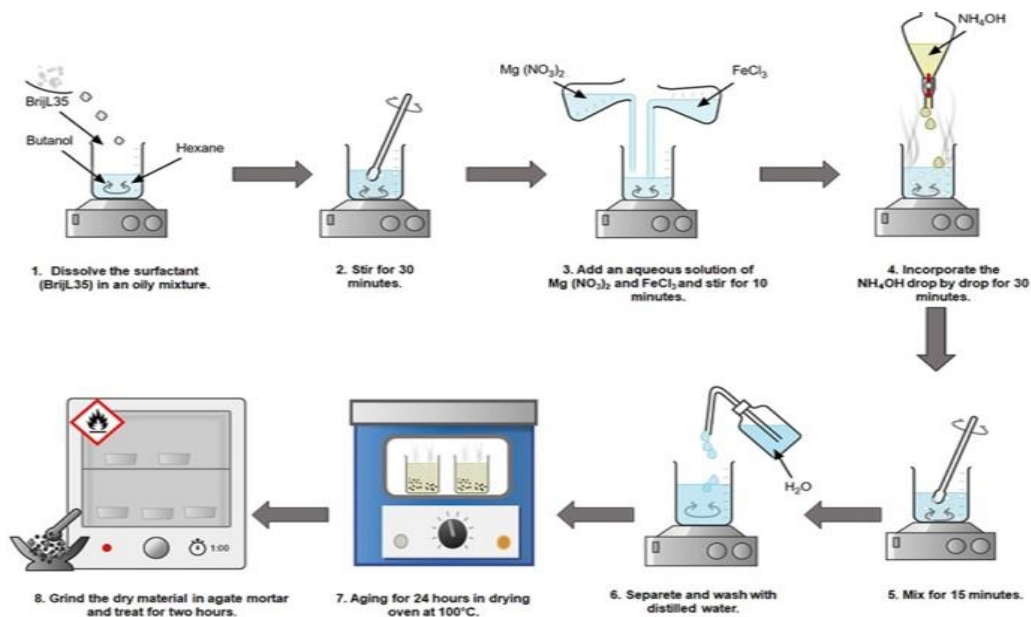


Figure 1. Microemulsion method: synthesis of magnesium nanoferrites ($MgFe_2O_4$).

2.3 Characterization of $MgFe_2O_4$ nanoparticles

The morphological characteristics and elemental composition of the chemical species were analyzed with a JSM-6610LV scanning electron microscope (SEM-EDX) using backscattered electrons and a voltage of 30 kV. Transmission electron microscopy was employed to examine the morphology, particle size, and diffraction patterns (TEM, Titan 80-300 kV). The magnetic properties (M_s , M_r , and H_c) were characterized using vibrating sample magnetometry (VSM, Quantum Design, 6000) at room temperature with a constant magnetic field intensity of 20 KOe.

The heat-treated particles were analyzed via X-ray diffraction (XRD) using a Philips 3040 X-ray diffractometer with $CuK\alpha$ radiation (1.54 \AA), operating at a scanning rate of $0.2^\circ/s$.

Thermal analysis was conducted using a Model Q 500 thermogravimetric and differential thermal analyzer (TGA-DSC), with approximately 20 mg of each sample. The samples were heated from room

temperature to $1000^\circ C$ under controlled conditions, with a heating rate of $15^\circ C/min$.

Cell viability was determined visually using a Neubauer chamber. A cell suspension was made with whole blood and physiological solution at a dilution of 4X, subsequently the sample was added to the counting area ($10 \mu L$), then the sample was left to rest in the chamber for a minute before finally being placed under the microscope. Suspension of the cells was prepared using a concentration (cell/ml) = (number of cells / 4) (dilution factor).

2.4 Magnetic induction of $MgFe_2O_4$ nanoparticles

A solid-state magnetic induction device (Ambrell Easy Heat 0224) was employed to assess the heating capacity of the magnetic nanoparticles. Aqueous suspensions containing 6, 8, 10, and 12 mg of nanoparticles in 1 ml of deionized water were prepared and subjected to a magnetic field of 10.2 kA/m and a frequency of 354 kHz for 10 minutes. The specific absorption rate (SAR) was determined using the following equation:

$$SAR = \frac{C}{w} * \frac{\Delta T}{\Delta t} \quad (\text{Eq. 1})$$

Where w is the weight of the magnetic material, $\Delta T/\Delta t$ is the total slope of the temperature vs. time curve, and C is the specific heat of the medium in which particles are suspended ($H_2O = 4.1868 \text{ J/g}$).

3. Results and discussion

3.1 XRD studies of $MgFe_2O_4$ nanoparticles

Figure 2 shows the XRD patterns of the obtained nanoparticles. The diffraction peaks observed correspond to the (220), (311), and (400) planes, according to JCPDS 36-0398 for magnesium ferrite ($MgFe_2O_4$), indicating the formation of a face-centered cubic $MgFe_2O_4$ structure. The XRD patterns of the samples exhibited distinct primary peaks characteristic of magnesium ferrite nanoparticles at $2\theta = 30.29, 35.45, 43.35, 53.53, 57.25,$ and 62.66 , which correspond to the (220), (311), (400), (422), (511), and (440) crystal planes of $MgFe_2O_4$, respectively. These results are in agreement with those reported by Bouzidi *et al.* [16]. The formation of the pure magnesium ferrite phase is promoted when the magnesium content reaches a ratio of $Mg \ x = 1$. In contrast, lower magnesium levels lead to the presence of diffraction peaks associated with iron oxide, corresponding to the hematite phase. The reaction medium employed, along with higher iron concentrations, facilitated the formation of the hematite phase during synthesis.

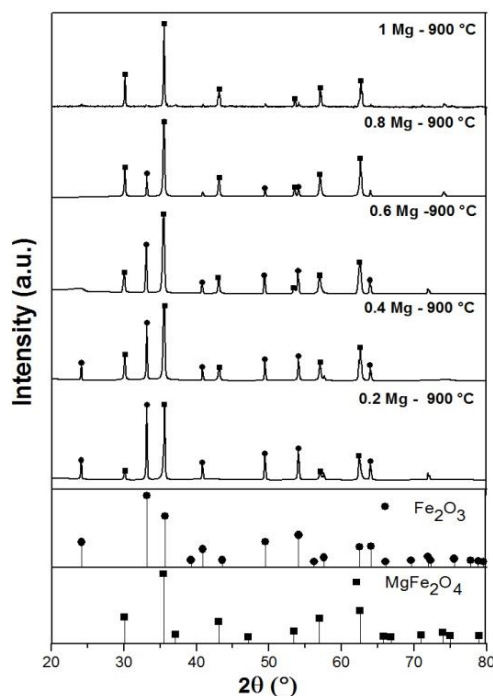


Figure 2. Diffraction patterns of $Mg_xFe_{3-x}O_4$ nanoparticles treated at $900 \text{ }^\circ\text{C}$.

Table 1. Percentage of phases present in $Mg_xFe_{3-x}O_4$ nanoparticles.

Sample	Fe_2O_3	$MgFe_2O_4$
$Mg_{0.2}Fe_{2.8}O_4$	13%	87%
$Mg_{0.4}Fe_{2.6}O_4$	14%	86%
$Mg_{0.6}Fe_{2.4}O_4$	9%	91%
$Mg_{0.8}Fe_{2.2}O_4$	3%	97%
$Mg_1Fe_2O_4$	0	100%

3.2 TGA-DSC studies of $MgFe_2O_4$ nanoparticles

The thermal analysis of the precursors is shown in Figure 3. A slight weight reduction is observed from room temperature up to approximately 100°C , attributed to the evaporation of solvent and water absorbed during synthesis. As the temperature exceeds 150°C , further weight losses occur, beginning around 190°C and 230°C , and continuing until near 500°C . These losses are associated with residual products from the reaction, such as carbon chains, dodecane, and ammonium, which decompose at approximately 230°C and 240°C , respectively. The total weight loss

is around 50%. DSC analysis revealed the release of energy from the sample. Distinct peaks, both exothermic and endothermic, indicate the evaporation and chemical decomposition of the organic precursors used during the synthesis process. The crystallographic transition is responsible for an exothermic peak observed at around 450

°C. According to a study conducted by Orhan *et al.* [17], the microemulsion procedures generate waste products, such as ammonium and carbon chains, which are eliminated through washing and heat treatments. These compounds are responsible for the exothermic peaks observed [16][18].

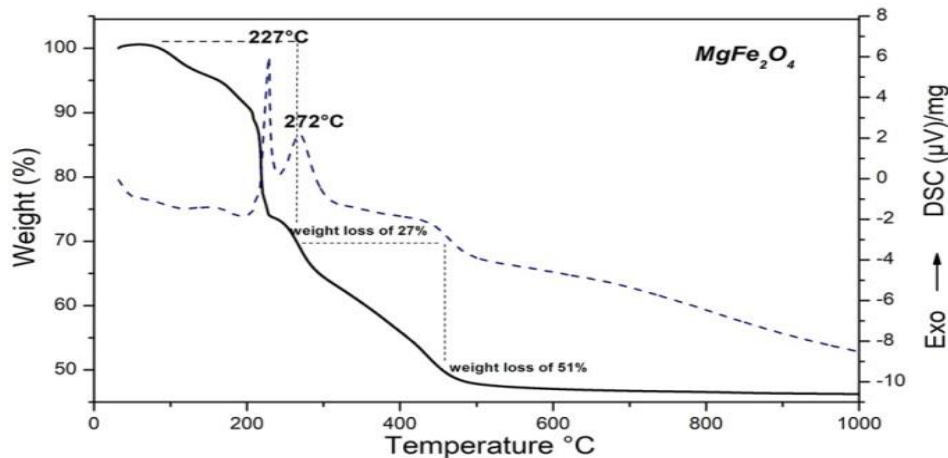


Figure 3. Thermogram (TGA-DSC) of the precursor of MgFe_2O_4 nanoparticles.

3.3 SEM-EDX studies of MgFe_2O_4 nanoparticles

Figure 4 shows the SEM micrograph and EDX spectrum for the sample heat-treated at 900 °C, which corresponds to the sample containing the pure magnesium ferrite phase (Fe: Mg, 2:1). The micrograph obtained by SEM shows aggregates with varied morphology and sizes between 5 and 20 μm , M. Junaid *et al.* [19] report similar behavior as a consequence of nanoparticle agglomeration. The agglomeration is believed to occur due to the high surface energy of nanoscale particles. EDX analysis reveals the presence of only Mg, Fe, and O, with no traces of elements from the reaction [20].

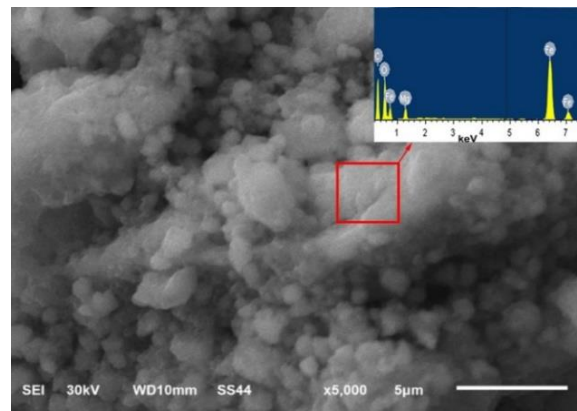


Figure 4. MgFe_2O_4 nanoparticles: SEM image and EDX spectrum.

3.4 TEM-HRTEM-SAED studies of MgFe_2O_4 nanoparticles

The TEM images depicted in Figure 5 show MgFe_2O_4 nanoparticles synthesized by microemulsion and thermally treated at 900 °C. This sample was selected because it represents a pure phase. The particles exhibit an irregular morphology, appearing closed together and compact. Due to the magnetic

attraction between the nanoparticles, they tend to form agglomerates, as seen in Figure 5a. The nanoparticles' large specific surface area, high chemical reactivity, and inherent dipolar magnetic interactions, as they are characterized as monodomain, make them prone to oxidation and agglomeration. The analysis of selected area electron diffraction (SAED) confirms the formation of FeMg_2O_4 , image 5b, while the analysis of high-resolution transmission electron microscopy (HRTEM-SAED) observed in image 5c corroborates that the reflections presented

correspond to the crystallographic patterns (220) and (311), which were obtained from their experimental interplanar distances $d = 2.969$ and 2.521 , respectively, corresponding to the magnesium ferrite, according to the crystallographic chart (JCPDS: 04-008-2382). Finally, the histogram in Figure 5d shows a particle size distribution from 100 individual counts, obtaining an average size of 31 nm. Therefore, it can be confirmed that the materials produced using this synthesis method are within the nanoscale range [21] [22].

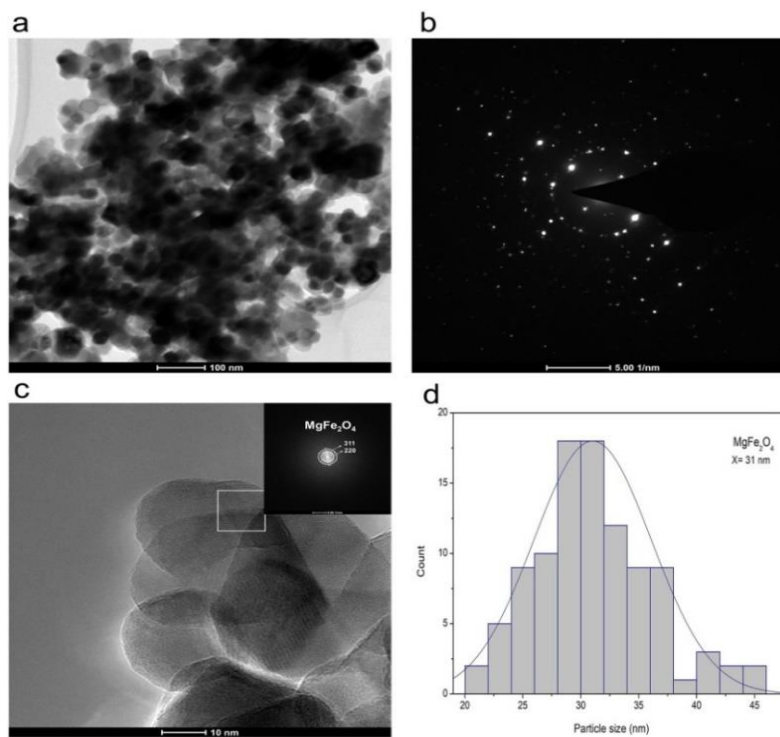


Figure 5. MgFe_2O_4 nanoparticles images: a) TEM, b) SAED, c) HRTEM-SAED, d) particle size distribution histogram.

3.5 VSM studies of MgFe_2O_4 nanoparticles

Figure 6 illustrates the hysteresis loops and magnetic properties of nanoparticles with varying stoichiometric ratios of magnesium, with the pure phase observed at $900\text{ }^\circ\text{C}$. The hysteresis loops exhibit the typical curve for superparamagnetic behavior (no open loops), with coercivity near zero [23].

A monodomain system forms when the size of a ferritic or ferromagnetic material is smaller than a domain, which is the region where the material's spins are aligned in a single direction. These domains have a defined (micrometric) size. When a new magnetic behavior emerges, it is referred to as super-para-magnetism. Superparamagnetic behavior occurs when the particle size is below 100 nm. Given that the average particle

size measured by TEM was 31 nm for magnesium ferrite, this demonstrates the material's superparamagnetic behavior [23] [24].

The values of magnetic properties were estimated at 18.419 emu/g and 8.790 emu/g for saturation magnetization (M_s). While

0.468–1.712 emu/g for remnant magnetization (M_r) and 0.005–0.019 Oe for coercivity (H_c), the M_s values show a slight variation and are attributed to different stoichiometric ratios of magnesium in the $MgFe_2O_4$ nanoparticles. These values increased as the amount of magnesium increased, ranging from 8.79 to 18.42 emu/g.

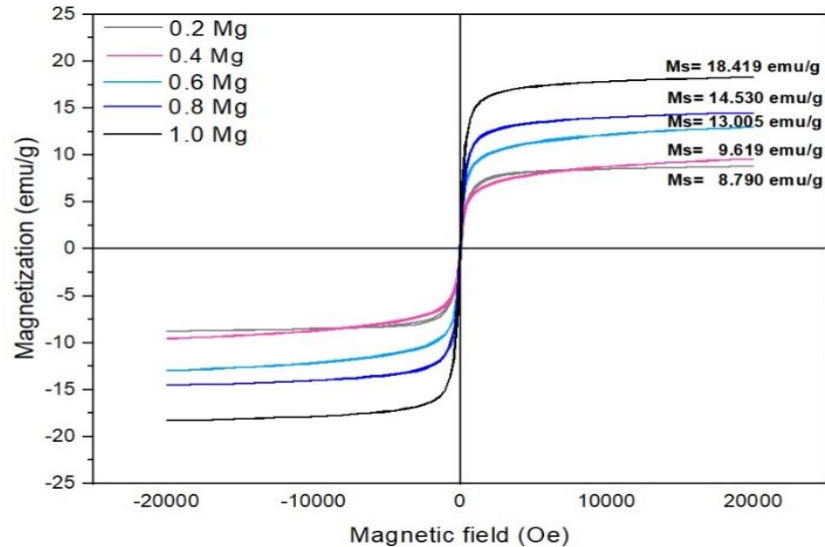


Figure 6. $Mg_xFe_{3-x}O_4$ nanoparticles' hysteresis loops and magnetic values.

Table 2 presents the magnetic properties of the $MgFe_2O_4$. The highest saturation magnetization (M_s) values are found in the sample with 2:1 Fe: Mg. The differences in magnetic parameters can be attributed, according to some authors, to exchange interactions between ions in the network [25]. These variations are also influenced by particle size and the anisotropy constant. The synthesized nanoparticles are smaller than 100 nanometers in size. Studies, such as those conducted by J. Uddin and Y. Jeong [26],

have confirmed the impact of Mg and Fe ratios on the properties of magnesium ferrites. Non-magnetic cations such as Mg^{+2} occupy tetrahedral voids, as in ordinary spinels, forcing the movement of Fe^{+3} out of tetrahedral voids into octahedral sites, where they align, thus increasing the magnetization of the material. The presence of the iron oxide phase leads to a reduction in magnetization values in samples with lower magnesium content (Fe_2O_3) [21] [18].

Table 2. Magnetic properties of $Mg_xFe_{3-x}O_4$ nanoparticles.

Sample	M_s (emu/g)	M_r (emu/g)	H_c (Oe)
$Mg_{0.2}Fe_{2.8}O_4$	8.790	0.468	0.005
$Mg_{0.4}Fe_{2.6}O_4$	9.619	0.720	0.004
$Mg_{0.6}Fe_{2.4}O_4$	13.005	1.001	0.005
$Mg_{0.8}Fe_{2.2}O_4$	14.530	1.657	0.009
$Mg_1Fe_2O_4$	18.419	1.712	0.019

3.6 Magnetic induction of MgFe_2O_4 nanoparticles

The heating capacity results are shown in Figure 7. $\text{Mg}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ nanoparticles with Fe: Mg ratios of 2:1, 2.2:0.8, 2.4:0.6, 2.6:0.4 and 2.8:0.2 were heat treated at 900 °C. These results indicate that the suspension containing magnesium ferrite with a stoichiometric ratio of 2:1 (Fe: Mg) exhibited the highest heating capacity, reaching a temperature of 43.5°C in 152 seconds. This temperature is considered optimal for promoting the destruction of cancerous tissue in hyperthermia therapy. Ferrites with a stoichiometric ratio other than 2:1 show no heating capacity above 40°C in 600 seconds, a phenomenon that can be inferred from the presence of Fe_2O_3 as an additional antiferromagnetic phase and responsible for the decrease in saturation magnetization values, according to the results obtained by XRD and VSM.

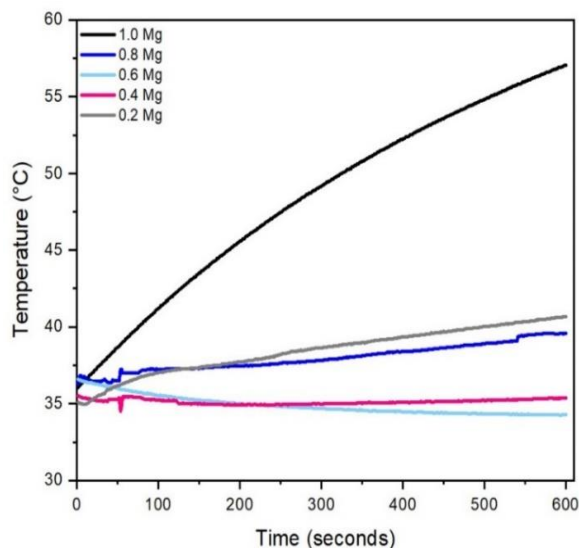


Figure 7. Heating capacity of $\text{Mg}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ nanoparticles under the application of the magnetic field.

Different nanoparticle solutions were investigated, considering the values found for the heating capacity of $\text{Mg}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ nanoparticles with Fe: Mg ratios of 2:1. The results are presented in Figure 8. The suspensions were dispersed in water at

concentrations of 6, 8, 10, and 12 mg/ml to evaluate their heating capacity. The results show that the nanoparticles were capable of increasing the suspension temperature from 44°C to 64°C within 600 seconds. These temperatures fall within the suitable range for hyperthermia therapy, which aids in the destruction of cancer tissue, as such cells are sensitive to temperature variations and undergo apoptosis when exposed to temperatures above 41–45° [27] [26].

The hyperthermia process induced by nanoparticles is associated with two phenomena: Brownian and Néel relaxations. These relaxation processes disrupt the alignment of magnetic moments when nanoparticles are immersed in a liquid, either due to the physical rotation of particles in the solution (Brownian relaxation) or the thermal randomness of the magnetic moments (Néel relaxation). While Néel relaxations and the hysteresis process are independent of the surrounding environment, Brownian relaxation is influenced by the viscosity of the medium, which may change under biological conditions. Superparamagnetic particles can exist as single-domain particles, and hysteresis losses may become significant at sufficiently high field amplitudes [28].

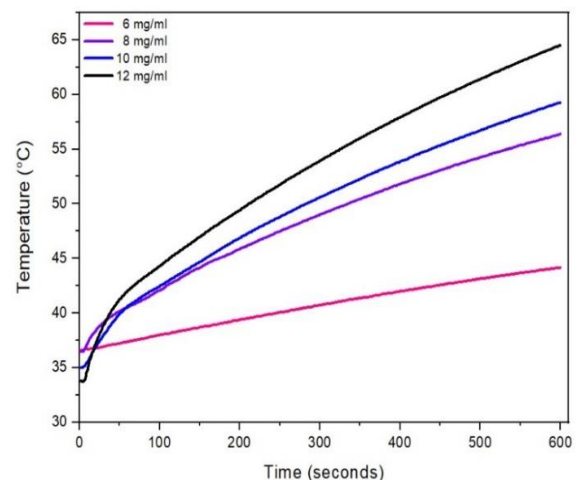


Figure 8. Heating capacity of different suspensions of MgFe_2O_4 nanoparticles under the application of the magnetic field.

To heat tissues, the specific absorption rate (SAR) is linked to the amount of heat absorbed. This concept refers to the amount of thermal energy lost per unit mass of magnetic material in the sample when exposed to an alternating current (AC) magnetic field. Table 3 presents the SAR values and maximum temperatures. The nanoparticle suspensions prepared contained 6, 8, 10, and 12 mg in 1 ml of water.

The maximum temperatures reached and the calculated SAR values suggest that all the suspensions have potential for use in hyperthermia treatment. The SAR values and heating temperatures of the 6 mg/ml suspension are classified in the literature as moderate hyperthermia, which is used to enhance tumor sensitivity to radiation and chemotherapy [22]. The thermal ablation is used to directly induce cell death by necrosis (50 °C), as is the case with the suspension of 8,10, and 12 mg/ml [28]. The sample of 6 mg/ml is a suitable choice to show a lower level of damage to the organism.

SAR values result from dipolar interactions that are influenced by the size of nanoparticle clusters, with iron oxides showing therapeutic SAR values between 25 and 75 W/g. Tong *et al.* [22] also refer to values between 10 kA/m and 100 kHz, respectively. Cardoso *et al.* [29] synthesized nanoparticles of calcium-substituted magnesium ferrite by the co-precipitation method, obtaining SAR values between 12 and 46 W/g. The SAR values found in this research (5.7-26.4 W/g) are within the above-mentioned ranges. Based on the results, magnesium ferrite nanoparticles are ideal candidates for hyperthermia therapy, as they reach a temperature of 43.5°C after approximately 150 seconds. Hyperthermia is employed to enhance tumor sensitivity to radiation and chemotherapy, while thermal ablation, which involves temperatures above 50°C, leads to direct cell death through necrosis. Thus, these samples can be used for both purposes, with the exposure time to the magnetic field adjusted as needed [30] [31].

Table 3. SAR values, maximum temperature reached and $\Delta T/\Delta t$ of nanoparticles suspensions $MgFe_2O_4$.

Mass (mg)	Maximum temperature reached (°C)	$\Delta T/\Delta t$ (°C/s)	SAR total (W/g)
6	44.32	0.0630	5.7587
8	56.08	0.0516	16.2041
10	59.13	0.0386	21.6343
12	64.21	0.0137	26.4067

3.7 Cell viability

To demonstrate cell viability, suspensions of erythrocyte cells (at concentrations of 10 mg/ml) were used sample with a Fe: Mg = 2:1 stoichiometric ratio calcinated a 900 °C. The apoptosis rate in all concentrations was different from the control group in barely perceptible percentages; the control was used as a means of comparison by having all samples in the same fluid but without the presence of nanoparticles. Figure 9 shows the percentages obtained for the cell viability. During the first 24 hours, the percentage was

higher than 94%. After 36 hours, the percentage of living cells was 85%. Then, 48 hours later, cell viability was reduced to approximately 77%. Finally, at 60 hours, cell viability was less than 60%, something natural that occurs in all cells after that time when they are extracted from the body due to a lack of nutrients. Previous studies have shown the cytotoxicity of various dose-dependent ferrites [32] [33] where the number of deaths varies according to the pathophysiology, exposure period, cell type, and exposure concentration. It is debatable to

claim and contrast cytotoxicity studies carried out on healthy cells and cancer cells because cancer cells are more vulnerable to death from external factors.

About magnesium ferrites, it can be stated that, specifically those obtained in the present research, are not cytotoxic due to their biocompatible components. Iron,

magnesium, and oxygen are a few of the bioelements found in the body. It is possible to observe in the graph that the dotted line shows 50% cell viability, which determines that all the suspensions analyzed were viable for the erythrocyte even after 60 hours of exposure, indicating the cellular stability of erythrocytes in the presence of magnesium ferrite nanoparticles [8] [34].

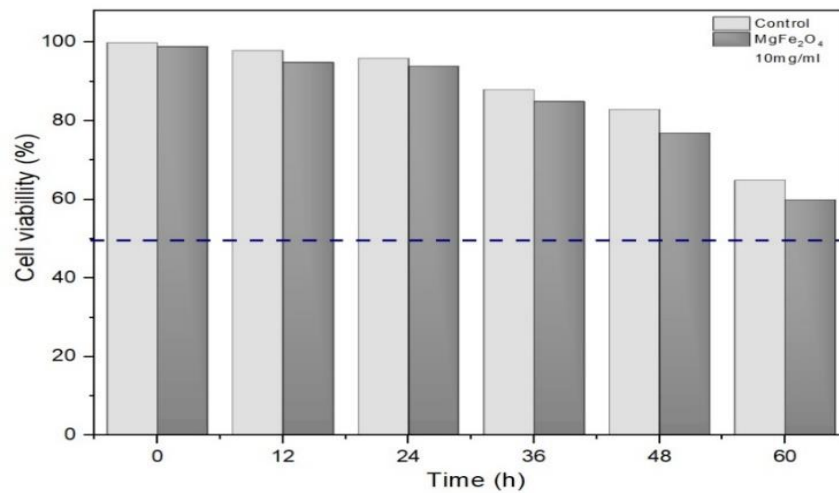


Figure 9. Cell viability of MgFe₂O₄ with erythrocyte cells.

4. Conclusions

Nanoparticles can be utilized in anticancer therapies like magnetic hyperthermia, but they must possess specific characteristics, including a particle size in the nanometer range, superparamagnetic behavior, and the ability to generate heat when exposed to a magnetic field via induction. To effectively destroy cancer cells in the body, the temperature must range between 40 and 43 degrees Celsius. This study emphasizes the potential of magnesium ferrite nanoparticles, synthesized through a wet method, in antitumor therapies such as magnetic hyperthermia treatments.

The formation of the crystalline phase of magnesium ferrite began at approximately 450°C. At a stoichiometric ratio of 2:1 (Fe: Mg) and 900°C, X-ray diffraction analysis showed the presence of magnesium ferrite

without any secondary phases. The thermograms obtained for the precursors of MgFe₂O₄ showed an average loss of 51% of the weight of the samples. Apply a heat treatment at 450 °C to the crystalline phase of the magnesium ferrite. "SEM micrographs of uncoated ferrites revealed some agglomeration, with agglomerate sizes ranging from 5 to 20 μm. TEM analysis showed the presence of nanoparticles with an average size of 31 nm. This particle size directly influenced the magnetic properties, resulting in superparamagnetic behavior with a maximum saturation magnetization of 18.32 emu/g, and coercivity and remanence near zero. Heat capacities above 43.5°C and specific absorption rates between 5.7 and 26.4 W/g were achieved at a frequency of 10.2 kA/m and 350 kHz. Cytotoxicity levels for erythrocyte cells in the presence of magnesium ferrites were up to 60 hours

higher than 50% and very close to the control used. Thus, the nanoparticles produced in this study have potential applications in magnetic hyperthermia treatment.

5. Acknowledgments

This research has been supported by the Tecnológico Nacional de México through the research academic group ITSAL-CA-12 and the research project 21880.25P. Author Carolina García Feria with CVU 1000701 is indebted to SECIHTI for financial support in the form of a scholarship for doctorate studies.

References

- [1] A. R. K. Santhiya R, “Role of metal oxide ferrites in the process of magnetic hyperthermia”, *J. Therm. Biol.*, 2024.
- [2] P. S. Mkwae *et al.*, “Insightful acetone gas sensing behaviour of Ce substituted MgFe₂O₄ spinel nanoferrites”, *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 9, no. 6, pp. 16252–16269, 2020, doi: 10.1016/j.jmrt.2020.11.079.
- [3] A. M. Jumaa, M.B., Mubarak, T.H. & Mohammad, “Exploring Cu-substituted Zn nanoferrites: synthesis, structural, magnetic, morphological, and antibacterial properties”, *J Sol-Gel Sci Technol*, 2022, [Online]. Available: <https://doi.org/10.1007/s10971-025-06742-4>.
- [4] G. M. M. Frausto Gascón, Juan Salvador, Alexa Yael García-Fimbres, Celia Paola Gutierrez Aranda, Ximena Danae Hernández Muñoz, Paola Orozco Fernández, Teresa Alejandra Razo Lazcano, “Síntesis De nanopartículas De Oro Utilizando Nano-Emulsiones Y Extractos Naturales Como Agentes Reductores”, *Jovenes en la Cienc.* 21, 2023, [Online]. Available: <https://www.jovenesenlaciencia.ugto.mx/index.php/jovenesenlaciencia/artic le/view/3943>.
- [5] D. A. B. Chetan Pandit, Arpita Roy, Suresh Ghotekar, Ameer Khusro, Mohammad Nazmul Islam, Talha Bin Emran, Siok Ee Lam, Mayeen Uddin Khandaker, “Biological agents for synthesis of nanoparticles and their applications”, *J. King Saud Univ. - Sci.*, vol. 101869, no. ISSN 1018-3647, 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jksus.2022.101869>.
- [6] D. et al. Malik, A.Q., Mir, T.u.G., Kumar, “A review on the green synthesis of nanoparticles, their biological applications, and photocatalytic efficiency against environmental toxins”, *Env. Sci Pollut Res* 30, vol. 69796–6982, 2023, doi: <https://doi.org/10.1007/s11356-023-27437-9>.
- [7] H. H. and Z. G. Zhang D, Ma X-l, Gu Y, “Green Synthesis of Metallic Nanoparticles and Their Potential Applications to Treat Cancer”, *Front. Chem*, vol. 8, 2020, doi: <https://doi.org/10.3389/fchem.2020.00799>.
- [8] C. Guyton and J. Hall, *Guyton Y Hall Tratado De Fisiología Médica John E. Hall*, vol. 14a. 2021.
- [9] T. Pulingam, P. Foroozandeh, J. Chuah, and K. Sudesh, “Exploring Various Techniques for the Chemical and Biological Synthesis of Polymeric Nanoparticles”, 2022, doi: DOI:10.3390/nano12030576.
- [10] Ana Ketzaly Calvillo Anguiano,

- “Evaluación de la viabilidad celular y la actividad antimicrobiana de nanopartículas de cobre Tesis”. 2019, [Online]. Available: <http://www.fc.uaslp.mx/pca/tesis/2019Maestria/CalvilloAnguianoAnaKetzaly-Maestria201989.pdf>.
- [11] Z. V. Cancino J, Marangoni V.S, “Nanomedicine, Nanoscience and its applications”, *Elsevier*, pp. 71–84, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-49780-0.00003-X>.
- [12] F. A. S. da Silva and M. F. de Campos, “Study of heating curves generated by magnetite nanoparticles aiming application in magnetic hyperthermia”, *Brazilian J. Chem. Eng.*, vol. 37, no. 3, pp. 543–553, 2020, doi: [10.1007/s43153-020-00063-5](https://doi.org/10.1007/s43153-020-00063-5).
- [13] J. K. Man Shu, Jingguang Wang, Ziyang Xu, Teliang Lu, Yue He, Renshan Li, Guoqing Zhong, Yunbo Yan, Yu Zhang, Xiao Chu, “Targeting nanoplatform synergistic glutathione depletion-enhanced chemodynamic, microwave dynamic, and selective-microwave thermal to treat lung cancer bone metastasis”, *ioactive Mater.*, vol. 39, pp. 544–561, 2024, doi: <https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2024.04.016>.
- [14] Y. Lu, W. Dong, J. Ding, W. Wang, and A. Wang, “Hydroxyapatite Nanomaterials: Synthesis, Properties, and Functional Applications”, *Nanomater. from Clay Miner.*, pp. 485–536, 2019, doi: [10.1016/B978-0-12-814533-3.00010-7](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814533-3.00010-7).
- [15] A. Ravi, Rangnath, Mishra and S. Anamika, Ahmad, “Fabrication of Superparamagnetic Bimetallic Magnesium Nanoferrite Using Green Polyol: Characterization and Anticancer Analysis in Vitro on Lung Cancer Cell Line A549”, *Am. Chem. Soc.*, vol. 5, 2022, doi: [10.1021/acsabm.2c00729](https://doi.org/10.1021/acsabm.2c00729).
- [16] M. G. & J. J. Souhir Bouzidi, Najah Rhimi, Jamila Dhahri, Zouhaier Aloui, Abdelaziz Bouazizi, Kamel Khirouni, “Eu-doped Mg–Ni ferrites: a reliable strategy to enhance dielectric properties for high-frequency applications”, *J Mater Sci Mater Electron*, vol. 36, p. 32, 2025, doi: <https://doi.org/10.1007/s10854-024-14058-2>.
- [17] G. Orhan, Z., Daş, E. & Bozkurt, “Microemulsion synthesis of SnO₂ nanoparticles and their integration in Au/n-Si/Al device structure”, *J Mater Sci Mater Electron*, vol. 36, p. 158, 2025, doi: <https://doi.org/10.1007/s10854-025-14242-y>.
- [18] M. Tadic, J. Lazovic, M. Panjan, and S. Kralj, “Hierarchical iron oxide nanocomposite: Bundle-like morphology, magnetic properties and potential biomedical application”, *Ceram. Int.*, vol. 48, no. 11, pp. 16015–16022, 2022, doi: [10.1016/j.ceramint.2022.02.145](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.02.145).
- [19] M. Junaid *et al.*, “Structural , spectral , dielectric and magnetic properties of indium substituted copper spinel ferrites synthesized via sol gel technique”, *Ceram. Int.*, no. June, pp. 1–9, 2020, doi: [10.1016/j.ceramint.2020.07.227](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.07.227).
- [20] A. B. K. Arun V. Bagade, Sangita N. Pund, Pratik A. Nagwade, Brajesh Kumar, Satish U. Deshmukh, “Ni-

- doped Mg-Zn nano-ferrites: Fabrication, characterization, and visible-light-driven photocatalytic degradation of model textile dyes”, *Catal. Commun.*, vol. 181, 2023, doi: <https://doi.org/10.1016/j.catcom.2023.106719>.
- [21] M. D. S. Moya Carlos Ferrer Giménez, Vicente Amigó Borrás, “Fundamentos de ciencia de los materiales”, *Universidad politecnica de Valencia*, 2023, [Online]. Available: https://www.upv.es/materiales/Fcm/Indice_FCM.html.
- [22] S. Tong, H. Zhu, and G. Bao, “Magnetic iron oxide nanoparticles for disease detection and therapy”, *Mater. Today*, vol. 31, no. xx, pp. 86–99, 2019, doi: [10.1016/j.mattod.2019.06.003](https://doi.org/10.1016/j.mattod.2019.06.003).
- [23] M. Tadic, S. Kralj, and L. Kopanja, “Synthesis, particle shape characterization, magnetic properties and surface modification of superparamagnetic iron oxide nanochains”, *Mater. Charact.*, vol. 148, no. December 2018, pp. 123–133, 2019, doi: [10.1016/j.matchar.2018.12.014](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.12.014).
- [24] L. Kopanja, M. Tadić, S. Kralj, and J. Žunić, *Shape and aspect ratio analysis of anisotropic magnetic nanochains based on TEM micrographs*, vol. 44, no. 11. Elsevier Ltd and Techna Group S.r.l., 2018.
- [25] T. Tatarchuk *et al.*, “Magnesium-zinc ferrites as magnetic adsorbents for Cr(VI) and Ni(II) ions removal: Cation distribution and antistructure modeling”, *Chemosphere*, vol. 270, 2021, doi: [10.1016/j.chemosphere.2020.129414](https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.129414).
- [26] J. Uddin and Y. Jeong, “Chemosphere Application of magnesium ferrite nanomaterials for adsorptive removal of arsenic from water: Effects of Mg and Fe ratio”, *Chemosphere*, vol. 307, no. P3, p. 135817, 2022, doi: [10.1016/j.chemosphere.2022.135817](https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.135817).
- [27] H. Z. Feng Ding, Guobin Qiu, Fengliang Tan, Tengyan Wu, Longzhen Ding, Xin Liu, “Preparation and characterization of PEGylated magnetic ferrite with a biocompatible delivery for DOX”, *Appl. Phys. A*, vol. 12, p. 129, 2023, doi: <https://doi.org/10.1007/s00339-023-07160-5>.
- [28] V. Vilas-Boas, F. Carvalho, and B. Espiña, “Magnetic hyperthermia for cancer treatment: Main parameters affecting the outcome of in vitro and in vivo studies”, *Molecules*, vol. 25, no. 12, pp. 1–30, 2020, doi: [10.3390/molecules25122874](https://doi.org/10.3390/molecules25122874).
- [29] B. D. Cardoso *et al.*, “Magnetoliposomes based on shape anisotropic calcium/magnesium ferrite nanoparticles as nanocarriers for doxorubicin”, *Pharmaceutics*, vol. 13, no. 8, 2021, doi: [10.3390/pharmaceutics13081248](https://doi.org/10.3390/pharmaceutics13081248).
- [30] G. Nandhini and M. K. Shobana, “Efecto de la moringa oleifera con nanoferritas de Mn y Ni puras y dopadas con Zn para aplicaciones de hipertermia,” *Mater. Today Commun.*, vol. 39, 2024, doi: <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2024.109046>.
- [31] Marta Vassallo, Daniele Martella, Gabriele Barrera, Federica Celegato, Marco Coisson, Ricardo Ferrero, Elena S. Olivetti, Adriano Tróia, Hüseyin Sözeri, Camilla Parmeggiani,

- Diederik S. Wiersma, Paola Tiberto and A. Manzin, “Mejora de las propiedades de hipertermia de las nanopartículas de óxido de hierro mediante recubrimiento superficial”, *ACS Omega*, vol. 8, 2023, [Online]. Available: https://pubs-acscs.org.translate.googleusercontent.com/doi/10.1021/acsomega.2c06244?x_tr_sl=en&x_tr_tl=es&x_tr_hl=es&x_tr_pto=tc.
- [32] S. Kanagesan *et al.*, “Evaluation of antioxidant and cytotoxicity activities of copper ferrite (CuFe₂O₄) and zinc ferrite (ZnFe₂O₄) nanoparticles synthesized by sol-gel self-combustion method”, *Appl. Sci.*, vol. 6, no. 9, pp. 1–13, 2016, doi: 10.3390/app6090184.
- [33] A. Rafieepour *et al.*, “Investigation of the effect of magnetite iron oxide particles size on cytotoxicity in A549 cell line”, *Toxicol. Ind. Health*, vol. 35, no. 11–12, pp. 703–713, 2019, doi: 10.1177/0748233719888077.
- [34] K. Shahzad *et al.*, “Effect of Magnesium Substitution on Structural, Magnetic and Biological Activity of Co(1-x)Mg(x)Fe₂O₄ Nano-colloids”, *J. Clust. Sci.*, vol. 32, no. 4, pp. 1003–1014, 2021, doi: 10.1007/s10876-020-01862-z.



Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica

Página principal: www.riit.com.mx

Influence of $MgFe_2O_4$ on the magnetic properties of glass-Ceramics derived from sol-gel synthesis

Influencia de $MgFe_2O_4$ en las propiedades magnéticas de vitrocerámicas derivadas de la síntesis por sol-gel

De Hoyos-Sifuentes, D.H.^a, Reséndiz-Hernández, P.J.^{a*}, García-Cerda, L.A.^b

^a División de Estudios de Posgrado e Investigación. Tecnológico Nacional de México/I.T. de Saltillo. 25280. Saltillo, Coahuila. México.

^b Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA). 25294. Saltillo, Coahuila. México.
d22050002@saltillo.tecnm.mx; perla.rh@saltillo.tecnm.mx*; luis.garcia@ciqa.edu.mx

Technological innovation: synthesis of magnetic glass-ceramics with $MgFe_2O_4$ with bioactive properties.
Area of industrial application: biomedicine, specifically in magnetic hyperthermia treatments and bone regeneration.

Received: January 16th, 2025

Accepted: May 07th, 2025

Resumen

Las vitrocerámicas magnéticas están compuestas por una fase magnética, usualmente un óxido de hierro, integrado en una matriz vítrea. Cuando se utiliza vidrio bioactivo como matriz, estas no solo presentan notables propiedades magnéticas, sino que también adquieren propiedades de bioactividad. Entre los óxidos de hierro, destacan aquellos que incorporan magnesio, un catión esencial en el cuerpo humano, debido a su impacto en varios procesos metabólicos. Esta adición mejora las propiedades de las vitrocerámicas, otorgándoles biocompatibilidad superior, comportamiento magnético blando y eficacia en el calentamiento por inducción, haciéndolas ideales para aplicaciones médicas como la hipertermia magnética.

En este estudio, se sintetizaron mediante sol-gel vitrocerámicas magnéticas con 5, 10, 15 y 20 % peso de $MgFe_2O_4$. Con el objetivo de evaluar el efecto del porcentaje de adición de $MgFe_2O_4$ en las propiedades magnéticas. Los materiales obtenidos fueron caracterizados mediante XRD, FTIR, VSM y TEM. Los análisis por XRD y FTIR evidenciaron la presencia de la fase de $MgFe_2O_4$ y la formación de la fase de hidroxiapatita. Las curvas de histéresis demostraron una magnetización de saturación de 7.95 emu/g en las muestras con 20% de $MgFe_2O_4$. Mediante TEM, se identificaron nanopartículas con morfologías esféricas, con un tamaño promedio de partícula de 6.10 nm.

Palabras clave: Ferritas, $MgFe_2O_4$, Sol-Gel, Vitrocerámicas.

Abstract

Magnetic glass-ceramics are composed of a magnetic phase, usually an iron oxide, integrated in a glass matrix. When bioactive glass is used as the matrix, these materials not only exhibit remarkable magnetic properties, but also acquire bioactivity properties. Among iron oxides, those incorporating magnesium, an essential cation in the human body stands out due to their impact on various metabolic processes. This addition enhances the properties of the glass-ceramics, providing superior biocompatibility, superparamagnetic behavior, and efficiency in induction heating, making them ideal for medical applications such as magnetic hyperthermia.

In this study, magnetic glass-ceramics with 5, 10, 15, and 20 wt% of MgFe_2O_4 were synthesized using the sol-gel method. In order to evaluate the effect of the percentage of MgFe_2O_4 addition on the magnetic properties. The materials obtained were characterized using XRD, FTIR, VSM, and TEM. XRD and FTIR analyses revealed the presence of the MgFe_2O_4 phase and the formation of the hydroxyapatite phase. Hysteresis curves demonstrated superparamagnetic behavior, with a saturation magnetization of 7.95 emu/g in the samples containing 20% MgFe_2O_4 . TEM analysis identified nanoparticles with spherical morphologies, with an average particle size of 6.10 nm.

Keywords: Ferrites, MgFe_2O_4 , Sol-Gel, Glass-ceramics.

1. Introduction

The synthesis of glass-ceramics using the sol-gel method, particularly when incorporating magnetic components, has opened up new possibilities in the field of regenerative medicine and advanced oncological treatments such, as magnetic hyperthermia. The interest in these materials lies in the unique characteristics they exhibit when bioactive glass is used as a matrix. These glasses, developed by Larry Hench in the 1960s (Hench, 2006), marked a milestone in biomaterials engineering due to their remarkable biocompatibility, osteoconduction, and osteoinduction (Joughehdoust & Manafi, 2012; Shearer et al., 2023). These properties are enhanced in glasses synthesized via the sol-gel method (Farid, 2019), which allows low-temperature synthesis and produces materials with nanometric porosity, facilitating the controlled release of ions, crucial for bone tissue formation. Recent developments have further expanded the capabilities of bioactive glasses by tailoring their degradation rates,

improving mechanical properties through innovative scaffold architectures, and incorporating therapeutic ions such as Mg, Cu, Zn, and Sr to promote angiogenesis and enhance tissue regeneration (Kaou et al., 2023; Zhu et al., 2024).

Regarding the magnetic components, the integration of magnesium ferrites into bioactive glass matrices over other ferrites is further justified by several advantages. Magnesium ferrite exhibits lower toxicity profiles, greater chemical stability under physiological conditions, soft magnetic behavior, marked by low coercivity and high saturation magnetization at biomedical operating temperatures (Thompson et al., 2017). These features are particularly desirable for biomedical applications where both biocompatibility and efficient magnetic response are critical. Moreover, the degradation of magnesium ions in vivo does not trigger harmful inflammatory responses, a risk associated with other divalent cations ferrites (Diez-Tercero et al., 2021). Beyond hyperthermia, magnetic glass-ceramics can

also be used in other biomedical applications such as drug delivery systems, where an external magnetic field guided and control release of therapeutics, and bone regeneration scaffolds that promote osteogenesis while allowing magnetic stimulation to enhance healing (Abdel-Hameed et al., 2014; Anand et al., 2023; Marghussian, 2015; Sandu et al., 2012). These multifunctional capabilities make magnetic glass-ceramics attractive materials for medical treatments that require localized and controlled heating, a non-invasive strategy for treating tumors, improving regenerative outcomes, and enabling combined diagnostic and therapeutic functions.

2. Materials and method

2.1 Materials

The magnetic glass-ceramics were synthesized using the following reagents: tetraethyl orthosilicate (TEOS) (Sigma-Aldrich), triethyl phosphate (TEP) (Sigma-Aldrich), calcium nitrate tetrahydrate ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) (FAGALAB), distilled water (H_2O) (Jalmek), ethanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) (Jalmek), and nitric acid (HNO_3) (Analytyka), iron chloride hexahydrate ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (FAGALAB), magnesium nitrate hexahydrate ($(\text{MgNO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (Analytyka), citric acid ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (CTR), ethylene glycol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$) (Analytyka), all analytical grade.

2.2 Synthesis of magnetic glass-ceramics

The glass-ceramics were synthesized using the sol-gel technique. As a first step, the hydrolysis of the organic precursors TEOS and TEP was carried out in solution A, whereas calcium nitrate underwent hydrolysis in solution B. Following this, a mixture of the two solutions resulted in the formation of solution C. Prior to the synthesis process of the glass-ceramic, magnesium ferrite nanoparticles were synthesized via the

sol-gel method (De Hoyos-Sifuentes et al., 2022), and these ferrites were incorporated into solution C in 5, 10, 15, and 20 wt%. This solution was subjected to stirring for one hour for gel formation, followed by an aging and drying process. The resulting precursor was subsequently heat-treated at 800 °C under an air atmosphere to induce the formation of the magnetic glass-ceramic.

2.3 Characterization of magnetic glass-ceramics

Phase identification in the material was performed using a Bruker D8 Advance X-ray diffractometer (XRD), employing $\text{Cu K}\alpha$ radiation ($\lambda = 1.54060 \text{ \AA}$), with a 2θ scan range from 20° to 70° and a step size of 0.0196°. The data-acquisition rate was approximately 1.67 steps per second. Eva software package from Bruker was used to carry out a detailed analysis of the collected diffraction patterns, providing information on the crystalline phases present in the sample. The structural information of the magnetic glass-ceramics was analyzed using Frontier FT-IR/NIR spectrometer, over the 400–4000 cm^{-1} range at a temperature of 25 °C. The evaluation of magnetic properties was performed using a Quantum Design 6000 vibrating sample magnetometer (VSM), the analysis was performed at temperature of 25 °C, using a constant magnetic field of ± 20 kOe. Morphology, particle size and diffraction patterns were analyzed using FEI Titan 80-300 transmission electron microscopy (TEM) equipment.

3. Result and discussion

3.1 X-ray diffraction (XRD)

Figure 1 shows the diffraction patterns of the magnetic glass-ceramics containing 5, 10, 15, and 20 wt% magnesium ferrites, heat treated at 800°C. The diffractograms reveal the characteristic peaks of the hydroxyapatite and inverse spinel structure of magnesium ferrite. At 5% of magnesium ferrite addition, the

patterns exhibit signals characteristic of an amorphous material at lower 2θ angles (Goudouri et al., 2009), along with more defined peaks associated with the (211) and (300) planes of the hydroxyapatite phase (PDF 09-0432).

During thermal treatment, calcium and phosphate ions are released, which are essential for the formation of the hydroxyapatite phase. Additionally, intense peaks associated with the crystallographic planes (220), (311), (400), (511), and (440) corresponding to magnesium ferrite (ICDD:04-008-2382) are identified. As the percentage of magnesium ferrite increases in the samples, there is a notable increase in the amount of this phase, accompanied by a reduction in the hydroxyapatite phase and the amorphous nature of the diffraction pattern. This indicates that magnesium ferrite acts as a glass modifier, inducing significant changes in the crystallization process and the structural properties of the glass-ceramic (Borges et al., 2022).

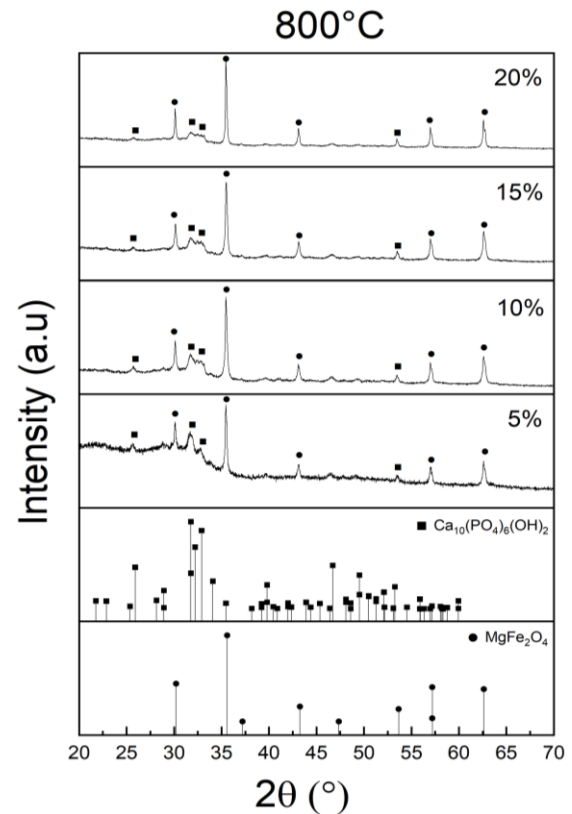


Figure 1. Diffraction patterns of magnetic glass-ceramics with 5, 10, 15, and 20% $MgFe_2O_4$ at 800 °C.

3.2 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

Figure 2 shows the infrared spectra corresponding to the samples with 5, 10, 15, and 20% magnesium ferrite subjected to heat treatment at 800°C. The spectra reveal the presence of bands between 1065 and 928 cm^{-1} associated with Si-O-Si bonds, confirming the presence of residual amorphous material in the samples. Additionally, phosphate groups were identified, related to the peak at 601 cm^{-1} , which is assigned to the crystalline phase of hydroxyapatite (Ghaebi Panah et al., 2021). Finally, peaks around 422 cm^{-1} were identified as characteristic of the magnesium ferrite structure (Shahjuee et al., 2019). These results corroborate the composition, and the presence of phases identified in the X-ray diffraction analyses.

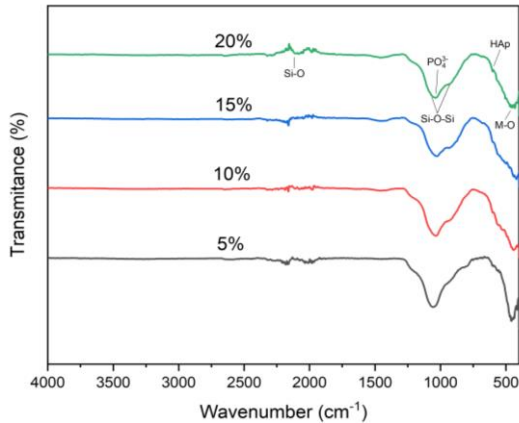


Figure 2. FTIR of magnetic glass-ceramics with 5, 10, 15, and 20% $MgFe_2O_4$ at 800 °C.

3.3 Vibrating Sample Magnetometry (VSM)

Figure 3 presents the hysteresis loops obtained from the analysis of the magnetic properties of the glass-ceramics with different percentages of magnesium ferrite (5%, 10%, 15%, and 20%), as well as pure magnesium ferrite ($MgFe_2O_4$). The curves exhibit characteristics typical of soft magnetic materials, evidenced by their sigmoidal shape, low coercivity, and near-zero remanence (B. D. Cullity, 2008), indicative of behavior suitable for use in magnetic hyperthermia.

The results show an increase in saturation magnetization (M_s) proportional to the increase in magnesium ferrite concentration in the glass-ceramics. The M_s of the samples were 1.90 emu/g for 5%, 2.64 emu/g for 10%, 5.69 emu/g for 15% and 7.95 emu/g for 20%. This behavior is attributed to the greater amount of magnetic material present in the glass matrix, confirming the role of magnesium ferrite as the magnetic phase responsible for the observed properties (Poddar et al., 2022).

On the other hand, pure magnesium ferrite exhibits a saturation magnetization of 17.10 emu/g, significantly higher than that of glass-ceramics. This difference can be explained by

the dispersion of the magnetic phase within the glass matrix and potential interactions between the phases present. Nonetheless, the results highlight the contribution of magnesium ferrite to the magnetic properties of the glass-ceramics, modulating their magnetic response according to the percentage of ferrite added.

Although saturation magnetization (M_s) is often cited as a key parameter for magnetic hyperthermia, a high M_s alone does not guarantee superior heating efficiency. Heat generation also depends on factors such as particle size and distribution, applied field strength, and mechanisms like eddy currents and Néel–Brown relaxation. For example, (Borges et al., 2022) reported an M_s of approximately 4 emu/g, and (Luderer et al., 1983) an M_s of about 8.7 emu/g both achieving temperatures near 40 °C. These findings demonstrate that hyperthermia efficiency arises from multiple variables, underscoring the potential of our materials for such applications.

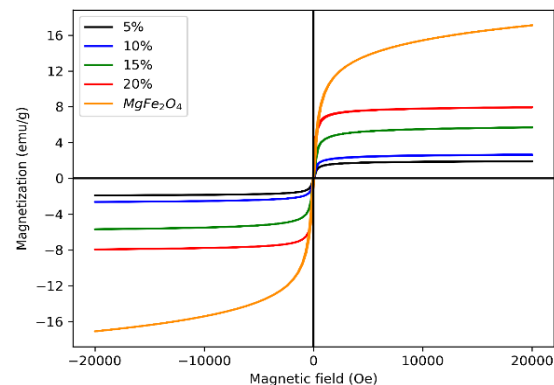


Figure 3. Hysteresis loops of $MgFe_2O_4$ and magnetic glass-ceramics with 5, 10, 15, and 20% $MgFe_2O_4$ at 800 °C.

3.4 Transmission electron microscopy

Figure 4 shows the TEM, high-resolution TEM (HRTEM) micrographs, selected area electron diffraction (SAED) patterns, and particle size distribution histograms corresponding to the magnetic glass-ceramic with 20% magnesium ferrite.

In micrograph 4A, the magnesium ferrite nanoparticles are observed as darker regions, as they scatter electrons more effectively compared to hydroxyapatite and glass (Hurley et al., 2015). The particles exhibit spherical morphologies, and form agglomerates due to the intense magnetic interactions characteristic of nanoscale particles (Yeap et al., 2017).

Figure 4B shows the selected area diffraction patterns revealing diffraction spots corresponding to the crystallographic plane (2 2 0) of magnesium ferrite and the plane (3 0 0) hydroxyapatite. The consistent intensity and number of spots indicate high crystallinity.

Figure 4C presents the HRTEM-SAED analysis, highlighting two zones: In the yellow area, diffraction spots corresponding to an interplanar spacing of 2.09 Å were observed. These spots can be indexed to the theoretical interplanar distance of the (400) crystallographic plane, as reported by (Joughehdoust & Manafi, 2012). This

observation corroborates one of the characteristic diffraction peaks of magnesium ferrite and confirms the presence of a well-ordered crystalline phase embedded within the glass-ceramic matrix.

In contrast, the red region exhibits a marked absence of diffraction spots, which is attributed to the absence of long-range crystallographic order necessary for electron diffraction. This finding suggests that the glass in this specific area remains in an amorphous state (Hench, 2000). Such behavior underscores the coexistence of the amorphous 58S glass phase and the crystalline magnesium ferrite phase within the sample.

Figure 4D presents the particle size distribution histogram, derived from the measurement of 100 individual particles. The particle sizes range from 1 to 15 nm, with a higher incidence in the range of 4 to 6 nm. The recorded average particle size was 6.10 nm (Predescu et al., 2018).

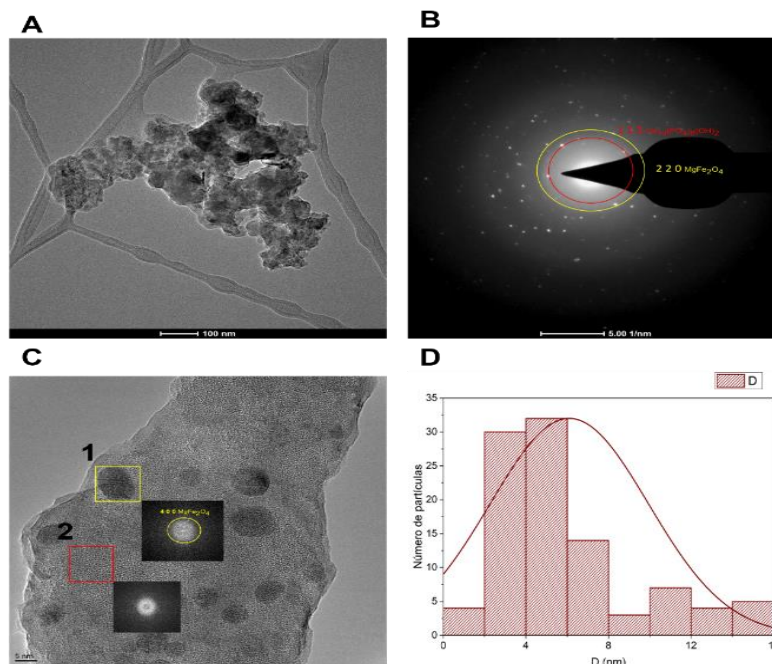


Figure 4. TEM, HRTEM, SAED and histogram of particle size distribution of magnetic glass-ceramics with 20% of $MgFe_2O_4$ at 800 °C.

4. Conclusion

The magnetic glass-ceramics were prepared via the sol-gel synthesis route. The resulting materials demonstrated soft magnetic characteristics, with the highest saturation magnetization value of 7.95 emu/g observed in the samples containing 20% magnesium ferrite. TEM analysis revealed optimal particle size distribution with spherical nanoparticles and an average size of 6.1 nm, while XRD and FTIR analyses confirmed the presence of the crystalline phases of MgFe₂O₄ and hydroxyapatite.

Glass-ceramics with MgFe₂O₄ as the magnetic phase demonstrate a remarkable combination of magnetic and bioactive properties, making them promising candidates for applications in magnetic hyperthermia therapy and bone regeneration.

5. Acknowledgements

This research has been supported by the Tecnológico Nacional de México through the research academic group ITSAL-CA-12 and the research project 21880.25P. Author Diego H. de Hoyos Sifuentes with CVU 998255 is indebted to SECIHTI for financial support in the form of a scholarship for doctorate studies.

6. References

Abdel-Hameed, S. A. M. M., El-Kady, A. M., & Marzouk, M. A. (2014). Magnetic glass ceramics for sustained 5-fluorouracil delivery: Characterization and evaluation of drug release kinetics. *Materials Science and Engineering C*, *44*, 293–309. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2014.08.022>

Anand, V., Chaudhary, A., Meenakshi, Bhatia, G., Heera, P., & Thakur, S. (2023). Magnetic biomaterials with nanostructures for improved medication delivery and bone regeneration. First-

level investigation. *Journal of Asian Ceramic Societies*, *11*(4), 526–534. <https://doi.org/10.1080/21870764.2023.2251245>

B. D. Cullity, C. D. G.-. (2008). *Introduction to magnetic materials*.

Borges, R., Ferreira, L. M., Rettori, C., Lourenço, I. M., Seabra, A. B., Muller, F. A., Ferraz, E. P., Marques, M. M., Miola, M., Baino, F., Mamani, J. B., Gamarra, L. F., & Marchi, J. (2022). Superparamagnetic and highly bioactive SPIONS/bioactive glass nanocomposite and its potential application in magnetic hyperthermia. *Materials Science and Engineering: C*, *March 2021*, 112655. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2022.112655>

De Hoyos-Sifuentes, D. H., Reséndiz-Hernández, P. J., Díaz-Guillén, J. A., Ochoa-Palacios, R. M., & Altamirano-Guerrero, G. (2022). Synthesis and characterization of MgFe₂O₄ nanoparticles and PEG-coated MgFe₂O₄ nanocomposite. *Journal of Materials Research and Technology*, *18*, 3130–3142. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.03.117>

Díez-Tercero, L., Delgado, L. M., Bosch-Rué, E., & Perez, R. A. (2021). Evaluation of the immunomodulatory effects of cobalt, copper and magnesium ions in a pro inflammatory environment. *Scientific Reports*, *11*(1), 1–13. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-91070-0>

Farid, S. B. H. H. (2019). *Bioceramics: For Materials Science and Engineering* (Vol. 1).

Ghaebi Panah, N., Atkin, R., & Sercombe, T. B. (2021). Effect of low temperature crystallization on 58S bioactive glass

- sintering and compressive strength. *Ceramics International*, 47(21), 30349–30357. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.07.215>
- Goudouri, O. M., Chatzistavrou, X., Kontonasaki, E., Kantiranis, N., Papadopoulou, L., Chrissafis, K., & Paraskevopoulos, K. M. (2009). Study of the bioactive behavior of thermally treated modified 58S bioactive glass. *Key Engineering Materials*, 396–398, 131–134. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/kem.396-398.131>
- Hench, L. L. (2000). (ii) The challenge of orthopaedic materials. *Current Orthopaedics*, 14(1), 7–15. <https://doi.org/10.1054/cuor.1999.0074>
- Hench, L. L. (2006). The story of Bioglass®. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 17(11), 967–978. <https://doi.org/10.1007/s10856-006-0432-z>
- Hurley, K. R., Ring, H. L., Kang, H., Klein, N. D., & Haynes, C. L. (2015). Characterization of Magnetic Nanoparticles in Biological Matrices. *Analytical Chemistry*, 87(23), 11611–11619. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.5b02229>
- Joughehdoust, S., & Manafi, S. (2012). Synthesis and in vitro investigation of sol-gel derived bioglass-58S nanopowders. *Materials Science-Poland*, 30(1), 45–52. <https://doi.org/10.2478/s13536-012-0007-2>
- Kaou, M. H., Furkó, M., Balázs, K., & Balázs, C. (2023). Advanced Bioactive Glasses: The Newest Achievements and Breakthroughs in the Area. *Nanomaterials*, 13(16), 1–33. <https://doi.org/10.3390/nano13162287>
- Luderer, A. A., Borrelli, N. F., Panzarino, J. N., Mansfield, G. R., Hess, D. M., Brown, J. L., Barnett, E. H., & Hahn, E. W. (1983). Glass-ceramic-mediated, magnetic-field-induced localized hyperthermia: Response of a murine mammary carcinoma. *Radiation Research*, 94(1), 190–198. <https://doi.org/10.2307/3575874>
- Marghussian, V. (2015). Magnetic Properties of Nano-Glass Ceramics. In *Nano-Glass Ceramics*. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/b978-0-323-35386-1.00004-9>
- Poddar, A., Halder, S., Liba, S. I., Hoque, S. M., & Sikder, S. S. (2022). Study of the Effect of Quenching on Microstructural and Magnetic Properties of Cu-Doped Mg-Ferrite. *Advances in Condensed Matter Physics*, 2022. <https://doi.org/10.1155/2022/3354087>
- Predescu, A. M., Matei, E., Berbecaru, A. C., Pantilimon, C., Drăgan, C., Vidu, R., Predescu, C., & Kuncser, V. (2018). Synthesis and characterization of dextran-coated iron oxide nanoparticles. *Royal Society Open Science*, 5(3). <https://doi.org/10.1098/rsos.171525>
- Sandu, V., Kuncser, V., Damian, R., & Sandu, E. (2012). *Magnetic glass-ceramics*. 1(2), 138–143. <https://doi.org/10.1007/s40145-012-0010-4>
- Shahjuee, T., Masoudpanah, S. M., & Mirkazemi, S. M. (2019). Thermal Decomposition Synthesis of MgFe₂O₄ Nanoparticles for Magnetic Hyperthermia. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 32(5), 1347–1352. <https://doi.org/10.1007/s10948-018->

4834-1

- Shearer, A., Montazerian, M., & Mauro, J. C. (2023). Modern definition of bioactive glasses and glass-ceramics. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 608, 1–20. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2023.122228>
- Thompson, Z., Rahman, S., Yarmolenko, S., Sankar, J., Kumar, D., & Bhattarai, N. (2017). Fabrication and characterization of magnesium ferrite-based PCL/Aloe vera nanofibers. *Materials*, 10(8), 1–12. <https://doi.org/10.3390/ma10080937>
- Yeap, S. P., Lim, J. K., Ooi, B. S., & Ahmad, A. L. (2017). Agglomeration, colloidal stability, and magnetic separation of magnetic nanoparticles: collective influences on environmental engineering applications. *Journal of Nanoparticle Research*, 19(11). <https://doi.org/10.1007/s11051-017-4065-6>
- Zhu, Y., Zhang, X., Chang, G., Deng, S., & Chan, H. F. (2024). Bioactive Glass in Tissue Regeneration: Unveiling Recent Advances in Regenerative Strategies and Applications. *Advanced Materials*, 2312964, 1–16. <https://doi.org/10.1002/adma.202312964>