

Innovación para la enseñanza de la Química

MODELO INTERDISCIPLINARIO EN LAS CIENCIAS QUÍMICAS: SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE UN POLÍMERO DE COORDINACIÓN

Federico E. Aballay¹, María Cristina Almandoz², María Fernanda Castro¹, Germán E. Gomez¹

1 - *Universidad Nacional de San Luis, Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia, Área de Química General e Inorgánica, Chacabuco y Pedernera, San Luis, Argentina.*

2 - *Universidad Nacional de San Luis, Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia, Área de Química Física, Chacabuco y Pedernera, San Luis, Argentina.*

E-mail: germangomez1986@gmail.com

Recibido: 24/10/2021. Aceptado: 15/11/2022.

Resumen. En el presente trabajo reportamos un modelo interdisciplinario de enseñanza de la Química Inorgánica, Química Física y Microbiología mediante la síntesis y caracterización de un polímero de coordinación basado en bismuto y el ligando iminodiacetato (llamado desde ahora **Bi-2**) y posterior determinación de su solubilidad molar en agua para ser empleado como un inhibidor del crecimiento microbiano. La planificación experimental consistió en la enseñanza de técnicas de síntesis (solvothermal) y estudios en estado sólido (FTIR, DRX, TGA, DSC) que permitieron analizar la pureza del compuesto obtenido. Asimismo, se determinó la solubilidad en agua de **Bi-2** a 25°C mediante espectroscopía UV-visible y se constató cualitativamente su actividad antimicrobiana aplicándose en cultivos de *C. glabrata*.

Palabras clave. enseñanza de la química, caracterización, polímero, interdisciplinariedad.

Interdisciplinary model in chemical science teaching: synthesis and characterization of a coordination polymer

Abstract. The present work reports an interdisciplinary model of teaching in Inorganic Chemistry, Physical Chemistry and Microbiology through the synthesis and characterization of a coordination polymer (**Bi-2**) based on bismuth ion and iminodiacetic acid as ligand and further determination of its water molar solubility to be employed as microbial growth inhibitor. The experimental planification involved teaching of synthesis techniques (solvothermal route) as well as solid-state studies such as FTIR, DRX, TGA, DSC, that allowed us to analyze the purity of **Bi-2**. Finally, the aqueous solubility of **Bi-2** at 25°C was determined by means of UV-visible spectroscopy and its antimicrobial activity was qualitatively verified by applying it to *C. glabrata* cultures.

Key words. Chemistry teaching, characterization, polymer, interdisciplinarity.



INTRODUCCIÓN

La interdisciplinariedad aborda los objetos de estudio de modo integral promoviendo el desarrollo de los nuevos enfoques metodológicos para la solución de los problemas. Interconecta disciplinas y amplía de este modo las ventajas que cada una ofrece (De la Tejera Chillón y col., 2019). Un enfoque interdisciplinar toma como objeto de trabajo el estudio de problemas reales y contextualizados. En consecuencia, por un lado, este enfoque resulta próximo a los conocimientos e intereses de los estudiantes estimulando las vocaciones científicas para el estudio de la ciencia y de la tecnología y, por otro, es fundamental para la sociedad, puesto que los principales problemas a los que ésta se enfrenta no pueden ser resueltos por disciplinas independientes (Lorenzo, 2020).

Marcos-Merino, Gallego y Ochoa de Alda (2019) afirman que uno de los principales retos en la educación universitaria actual es la integración de los aspectos que incluyen Ciencia, Tecnología y Sociedad. La introducción de estas interrelaciones en la enseñanza de la Química requiere de un conocimiento científico transversal, que abarca desde los fundamentos científicos teórico-experimentales hasta los avances tecnológicos y su impacto en la sociedad. De esta manera, se hacen necesarias prácticas de enseñanza de las ciencias que adopten nuevos enfoques integradores, y que ofrezcan a los estudiantes experiencias en las que sea necesaria la aplicación de principios interdisciplinarios y los vincule a los problemas del mundo real. En tanto que, esta enseñanza será más efectiva si el estudiante es partícipe protagónico en la búsqueda de posibles soluciones, a través de la implementación de diferentes innovaciones educativas que se alejen de los modelos transmisivos tradicionales.

Es claro que, un trabajo cooperativo, colaborativo e interdisciplinario, junto el manejo de la información son aspectos esenciales para el desarrollo profesional del futuro egresado.

El presente trabajo fue diseñado a fin de ser incluido en una nueva actividad curricular que se ofrece en el Plan de Estudios de la carrera de la Licenciatura en Química (OCD N° 12/21) en el cuarto año, primer cuatrimestre, "*Métodos de Análisis y Caracterización de Productos Químicos*"; la cual, además, se brinda como curso optativo para otras carreras de la Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia (UNSL). Particularmente, el desarrollo y los resultados aquí mostrados surgieron de la actividad realizada con un estudiante de la Carrera Biología Molecular en el marco de una pasantía en investigación. Se estudió un nuevo Polímero de Coordinación (PC) desde su síntesis hasta una de sus potenciales aplicaciones.

Los PCs formados por la unión de iones metálicos y ligandos orgánicos polifuncionales (Figura 1), han sido foco de estudio debido a sus propiedades únicas en adsorción, óptica, captura y liberación de fármacos y catálisis heterogénea (Li y col., 2016). Con el advenimiento de la multirresistencia a antibióticos, muchos de ellos han sido estudiados por sus potenciales propiedades antimicrobianas (Gomez y col., 2018). Para ser usados como tal, se prefiere que sean solubles en agua.

Las experiencias aquí planteadas fueron: la síntesis del iminodiacetatoiminodiacetato monoácido bismuto (III) $[\text{Bi}(\text{IDA})(\text{IDAH})]$ (**Bi-2**), la determinación de su solubilidad y el análisis de su propiedad antimicrobiana frente a *C. glabrata*. El estudio de potenciales aplicaciones de materiales inorgánicos, permite a los estudiantes poder relacionar el análisis de la Química Inorgánica desde el punto de vista de la sistematización de la tabla periódica (Cotton y Wilkinson, 2001; Housecroft y Sharpe, 2006) con soluciones a problemáticas ambientales y/o relativas a la salud humana.

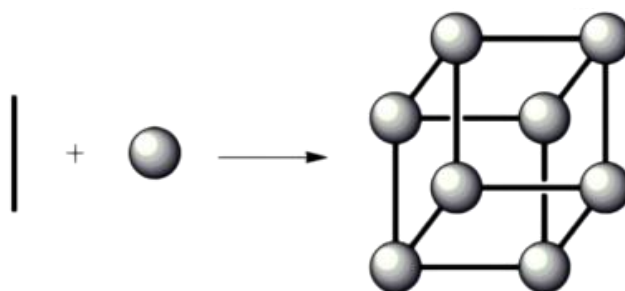


Figura 1. Esquema general de formación de PCs. Las barras oscuras representan a los ligandos, mientras que las esferas grises a los centros metálicos.

En el marco de esta propuesta se propusieron los siguientes objetivos enfocados en las capacidades que los estudiantes deberán desarrollar:

- Sintetizar un polímero de coordinación basado en bismuto y un ligando dicarboxílico.
- Caracterizar un sólido mediante un conjunto de técnicas en estado sólido.
- Determinar la solubilidad en agua a temperatura ambiente.
- Verificar las propiedades antimicrobianas seleccionando una cepa de interés para la salud humana.

Por otro lado, se establecieron propósitos de enseñanza desde la perspectiva docente:

- Integrar los saberes de las diferentes áreas de la Química para crear una metodología de aprendizaje experimental.
- Desarrollar un pensamiento crítico-reflexivo construyendo la ciudadanía en torno al cuidado de la salud relacionados con las herramientas aportadas por las diversas disciplinas de la Química.

METODOLOGÍA

Síntesis de $[\text{Bi}(\text{IDA})(\text{IDAH})]$ (Bi-2**):** El compuesto se obtuvo mezclando 0,2 milimoles (0,0267 g) de H_2IDA (ácido iminodiacético) y 0,1 milimoles (0,0486 g) de $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en 1,5 mL de *N,N'*-dimetilformamida (DMF) y 0,5 mL de agua destilada. La mezcla fue homogeneizada durante 15 minutos con un buzo magnético para asegurar la total disolución de los reactivos. Al obtener una solución transparente, se calentó en un reactor Parr en una estufa de síntesis a 60°C durante 120 h (Figura 2). Transcurrido el tiempo, se

obtuvieron cristales de morfología tipo “roseta”, tal como se muestran en la Figura 3.

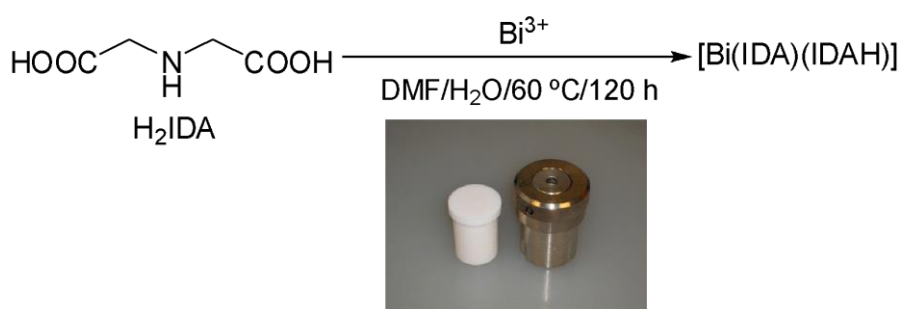


Figura 2. Esquema de la síntesis de **Bi-2**.

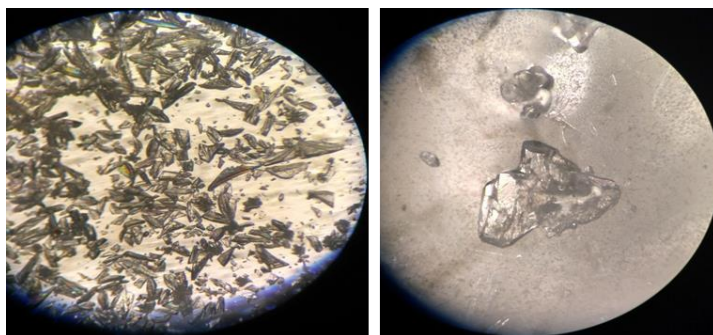


Figura 3. Morfología de los cristales de **Bi-2** observados a la lupa (10X).

Caracterizaciones en estado sólido y determinación de la solubilidad molar: La observación de los cristales se realizó mediante una lupa marca Olympus. Difracción de Rayos X de polvo (DRX): los difractogramas se registraron utilizando un difractómetro Rigaku ULTIMA IV usando radiación CuK α ($\lambda_1=1,54056\text{ \AA}$, $\lambda_2=1,54439\text{ \AA}$). El rango de 2θ fue de $3-50^\circ$ con una velocidad de 5° min^{-1} con un paso de $0,03^\circ$. Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR): los espectros FTIR se registraron mediante un espectrofotómetro Nicolet Protégé 460 en el rango $4000-225\text{cm}^{-1}$. Análisis Térmico: el Análisis Termogravimétrico (TGA) se realizó en atmósfera de aire, con una velocidad de calentamiento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ en el rango de $25-800^\circ\text{C}$. Las medidas de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) se efectuaron manteniendo las mismas condiciones de atmósfera y velocidad que las usadas en TGA. Dichos análisis se llevaron a cabo en equipos Shimadzu, TGA-51 y DSC-60, respectivamente. Espectroscopía UV: la curva espectral, calibración y medidas de absorbancia (A) se registraron en un espectrofotómetro Shimadzu 160A, en el rango $200-350\text{nm}$. Para la obtención de la curva espectral y la calibración necesaria se prepararon soluciones acuosas de **Bi-2** de concentración conocida ($0,06-0,4\text{mM}$). Para evaluar la actividad antimicrobiana se utilizó la técnica de la microgota en medio sólido. Para esto, se cultivó a *C. glabrata* mediante la técnica de césped o dispersión en medio YPD sólido agar. En una placa de Petri, se colocaron 20 mL del medio y en condiciones de esterilidad, se sembró una ansada del microorganismo previamente desarrollado. Se colocaron $100\text{ }\mu\text{L}$ de agua destilada y se

dispersó, con espátula de Drigalsky. Finalmente, se colocaron 20 μ L de suspensión del **Bi-2** (1mg mL⁻¹). La placa fue incubada a 30°C hasta el desarrollo del césped microbiano. Cada ensayo se realizó por duplicado. Este procedimiento se repitió utilizando los precursores como controles.

Descripción estructural: En la unidad asimétrica de **Bi-2**, se presenta un ión Bi³⁺ cristalográficamente independiente, y dos ligandos de iminodiacetato estructuralmente diferentes (IDA, iminodiacetato, e IDAH, iminodiacetato monoácido). Como se estudió anteriormente (Gomez y col., 2018), esta fase cristaliza en el sistema cristalográfico monoclinico C2/c con parámetros de celda a=18,337(5), b=12,223(3), c=10,707(3), $\alpha=90^\circ$, $\beta=104,479(9)^\circ$, $\gamma=90^\circ$. Estructuralmente el compuesto consiste en cadenas de dímeros de Bi³⁺ conectadas por ligando (IDA)²⁻ y (IDAH)⁻ a lo largo del eje c, tal como se muestra en la Figura 4.

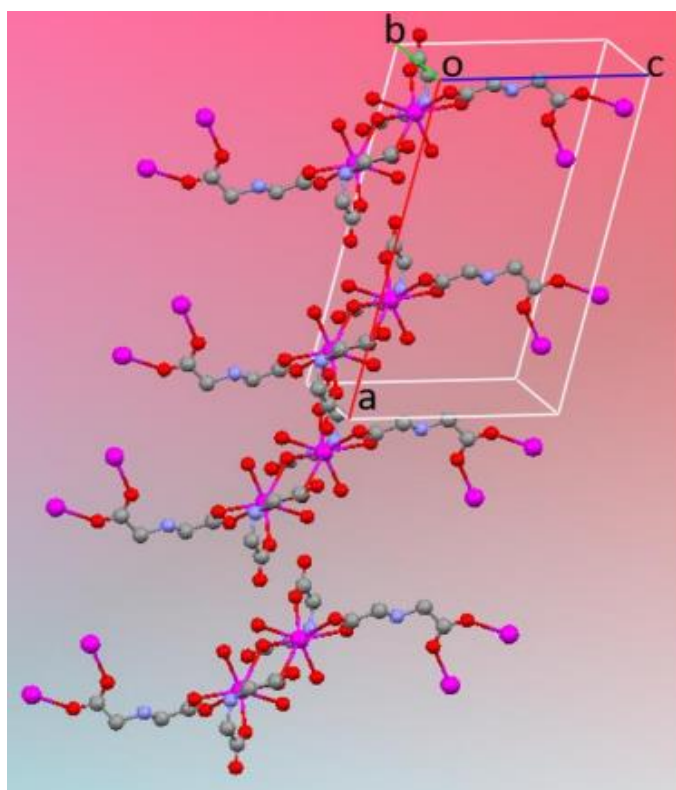


Figura 4. Cadenas de dímeros de Bi³⁺ a lo largo de la dirección c en **Bi-2**. (Referencia: las esferas de colores grises, azules, rojas y fucsias representan los átomos de C, N, O y Bi respectivamente).

RESULTADOS

DRX:

El estudio por DRX de polvos se llevó a cabo para analizar la pureza del producto (Figura 5). Como se muestra en Figura 5 se observa coincidencia total entre los picos de difracción del patrón experimental (trazo rojo) en comparación con el simulado (trazo negro). Además, no se evidencian señales adicionales provenientes de fases secundarias, por lo que se constata

por un lado la alta cristalinidad del material como así también la pureza del producto obtenido.

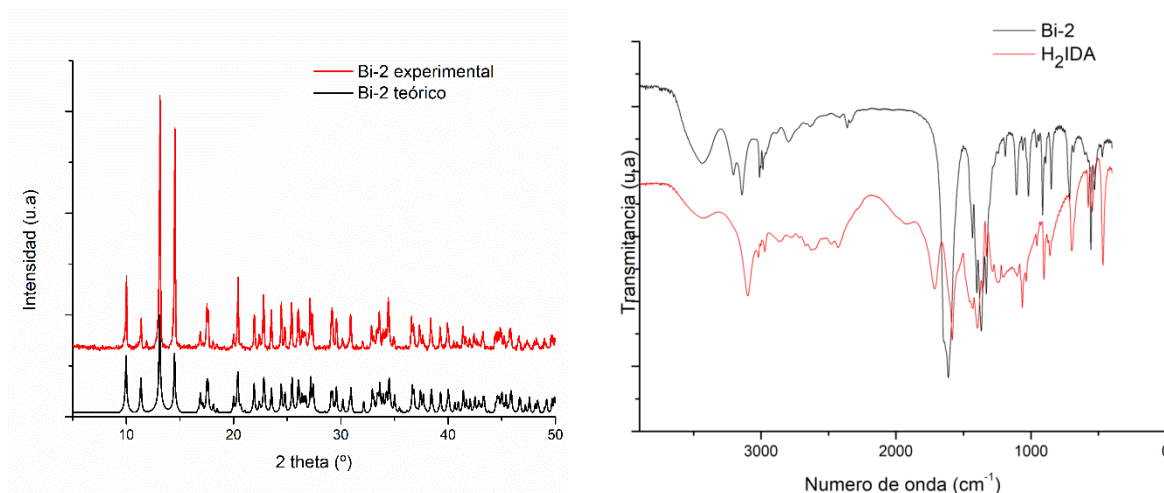


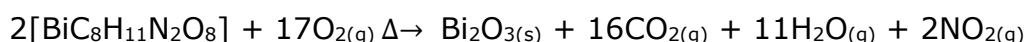
Figura 5. Izquierda: Patrón de DRX de **Bi-2** (línea roja) en comparación con el difractograma simulado (línea negra) de la estructura cristalina previamente obtenida (Gomez y col., 2018). Derecha: Espectros FTIR de **Bi-2** y del ácido iminodiacético.

FTIR:

Mediante FTIR se analizaron las principales bandas de absorción de los grupos funcionales presentes en la fase obtenida en comparación con el ácido iminodiacético (Figura 5). Se utilizó la técnica de la pastilla de KBr (Nakamoto, 2008). Los resultados experimentales muestran en ambos espectros la presencia de una banda ancha a 3400 cm^{-1} proveniente de estiramiento del grupo -OH de agua de humedad. Alrededor de 3100 cm^{-1} se detectan picos provenientes de los estiramientos -CH del ligando en **Bi-2**. Además, se puede constatar la completa desprotonación del ligando en sus formas $(\text{IDA})^{2-}$ ó $(\text{IDA})\text{H}^{-}$ debido a la aparición de bandas de los estiramientos asimétricos y simétricos del grupo carboxilato (1610 cm^{-1} y 1369 cm^{-1}) comparadas con las bandas de -COOH del ligando centradas en 1585 cm^{-1} y 1400 cm^{-1} (ver Figura 5). Asimismo, en el espectro de **Bi-2**, se evidencia la banda correspondiente al $\nu\text{Bi-O}$ (557 cm^{-1}).

TGA/DSC:

En la Figura 6 pueden observarse el diagrama termogravimétrico y calorimétrico de **Bi-2** en el rango de temperatura de $25\text{-}650^\circ\text{C}$. Los resultados del análisis TGA destacan la presencia de una meseta de estabilidad térmica hasta los 303°C . El diagrama de DSC evidencia la descomposición acompañada de un fuerte pico exotérmico a la misma temperatura, cuyo producto final de pirólisis es Bi_2O_3 . La reacción de pirólisis propuesta es la siguiente:



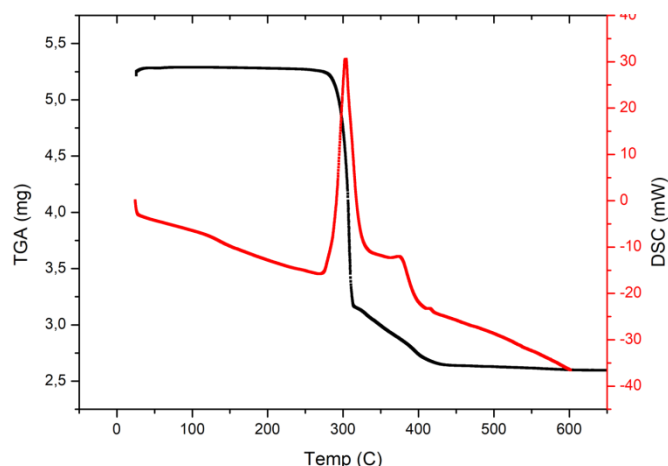


Figura 6. Curvas TGA (línea negra) y DSC (línea roja) de **Bi-2**.

Espectroscopía UV-visible y determinación de la solubilidad molar (S_M):

La curva espectral de la solución acuosa de **Bi-2** llevada a cabo en el rango de 200 a 350 nm, muestra un pico cuya longitud de onda en su máximo es $\lambda_{max} = 236$ nm (Figura 7, izquierda). Con el objeto de cuantificar la solubilidad del reactivo sintetizado se obtuvo la curva de calibrado, para lo cual se determinaron las absorbancias de las soluciones preparadas en el rango de 0 – 0,40mM a la λ_{max} . Posteriormente se graficaron los datos y se obtuvo una recta de regresión lineal cuyo coeficiente de correlación $R^2 = 0,999$ y su ecuación fue:

$$A = 5953,1 \cdot [\mathbf{Bi-2}]$$

De esta manera se construyó la curva de calibrado de acuerdo con la Ley de Lambert-Beer (Atkins, 2008) (Figura 7, derecha). La pendiente de la recta de ajuste corresponde a la absorptividad molar (ϵ) de **Bi-2** cuyo valor fue = $5953,1 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$.

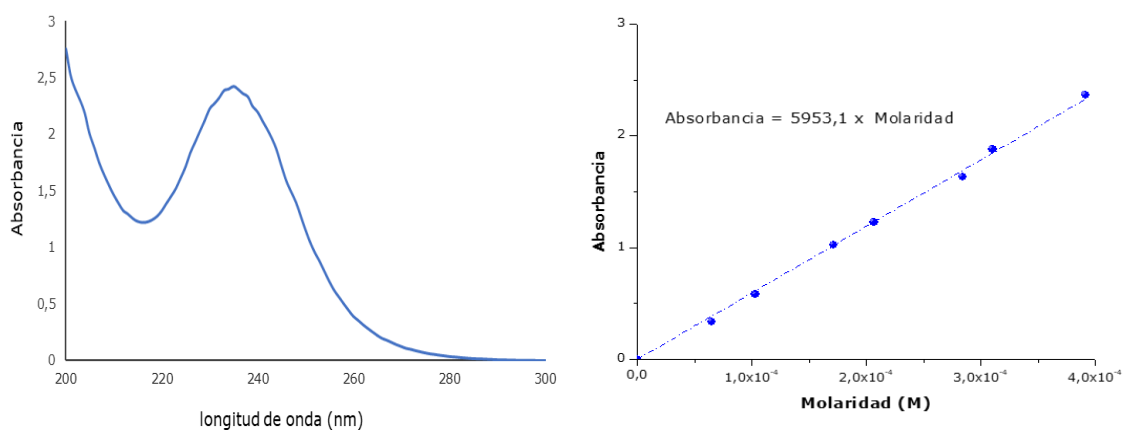


Figura 7. Curva de absorción UV-vis para la solución de **Bi-2** ($4 \cdot 10^{-4}$ M) (izquierda) y curva de calibrado (derecha).

Con la finalidad de determinar la S_M , se prepararon soluciones acuosas sobresaturadas de **Bi-2**, las cuales se llevaron a un agitador SI LabCompanion 300R durante 72 h a 25°C y agitación rotatoria de 100 rpm (Figura 8). Luego, se filtró el sobrenadante y se prepararon (por duplicado) las diluciones necesarias para la determinación de la concentración de **Bi-2** utilizando la curva de calibración previamente obtenida. Se determinó así la S_M arrojando un valor promedio de $1,36 \cdot 10^{-3} (\pm 7 \cdot 10^{-5})$ M.

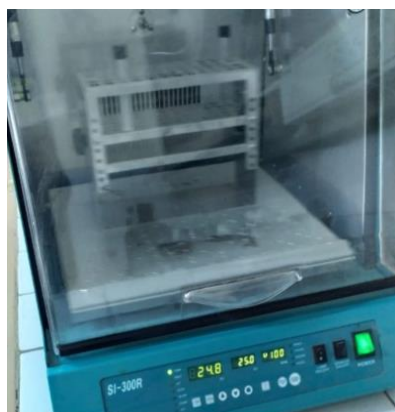


Figura 8. Sistema de agitación empleado para la determinación de la S_M .

Dada la solubilidad del compuesto, se realizaron estudios para analizar la actividad antimicrobiana en medio sólido de **Bi-2** contra *C. glabrata* en comparación con los precursores H_2IDA y $Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$. Como se observa en la Figura 9, se generó un halo de inhibición en presencia del PC, mientras que la sal de Bi^{3+} y H_2IDA no presentaron actividad antimicrobiana. Estos resultados muestran, en forma cualitativa, la actividad antimicrobiana del compuesto sintetizado, revelando que son muy promisorios en sí mismos. Adicionalmente, la actividad antimicrobiana verificada amplía el espectro de estudios sobre las potenciales aplicaciones de **Bi-2**.

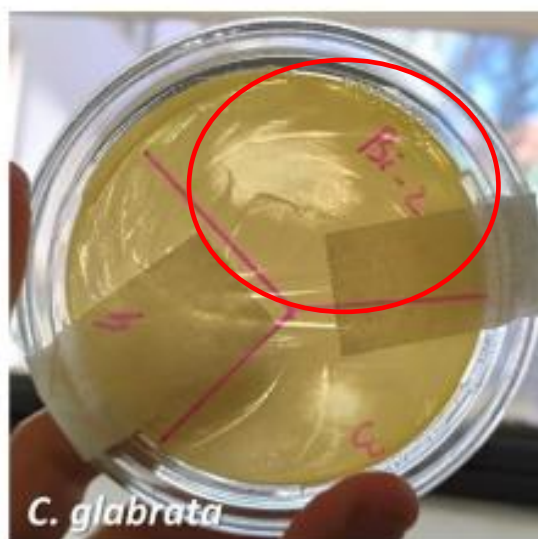


Figura 9. Actividad antimicrobiana de **Bi-2** en medio sólido (desarrollo del halo dentro del óvalo rojo).

CONCLUSIONES

Se sintetizó exitosamente un PC basado en Bi^{3+} y un ligando dicarboxílico que fue caracterizado por una gama de técnicas en estado sólido (DRX, FTIR, DSC y TGA). La espectroscopia UV-visible permitió, aplicando la Ley de Lambert-Beer, obtener la S_M en agua la cual fue de $1,36 \cdot 10^{-3}$ M. El valor de solubilidad de **Bi-2** posibilitó su empleo en la inhibición del crecimiento microbiano en medio acuoso. Por último, esta contribución ofrece un enfoque novedoso para abordar el estudio de sólidos inorgánicos, integrando conceptos de distintas disciplinas de la química, mejorando el proceso del aprendizaje de las ciencias químicas en el nivel superior hacia una ciencia contextualizada (Figura 10). Este abordaje sin dudas logra un aprendizaje significativo de contenidos curriculares específicos.

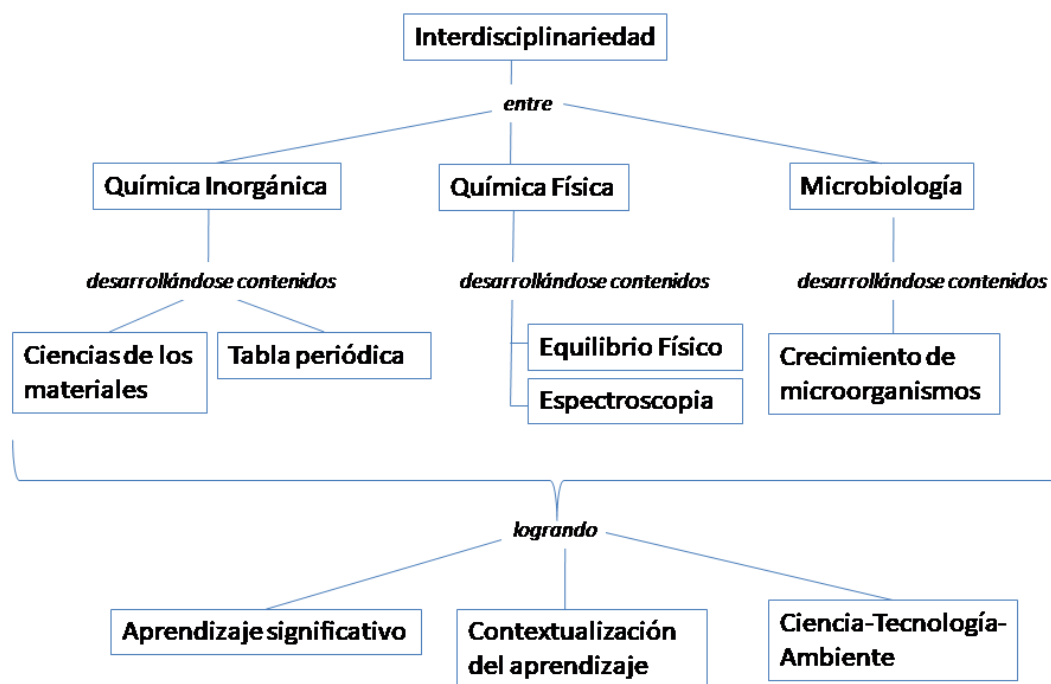


Figura 10. Mapa conceptual que resume los contenidos desarrollados en la propuesta como así también los logros alcanzados.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- Atkins, P. W. (2008). *Química Física*. (8^o Edición) Editorial Médica Panamericana.
- Cotton, F. A. y Wilkinson, G. (2001). *Química Inorgánica Avanzada*. (4^o edición) Editorial Limusa.
- De la Tejera Chillón, N., Cortés Sendón, C., Viñet Espinosa, L. M., Pavón de la Tejera, I. y de la Tejera Chillón, A. (2019). La interdisciplinariedad en el contexto universitario. *Rev. Panorama. Cuba y Salud*, 14(1) Especial, 58-61.
- Gomez, G. E., D'vries, R. F., Lionello, D. F., Aguirre-Díaz, L. M., Spinosa, M., Costa, C. S., Fuertes, M. C., Pizarro, R. A., Kaczmarek, A. M., Ellena, J., Rozes, L., Iglesias, M., Van Deun, R., Sanchez, C., Monge, M. A. y Soler-Illia, G., (2018). Exploring physical and chemical properties in new multifunctional indium-, bismuth-, and zinc-based 1D and 2D coordination polymers. *Dalton Transactions*, 47(6), 1808–1818. <https://doi.org/10.1039/C7DT04287F>
- Housecroft, C.E; Sharpe, A. G. (2006). *Química Inorgánica*. (2^o edición) Editorial Pearson.
- Li, B., Wen, H. M., Cui, Y., Zhou, W., Qian, G. y Chen, B. (2016). Emerging Multifunctional Metal-Organic Framework Materials. *Advanced materials*, 28(40), 8819–8860. <https://doi.org/10.1002/adma.201601133>

- Lorenzo, M. G. (2020). Abordaje interdisciplinar para la enseñanza de las ciencias y la actualización de profesores. Consejo de Formación en Educación; *Educación En Ciencias Biológicas*, 5 (1), 1-9. <https://doi.org/10.36861/RECB.5.1.2>
- Marcos-Merino, J. M., Gallego, R. E. y Ochoa de Alda, J. G. (2019). Extracción de ADN con material cotidiano: desarrollo de una estrategia interdisciplinar a partir de sus fundamentos científicos. *Educación química*, 30(1), 58-69. <https://doi.org/10.22201/fq.18708404e.2019.1.65732>
- Nakamoto, K. (2008). *Infrared and Raman spectra of inorganic and coordination compounds, part A: theory and applications in inorganic chemistry*. (6^o edición). John Wiley & Sons.