

Síntesis de nanopartículas seudo esféricas monodispersas de magnetita con diámetro modal inferior a 50 nm

E. Luna, S. A. Gómez-Lopera*

Dep. de Física Aplicada. Universidad Politécnica de Cartagena (UPCT)

Campus Alfonso XIII, 30203 Cartagena (Spain)

*Teléfono: +34 968 32 55 99 Fax: +34 968 32 53 37

*E-mail: salvador.glopera@upct.es

Resumen. En este trabajo se ha realizado estudio previo acerca de la síntesis y caracterización geométrica de nanopartículas de magnetita (Fe_3O_4). El objetivo es obtener nanopartículas con un diámetro modal inferior a 50 nm y con forma seudo esférica, para poder ser empleadas como sistemas de liberación controlada de fármacos. Los resultados indican que las partículas obtenidas tienen un diámetro modal de 38 ± 11 nm, forma seudo esférica y son razonablemente monodispersas.

1 Introducción

Actualmente, y gracias a las múltiples aplicaciones industriales y biomédicas, el estudio de los coloides ha recobrado una gran importancia, principalmente el de aquellos formados por partículas sólidas monodispersas de tamaño nanoscópico. Entre la gran cantidad de propiedades que se pueden estudiar en estos sistemas, se encuentran las propiedades ópticas, acústicas, de estabilidad y de su comportamiento frente a campos externos. En particular, el comportamiento electrocinético (principalmente las medidas de movilidad electroforética) o la conductividad de la suspensión completa, se consideran hoy día como características distintivas propias de estos materiales. Dentro de los campos tecnológicos en los que las aplicaciones coloidales se han hecho realidad en los últimos años podemos destacar, la tecnología de portadores magnéticos (TPM), que es justo aquel en el que está centrado este trabajo. En concreto, hemos realizado la síntesis de nanopartículas seudo esféricas monodispersas de magnetita mediante la conocida técnica sol-gel, según describen Sugimoto y Matijević [3].

Como indican Gómez-Lopera et al. [2], una de las aplicaciones más importantes, es el empleo de las partículas con propiedades magnéticas como sistemas de liberación de fármacos. Ello es debido a su respuesta a un campo magnético externo que puede conducir la partícula al lugar deseado y mantenerla durante el período de tiempo requerido.

2 Método experimental

2.1 Materiales

Todos los reactivos químicos utilizados fueron de calidad analítica de la casa Panreac (Spain). El agua utilizada fue de calidad Milli-Q (Milli Academic,

2.2 Síntesis de las nanopartículas de magnetita

El método para la obtención de magnetita coloidal fue originalmente propuesto por Sugimoto y Matijević [3]. Dicho método se basa en la cristalización de un gel amorfo de hidróxido ferroso. La preparación del mismo se consigue mediante el mezclado de dos disoluciones de partida formadas con KOH, KNO_3 y $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ en concentraciones adecuadas. Para que no se obtenga simultáneamente otro tipo de partículas distintas a la magnetita, ha de purgarse con nitrógeno las disoluciones antes de mezclarlas. La síntesis finaliza con el envejecimiento del gel durante 4 h a $90^\circ C$ en un horno de convección (Memmert, Alemania).

En nuestro caso, se trabajó con un volumen final de 250 ml de la disolución con el gel. Las concentraciones de las distintas especies químicas empleadas fueron las siguientes en esta disolución: 0.05 M de KOH, 0.2 M de KNO_3 y 0.026 M de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$, lo que corresponde a un exceso de iones ferroso de 1mM.

Finalmente, se limpió las partículas por sedimentación magnética y fueron almacenadas, después de su secado, hasta su uso posterior en los experimentos de microscopía.

2.3 Caracterización geométrica: forma y tamaño

La caracterización geométrica de las partículas obtenidas se realizó utilizando microfotografías realizadas con un microscopio electrónico de transmisión -TEM- (JEM-2100/HR, Jeol Ltd., Japón), y con un microscopio electrónico de barrido -SEM- (HITACHI S-3500N, Hitachi Ltd., Japón).

3 Resultados y discusión

3.1 Geometría: forma

La Figura 1 muestra dos microfotografías obtenidas con el TEM. En la Figura 2 se muestra una microfotografía obtenida con el SEM. Esta última imagen es muy ilustrativa porque se observan claramente los aglomerados tridimensionales formados por las partículas magnéticas.

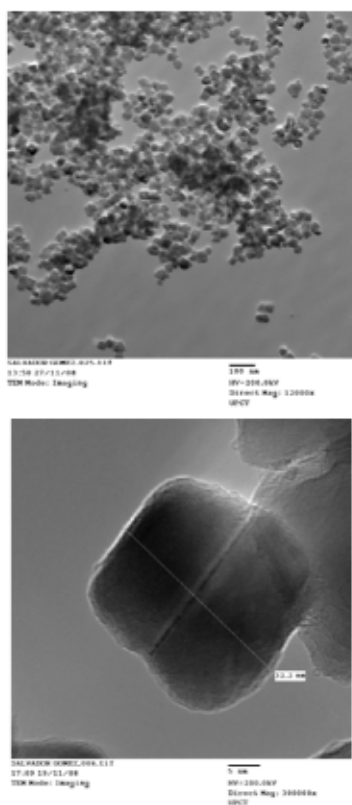


Fig. 1 Microfotografías de transmisión de las nanopartículas de magnetita.

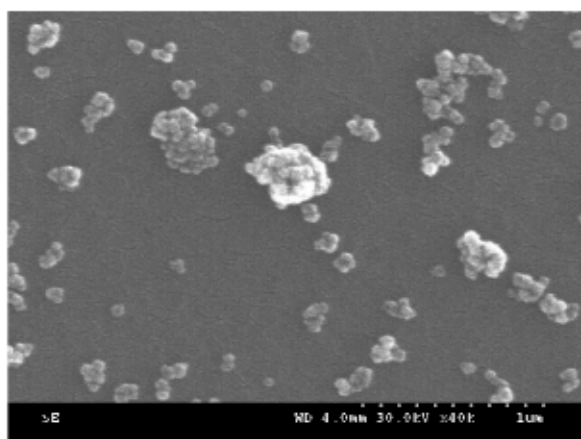


Fig. 2 Microfotografía de barrido de las nanopartículas de magnetita

Como se observa claramente, la forma de las nanopartículas obtenidas es seudoesférica, existiendo también, pero en menor número, partículas con forma seudocúbica (véase el detalle de la imagen inferior de la Figura 1). También puede apreciarse en dicha imagen los planos cristalinos de la magnetita.

3.2 Geometría: tamaño

En las Figuras 1 y 2 se comprueba que el diámetro de todas las partículas es inferior a 100 nm. El cálculo del tamaño medio del coloide sintetizado (diámetro modal) se realizó mediante un recuento manual sobre las microfotografías obtenidas. Para ello, se midió el diámetro mayor de las partículas teniendo la precaución de incluir todos los objetos, tanto grandes como pequeños. En la Figura 3 se muestra el histograma resultante.

Para describir la distribución real de tamaños utilizamos una función de distribución. El éxito de esta aproximación al problema radica en la elección de una función de distribución de dos parámetros apropiada. Siguiendo las indicaciones de Delgado y Matijević [1], la ecuación que mejor describe la distribución real de tamaños de los sistemas coloidales (diámetro D) es la distribución normal logarítmica, cuya expresión matemática es

$$p(D) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \cdot D \cdot \sigma_g} \cdot e^{-\frac{\left[\ln \frac{D}{D_m}\right]^2}{2\sigma_g^2}}$$

En la Figura 3 se incluye también un ajuste de la curva descrita por esta función de distribución a los datos del histograma. A partir del mismo es inmediato encontrar que el diámetro modal de las partículas es de 38 ± 11 nm, diámetro que representa el tamaño medio de las partículas que conforman el sistema.

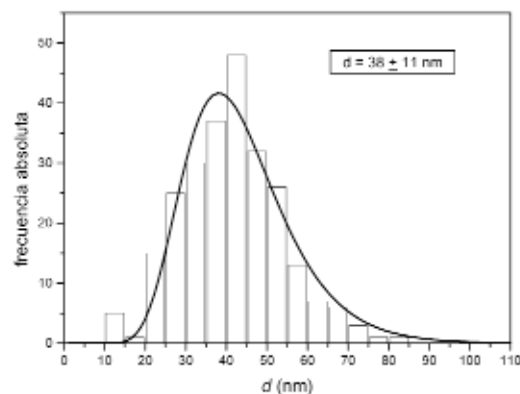


Fig. 3 Distribución Normal Logarítmica de las nanopartículas obtenidas.

Por otro lado, las nanopartículas son bastante monodispersas, lo cual queda patente en las microfotografías así como en el histograma de tamaños.

4 Conclusiones

Utilizando la técnica sol-gel, se ha conseguido obtener nanopartículas seudoesféricas de magnetita con un diámetro modal de $38 + 11$ nm. El coloide es razonablemente monodisperso, por lo que es un buen candidato a emplear como vehículo de transporte de fármaco, dado que es posible predecir su comportamiento al poder aplicarle la teoría electrocinética más avanzada para partículas esféricas.

Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado dentro de los proyectos MAT2005-07746-CO2-01 y CGL2007-66861-C04-04/HID, MEC (Spain).

Referencias

- [1] Delgado, A., Matijević, E., "Particle Size Distribution of Inorganic Colloidal Dispersions: a Comparison of Different Techniques", *Particle & Particle Systems Characterization*, pp. 128-135, vol. **8**. ISSN: 0934-0866 (1991)
- [2] Gómez-Lopera, S.A., Plaza, R.C., Delgado, A. V., "Synthesis and Characterization of Spherical Magnetite/Biodegradable Polymer Composite Particles", *Journal of Colloid and Interface Science*, pp. 40-47, vol. **240**. ISSN: 0021-9797 (2001).
- [3] Sugimoto, T., Matijević E., "Formation of Uniform Spherical Magnetite by Crystallization from Ferrous Hydroxide Gels"(1980), *Journal of Colloid and Interface Science*, pp. 227-243, vol. **74**. ISSN: 0021-9797 (2001).