

## **Preparación de látices magnéticos**

R. Betancourt G, R. Saldívar G, O. Rodríguez Fernández, O. A. Martínez A., J. Matutes Aquino.

La encapsulación de partículas magnéticas es uno de los métodos más utilizados para la preparación de microesferas magnéticas utilizada en aplicaciones médicas y biológicas, las cuales han permitido diseñar técnicas eficaces de detección y prevención de enfermedades. Las partículas de látices magnéticos están constituidas por un núcleo magnético y una capa de látex polimérico injertado con grupos con actividad biológica. En este trabajo se prepararon látices magnéticos, los cuales tienen un núcleo magnético constituido por partículas monodominio y superparamagnéticas de magnetita con un diámetro promedio de 12 nm. La capa de polímero es obtenida mediante el proceso de polimerización en miniemulsión, utilizando estireno como monómero y 2,2 Azobisisobutironitrilo (AIBN) como iniciador a una temperatura de 60°C durante 3 horas. El látex magnético obtenido tiene un tamaño de partícula superior a 250 nm. El látex obtenido fue caracterizado por difracción de rayos-X, magnetometría de muestra vibrante (VSM) y microscopía electrónica de transmisión (TEM).

## **Introducción**

Los látices magnéticos están constituidos por partículas magnéticas recubiertas por una capa de polímero, dándole al látex propiedades especiales, las cuales le permiten ser utilizados en el área médico-biológica. La estructura de los látices Magnéticos depende del método utilizado en su preparación. Entre estos métodos se

encuentran la polimerización en emulsión y miniemulsión, donde se tiene una amplia distribución de tamaño de partícula [1]. Investigaciones recientes se han llevado a cabo sobre la preparación, tamaño y distribución de partículas metálicas y la interacción con la superficie de esferas de poliestireno [2]. La polimerización en miniemulsión da la posibilidad de obtener partículas de polímero de tamaño nanométrico. La ventaja de utilizar este método es producir partículas de polímero esféricas y de tamaño uniforme; además de que se evita la formación de nuevos nucleantes durante el proceso. En este trabajo se reporta la preparación de nanoesferas magnéticas de polímero mediante la polimerización en miniemulsión.

### **Parte experimental**

Las partículas magnéticas de magnetita fueron preparadas a partir de una solución acuosa de cloruro férrico y de cloruro ferroso mediante la técnica de coprecipitación química. Después de eliminar los iones de cloro presentes en el producto de reacción mediante lavados con agua desionizada, estas partículas fueron utilizadas en la preparación del ferrofluido utilizando el método de peptización el cual consiste en mezclar keroseno, ácido oleico y magnetita en una relación 20/13/67, respectivamente. La mezcla es sometida a agitación constante a una temperatura entre 70 y 80°C para eliminar el agua presente en la magnetita. La pasta espesa obtenida contiene las partículas de magnetita estabilizadas con micelas formadas por moléculas de ácido oleico. Dicha mezcla se diluye con una solución de keroseno y ácido oleico con lo cual termina el proceso de estabilización de las partículas magnéticas [3].

Una dispersión con 4 g de ferrofluido, 15 g de estireno (St), 0.05% en peso de iniciador 2,2 azobisisobutironitrilo (AIBN) y 0.26% en peso de hexadecano fue

agregada a una solución de 84.25% en peso de agua con 0.13% en peso de dodecil sulfato de sodio (SDS), posteriormente fue sonificada durante 3 intervalos de 5 minutos cada uno a una temperatura de 4°C y agitada mecánicamente durante 30 minutos antes de iniciar la polimerización. La reacción fue llevada a cabo a 60°C, completada en un período de 3 h. El látex magnético obtenido fue caracterizado magnéticamente utilizando un magnetómetro de muestra vibrante LDK 9600. Se realizó un análisis de tamaño de partícula a partir de micrografías tomadas en un microscopio electrónico de transmisión JEOL 2010 operando a 180kV. Las muestras para microscopía electrónica de transmisión se prepararon tomando una alícuota de la muestra que fue diluida en agua desionizada.

## **Resultados y discusión**

### **Magnetometría de muestra vibrante**

En la Fig. 1 se muestra la curva de magnetización de la magnetita y del fluido magnético con una concentración en sólidos de 9.33% en peso y de la magnetita utilizada en su preparación. El material presenta un comportamiento superparamagnético debido a que las partículas magnéticas son de tamaño nanométrico y monodominio. La magnetización específica de saturación es de 7.02 y 76.4 emu/g, respectivamente. El valor máximo de magnetización para la magnetita encontrado en la literatura es de 84 emu/g, lo cual sugiere que la magnetita obtenida para la preparación del fluido y de los latexes magnéticos es de alta pureza [4].

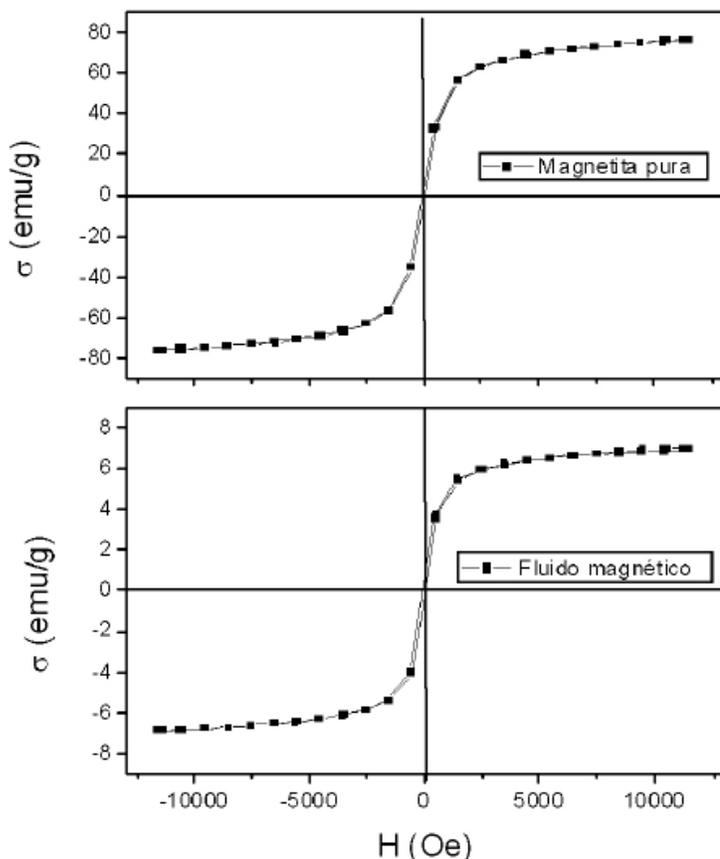


FIGURA 1. Curva de magnetización de la magnetita pura y del fluido magnético.

El momento de saturación  $M_s$  del ferrofluido está relacionado con el momento de saturación  $M_d$  del sólido magnético en volumen, mediante la fracción volumen  $\phi$  del sólido presente,  $M_s = \phi M_d$  [5]. El contenido de la magnetita calculado de esta forma es de 9.18% en peso, el cual es muy similar al utilizado en la preparación del ferrofluido, mostrando que la magnetización del fluido depende directamente de la magnetización de la magnetita en masa. La propiedad, lo cual demuestra que el tamaño de la magnetita no cambia en el proceso de peptización.

La Fig. 2 corresponde a la curva de la magnetización del látex magnético. El látex magnético, al igual que el fluido magnético de partida, presenta un

comportamiento superparamagnético, pero con una magnetización específica de saturación igual a 0.2 emu/g, debido al bajo contenido de magnetita con respecto al látex, el cual es de aproximadamente 0.62%. Aunque el valor de magnetización del látex aparentemente es muy bajo, es similar a partículas de magnetita recubiertas con (TMA) OH obtenidas por microemulsión [6]; además de que responden bajo la acción de un campo magnético, como se verá más adelante.

### Microscopía electrónica de transmisión

En la Fig. 3a se muestra la imagen de un fluido magnético preparado por la técnica de peptización química en donde se aprecian partículas esféricas con una distribución uniforme de tamaño de partícula. En la Fig. 3b se presenta el histograma de la distribución de tamaño de partícula en el fluido magnético mostrado en la Fig. 3a. Éste se obtuvo midiendo el diámetro  $D_i$  de aproximadamente 450 partículas. El tamaño promedio de partícula obtenido fue de 12 nm.

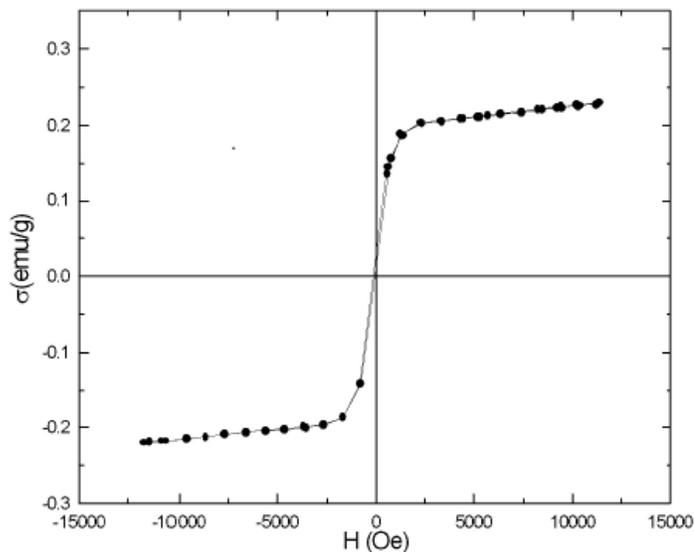


FIGURA 2. Curva de magnetización de un látex magnético a partir de un fluido magnético.

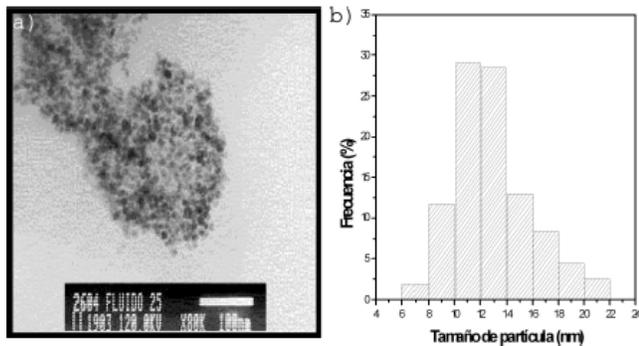


FIGURA 3. a) Micrografía de TEM para el fluido magnético, b) histograma de la distribución de tamaño de partícula.

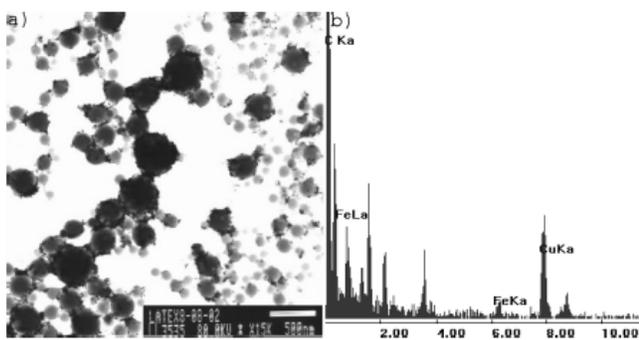


FIGURA 4. a) Micrografía de TEM de las partículas del látex magnético encapsuladas, b) análisis elemental de una partícula de látex.

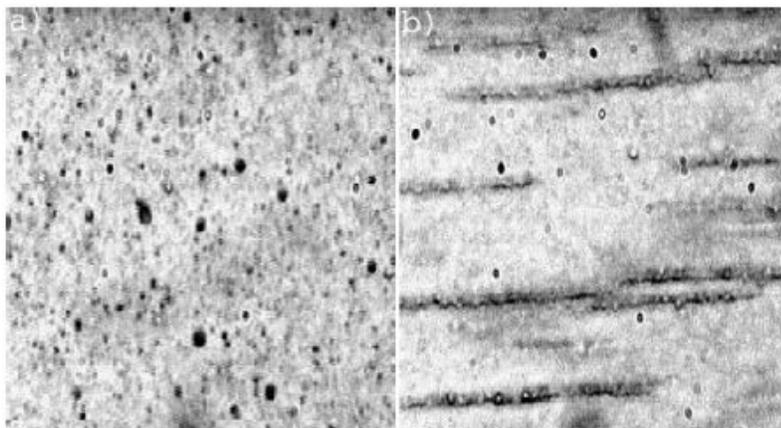


FIGURA 5. Microscopía óptica de látex magnético a) sin campo y b) aplicando un campo magnético.

La Fig. 4a muestra la imagen de microscopía electrónica de transmisión de un látex magnético preparado a partir de un fluido magnético, en donde se puede ver que existe una buena incorporación de las partículas magnéticas dentro de las esferas de poliestireno, así como también se observan partículas adheridas sobre la superficie de éstas. Por otra parte también se puede ver que no existe una homogeneidad en el tamaño de partícula del látex y que las partículas de mayor tamaño son las que contienen mayor cantidad de material magnético encapsulado. Esto puede atribuirse a la mutua atracción entre las partículas magnéticas presentes en el fluido magnético y las gotas del monómero, esta atracción puede ser tan fuerte que las partículas del látex más cargadas con magnetita se ven forzadas a fusionarse. Esta atracción se lleva a cabo durante la sonificación o en el momento de preparar la miniemulsión ya que contiene una distribución heterogénea tanto de las gotas de monómero como de la carga del material magnético. Para corroborar los resultados de encapsulación fue necesario realizar un análisis químico sobre las partículas mediante un detector de energía dispersiva de Rayos-X (EDAX). La Fig. 4b muestra el difractograma obtenido en donde se observan las señales características del polímero C y O y del material magnético el FeL y el FeK, con lo que se comprueba la encapsulación de las partículas magnéticas dentro de la matriz del poliestireno.

### **Microscopía óptica**

La Fig. 5 muestra la micrografía del látex magnético a) en ausencia de un campo magnético, y b) en presencia del campo magnético. Se observa que las partículas del látex se encuentran separadas y desordenadas entre ellas y cuando se aplica el campo magnético éstas se unen formando cadenas. Al retirar el campo

magnético las partículas regresan a su estado original. La formación de estas cadenas de partículas de látex es una consecuencia de la minimización de la energía térmica del sistema debido a la presencia del campo magnético externo [5,7]. Esto demuestra la facilidad con lo que dichas partículas pueden ser orientadas.

## **Conclusiones**

Tanto el fluido magnético de partida como el látex magnético obtenido muestran un comportamiento superparamagnético, el cual es atribuido a las partículas nanométricas monodominio de la magnetita utilizadas en su preparación. Las magnetizaciones específicas de saturación son de 7.2 y 0.2 emu/g, respectivamente.

La técnica de polimerización de miniemulsión muestra ser adecuada para la encapsulación de magnetita dentro de la una matriz polimérica utilizando SDS como estabilizador en la interfase estireno-agua. Aunque la distribución en tamaño de las partículas magnéticas es heterogénea, lo cual se atribuye a la interacción entre las partículas magnéticas presentes en el fluido magnético y las gotas de miniemulsión; dichas partículas forman cadenas en presencia de un campo magnético externo. Al retirar el campo magnético éstas regresan a su estado original desordenado, comportamiento característico del superparamagnetismo. De esta forma, las partículas magnéticas obtenidas ofrecen la posibilidad de ser controladas magnéticamente.

## **Referencias**

1. Y. Wang, Y. Wang y L. Feng, J. Appl Polymer Sci. 64 (1997) 1843.
2. P.H. Wang y Cai-Yuan Pan, European Polymer Journal 36 (2000) 2297.

<https://cimav.repositorioinstitucional.mx/jspui/>

3. J. Matutes Aquino, M.P. Gonz´alez Sandoval, M. Miki Yoshida y O. Ayala Valenzuela, Materials Science Forum. 302-303(1999) 455.
4. C.H. Lin, P.C. Kuo, J.L. Pan y D.R. Huang, J. Appl. Phys. 79 (1996) 6035.
5. R.E. Rosensweig, Ferrohydrodynamics (Dover Press, Mineola 1997) p. 58.
6. P.A. Dresco, V. S. Zaitsev, R.J. Gambino y B. Chu, Langmuir 15 (1999) 1945.
7. J. Popplewell y R.E. Rosensweig, J. Appl. Phys. D: Appl. Phys. 29 (1996) 2297.