

SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE MEMBRANAS COMPÓSITAS CON PROPIEDADES MAGNÉTICAS

Claudia A. Cortés-Escobedo^{a*}, Karla Hernández-Ruiz^a, Félix Sánchez de Jesús^b, Ana M. Bolarín-Miró^b

^aCentro de Investigación e Innovación Tecnológica del Instituto Politécnico Nacional, México D.F. 02250, D.F.

^bUniversidad Autónoma del Estado de Hidalgo-AACTyM
*e-mail: claudiaaliciacortes@icloud.com

RESUMEN

Las membranas magnéticas tienen múltiples aplicaciones entre las que destacan: tratamiento de agua residual, separación de gases y aplicaciones médicas como en el tratamiento de cáncer por hipertermia. En este trabajo se presentan los resultados sobre la preparación de membranas compósitas con nanopartículas magnéticas insertadas en una matriz biopolimérica. Se prepararon las membranas dispersando nanopartículas de magnetita en soluciones de quitosán, una vez que se verificó la estabilidad del coloide, se secaron, utilizando como variables la viscosidad, contenido de nanopartículas y espesor de membrana. Las membranas obtenidas fueron caracterizadas morfológica, estructural y químicamente. Se presentan resultados de difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido, espectroscopia de infrarrojo y de la evaluación magnética por magnetometría de muestra vibrante. Los resultados indican que no existe una interacción mediante enlaces químicos entre las partículas de magnetita y el quitosán, manteniéndose la estructura cristalina tipo espinela de la magnetita. Las nanopartículas lograron dispersarse en todos los casos, obteniéndose magnetizaciones de saturación en concordancia con las presentadas por membranas de características semejantes.

Palabras clave: membranas magnéticas, quitosán, magnetita, nanopartículas.

1. INTRODUCCIÓN

Las características magnéticas de los materiales son los responsables de muchas de las maravillas modernas de hoy en día desde el uso de un microondas hasta las comunicaciones, todo en nuestra vida cotidiana está unido a los materiales magnéticos. ¹

Cuando estos se encuentran combinados con algún polímero de acuerdo con sus propiedades de campo coercitivo pequeño, éstos son llamados materiales compósitos magnéticamente suaves (SMC, soft magnetic composite materials, por sus siglas en inglés), una de las aplicaciones más importantes es el registro de información.^{2,3,4,5,6} En particular, si las características de los materiales magnéticos permiten el paso de fluidos a través de ellos, éstos pueden tener aplicaciones como en micro, ultra y nanofiltración para la purificación o separación de componentes magnéticos en fluidos^{7,8,9,10,11,12,13}. Por otra parte, si estos materiales magnéticos se combinan con otros materiales que posean biocompatibilidad, con o sin bioactividad, como materiales poliméricos, éstos pueden utilizarse en aplicaciones médicas con éxito.^{14,15,16}

En este trabajo se presentan los resultados de la preparación y caracterización de materiales compósitos magnéticamente suaves en forma de membranas, utilizando como medio polimérico el quitosán, que es un material biocompatible y magnetita de talla nanométrica como medio magnético. Se presentan resultados sobre magnetización de saturación de los materiales precursores y las membranas obtenidas, tamaño de partícula de los óxidos magnéticos utilizados, estabilidad de las suspensiones coloidales preparadas, espectros de infrarrojo y morfología de las membranas obtenidas.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Se prepararon soluciones de quitosán mediante la disolución de alrededor de 1 - 2 g de quitosán en 100 ml de 1% (v / v) de solución ácido acético acuoso. La solución se filtró para eliminar y disolver el quitosán e impurezas. Posteriormente se suspendieron partículas magnéticas de Fe_3O_4 en las soluciones de quitosán con 0.01, 0.02, 0.03, 0.04 y 0.05g de polvos. Finalmente, se obtuvieron membranas magnéticas por secado.

La susceptibilidad y saturación magnética fueron medidas a temperatura ambiente (23 °C) usando un magnetómetro de muestra vibrante Microsense EV7 con un campo máximo de 18 kOe. El tamaño y la distribución de tamaños de partícula, así como la estabilidad de las suspensiones coloidales se midió mediante la técnica de difracción de luz láser, con un equipo Coulter LS 13320. Los espectros de infrarrojo se obtuvieron en un FT-IR Spectrum Two (UATR TWO) de la marca Perkin Elmer. El análisis morfológico de las membranas, se llevó a cabo en un microscopio electrónico de barrido de la marca JEOL 1300, donde fue necesario para algunas muestras recubrirlas mediante con una capa de oro, debido a que no presentan conductividad eléctrica

suficiente a temperatura ambiente. Los análisis fueron realizados a 30 KV, con una distancia de trabajo de 39 mm y con un aumento de 2500 y 5000X.

2. RESULTADOS Y ANÁLISIS

En la **Figura 1** se presentan los resultados de la medición de tamaño de partícula y distribución de tamaño de partícula de los polvos de magnetita nanométricos utilizados como materiales de partida. En esta figura se puede observar que el diámetro medio de las partículas es de 90 nm y su distribución es cuasi monomodal, casi el 95% de las partículas tienen un tamaño alrededor de 58 nm.

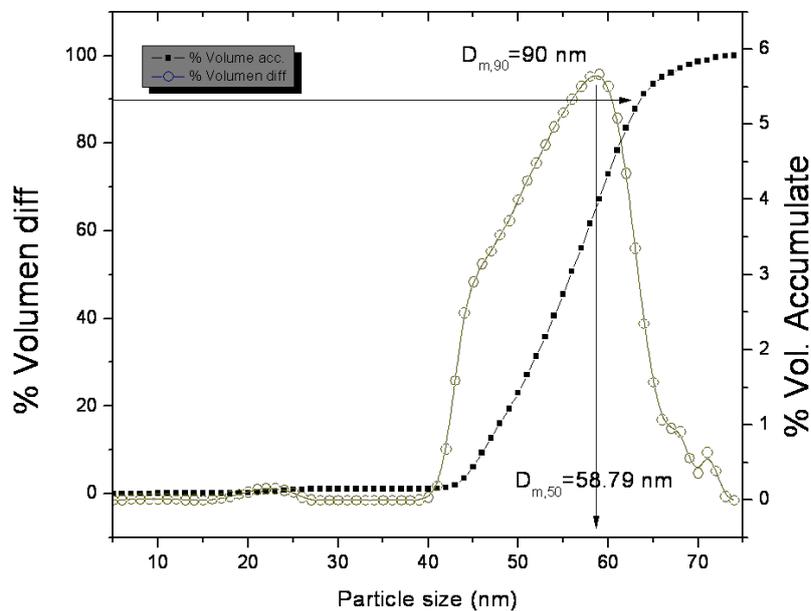


Figura 1. Tamaño y distribución de tamaños de partícula de los polvos de magnetita utilizados.

A estos polvos de partida, también se le realizaron mediciones de saturación magnética. En la **Figura 2** se presenta la curva de histéresis de los polvos de magnetita utilizada como material de partida. De esta figura se puede observar que su saturación magnética es de 70 emu/g, mientras que su campo coercitivo es muy pequeño, con lo que se comprueba que se trata de un material magnéticamente suave.

Por otra parte, observando la **Figura 3**, que corresponde a la saturación magnética de una membrana de quitosán sin partículas magnéticas, se observa que ésta solamente presenta una saturación magnética de 0.035 emu/g y su campo coercitivo es casi nulo.

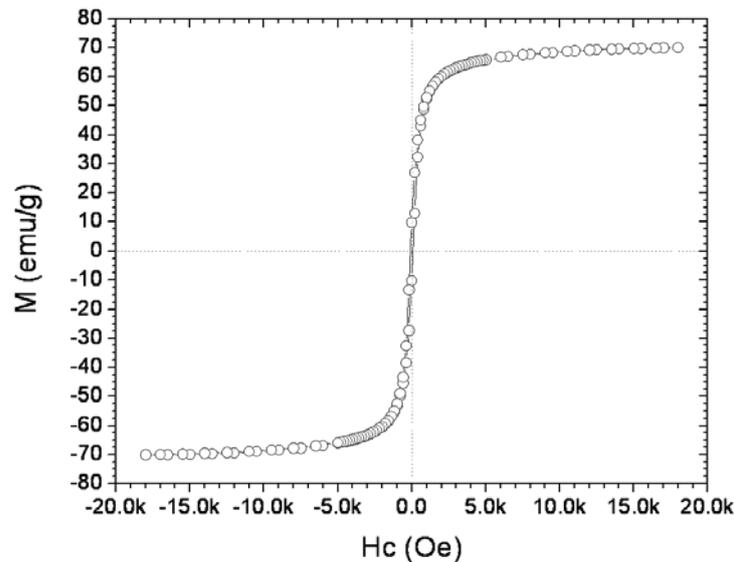


Figura 2. Saturación magnética de los polvos de magnetita iniciales.

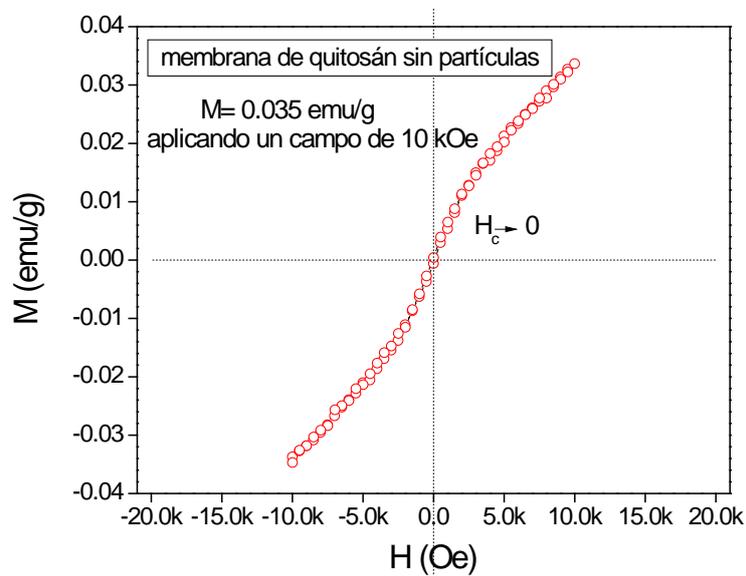


Figura 3. Saturación magnética de membranas de quitosán sin partículas magnéticas.

A raíz de que se cuenta con la hipótesis de que tanto la viscosidad como la carga en las soluciones de quitosán tienen un efecto en la suspensión de las partículas de magnetita y que la formación de estas suspensiones tiene un efecto en la formación de aglomerados, se realizaron mediciones de la estabilidad de la suspensión coloidal para diferentes contenidos de magnetita en las soluciones de quitosán. La formación de agregados en las membranas finales tendría un efecto directo en las propiedades magnéticas, particularmente en el campo coercitivo. Por otro lado, esta formación de agregados disminuiría la homogeneidad de las membranas.

En la **Figura 4** se presentan los resultados de la medición de potencial zeta de las suspensiones coloidales de magnetita en soluciones de quitosán.

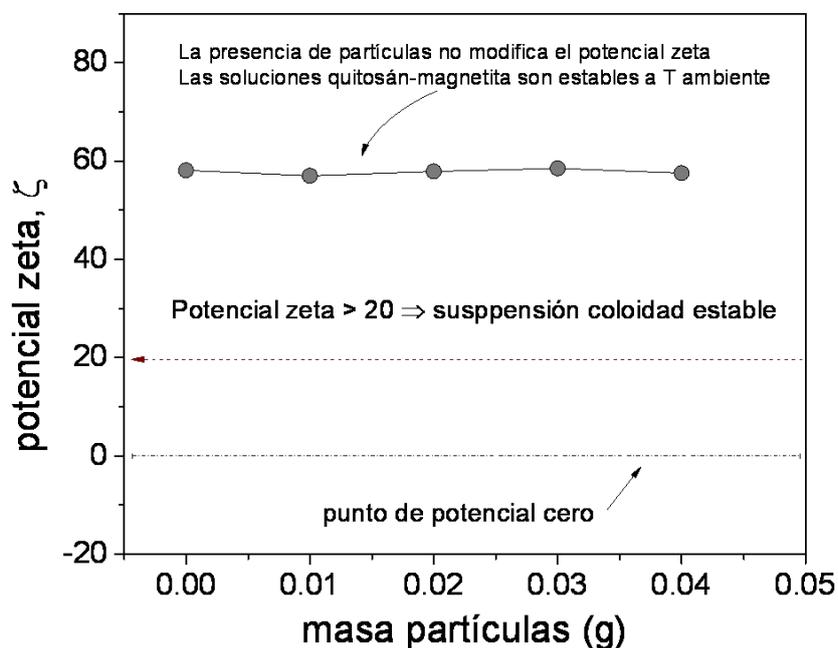


Figura 4. Potencial zeta de las suspensiones de partículas magnéticas.

En todos los casos se observa que el potencial zeta obtenido es de alrededor de 60, lo que indica que tanto la capa difusa como la rígida o de Stern en la superficie de las partículas cuenta con el espesor suficiente para generar el potencial que permita que éstas permanezcan suspendidas. Por otro lado, deben hacerse las consideraciones debidas a la viscosidad de las soluciones de quitosán.

Una vez confirmada la formación de suspensiones coloidales, se les evaporó lentamente el agua contenida en la solución de quitosán. En la **Figura 5** se presentan los resultados del análisis por FTIR de las membranas finales obtenidas con cada uno de los diferentes contenidos de magnetita. Independientemente del contenido de magnetita, en el rango estudiado se observan solo las bandas correspondientes a las vibraciones de los enlaces del quitosán, con lo que se confirma la ausencia de reacciones secundarias indeseables.

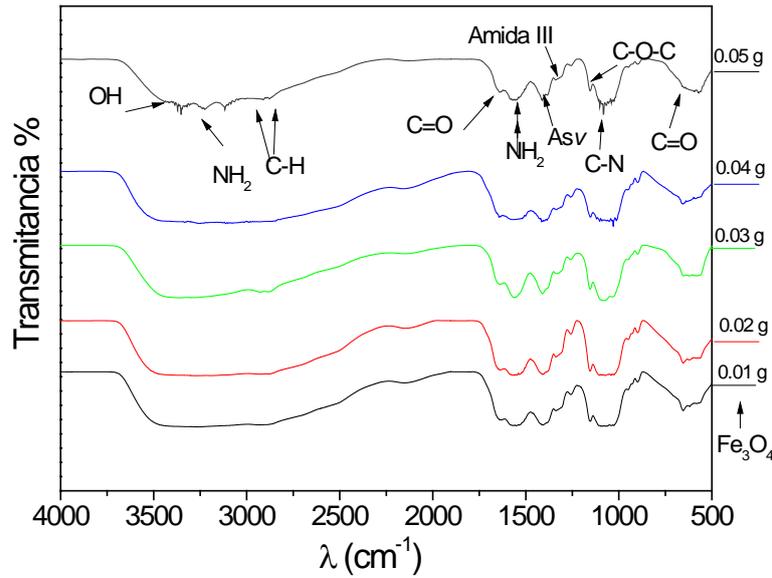


Figura 5. Espectros de infrarrojo de las membranas obtenidas con diferentes cantidades de magnetita.

En la **Figura 6** se presenta la curva de histéresis de la membrana preparada con 0.03 g de magnetita. En esta figura se puede observar que la saturación magnética es de 14 emu/g, mucho mayor a la obtenida para el quitosán, pero aún menor a la que se obtiene para la magnetita en polvo. Su campo coercitivo, como se esperaba, es casi cero.

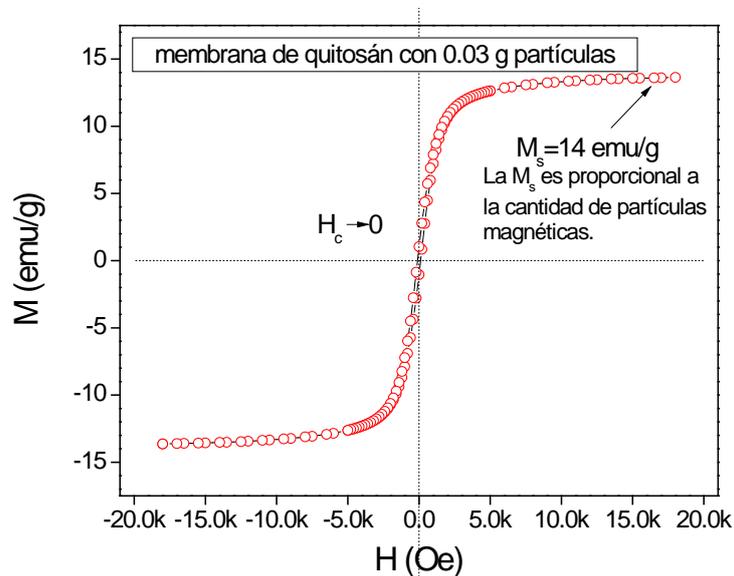


Figura 6. Saturación magnética de membranas de quitosán con partículas magnéticas.

Con el objeto de verificar el encapsulamiento de las partículas magnéticas, se obtuvieron imágenes en un microscopio de barrido, que se muestran en la **Figura 7**. Observando la morfología, se encuentran partículas sueltas que no forman parte de la

membrana, lo que indica que durante el secado éstas precipitaron y quedaron fuera de la solución de quitosán.

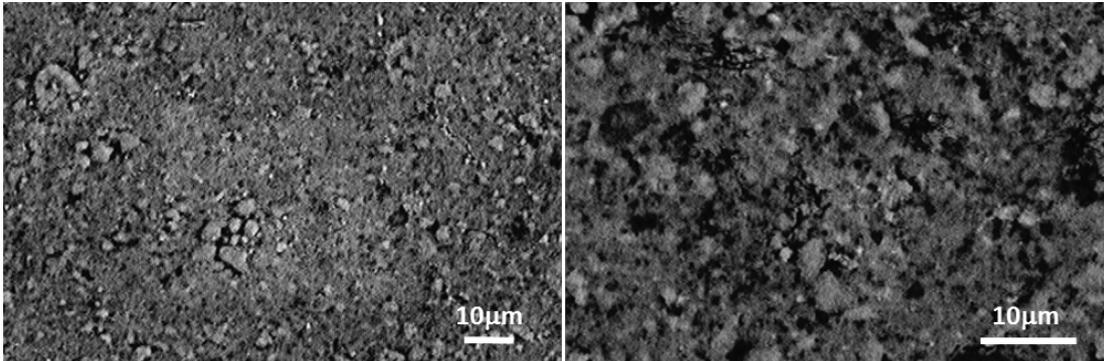


Figura 7. Morfología de membranas magnéticas.

3. CONCLUSIONES

Se obtuvieron membranas SMC con propiedades magnéticas aún con bajos contenidos de magnetita en el quitosán. Como se esperaba, la magnetización se incrementó con respecto al quitosán, manteniendo el campo coercitivo bajo, ya que no hay interacción entre el quitosán con la magnetita, como fue comprobado mediante FTIR. Por otro lado, algunas de las partículas magnéticas no permanecieron encapsuladas, lo que indica que deben hacerse mejoras en el procedimiento experimental, dirigidas a la velocidad de precipitación de las partículas.

4. REFERENCIAS

-
- ¹ K. Shimba, N. Tezuka, S. Sugimoto, *Mat. Sci. Eng. B.*, 177 (2012) 251-256.
 - ² H. Shokrollahi, K. Janghorban, *J. Mat. Proc. Tech.*, 189 (2007) 1-12.
 - ³ I. Chicinas, O. Geoffroy, O. Isnard, V. Pop., *J. Magn. Magn. Mat.*, 310 (2007) 2474-2476.
 - ⁴ A. N. Lagarkov, K. N. Rozanov, *J. Magn. Magn. Mat.* 321 (2009) 2082-2092.
 - ⁵ E.A. Perigo, S.Nakahara, Y.Pittini-Yamada, Y.de Hazan, T.Graule, *J. Magn. Magn. Mat.*, 323 (2011) 1938-1944.
 - ⁶ M.M. Diasa, H.J. Mozetica, J.S. Barboza, R.M. Martins, L. Pelegrini, L. Schaeffer, *Powd. Tech.*, 237 (2013) 213-220.
 - ⁷ Z. Hua-Yue, J. Ru, X. Ling, L. Wei, *J. Haz. Mat.* 179 (2010) 251-257.

- ⁸ P. L. Tereshchuck, *Comp. Mat. Sci.*, 50 (2011) 991-997.
- ⁹ A. M. Donia, A. A. Atia, K. Z. Elwakeel, *Hydrom.* 87 (2007) 197-206.
- ¹⁰ J. Macanás de Benito, Tesis, Universitat Autònoma de Barcelona.
- ¹¹ S. Buendía, G. Cabañas, G. Álvarez-Lucio, H. Montiel-Sánchez, M.E. Navarro-Clemente, M. Corea, *J. Coll. Int. Sci.* 354 (2011) 139-143.
- ¹² M. Krasowska, A. Rybak, G. Dudek, A. Strzelewicz, A. Pawelek, Z. J. Grzywna, *J. Memb. Sci.* 415-416 (2012) 864-870.
- ¹³ L. Fan, Ch. Luo, Z. Lv, F. Lu, H. Qiu, *Coll. Surf. B: Bioint.*, 88 (2011) 574-581.
- ¹⁴ Z. Durmus, H. Erdemi, A. Aslan, M.S. Toprak, H. Sozeri, A. Baykal, *Polyhedron*, 30 (2011) 419-426.
- ¹⁵ H. Shokrollahi, K. Janghorban, *J. Magn. Magn. Mat.*, 317 (2007) 61-67.
- ¹⁶ M. Dash, F. Chiellini, R.M. Ottenbrite, E. Chiellini, *Prog. Polym. Sci.*, 36 (2011) 981-1014.