

Síntesis y caracterización mediante espectroscopía Raman de nanopartículas de Fe₃O₄

Rodríguez Gómez María Leticia (1), Dr. Guzmán Cabrera Rafael (2)

1 [Licenciatura en Física, Universidad de Guanajuato] | Dirección de correo electrónico: [rodriguezgm2012@licifug.ugto.mx]

2 [Departamento de Ingeniería Eléctrica, División de Ingenierías, Campus Irapuato-Salamanca, Universidad de Guanajuato] | Dirección de correo electrónico: [guzmanc @ugto.mx]

Resumen

En este trabajo se sintetizaron nanopartículas magnéticas o por sus siglas en inglés MNPs por los métodos de coprecipitación y descomposición térmica, la muestra del primer método fue sometida a un tratamiento térmico y luego caracterizadas con un método no invasivo y de rápida respuesta obteniendo un espectro vibracional con Raman, para una segunda referencia también se obtuvo un segundo espectro pero aplicando Infrarrojo (IR). Los datos recabados fueron analizados mediante el software "OriginPro8" y se comparó con lo revisado en la literatura.

Abstract

In this work magnetic nanoparticles or MNPS were synthesized by methods of coprecipitation and thermal decomposition. The sample of the first method was subjected to a heat treatment and then characterized with a noninvasive and quick response (Raman spectroscopy). This spectrum is known as vibrational spectrum. Then was obtained a second spectrum but using Infrared. The collected data were plotted with the software OriginPro8 and were comparing with references to earlier works.

Palabras Clave

Coprecipitación ; Descomposición térmica; Espectro vibracional.

INTRODUCCIÓN

Existen muchos métodos para sintetizar nano partículas, en especial se hablarán de dos métodos uno de ellos, coprecipitación [1] y el otro de ellos, descomposición térmica [2]. El primero nos permite tener una producción a coste monetario menor y en menor tiempo y el segundo nos permite tener control sobre el tamaño de éstas, algunos de los errores cometidos al sintetizar este tipo nanopartículas se encuentra en que se dejan secar, pero es siempre importante dejarlas en el medio donde fueron sintetizadas hasta que vayan a ser usadas, de esta manera se evita la agregación de agentes no deseados.

Actualmente su estudio es de gran importancia en el campo de la medicina y una de las aplicaciones en prueba es el tratamiento de tumores [3].

Para ser caracterizadas por espectroscopía Raman es necesario conocer a qué se refiere este fenómeno [4] y [5]. Sabemos que la radiación electromagnética interacciona con la materia y en la mayoría de las veces, la radiación reflejada por las moléculas tiene la misma frecuencia y por lo tanto la misma energía que la radiación incidente, sin embargo, sólo 1 de cada 1×10^6 fotones dispersados experimenta una dispersión inelástica es decir, se observa un cambio en la energía que tiene que ver al tipo de enlace que tiene la molécula y en el estado en que se encuentra, éste fenómeno es independientemente de la frecuencia de la radiación incidente, así que difícilmente esta dispersión ocurre similar para moléculas diferentes, por tanto éste fenómeno es usado para obtener espectros de los materiales y poder ser caracterizados. A diferencia de otros métodos que también se basan en los modos vibracionales entre moléculas, como el IR o rayos X es que se obtienen los grupos funcionales, mientras que en los otros se obtienen los elementos que conforman la muestra.

MATERIALES Y MÉTODOS

Materiales

Las MNPs fueron sintetizadas por dos métodos diferentes y en particular para este trabajo se usó:

- *Síntesis por coprecipitación.*

6.8854 gr de Cloruro Férrico, 1.8625 gr de Cloruro Ferroso, 11.67 gr de Hidróxido de Amonio.

- *Síntesis por descomposición térmica.*

0.7282 gr de acetil, 2.2482 gr de Dodecaneidol, 1.8831 gr de ácido oleico, 2.2928 gr de Oleylamine, 20 ml de octadeceno.

Preparación

- *Por coprecipitación.*

Se disolvió cloruro férrico en 20.65 ml) en 20.65 ml de agua con ayuda de una parrilla eléctrica y el cloruro ferroso en 67.66 ml de agua. Una vez que se disolvieron se vaciaron ambas soluciones en un solo vaso de precipitado y se mezclaron por 15 min, teniendo una solución con iones de hierro. Para formar MNPs se agregó el Hidróxido de Amonio poco a poco. Se observó la solución pasó de color café a negro y se agitó durante 15 min.

Posteriormente se dejó precipitar con ayuda de un imán colocado debajo del vaso de precipitado para eliminar los residuos que no reaccionaron, a diferencia del método anterior, estas nanopartículas no se encuentran recubiertas por tanto el lavado fue con agua y después con acetona para remover cualquier cosa orgánica, primero se colocó el agua y se dejó precipitar, se vació el residuo. Estos pasos se repitieron pero con acetona por tres ocasiones, todo este procedimiento (desde la síntesis) se realizó tres veces para obtener suficiente muestra.

- *Por descomposición térmica.*

En un matraz de tres bocas se agregó compuesto por compuesto, luego se agitó usando la parrilla eléctrica y un agitador magnético. Por uno de los orificios del matraz se colocó un termómetro para controlar la temperatura y por el otro un tapón de vidrio.

Se mantuvo una temperatura de 200 °C por dos horas sin pérdida de materia gracias a un sistema de enfriamiento montado en el tercer orificio del matraz, durante este lapso en la sustancia

comienzan a formarse núcleos que posteriormente se agruparán para formar MNPs [2]. Una vez pasado este tiempo se subió la temperatura hasta alcanzar 250 °C por media hora, en este punto la sustancia se observa de color negro, debido a la presencia de magnetita Fe_3O_4 . Obteniendo una cantidad de 30 ml aproximadamente.

Una vez teniendo las MNPs en solución acuosa se les aplicó un lavado con repetición de tres veces, la magnetita se separó en porciones de 10 ml y se agregó la misma cantidad de hexano para después diluirlo con etanol pues las partículas están cubiertas de oleico. Con un imán se indujo la precipitación de las nano-partículas y lo restante se desechó pues era una mezcla de sustancias que no reaccionaron. Obteniendo una cantidad final de 14 ml.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

- *Por coprecipitación.*

Como ya se mencionó, la síntesis fue en un medio acuoso, pero cuando son caracterizadas es necesario secar el líquido y garantizar que se tienen sólo MNPs, así que la muestra fue secada en una mufla a 100°C durante 24 hr. Luego se le dio un tratamiento térmico, es decir, la muestra fue calentada a 500°C durante 2 hr, obteniendo finalmente 9 gr de MNPs.

Una vez que se obtuvo un polvo color café, fue analizada con espectroscopía Raman.

Caracterización.

El espectro Raman fue obtenido con el equipo ThermoFisher Scientific usando un láser de 780 nm con una potencia de 4.6mW y un objetivo de 20x, con 5 número de muestras por un tiempo de exposición de 10s cada una, colectado en un rango de 1800-200 cm^{-1} , el espectro puede observarse en la Fig. 1 el cual coincide con resultados expuestos en experimentos anteriores [1]

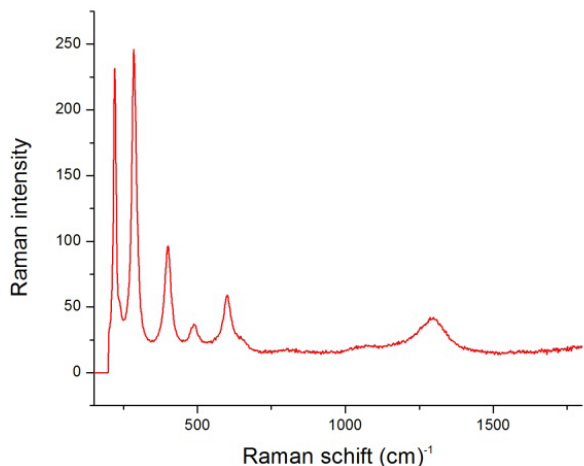


Fig. 2: FTIR espectro del KBr/ Fe_3O_4 MNPs después de alinearse a una temperatura de 500°C. Graficado con el software OriginPro 8.

Para tener una segunda confirmación se aplicó también Infrarrojo (IR), en donde una pequeña porción de la muestra fue mezclada con Bromuro de Potasio, el resultado de la Transformada de Fourier del IR (FTIR) puede observarse en la Fig.2, que además concuerda con experimentos reportados previamente en la literatura [1].

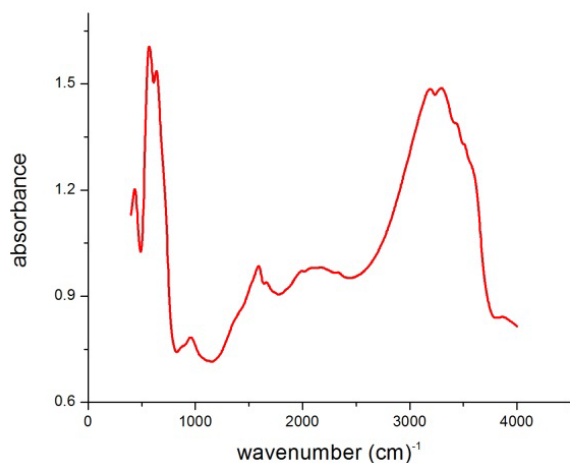


Fig. 1: Espectro Raman de Fe_3O_4 MNPs después de alinearse a una temperatura de 500°C. Graficado con el software OriginPro 8.

Cabe mencionar que la curva observada entre el rango 3000 y 4000 del número de onda se debe a la humedad, puede ser del ambiente o de la misma Sal usada.

- *Por descomposición térmica*

Este método nos permite tener un tamaño uniforme de MNPs, sin embargo no se cuenta con el equipo necesario para saber el tamaño de estas nanopartículas en particular, de manera que sólo se tomaron 2 ml de muestra y se secaron en un horno a una temperatura de 100°C.

Por ello, no se cuentan con los parámetros para poder obtener los espectros, se intentó implementar los mismos parámetros que se usaron en el método anterior puesto que también es magnetita, no obstante al ser analizada por el equipo de Raman la muestra se empieza a quemar a bajas potencias obteniendo por resultado únicamente ruido.

CONCLUSIONES

El método de coprecipitación es más rápido en cuanto a producción de muestras, desafortunadamente se presenta gran polidispersidad, es decir, el tamaño de las nanopartículas no es uniforme, caso contrario al método de descomposición térmica.

Este proyecto abre nuevas líneas de investigación, pues una vez conociendo el tamaño de las MNPs por descomposición térmica, se busca ahora cómo recubrirlas en un medio orgánico para conocer sus aplicaciones médicas, pues en este ámbito no se conocen referencias hasta el momento. Las que fueron sintetizadas por el método de coprecipitación también pueden ser recubiertas, el percase se encuentra en su variedad de tamaño[3].

Se observó también que es importante tener una imagen bien enfocada cuando se trata de usar el equipo Raman y que se deben tener en cuenta siempre los parámetros a usar.

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a la Universidad de Guanajuato y al programa de VeranosUG por permitirme esta primer experiencia en el área de investigación, al apoyo constante de mi familia y el apoyo de los doctores: Dr. Teodoro Córdova Fraga y el Dr. Rafael Guzmán Cabrera, así mismo agradezco especialmente a la encargada del laboratorio de Raman por su paciencia y amabilidad en la enseñanza del equipo de Raman, Maestra en Electrónica Angélica Rivera y al estudiante en Doctorado en química José de Jesús Ibarra Sánchez por guiarme y enseñarme las técnicas de síntesis de las MNPs.

Por último pero no menos importante a mis amigos que estuvieron alentándome en este periodo.

REFERENCIAS

- [1] Li, Y-S., Church, J.S. & Woodhead A.L. (2011) Infrared and Raman spectroscopic studies on iron oxide magnetic nano-particles and their surface modifications. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 324 (2012) 1543-1550
- [2] Maity, D., Kale, S.N., Kual-Ghanekar, R., Xue, J-M & Ding, J. (2009). Studies of magnetite nanoparticles synthesized by thermal decomposition of iron (III) acetylacetonate in tri (ethylene glycol). *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 321 (2009) 3093-3098
- [3] Pankhursts, Q.A., Connolly, J., Jones, S. K. & Dobson, J. Applications of magnetic nanoparticles in biomedicine. *Journal of Physics D: Applied Physics* 36 (2003) R167-R181.
- [4] MLA style: "Venkata Raman - Nobel Lecture: The Molecular Scattering of Light". *Nobelprize.org*. Nobel Media AB 2014. Web. 22 Jun 2015. <http://www.nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1930/raman-lecture.html>
- [5] Cap.1 FUNDAMENTOS DE ESPECTROSCOPIA RAMAN. 22 Jun 2015. <www.tdx.cat/bitstream/10803/6887/3/03Rpp03de11.pdf>