

Interesantes imágenes de fosfato de cobre obtenidas en un microscopio electrónico de barrido

Fernández Sánchez Lilia¹, Gutiérrez Arzaluz Mirella¹, Soto Téllez María de la Luz²,
Hernández Martínez Leonardo², Pereyra Ramos Carlos², Estrada Guerrero José María Daniel²

¹Área de Química Aplicada

²Departamento de Ciencias Básicas

Universidad Autónoma Metropolitana-Azcapotzalco, Avenida San Pablo No. 180. Colonia Reynosa
Tamaulipas, México, D.F., CP 02200.

ifs@correo.azc.uam.mx

Fecha de aceptación: 27 de Julio de 2015

Fecha de publicación: 23 de Septiembre de 2015

RESUMEN

Actualmente la tecnología avanza muy rápido y conocer como son los objetos pequeños y muy pequeños ya no es complicado. Se cuenta con herramientas como los últimos microscopios electrónicos de barrido para poder observarlos a detalle, la estructura cristalina puede elucidarse a través de la difracción de rayos X. El material cristalino de fosfato de Cobre tri-hidratado caracterizado por difracción de rayos X de polvos (DRX-P) es afectado por el medio ambiente (su entorno) perdiendo su cristalinidad (pasando a la fase amorfa), las micrografías de barrido en esta transición muestran formas caprichosas de nanoflores o nanolechugas rizadas formadas de nanolaminas dispuestas en forma radial. El tamaño de las partículas es aproximadamente de 80 a 90 nm. Este estudio demuestra que una síntesis tradicional de obtención de fosfato (II) de Cobre trihidratado a partir de soluciones de sulfato de Cobre y fosfato de sodio es un método adecuado para la preparación de nanopartículas con interesantes morfologías.

Palabras clave: nanopartículas, nanoflores, rayos-X, fosfato (II) de Cobre tri-hidratado.

ABSTRACT

Nowadays, the technology progresses quickly, and to know how small and very small objects are, is no longer complicated. There are tools such as the modern scanning electron microscopes to watch them in detail; crystal structure can be seen through X-ray diffraction. The tri-hydrated copper phosphate crystalline material characterized by X-ray powder diffraction (XRD-P) is affected by the environment (its surroundings) losing its crystallinity (passing to the amorphous phase). The scanning electron microscopy photographs show capricious forms of nanoflowers or nanolettuces formed from nanolayers placed radially. The particles size is approximately 80 to 90 nm. This study shows that to obtain phosphates by traditional synthesis of tri-hydrated copper from copper(II) sulfate and sodium phosphate is an adequate method for the nanoparticles preparation with interesting morphologies.

Key words: nanoparticles, nanoflowers, X-ray, copper (II) phosphate tri-hydrate.

INTRODUCCIÓN

Nanopartículas se han sintetizado por diferentes técnicas: molienda de los reactivos (Aghjani *et al.*, 2010), deposición en fase vapor (Li *et al.*, 2012), crecimiento epitaxial por haces moleculares MBE, cristalización en gel de sílice (López-Acevedo y Fernández-Trejo, 2010), método sol-gel o co-precipitación (Arsalan *et al.*, 2013), reacción química para formar un sol (Turkevich *et al.*, 1951; Kimling, 2006) y la síntesis de nanopartículas (NPs) utilizando microorganismos o extractos de plantas llamada biosíntesis (Prabha *et al.*, 2010).

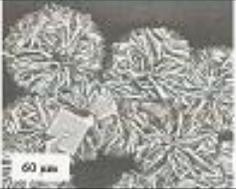
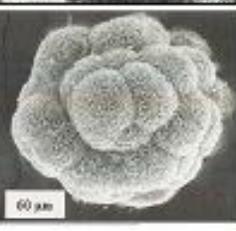
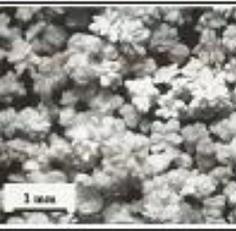
Algunas de las síntesis de las NPs anteriores han sido trabajadas en condiciones especiales como: A) el control de la molienda, B) la regulación de la difusión en la fase vapor y la presión, C) el cambio ordenado del pH en gel de sílice, D) el mantenimiento constante del pH y la agitación en el sol, y E) el mantenimiento adecuado del pH en la biosíntesis para obtener nanoformas sorprendentes: nanoflores, nanotubos, nanoláminas, microesferulitos, nanoarrecifes, etc. (Tabla 1).

Tabla 1. Formas caprichosas de las nanopartículas

Fórmula	Imagen	Morfología de las NPs	Parámetro(s) de control
$\text{Cu}_2(\text{PO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$		Nanoflores	Mezclado suave
		Nanopartículas	Molienda
GeS	 60 μm	Nanoláminas formando una flor	Difusión de gases y presión
$\text{Cu}_2\text{Cl}(\text{OH})_2$	 6 μm	Microesferulito formado por cristales de forma poliédrica	pH
	 2 μm		

Continúa Tabla 1

Tabla 1. Formas caprichosa de las nanopartículas (continuación)

Fórmula	Imagen	Morfología de las NPs	Parámetro(s) de control
$\text{Cu}_2\text{PO}_4(\text{OH})_2$		Microesferulitos integrados por placas cuadrangulares dispuestas radialmente	pH
		Detalle de microesferulitos integrados por placas cuadrangulares dispuestas radialmente	
$\alpha\text{-Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$		Microesferulitos de morfología radial	
$\text{Cu}_2\text{PO}_4(\text{OH})_2$		Agregado framboidal	
$\alpha\text{-Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$		Microesferulitos	
$\text{Cu}_2\text{PO}_4(\text{OH})_2$		Agregado framboidal	

La estructura cristalina de fosfatos de metales de transición o alcalinos muestran estructuras ortorrómbicas o triclinicas (Figura 1).



Figura 1. Cristales de fosfato triple ortorrómbico y en verde Libethenite $\text{Cu(II)}_2\text{PO}_4\text{OH}$

Este trabajo muestra una técnica de precipitación rápida y simple entre una solución de sulfato de Cobre y otra de fosfato de sodio para formar un precipitado cristalino azul de $\text{Cu}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$.



El nanomaterial $\text{Cu}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ fue caracterizado anteriormente por espectroscopía de infrarrojo IR, análisis termogravimétrico TGA y diferencial DTA (Fernández *et al.*, 2014). En este trabajo se muestra el espectro de difracción de rayos X de polvos y la micrografía electrónica de barrido.

METODOLOGÍA

El fosfato de Cobre se obtuvo de la reacción en solución acuosa entre sulfato de Cobre y fosfato de sodio. Se secó el producto precipitado de color azul, se obtuvo un espectro IR y un análisis termogravimétrico (Fernández *et al.*, 2014). El equipo usado en la espectroscopía IR fue un Espectrómetro Alpha FT-IR. El análisis termogravimétrico fue realizado en el laboratorio de materiales de la Universidad Autónoma Metropolitana unidad Azcapotzalco con un equipo TGA con detector DTG60. Las fotomicrografías se adquirieron con la técnica de microscopía electrónica de barrido en el Microscopio Electrónico de Barrido XL30 ESEM (PHILIPS).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se obtuvo la micrografía de una muestra de $\text{Cu}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ con análisis elemental Figura 2 y 3.

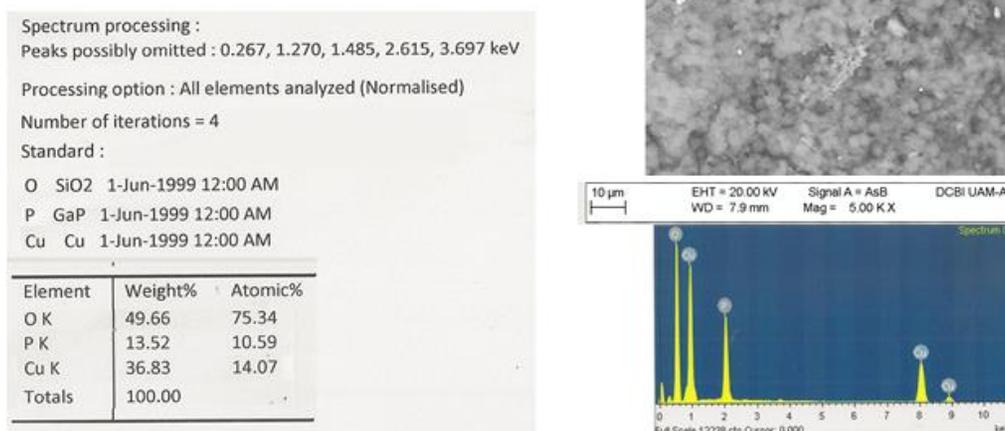


Figura 2. Espectro procesado de una micrografía de fosfato de Cobre tri-hidratado.

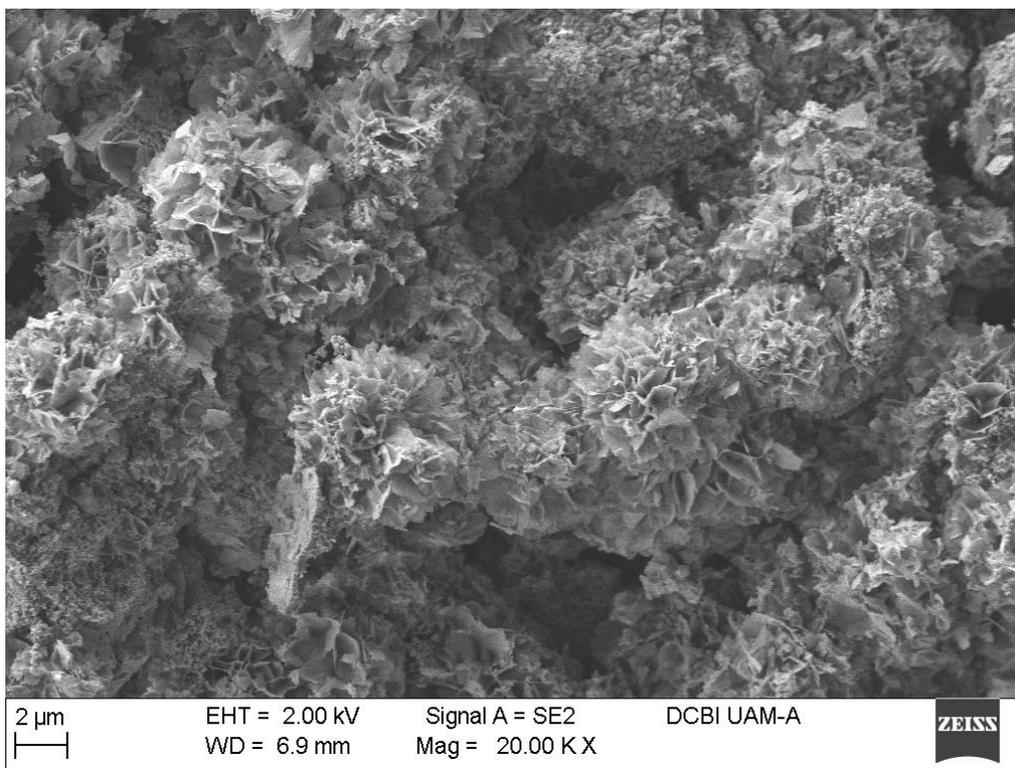


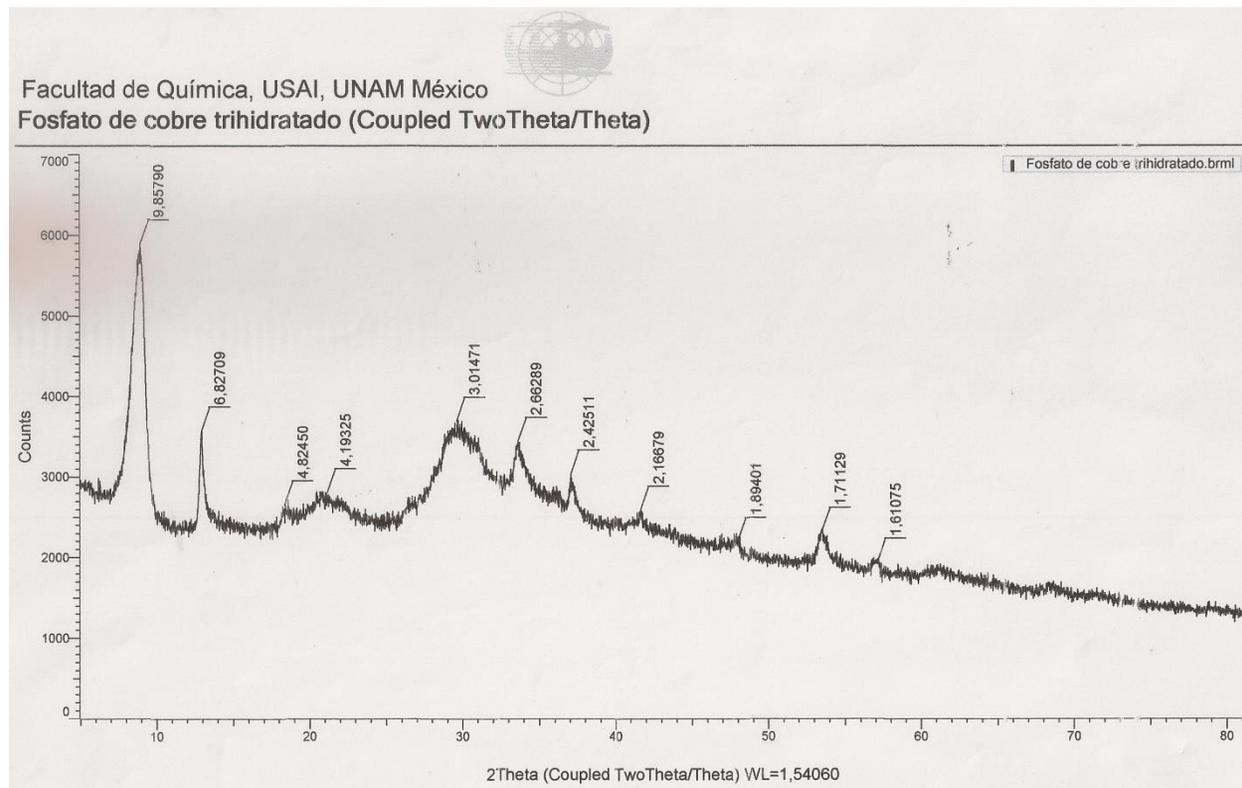
Figura 3. Micrografía de una muestra de Fosfato de Cobre tri-hidratado.

De la Figura 3 se pueden observar regiones con imágenes que representan caprichosas nanoflores (claveles y campanitas), nanolechugas o un arrecife y la cara de un perro Figura 4.



Figura 4. Imágenes de flores, lechuga y arrecife que pueden imaginarse en la micrografía de la Figura 3

En la figura 5 se muestra el difractograma de rayos X de polvos que muestran la estructura cristalina del fosfato de Cobre(II) tri-hidratado.



El análisis elemental que se muestra en la Figura 2 corresponde al porcentaje en peso y masa del fosfato de Cobre con tres moléculas de agua. La micrografía de la figura 3 muestra microláminas dispuestas en forma radial formando caprichosas imágenes de flores, lechugas rizadas o dan idea de un arrecife de coral en su conjunto. La figura 5 correspondiente al difractograma de rayos X de polvos de una muestra de fosfato de Cobre (II) tri-hidratado confirmando tener una estructura cristalina centrosimétrica correspondiente a un sistema cristalino ortorrómbico. El análisis posterior de un DRX-P de la misma muestra del fosfato de Cobre revelo un compuesto amorfo por lo que se supone que las nanopartículas son afectadas por su entorno ambiental.

CONCLUSIONES

El conocimiento de la estructura morfológica de sustancias químicas ya no es complicado pues se cuenta con equipos de punta que revelan su microestructura: en una imagen bidimensional, su sistema cristalino y la composición química. El método para formar las nanopartículas del fosfato de Cobre fue una reacción de precipitación y las formas obtenidas toman patrones encontrados en la naturaleza.

REFERENCIAS

- Aghjani A., Mirzaie P., Morsali A., (2010). Synthesis and characterisation of novel nano-flowers $\text{Cu}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ by solid state reaction at room temperature. *Int. J. of Nanoparticles*, 2010 Vol.3, No.4, pp.326–332.
- Arsalan M., Khan M. M. A., Rafiuddin. (2013). a comparative study of theoretical, electrochemical and ionic transport through PVC based $\text{Cu}_3(\text{PO}_4)_2$ and polystyrene supported $\text{Ni}_3(\text{PO}_4)_2$ composite ion exchange porous membranes. *Desalination* 318, pp. 97-106.
- Fernández S. L., Corral L. E., Hernández M. L., Pereyra R. C., Soto T. M. L. (2014). Estudio espectroscópico y análisis termogravimétrico del fosfato de Cobre. Memorias en extenso: V Congreso Internacional de Docencia e Investigación en Química, Universidad Autónoma Metropolitana, México, D.F. Septiembre del 2014. pp. 736-743.
- Kimling J., Maier M., Okenve B., Kotaidis V., Ballot H., Plech A. (2011). Turkevich Method for Gold Nanoparticle Synthesis Revisited, *J. Phys. Chem.*, 110, pp. 15700–15707.
- Li Ch., Huang L., Snigdha G. P., Yu Y., and Cao L. (2012). Role of Boundary Layer Diffusion in Vapor Deposition Growth of Chalcogenide Nanosheets: The Case of GeS. *ACS Nano*, 6(10), pp. 8868–8877.
- López-Acevedo M. V., Fernández-Trejo L. A. (2010). Cristalización de fosfatos de Cobre en gel de sílice. *Bol. R. Soc. Esp. Hist. Nat. Sec. Geol.*, 104. pp. 5-13.
- Prabha D. S., Lahtinen M., Sillanpää M. (2010). Green Synthesis and characterization of silver and gold nanoparticles using leaf extract *Rosa rugosa*. *Colloid and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. Abril 13, p. 8.
- Sierra G. G., Echavarría A., Palacio L. A. (2009). Síntesis de la Libetenita por métodos hidrótermicos. *Rev. Fac. Ing. Univ. Antioquía* 48, pp. 9-17.
- Turkevich J., Stevenson P. C., Hillier J. (1951). A study of the nucleation and growth processes in the synthesis of colloidal gold, *Discuss. Faraday. Soc.*, 11, pp. 55–75.