

ANÁLISIS POR MICROSCOPIA DE LA FORMACIÓN DE MICROCANALES CON NANOESTRUCTURAS DE ÓXIDOS DE COBRE EN UN MICRORREACTOR

Claudia A. Neyertz, Agustín D. Gallo, María A. Ulla, Rocío L. Papurello, Juan M. Zamaro.

Instituto de Investigaciones en Catálisis y Petroquímica, INCAPE (FIQ, UNL, CONICET). Santiago del Estero 2829 (3000), Santa Fe, Argentina.
Email: zamaro@fiq.unl.edu.ar

Los cristales de óxidos de cobre presentan actividad catalítica en reacciones oxidación y tanto su tamaño como forma pueden tener un gran efecto en esta propiedad. Además, el desempeño se puede maximizar si se dispersan dichas fases sobre la superficie de microrreactores [1]. Se han reportado estudios de síntesis de nanocristales de CuO_x con distintas morfologías, como nanoflores, nanoalambres, etc., obtenidos por métodos en solución, aunque una estrategia más conveniente para obtener estas fases en la superficie de microrreactores sería mediante métodos en fase gas. Recientemente, hemos obtenido nanoestructuras de CuO_x sobre láminas planas de cobre empleando tratamientos de oxidación via fase gas [2]. En el presente trabajo, analizamos por microscopía las características de películas nanoestructuradas de CuO_x sintetizadas sobre láminas de cobre con microcanales paralelos. Se utilizaron láminas de cobre electrolítico (99,9 %) de 100 μm de espesor, lavadas con HCl 2N por 15 min y luego con agua destilada en ultrasonido por 5 min. Los sustratos se microplegaron, optimizando y analizando las dimensiones de los microcanales con un estereomicroscopio Leica S8 APO con cámara digital Leica LC3. Las películas de óxidos se sintetizaron mediante calcinaciones en aire bajo condiciones previamente optimizadas para láminas planas [2]. La morfología y cubrimiento de los óxidos se estudió por microscopía electrónica de barrido (SEM) con un equipo JEOL JSM-35C. Se efectuaron evaluaciones catalíticas en la oxidación de CO con un microrreactor, empleando una corriente con 1% CO, 2% O_2 en balance de Helio ($Q_t = 30 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$).

Del estudio microscópico de varios sustratos en sectores transversales, se ajustaron las condiciones de plegado hasta obtener microcanales homogéneos (Fig. 1a) y con diámetros hidráulicos óptimos para su empleo como microrreactores ($\sim 108 \mu\text{m}$). Considerando el error estadístico y las dimensiones de los microcanales, se verificó la reproducibilidad del micro-plegado. Como ejemplo, se observa que el histograma de la profundidad de los canales (Fig. 1b) presenta un perfil semejante a una distribución Normal con una leve asimetría izquierda. En cuanto al crecimiento de nanoestructuras sobre las láminas, en los sustratos planos se obtuvieron películas con nanoagujas superficiales de CuO agrupadas en islas (Fig. 2a). Dichas nanoagujas presentaron unos 15 μm de longitud y 350 nm de ancho y su estabilidad mecánica fue moderada. En tanto, al aplicar idénticas condiciones de síntesis en los sustratos con microcanales, se obtuvo una mayor densidad de nanoagujas distribuidas en forma homogénea en el sustrato, excepto en las crestas de los canales (Fig. 2b). Esto podría estar asociado a la generación de tensiones y/o micro-rugosidad en el sustrato durante el plegado, que favorecerían la formación de las nanoestructuras. Además, la estabilidad mecánica de la película fue notablemente superior comparado al caso plano. Las superficies curvas de los microcanales podrían distribuir mejor las tensiones en la interfase óxido-sustrato, estabilizando la película. Las microestructuras se evaluaron en un microrreactor y presentaron una elevada actividad en la oxidación de CO (Fig. 3). Actualmente continuamos investigando la relación entre la actividad catalítica y la morfología de los óxidos, empleando SEM como herramienta fundamental de análisis.

REFERENCIAS

- [1] Pérez N., Miró E., Zamaro J.M., (2013) "Cu,Ce/mordenite coatings on FeCrAl-alloy corrugated foils employed as catalytic microreactors for CO oxidation" *Catal. Today* 213: 183-191.
[2] Neyertz C., Gallo A., Ulla M. Zamaro J.M., (2015) "Nanostructured CuO_x coatings onto Cu foils: Surface growth by the combination of gas-phase treatments" *Surf. Coat. Technol.* 285: 262-269.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos el apoyo de CONICET y el financiamiento provisto por ANPCyT (PICT N° 1299) y Universidad Nacional del Litoral (CAI+D 0486). También agradecemos al servicio de microscopía de SECEGRIN en el CCT CONICET Santa Fe.

FIGURAS

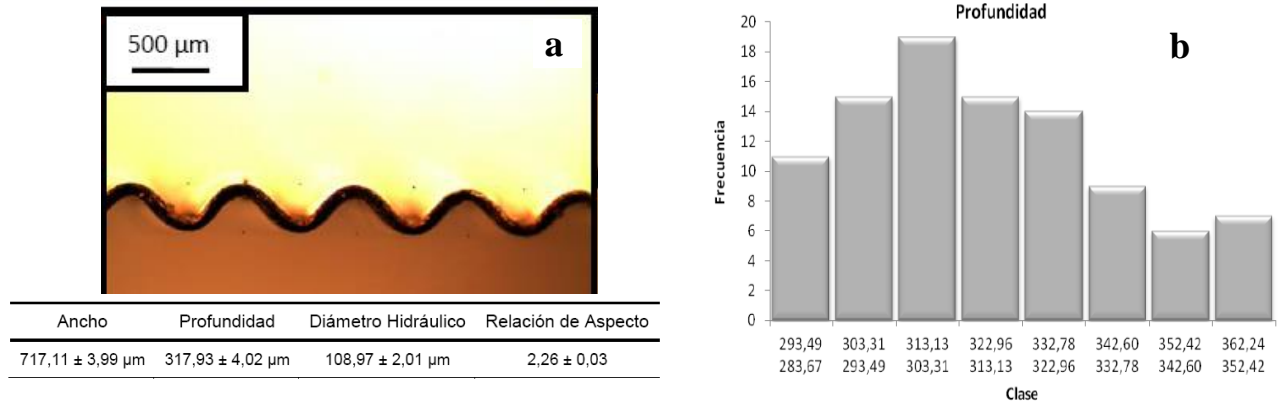


Figura 1. Dimensiones de los microcanales obtenidas con estereomicroscopio: a) Micrografía transversal del sustrato y dimensiones fundamentales de los microcanales; b) Histograma de la distribución de profundidad de los canales.

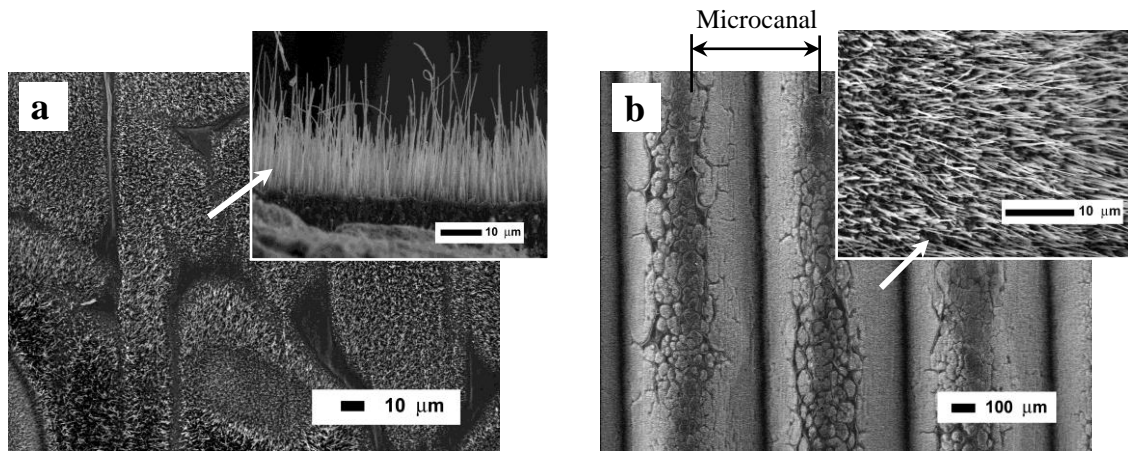


Figura 2. Imágenes de SEM de las películas nanoestructuradas de CuO_x sintetizadas: a) Sustrato plano; b) Sustrato con microcanales.

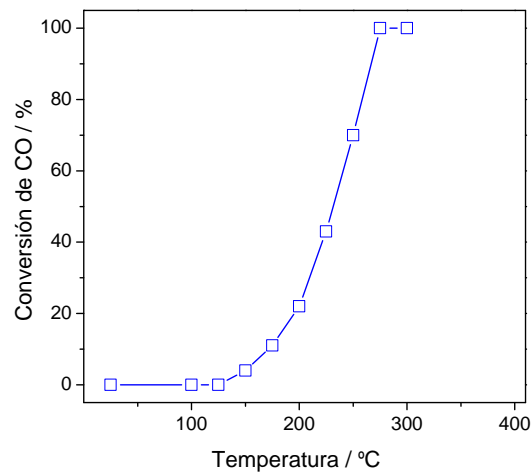


Figura 3. Oxidación de CO en un microreactor de microcanales con películas nanoestructuradas de CuO_x .