

9

**SÍNTESIS Y
CARACTERIZACIÓN
DE ALEACIÓN
METÁLICA Cu(Zn)**

Síntesis y caracterización de aleación metálica Cu(Zn)

J. L. Vazquez Arce¹, R. García Gutiérrez¹, J. O. Mata Ramírez²

*Departamento de Investigación en Física de la Universidad de Sonora
Facultad de Ingeniería, Arquitectura y Diseño de la Universidad Autónoma de Baja California,
Campus Ensenada.*

Resumen

En este trabajo se presenta el método de síntesis de una aleación metálica de Zinc-Cobre con un contenido de cobre de entre 7 y 10% de la composición total de la aleación. Se utilizó zinc metálico (Zn) y óxido de cobre (CuO) de 99.995% y 98% de pureza para la reacción. La reacción se llevó a cabo en un ambiente controlado de gas hidrógeno de 2 lb de presión con flujo constante dentro de un reactor parr de 188.5 cm³ de volumen a 500 oC con agitación constante. La morfología de la aleación fue evaluada mediante espectroscopia electrónica de barrido por emisión de campo (SEM), mientras que para la composición química se utilizó el detector de dispersión de energía de rayos x (EDS). Los resultados muestran que se obtuvo un tamaño de grano de entre 50 y 200 μm, una composición química de 87.48% para el Zn, 7.61% de Cu y 4.92% O₂. El mapa químico de la aleación nos muestra una distribución homogénea del Zn y el Cu mientras que para el O₂ nos da la evidencia de que está concentrado en ciertas partes de la muestra, por lo que podemos suponer que es O₂ absorbido por la aleación después de la síntesis. Por lo anterior, se recomienda almacenar esta aleación en atmósfera inerte hasta su uso para conservar su pureza.

1. Introducción

En la actualidad, más del 90% de los metales que utilizamos se encuentran en forma de aleación. Su uso tiene como ventaja mejores propiedades físicas y químicas que las de sus elementos individuales. La aleación metálica de zinc-cobre Zn(Cu), tiene como principal propiedad una superficie muy activa del zinc gracias a la presencia del cobre¹, y es ampliamente utilizada en diferentes rutas de síntesis, como en la preparación de alquilos de zinc y Ioduros de alquilo²⁻³.

La aleación de Zn(Cu) ha sido sintetizada por distintas rutas. Reacción en solución utilizando acetato de cobre, ácido acético y zinc metálico⁴, de adición de metanol y acetato de cobre soluble mono-hidrato a una suspensión de zinc en polvo con ácido acético a una temperatura de 40-45 ° C_s, por adición de ácido clorhídrico, sulfato cúprico y zinc en polvo utilizando etanol y éter para el lavado⁶ han sido reportados como principales métodos de

síntesis de esta aleación, además métodos adicionales de purificación en los que se utiliza etanol para el lavado final de la aleación y un ambiente de gas Nitrógeno N₂ para el secado⁷. En este trabajo, utilizamos un método de síntesis que consiste en la adición de Zn y CuO en un ambiente de gas hidrógeno a 500 ° C con agitación constante⁸.

2. Desarrollo experimental

La síntesis se realizó dentro un reactor Parr de acero inoxidable 304 con un volumen de 188.5 cm³ (**Figura 1.**), al cual se le hizo un tratamiento térmico con vacío a una temperatura de 300 °C y un vacío en el rango de 10-20 mTorr durante 3 horas para eliminar cualquier residuo en el interior del reactor. Con el fin de evitar impurezas, la reacción se llevó a cabo dentro de un vaso de alúmina, evitando así contacto de nuestra aleación con las paredes del reactor. Se aplicó el mismo tratamiento térmico con vacío que al reactor parr.

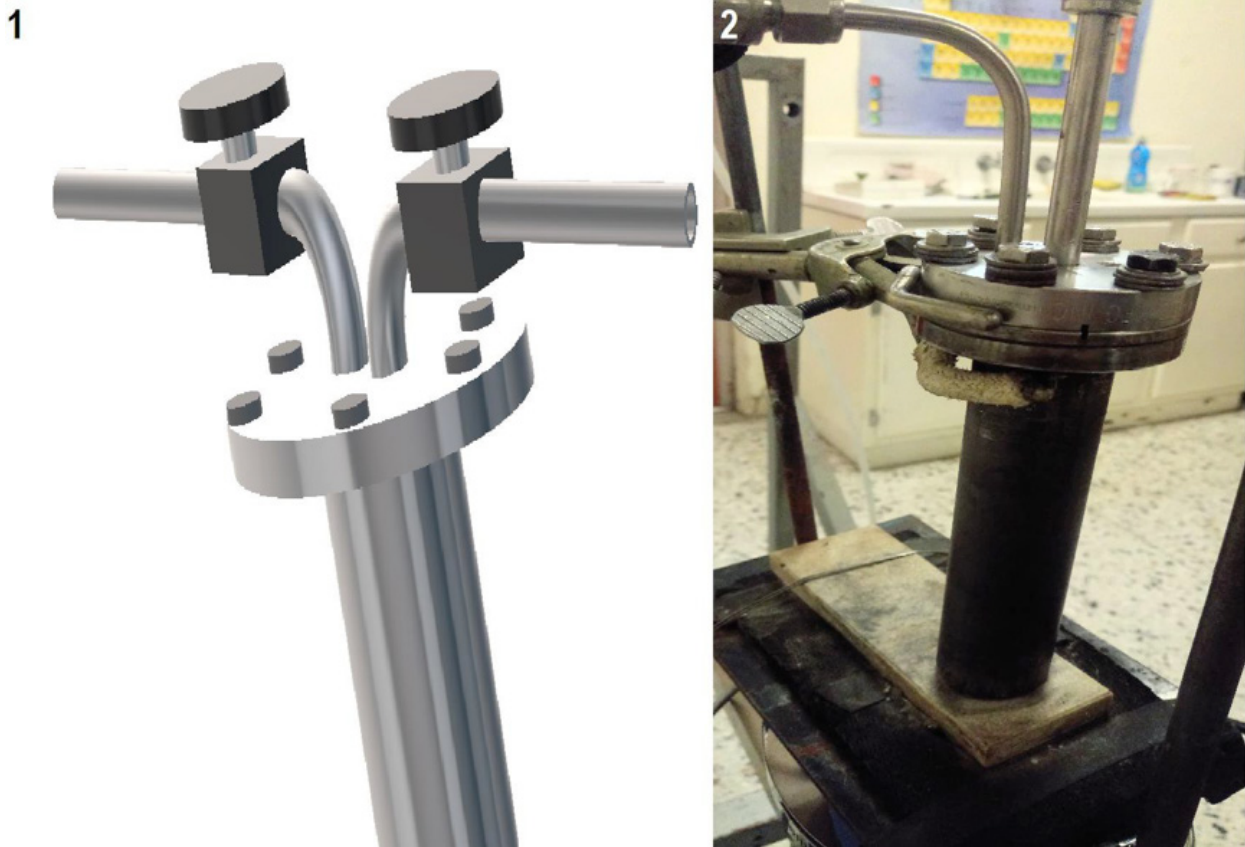


Figura 1. La imagen 1 muestra el diseño del reactor parr utilizado en este experimento. Diseñado en el Laboratorio Nacional de Nano-fabricación (NanoFAB) de la Universidad de Sonora, fue construido de acero inoxidable 304, con un volumen de 188.5 cm³, ideal para la síntesis de aleaciones metálicas. La imagen número 2 muestra el sistema creado para la agitación del reactor parr, el cual consiste en una parrilla vibratoria controlada por un transformador de corriente alterna variable, sobre la cual se monta el reactor.

Se pesaron .9 gr de zinc en polvo 99.995 % de pureza marca Sigma aldrich y .125 gr de CuO 98% de pureza marca Sigma aldrich para el experimento. Se colocaron en el vaso de alúmina, dentro del reactor parr y se hizo circular gas hidrógeno a 2 lb de presión, durante 30 a 100 °C para purgar la humedad dentro del reactor. Se utilizó una

cinta térmica con un controlador PID para alcanzar la temperatura de 500 °C, la reacción se mantuvo durante 2 horas y se mantuvo el flujo de hidrógeno. La morfología, composición y distribución química fueron determinadas en un microscopio electrónico de barrido por emisión de campo (FE-SEM) JSM7800F.

3. Resultados y Discusiones

Se obtuvo, una pequeña esfera color gris metálico con un peso de .6183 gr, es decir, un rendimiento de 54%. Una vez triturada la esfera, el tamaño de partícula en nuestra aleación varió de entre 50 y 200 μm de diámetro (**Figura 2**.) Recomendamos utilizar un molino para metales con el fin de obtener un tamaño de partícula más homogéneo. Una aleación de Zn(Cu) muy activa tiene

un porcentaje de Cu de entre 3 y 8 %5-7. Utilizando la técnica de dispersión de energía de rayos x (EDS) identificamos los elementos que se encuentran en nuestra aleación, como se muestra en la figura 3, encontrando Zn, Cu y O_2 como únicos elementos presentes en nuestra aleación. A partir del espectro de dispersión de energía de rayos X, se determinó la composición elemental promedio en la aleación (**Tabla 1**.), obteniendo un 7.61 % de Cu, 87.48% de Zn y 4.92 % de O_2 .

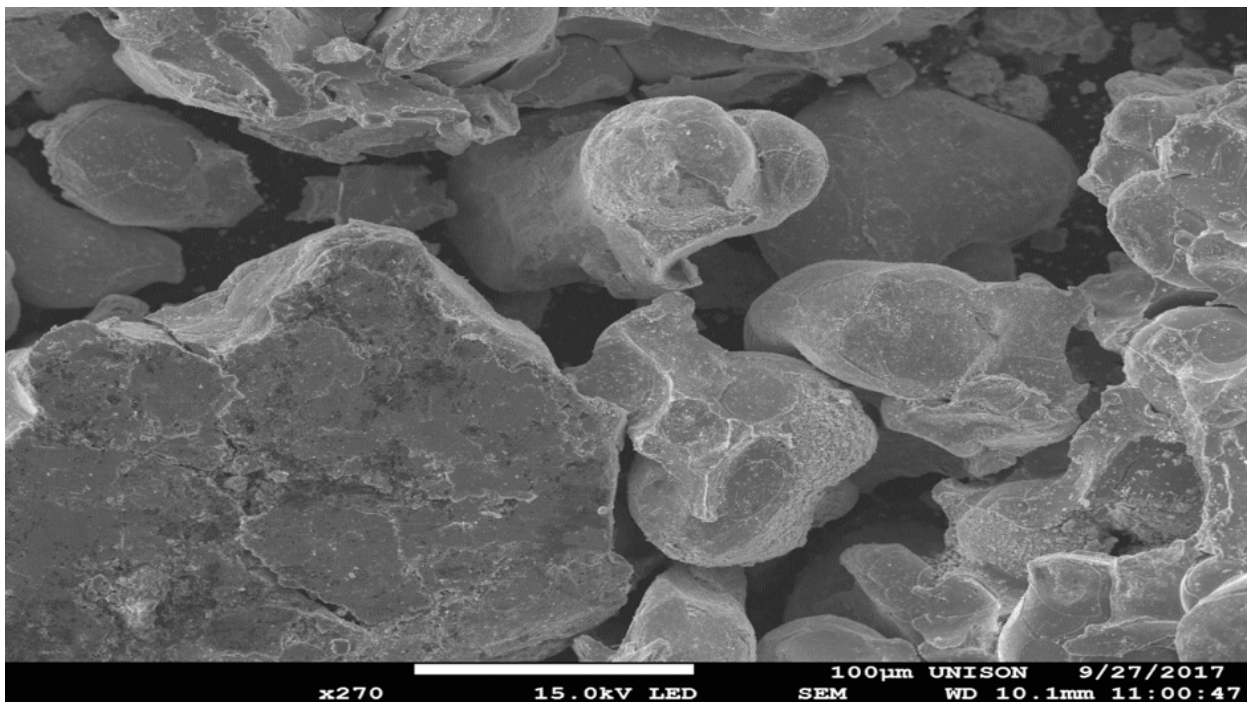


Figura 2. Micrografía FE-SEM de aleación metálica Zn(Cu) sintetizada.

Elemento	Número Atómico	% en masa
Zn	30	87.48
Cu	29	7.61
O ₂	8	4.92
	Total	100.00

Tabla 1. Composición porcentual de los elementos contenidos en nuestra aleación.

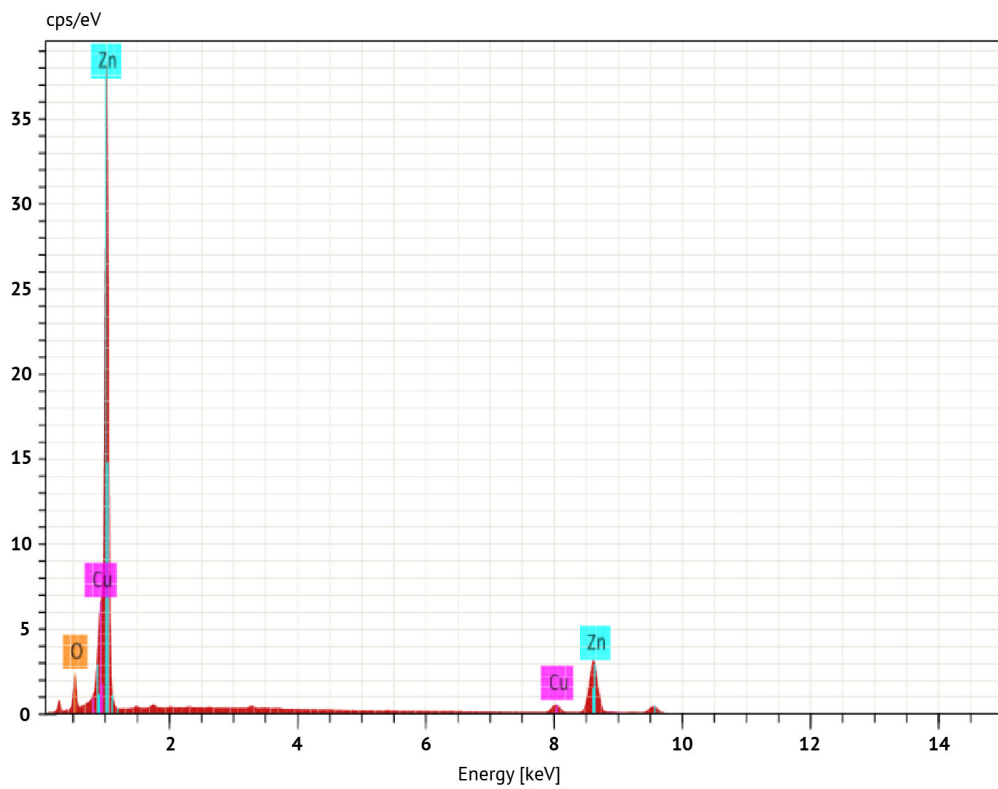


Figura 3. Espectro de rayos X obtenido por SEM-EDS que muestra el análisis elemental para la muestra de aleación Zn(Cu).

La porción de O_2 en la aleación es de 4.92%, este producto no deseado es atribuible a la absorción de este en la superficie de la muestra ya que el mapa químico del Zn y el Cu en la aleación nos muestra que estos elementos se

encuentran distribuidos de manera uniforme en la aleación, mientras que al realizar un mapa químico de distintas zonas de la aleación, observamos que el oxígeno está absorbido solo en ciertas zonas de la aleación (**Figura 4.**)

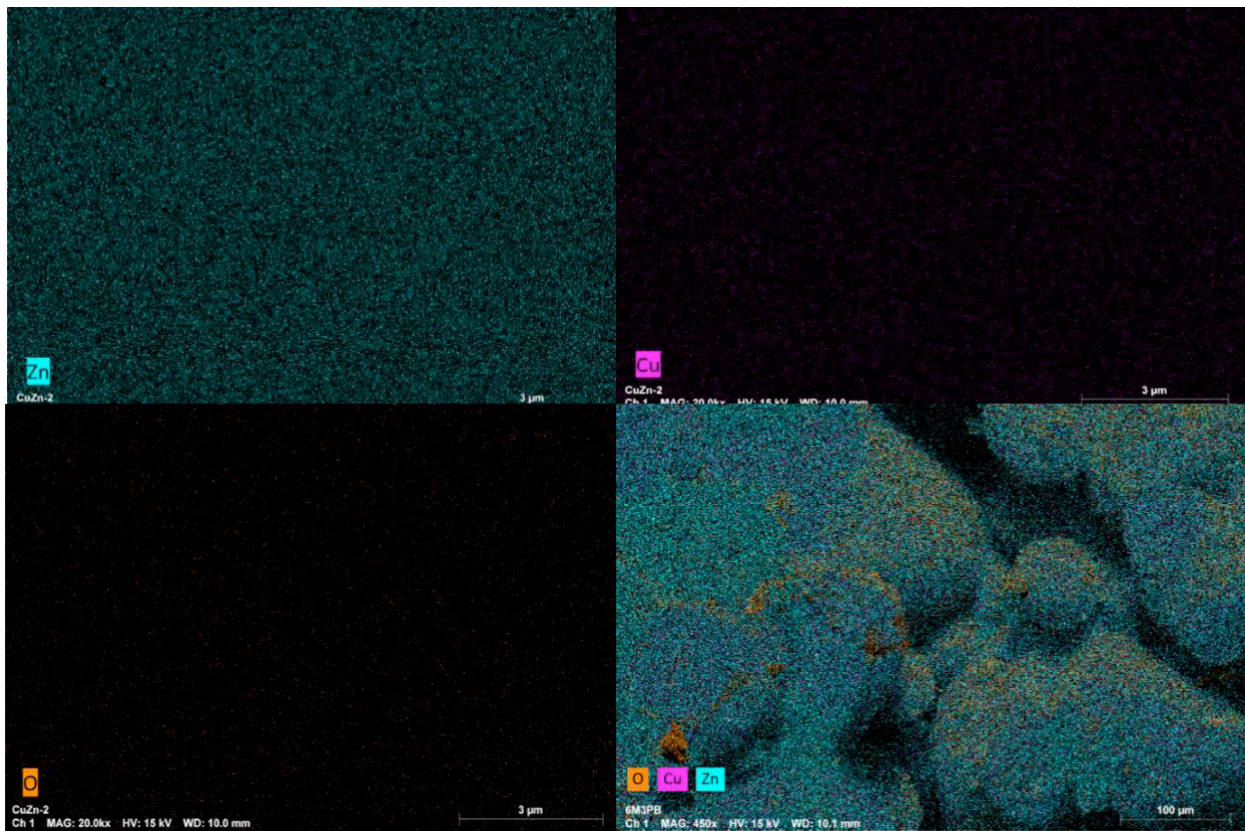


Figura 4. Mapa de la distribución elemental en la aleación Zn(Cu) sintetizada. La imagen 1 corresponde al Zn y nos muestra su distribución totalmente homogénea en la aleación. La imagen 2 del Cu, se observa una menor intensidad en el color, debido a que está en menor proporción en comparación con el Zn. El oxígeno en naranja, prácticamente es imperceptible ya que está en muy baja proporción. Se realizó un mapa químico en distintas zonas de la aleación, imagen 4, y podemos observar que el oxígeno se encuentra acumulado en ciertas zonas de la aleación debido a fenómenos de absorción.

4. Conclusiones

Se preparó una aleación de Zn(Cu) con 7.61 %, 3-8% de Cu es un tema importante en reacciones de superficie activa de Zn. La aleación cuenta con un tamaño de grano de entre 50 y 200 μm de diámetro y una composición química promedio de 7.61 % de Cu, 87.48% de Zn y 4.92 % de O_2 . El porcentaje de O_2 es atribuido a fenómenos de absorción superficial en la aleación post-síntesis. Finalmente, se recomienda almacenar la aleación en atmosfera inerte hasta su uso, con el fin de evitar la absorción de O_2 no deseado.

REFERENCIAS

- [1] Scott D. Rychnovsky & Jay P. Powers (2001). *Zinc/Copper Couple*, *Encyclopedia of Reagents for Organic Synthesis*.
- [2] C. R. Noller: Diethyl Zinc. In: *Organic Syntheses*. 12, 1932, S. 86, doi:10.15227/orgsyn.012.0086; Coll. Vol. 2, 1943, S. 184.
- [3] Petrier, C.; Dupuy, C.; Luche, J. L. TL 1986, 27, 3149. (b) Luche, J. L.; Allavena, C. TL 1988, 29, 5369.
- [4] Eugene LeGoff *Cyclopropanes from an Easily Prepared, Highly Active Zinc-Copper Couple, Dibromomethane, and Olefins*, *J. Org. Chem.*, 1964, 29 (7), pp 2048–2050.
- [5] John L. Dillon, *Synthetic Communications*, Vol. 27, Iss. 24, 1997, *In Situ Activated Zinc-Copper Couple for the Preparation of a Key Intermediate in the Synthesis of Dideoxyinosine (DDI)*.
- [6] R. D. Smith and H. E. Simmons, *NORCARANE [Bicyclo[4.1.0]heptane]*, In: *Organic Syntheses*, 1961, 41, 72, DOI: 10.15227/orgsyn.041.0072.
- [7] Michael J. Taschner, *e-EROS Encyclopedia of Reagents for Organic Synthesis*, 2001, *Dibromomethane-Zinc/Copper Couple*, DOI: 10.1002/047084289X.rd045.
- [8] H. E. Simmons and R. D. Smith, *J. Am. Chem. Soc.*, 81, 4256 (1959).