

**INFORME TÉCNICO**

**Nano Cu**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **OBJETIVO DEL DOCUMENTO:** | **Descripción de caracterización físico-química de las nano partículas de cobre.** | |
| **TIPO DE DOCUMENTO:** | **Informe** | |
| **IDENTIFICACIÓN DEL DOCUMENTO:** | **INF\_001-01** | **Nº REVISIÓN: 01** |
| **ELABORÓ:** | **Tco. Tobías Salinas** | |
| **REVISÓ:** | **Ing. Matías Lanfranconi** | |
| **FECHA DOCUMENTO:** | **20/01/2021** | |
| **Nº TOTAL DE PÁGINAS:** |  | |

1.Resumen

A partir de diversas condiciones se pudieron sintetizar nano partículas de cobre a través del método de la reducción de una sal de este metal. Se probaron diversas condiciones de síntesis tales como variación de medio de reacción, variación de pH, variación de concentración de agentes reductores y agentes de protección, y finalmente cambio de agentes reductores. Para determinar cuáles síntesis resultaron en la obtención de nanocobre, se propusieron diversos ensayos tanto cualitativos como cuantitativos con el fin de conocer las propiedades físico-químicas de estas partículas. Los ensayos realizados fueron DLS (Dispersión de luz dinámica) con el fin de conocer el tamaño de las partículas, TGA (Análisis termo-gravimétricos), este ensayo se realizó para conocer tanto la concentración de partículas finales, como la estabilidad térmica; ensayos de UV-vis al líquido de reacción para determinar la presencia de Cu+1 o Cu+2 dándonos indicios de la eficiencia de la reacción; se realizaron ensayos antimicrobianos con los líquidos para conocer la concentración mínima en la cual la síntesis resulta antimicrobiana; análisis de medios oxidantes, este ensayo se realizó en dos medios específicos con el fin de observar su comportamiento, ya que serán los medios en los que las nano partículas estarán suspendidas; por último se ensayó el tiempo de decantación tanto de las partículas solas, como con diversos aditivos para encontrar una formulación en la cual la suspensión fuera estable por más de 24 hs. Finalmente se propusieron dos ensayos más los cuales son DRX (Difracción de rayos X) y oxidación sobre diversos sustratos bajo condiciones controladas.

A partir de los ensayos nombrados anteriormente se pudieron obtener las condiciones de síntesis de partículas para obtener el tamaño de partícula deseado, se encontró que la reacción resulta efectiva no encontrándose trazas de Cu+1 o Cu+2 en los espectros de UV-vis. También se hayo que las partículas resisten hasta 200°C antes del comienzo de la oxidación. Se hayo que con el agregado de bajas concentraciones de antisedimentante (Rheobyk 420) las partículas permanecen en suspensión estable por más de 72 hs. Para los medios de suspensión en el suavizante las partículas se mantienen estables sin retroceso aparante (no se observa cambio de tonalidad) mientras que en el producto de brillo se sigue trabajando para evitar el retroceso. Las características antimicrobianas de las síntesis son descriptas en otros informes procedentes de los laboratorios en los cuales se realizaron.

2. Condiciones de ensayos.

*2.1 TGA*

Para el ensayo de TGA se realizaron dos condiciones distintas. En una de las condiciones se analizó la influencia de la temperatura para lo cual se expuso la muestra a calentamiento de 10°/min hasta 90°C donde se dejó estabilizar para sustraer toda la humedad de la muestra y luego se siguió con la misma rampa hasta 500°C. Se dejo en esa temperatura durante 1 hora. Se recurrió a 2 muestras distintas para la realización de este ensayo 1 muestra contiene la adición de PVP K30 que actúa como una capa protectora polimérica mientras que la otra muestra no lo poseía.

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| *Muestra sin recubrimiento peso vs temp* | *Muestra con PVP peso vs temp* |
|  |  |

Como se puede apreciar en las figuras de arriba las muestras con PVP ayudan a evitar la oxidación de las partículas manteniéndolas estables, esto ocurre debido a que la superficie de la partícula está recubierta impidiendo el paso de oxígeno. También se pudo observar que el agregado de PVP desciende en gran medida la cantidad de material que se pierde entre 100 y 300°C esta parte de perdida de material se atribuye a dos factores, el primero es la perdida de hipofosfito de sodio degrandose en gas fosfino, la segunda etapa consiste en la perdida por evaporación del ácido ascórbico que comienza a fundirse a los 190 °C. Por lo tanto al evitar estas pérdidas el efecto antioxidante se ve favorecido, condición que se nota a partir de los 350°C donde las partículas con PVP obtienen la mayor parte de su caída mientras que las que no poseen recubrimiento en esta etapa comienza a ganar peso producto de la oxidación del cobre. Por ende podemos concluir que la incorporación de PVP no solo evita la oxidación del cobre al recubrir la partícula sino que también actúa como agente protector de los reductores evitando así la oxidación de las partículas puesto que sigue habiendo material con el cual reaccionar.

*2.2 DLS*

Las medidas de DLS fueron realizadas en un equipo marca Malven, modelo Zetasicer, por triplicado. A continuación, se muestra una tabla comparando 3 condiciones distintas de reacción y como estas afectan al tamaño de partícula.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Muestra | Descripción | Tamaño partículas (nm) |
| 1 | Ag Red: Hipofosfito de sodio (0.8M)  Medio: Etilenglicol  Ag Protector: PVP (7mM)  Temperatura:90°C | 70 |
| 2 | Ag Red: Acido Ascórbico (0.8M)  Medio: Etilenglicol  Ag Protector: PVP (7mM)  Temperatura:90°C | 60 |
| 3 | Ag Red: Hipofosfito de sodio (0.8M)  Medio: Agua  Ag Protector: PVP (7mM)  Temperatura:90°C | 190 |
| 4 | Ag Red: Hipofosfito de sodio (0.8M)  Medio: Agua  Ag Protector: -  Temperatura:90°C | 122 |
| 5 | Ag Red: Acido Ascórbico (0.4M)  Hipofosfito de sodio (0.4M)  Medio: Agua  Ag Protector: -  Temperatura: Amb | 200 |

En la tabla de arriba se muestran diversas condiciones y su impacto en el tamaño de partícula, como se puede apreciar los tamaños más pequeños son los obtenidos en etilenglicol, esto ocurre a que el etilenglicol actúa como agente reductor secundario facilitando la reacción, sin embargo requiere que se eleve la temperatura para que se produzca, mientras que en la muestra 5 obtenemos un tamaño de partícula mayor sin embargo la reacción ocurre a temperatura ambiente, también surge ese tipo de diferencia debido a las condiciones de procesamiento ya que ambas tuvieron formas de agitación distinta por lo cual la diferencia de tamaño puede ser debido a este factor.

*2.3 Estabilidad en suspensión*

Para la realización de este ensayo se tomó una alícuota de una muestra de nano partículas de cobre la cual se procedió a suspender en diversos medios. Se toma como tiempo de estabilidad al tiempo que transcurre hasta que se comienza a notar una separación de fases. Los resultados en el tiempo y la descripción de los medios se detallan en la tabla a continuación.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Muestra | Descripción | Estabilidad (min) |
| 1 | [Cu]=0,1%  Medio: Agua | 2 |
| 2 | [Cu]=0.1%  Medio=50% Agua-50%Etilenglicol | 5 |
| 3 | [Cu]=0.1%  Medio: Agua +0.1 Antisedimentante Rheobyk 420 | +1440 |
| 4 | [Cu]=0.1%  Medio: Agua +0.2 Antisedimentante Rheobyk 420 | +1440 |
| 5 | [Cu]=0.1%  Medio: Agua +0.3 Antisedimentante Rheobyk 420 | +4320 |
| 6 | [Cu]=0.1%  Medio: Agua +0.4 Antisedimentante Rheobyk 420 | +4320 |
| 7 | [Cu]=0.1%  Medio: Agua +0.5 Antisedimentante Rheobyk 420 | +5760 |
| 8 | [Cu]=0.1%  Medio: Agua +3 Antisedimentante Rheobyk 420 | Infinito se forma un gel |

Los resultados marcados con un más indican que la suspensión se mantenía estable en ese periodo de tiempo pero que entre ese momento y 8hs posteriores la separación de fases se hacía notoria.

Como se observa en la tabla el hallazgo del antisedimentante tuvo un impacto rotundo en la estabilidad de la síntesis puesto que de encontrarnos en el rango de los 5 minutos cambiando el medio, al incorporarle una pequeña cantidad de antisedimentante los tiempos cambian de minutos a días.

*2.4 Medios oxidantes.*

En este ensayo se probaron 2 medios para realizar una suspensión de nano partículas. Los medios ensayados fueron un suavizante de ropa y un líquido otorgador de brillo (CIF ultrabrillo). Los resultados que obtuvimos fueron extremadamente visuales obteniéndose que en el caso del suavizante no se observa oxidación en el tiempo ni siquiera transcurridas 2 semanas enteras, mientras que en el caso del CIF el efecto de la oxidación es inmediato.

Se probaron diversas condiciones para evitar el retroceso en el CIF, tales como el agregado de agente reductor, cambio de ph, variación de concentración de CIF y finalmente realizar una síntesis con el CIF como medio de reacción. Esta última etapa mostro ser la más efectiva ya que al cabo de dos semanas no se nota retroceso y se observó la formación de nano partículas de cobre.