

ESTUDIO DE CAPAS ADSORBIDAS DE AZUFRE EN Au(111) MEDIANTE VOLTAMPEROMETRIA CICLICA Y MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO Y EFECTO TUNEL (STM).

Angélica Avalos Pérez* y Nikola Batina

Universidad Autónoma Metropolitana - Iztapalapa, Laboratorio de Nanotecnología e Ingeniería Molecular, Área de Electroquímica, Departamento de Química, Av. San Rafael Atlixco No. 186, Col. Vicentina, Del. Iztapalapa, C. P. 09340, México, D. F. avalosap@gmail.com

Resumen

Entre las especies estudiadas para la obtención de sustratos modificados con una estructura definida se encuentra el azufre que juega un papel importante en la formación de arreglos definidos debido a su capacidad para formar múltiples enlaces con la superficie del metal¹. Muchos estudios relacionados con la adsorción y visualización de capas de azufre en Au(111) son realizados mediante la microscopía electrónica de barrido y efecto túnel (STM) en condiciones *in situ*^{2,3,5-8} en los cuales encontraron que el potencial y la concentración son determinantes en la forma estructural del azufre adsorbido. Lo anterior marca como objetivo de este trabajo la preparación de estructuras definidas por la electroadsorción del ión sulfuro a potenciales controlados en una celda electroquímica de tres electrodos y visualizadas por STM en condiciones *ex situ*. Los experimentos de voltamperometría cíclica se realizaron con un equipo Bioanalytical Systems, Inc E. U. A (BAS 100B/W). La visualización con un microscopio de barrido y efecto túnel (STM) Nanoscope IV de Digital Instruments. El voltamperograma cíclico (fig. 1) inicia con la reducción del medio, seguido de los procesos electroquímicos marcados como A que es la adsorción oxidativa de SH⁻ y A' la desorción reductiva de los átomos de azufre adsorbidos^{2,3}. B se presenta por la oxidación de la capa de azufre monoatómico y las especies de la solución con la formación de especies poliméricas⁴⁻⁶. Se prepararon sustratos en los potenciales de las señales marcadas como A y B. La muestra preparada en -0.7 V dio una estructura de azufre llamada Au(111)-($\sqrt{3} \times \sqrt{3}$)-R30°-S,^{3,6,7,8} que se presenta en la imagen de la Fig. 2, en la cual se observa un arreglo hexagonal⁶⁻⁸. Cuando el potencial de modificación del Au(111) fue de -0.32 V se encontraron arreglos de los átomos de azufre con una estructura semicuadrada de 0.598 x 0.608 nm² (Fig. 3) y cuyas distancias interatómicas son de 0.218 nm, lo cual va de acuerdo por lo reportado^{6,7}. Los resultados electroquímicos muestran una fuerte interacción del ión sulfuro con la superficie de oro y se presenta en potenciales cercanos a la reducción del agua. La electroadsorción y la formación de estructuras de las especies de azufre son posibles mediante el control del potencial. Las visualizaciones con STM en condiciones *ex situ* confirman que mediante esta metodología de trabajo se pueden obtener capas adsorbidas de especies de azufre ordenadas y estables en condiciones ambientales. Los resultados demuestran que STM es una herramienta para investigar estructuras atómicas.

Palabras claves: azufre monoatómico, electroadsorción, oro, polisulfuros, voltamperometría cíclica, STM.

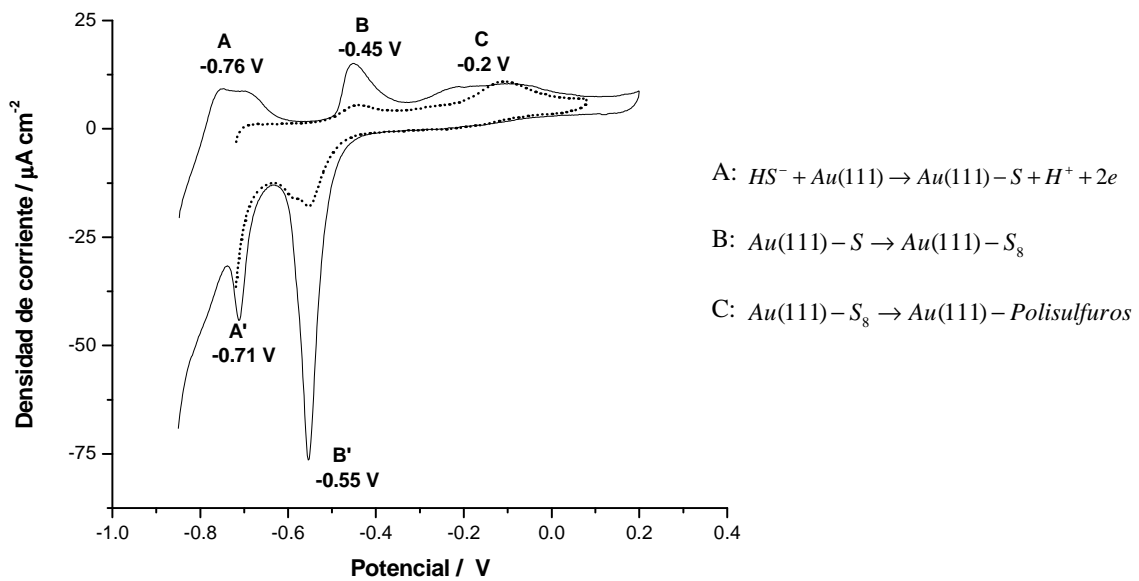


Fig. 1 V. C. de Au(111) con tratamiento térmico en solución de $\text{Na}_2\text{S } 10^{-3}\text{M}$. + 0.1 M HClO_4 . (15 mV /seg), en línea punteada se presenta un voltamperograma en un intervalo de potenciales -0.7 a 0.0 V. Del lado izquierdo se muestran las reacciones de los procesos electroquímicos A, B y C. Barrido en dirección positiva.

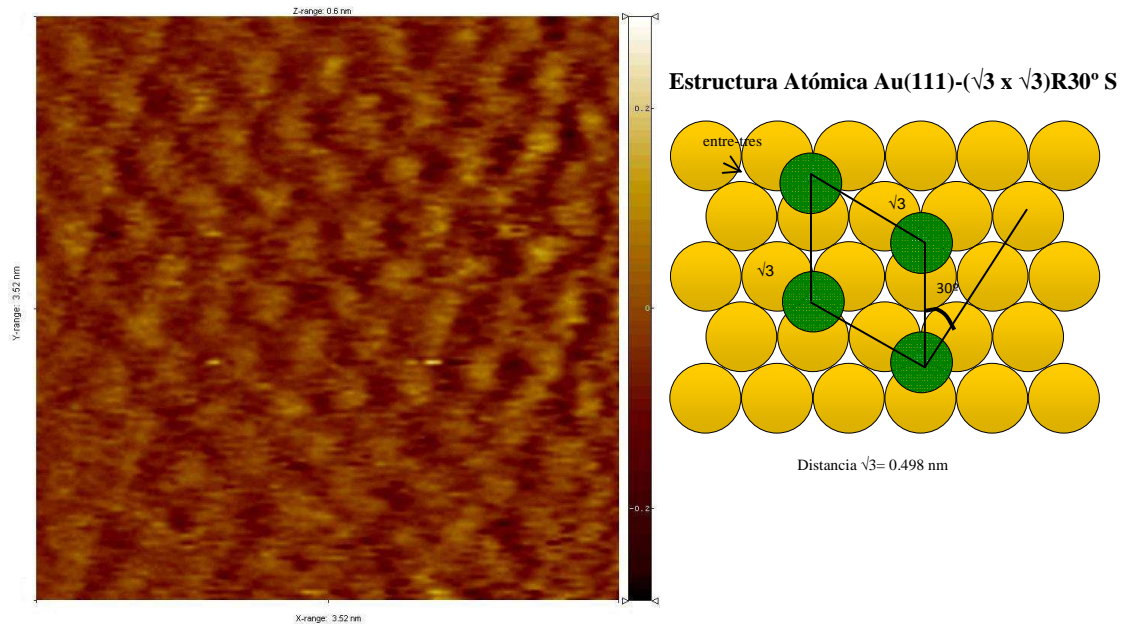


Fig. 2 Imagen tridimensional del arreglo atómico del azufre obtenida por STM, el sustrato de Au(111) modificado en solución de $\text{Na}_2\text{S } 1 \times 10^{-4} \text{ M}$ + HClO_4 0.1 M en -0.7 V por 3 min, a la derecha se muestra el arreglo de adsorción de azufre en la superficie de oro.

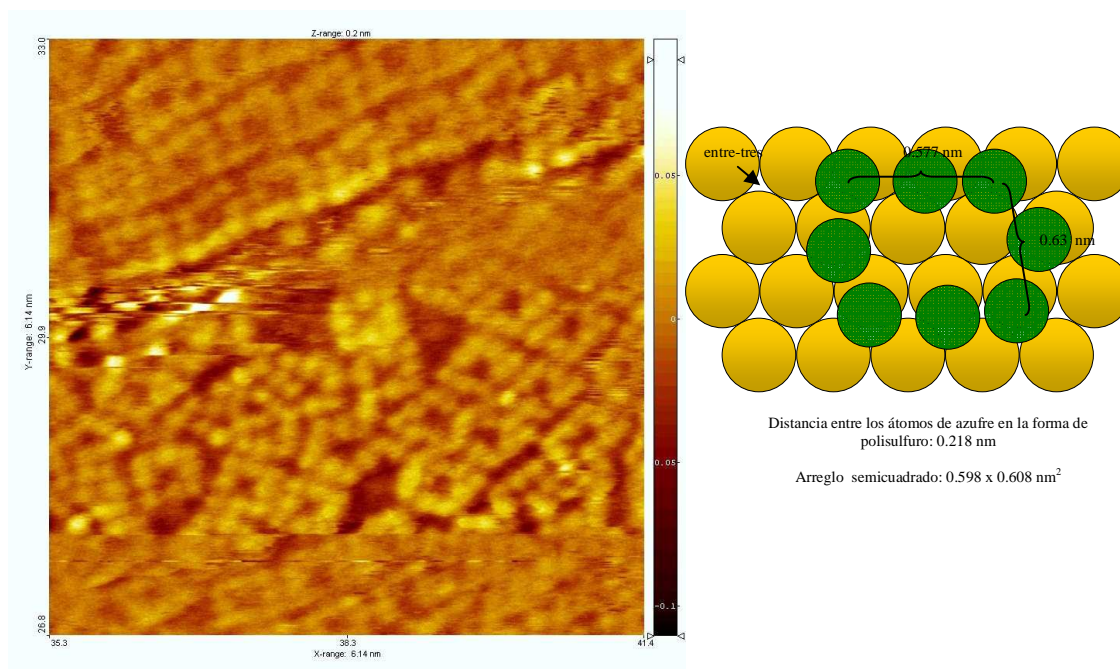


Fig. 3 Imagen tridimensional del arreglo atómico del azufre obtenida por STM, el sustrato de Au(111) fue modificado en solución de $\text{Na}_2\text{S } 1 \times 10^{-4} \text{ M} + \text{HClO}_4 \text{ 0.1 M}$ en -0.32 V por 1 min. V. C. en $\text{HClO}_4 \text{ 0.1 M}$. A la derecha se presenta el posible arreglo de S_8 en la superficie de oro.

Bibliografía

- [1] A. Ulman, Chemical Review, 96 (1996) 1533-1554.
- [2] Gao Xiaoping, Zhang Yun, Weaver Michael J., Langmuir, 8 (1992) 668-672.
- [3] Gao Xiaoping, Zhang Yun, Weaver Michael J., J. Phys. Chem., 96 (1992) 4156-4159.
- [4] Vericat Carolina, María E. Vela, Andreasen G., Salvarezza Roberto C., Vázquez Luis F., Martín-Gago José A., Langmuir, 17 (2001) 4919-4924.
- [5] Azzaroni Omar, Andreasen G., Blum Barbara, Salvarezza Roberto C., Arvía Alejandro J., J. Phys. Chem. B, 104 (2000) 1395 - 1398.
- [6] Vericat Carolina, Vela María E., Andreasen G. A., Salvarezza Roberto C., Borgatti F., Felici R., Lee T.L., Renner Frank, Physical Review Letters, 90 (2003) 075506-1 – 075506-4.
- [7] Andreasen G., Vericat Carolina, María E. Vela, Roberto C. Salvarezza, J. Chem. Phys., 111(1999) 9457-9460.
- [8] Lay Marcus D., Varazo Kris, Stickney John L., Langmuir, 19 (2003) 8416-8427.

Dr. Jesús Arenas

Por este medio me permito enviarle el resumen del trabajo que lleva por título ESTUDIO DE CAPAS ADSORBIDAS DE AZUFRE EN Au(111) Y EFECTO TUNEL, MEDIANTE VOLTAMPEROMETRIA CICLICA Y MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO, el cual quisiera presentarlo en la modalidad de cartel en el tema *I.1 Nanomateriales y Películas delgadas*. A continuación le presento mis datos y los del Dr. Nikola Batina.

Autor: M. C. Angélica Avalos Pérez
e-mail: angelica_ap@hotmail.com
Tel. 8502 4568
Estudiante de Doctorado en Ciencias Químicas
Laboratorio de Nanotecnología e Ingeniería Molecular
Área de Electroquímica, Departamento de Química
División de Ciencias Básicas e Ingeniería
Universidad Autónoma Metropolitana - Iztapalapa

Dr. Nikola Batina
e-mail: bani@xanum.uam.mx
Tel: 8502 4568
Laboratorio de Nanotecnología e Ingeniería Molecular
Área de Electroquímica, Departamento de Química
División de Ciencias Básicas e Ingeniería
Universidad Autónoma Metropolitana – Iztapalapa

Agradeciendo de antemano la atención prestada, le envío un cordial saludo esperando una respuesta positiva de su parte.

M. C. Angélica Avalos Pérez