



CAP.6: SÍNTESIS EXPERIMENTAL DE CATALIZADORES



En este capítulo se realiza una breve descripción de la metodología empleada, para la síntesis y caracterización del sistema en estudio.

Las características de los materiales utilizados se encuentran en el Apéndice.

La síntesis se lleva a cabo de la siguiente manera:

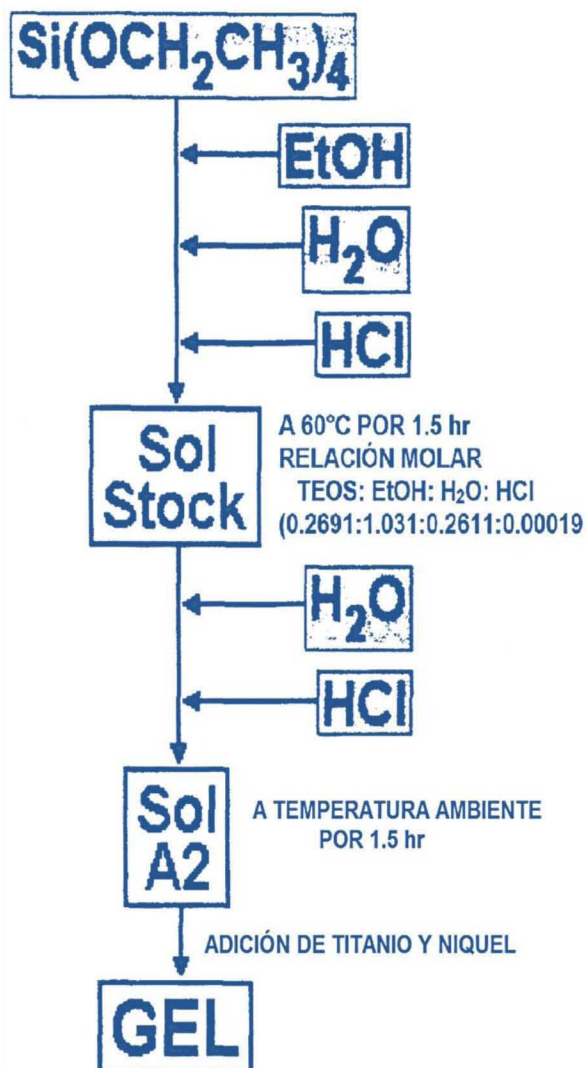


Imagen 7-6.- Preparación del Sol de Si, Sol Stock y Sol A2

De acuerdo a los cálculos realizados, en un matraz con agitación se agregaron las siguientes cantidades de reactivos: TEOS-60ml, EtOH-60ml, H_2O -4.7ml, HCl-0.19ml.

Se dejó agitando la solución, hasta que esta alcanzará una temperatura de 60°C (se toma de referencia esta temperatura ya que de todos los disolventes la temperatura del EtOH es la más baja). Llegando a este punto, se mantuvo la temperatura constante durante una hora y media.

Se adicionaron: H_2O - 6.129ml, HCl- 3ml, y se dejó agitando la mezcla durante dos horas, con el objetivo de dejar enfriar la mezcla. (Fotografía 6-3).



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

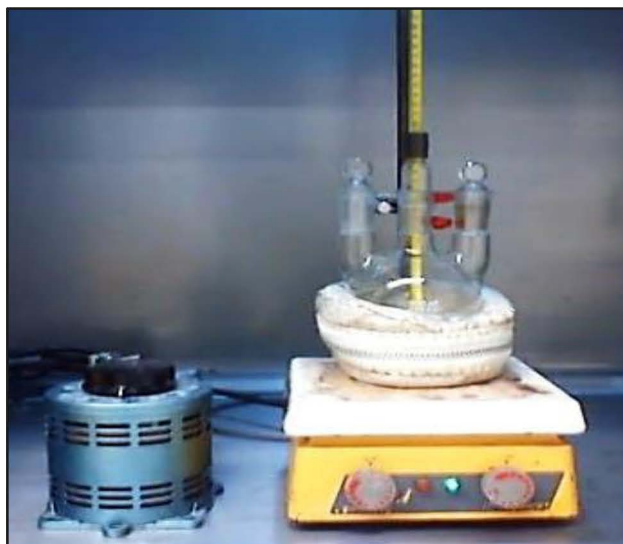
DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

CAP. 6: SÍNTESIS EXPERIMENTAL DE CATALIZADORES

Se agregaron dos gramos de caolín durante 10 minutos con el propósito de que este mineral retirara un poco de H_2O de la mezcla. Se filtró la solución, obteniendo el Sol-A2. (Fotografía 6-4).



Fotografía 6-3.- Sistema de reacción



Fotografía 6-4.- Sol A2 filtrado

En un matraz se agregaron las siguientes cantidades de reactivos: EtOH-5ml, Ti $(OPr)_4$ - 0.3175ml (disolución I), se dejó agitando durante cinco minutos.

Se adicionaron EtOH-3ml, acacH-0.2373ml (disolución II) y se dejó agitando cinco minutos, esta disolución se agregó a la disolución I. Se dejó agitando cinco minutos. Se obtuvo el Sol de Ti quelado con acacH (disolución III). (En esta fase se observa el cambio de coloración de color blanco a amarillo).

Se agregaron 25.15ml-Sol A2, a la disolución III, se dejó agitando cinco minutos.

Finalmente se agregaron 0.07924gr – Ni $(C_5H_8O_2)$, se deja en constante agitación, hasta observar que la disolución está totalmente transparente (Fotografía 6-5). Se obtiene el Sol de SiO_2 - TiO_2 -NiO.

CAP. 6: SÍNTESIS EXPERIMENTAL DE CATALIZADORES



Fotografía 6-5.-Sol de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$.



Fotografía 6-6.-Muestras para caracterización y gelificación

Se realizó el mismo procedimiento, (Fotografía 6-6 y 6-7) para otras tres muestras en las cuales se aumentó la concentración de Ni y Ti de la siguiente manera:

Tabla 6-9.-Cantidades de Níquel y Titanio adicionadas a los Soles

Sol	Cantidad	Concentración de Titanio y Níquel
Muestra 1	25.15ml	0.3175ml de $\text{Ti}(\text{OPr}^i)_4$ 0.07924gr de $\text{Ni}(\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2)$
Muestra 2	25.15ml	0.3175ml de $\text{Ti}(\text{OPr}^i)_4$ 0.1gr de $\text{Ni}(\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2)$
Muestra 3	25.15ml	0.4ml de $\text{Ti}(\text{OPr}^i)_4$ 0.1gr de $\text{Ni}(\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2)$
Muestra 4	25.15ml	0.4ml de $\text{Ti}(\text{OPr}^i)_4$ 0.15gr de $\text{Ni}(\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2)$

CAP. 6: SÍNTESIS EXPERIMENTAL DE CATALIZADORES



Fotografía 6-7.-Muestras de Soles recién preparados

Con las muestras obtenidas se llevó un registro de la evolución de dicho sistema. A los soles obtenidos se aplicaron técnicas de caracterización de espectroscopia FTIR y espectroscopia UV-Vis, cuando fueron recién preparados, y se realizaron estas pruebas varias veces hasta la gelificación total. (Fotografía 6-8 y 6-9).



Fotografía 6-8.-Equipo UV-Vis Perkin Elmer lambda 10



Fotografía 6-9.-Equipo FT-IR, Varian 640/IR

CAP. 6: SÍNTESIS EXPERIMENTAL DE CATALIZADORES

6.1 Gelación

En las siguientes fotografías se aprecia el cambio de fase líquida a gel, así como la gelificación total y la cristalización.



Fotografía 6-10.-Muestra en fase gel



Fotografía 6-11.-Muestras en diferente avance de reacción

A partir del Sol A2 se prepararon los soles del sistema de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$ en los que el Ti se queló con acacH. En la Tabla 6-10 se reporta el tiempo de gelación de los soles polimerizados a temperatura ambiente.

Tabla 6-10.-Tiempo de gelación para muestras de los Soles con diferente concentración

Sol	Tiempo de gelación	Observaciones
Muestra 1	45 días	Gel que mantiene su transparencia y su tonalidad amarillo claro
Muestra 2	48 días	El gel conserva su transparencia y color inicial, un amarillo oro
Muestra 3	52 días	Gel con una transparencia de color amarillo ámbar intenso
Muestra 4	44 días	Se aprecia un gel homogéneo presenta un color ligeramente verde claro



Fotografía 6-12.- Muestras geladas

6.2 Secado-Trituración

Una vez que las muestras se gelificaron, se destaparon los frascos, permitiendo que los geles se secaran aún más y que de esta manera se eliminara el etanol en exceso.



Fotografía 6-13.- Muestras geladas, eliminando el exceso de componentes

CAP. 6: SÍNTESIS EXPERIMENTAL DE CATALIZADORES

Dichas muestras se colocaron en un horno a una temperatura de 60°C, hasta observar la formación de cristales.

Posteriormente estos cristales pasaron a ser triturados con un mortero hasta obtener un polvo fino que se utiliza para la preparación del catalizador.



Fotografía 6-14.- Secado de las muestras en el horno a 60°C



Fotografía 6-15.-Xerogeles de las cuatro muestras

CAP. 6: SÍNTESIS EXPERIMENTAL DE CATALIZADORES

A continuación se observan los cristales, así como los polvos obtenidos después de la trituración:



Fotografía 6-16.-Sol de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$ (M-1)



Fotografía 6-17.-Gel de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$ (M-1)



Fotografía 6-18. Xerogel de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$ (M-1)



a)



b)

Fotografía 6-19.-Muestra 1 del sistema de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$: a) Xerogel, b) Xerogel triturado

CAP. 6: SÍNTESIS EXPERIMENTAL DE CATALIZADORES



Fotografía 6-20.-Sol de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$ (M-2)



Fotografía 6-21.-Gel de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$ (M-2)



Fotografía 6-22.Xerogel de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$ (M-2)



a)



b)

Fotografía 6-23.-Muestra 2 del sistema de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$: a) Xerogel, b) Xerogel triturado

CAP. 6: SÍNTESIS EXPERIMENTAL DE CATALIZADORES



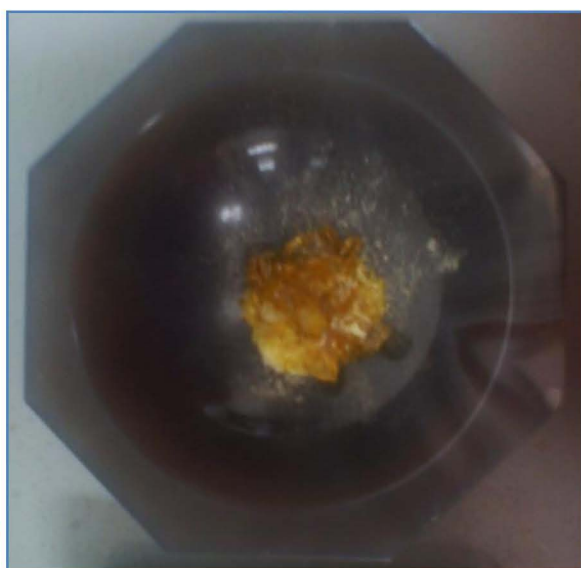
Fotografía 6-24.-Sol de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$ (M-3)



Fotografía 6-25.-Gel de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$ (M-3)



Fotografía 6-26.-Xerogel de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$ (M-3)



a)



b)

Fotografía 6-27.-Muestra 3 del sistema de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$: a) Xerogel, b) Xerogel triturado

CAP. 6: SÍNTESIS EXPERIMENTAL DE CATALIZADORES



Fotografía 6-28.-Sol de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$ (M-4)



Fotografía 6-29.-Gel de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$ (M-4)



Fotografía 6-30.-Xerogel de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$ (M-4)



a)



b)

Fotografía 6-31.-Muestra 4 del sistema de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$: a) Xerogel, b) Xerogel triturado

Con los polvos obtenidos a esta temperatura, una cantidad fue designada para realizar espectroscopia FTIR y con la cantidad restante se llevó a cabo un Análisis Termogravimétrico.

6.3 Calcinación

Para realizar el análisis por espectroscopia FTIR se llevó a cabo la calcinación de los Xerogeles obtenidos con la trituración a las siguientes temperaturas: 200°C, 400°C y 600°C.

Se colocaron las 4 muestras en la estufa programable, hasta llegar a dichas temperaturas.

Fotografía 6-32.- Calcinación del sistema de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$ a 200°, 400° y 600°C



Una vez que se llegó a la temperatura deseada, se procedieron a analizar las muestras de los polvos obtenidos a las cuales se aplicaron técnicas de caracterización de espectroscopia FTIR.

Fotografía 6-33.-Equipo FT-IR, Varian 640/IR



6.4 Análisis Termogavimetrico

Se utilizó el equipo TGA-i 1500 para llevar a cabo el Análisis Termogavimetrico de las cuatro muestras, utilizando los siguientes parámetros:

VARIABLE	
Temperatura inicial	25°C
Temperatura final	1000°C
Velocidad de calentamiento	10°C
Frecuencia de muestreo	1
Gas	Aire seco

El instrumento TGA-i 1500 trabaja con un controlador y un software asociado, que provee la interfase grafica usuario-maquina además de permitir la construcción de sistemas de análisis térmico. El instrumento opera en un intervalo de temperaturas de 25 °C a 1500 °C.

CAP. 6: SÍNTESIS EXPERIMENTAL DE CATALIZADORES

Fotografía 6-34.-Equipo TGA-i 1500



Fotografía 6-35.-Muestra de $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-NiO}$ para calcinar a 1000°C



CAP. 6: SÍNTESIS EXPERIMENTAL DE CATALIZADORES

6.5 Propiedades Texturales a través de adsorción-desorción de N₂.

De las cuatro muestras se seleccionaron solo dos, considerando las limitaciones que implica el hecho de que este equipo no está disponible en el laboratorio ET-PA-24 (Fotografía 6-36 y 6-37, Equipo del Instituto de Ingeniería, UNAM), además considerando las muestras que contienen una mayor cantidad de TiO₂ y NiO que le proporcionan al material mayor estabilidad térmica y mecánica así como propiedades catalíticas si lo que se pretende es producir un catalizador. En base a lo anterior se seleccionaron las muestras 3 y 4 y se les determinaron las siguientes propiedades texturales: área superficial, volumen de poro y diámetro de poro promedio, a las siguientes temperaturas: 200°C, 400°C y 600°C.

Fotografía 6-36.-Equipo BEL-JAPAN



Fotografía 6-37.- Analizador Bel Sorp Mini II



