



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ZACATECAS
“FRANCISCO GARCÍA SALINAS”
UNIDAD ACADÉMICA DE INGENIERÍA
ELÉCTRICA
MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA
INGENIERÍA



TESIS

“SÍNTESIS DE CATALIZADORES DE ÓXIDOS DE
COBRE SOBRE MATERIALES MCM-41 EN UN
REACTOR DE LECHO FIJO”

Para obtener el grado de
Maestro en Ciencias de la Ingeniería con especialidad en
Energías Renovables y Ciencias Ambientales

Presenta:

I.Q. Edna Gabriela Rosales Bañuelos

Asesores:

Dr.-ING. Leo Alvarado Perea

Dr. Gerardo Martínez Guajardo

MARZO 2018

“Química sin
catálisis, sería una
espada sin un mango,
una luz sin brillo, una
campana sin sonido”

Alwin Mittasch
(1869-1953)

RECONOCIMIENTOS

La realización de la presente investigación fue gracias a las contribuciones de varias personas, principalmente al respaldo y orientación brindada por parte del Director de Tesis, el Dr.-ING. Leo Alvarado Pérea, docente investigador de la Maestría en Ciencias de la Ingeniería de la Universidad Autónoma de Zacatecas, gracias al cual se pudo realizar la presente investigación y se realizó una importante colaboración con la UAM-I, Maestría en Ciencia de los Materiales de la UAZ y el Instituto Max Plank. Además, del Dr. Gerardo Martínez por su importante labor como coasesor y aportaciones en la presente investigación.

Así como a Yarely, Sarahi, Nohemí, Miguel, Francisco, Lupita, Nadiezdha, Diana, Hazael, Lenis, Alex Gaona, Victor Gacía, Tania Wolff y Mattias que forman o formaron parte del grupo de trabajo de “Síntesis y Transformaciones Orgánicas” dirigido por el Dr. Leo.

Se agradece en gran medida a los Doctores en Ciencias: Benito Serrano, Lázaro Canizalez, Ismailia Escalante, Víctor Manuel García, Manuel Rivas, Alfonso López, Hiram Badillo, Eneldo y Ma. Auxiliadora, por los conocimientos y herramientas adquiridos durante sus cursos para la realización de esta investigación.

De manera especial se hace un reconocimiento y agradecimiento al Dr. Carlos Olvera Olvera, ya que su apoyo y atención desde los cursos propedéuticos y durante el desarrollo de la maestría han sido de gran importancia.

De manera particular se agradece el apoyo brindado para la caracterización de algunas muestras realizadas a la Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Iztapalapa por parte del M. en C. Alejandro Gaona y del Dr. Francisco Tzompatzin, al Instituto Max Plank en colaboración con la Dra. Tania Wolff y a la Mina “El Coronel” Unidad Minera FRISCO mediante la colaboración con P.I.Q. Francisco de Robles Colón.

Agradeciendo también en gran medida el tiempo y apoyo en la revisión y aportaciones para este documento al Dr. Lázaro Canizalez, Dr. Alan Bañuelos y la Dra. Claudia Valero.

DEDICATORIA

A mis padres Blanca Estela y Francisco que me han apoyado en esta nueva etapa de mi vida profesional y que me han dado las bases para ser la persona que soy ahora,

A mis hermanos Cynthia y Miguel que siempre están a mi lado.

A mis abuelitos Lupe, Rita y Alfredo y a mis tí@s, prim@s y sobrin@s que están siempre al pendiente de lo que hago y aunque no los puedo ver cómo me gustaría siempre están ahí y de los que siempre aprendo algo nuevo.

A mis amigos Rubí, Karina, Yarely, Arnold, Óscar, Blanca y Paty, a quienes estimo y agradezco el apoyo y consejos.

A Alfredo Arce el cual me ha dado la oportunidad de adquirir herramientas diferentes y complementan mis habilidades profesionales adquiridas durante el proceso de obtención de grado de maestría.

A mis compañeros de Maestría Israel, Ernesto, Max y Gaby, con quienes compartí esta aventura mucho aprendizaje y logros.

A mis maestros de la Maestría en Ciencia de la Ingeniería de quienes he aprendido no solo académica y profesionalmente sino su forma de ver el mundo.

Al equipo de trabajo del Laboratorio de Síntesis y Transformaciones Orgánicas que con el que conviví por estos meses y a mi asesor de tesis el Dr. Leo Alvarado Perea por toda su amistad, conocimiento y orientación en la presente tesis.

A Dante Saucedo Arredondo por su gran apoyo siempre, principalmente en esta etapa, por creer en mi capacidad y alentarme a dar cada uno de los pasos de este nuevo camino, por su comprensión, cariño y amor que me siguen haciendo tener Fe en el futuro y darle otro sentido a las cosas cotidianas.

RESUMEN

La deposición química de vapor (CVD) es una técnica de síntesis de catalizadores con la cual se pueden preparar materiales con propiedades catalíticas atractivas, como el producir catalizadores con alta dispersión de la fase activa. Esta propiedad junto con las características de los materiales MCM-41, hacen de esta técnica un proceso atractivo catalíticamente.

En este trabajo se realizó la síntesis de catalizadores de óxidos de cobre sobre materiales MCM-41 modificados con Al. Los materiales Al-MCM-41 se prepararon con diferente relación Si/Al. La CVD de cobre se llevó a cabo empleando un reactor L de lecho fijo empleando acetilacetonato de Cobre (II) como precursor del metal. Se empleó O₂ como gas de arrastre y reactivo. Los materiales se caracterizaron empleando los métodos de fisisorción de nitrógeno, difracción de rayos X y espectrometría de masas con plasma de acoplamiento inductivo. Con base a los resultados obtenidos, se determina que la estructura de los materiales MCM-41 se mantiene sin modificaciones importantes después de realizar el tratamiento de CVD, lo cual muestra que este proceso es adecuado para la preparación de catalizadores de óxidos de cobre sobre materiales mesoporosos del tipo MCM-41.

ÍNDICE

Capítulo 1 Planteamiento de la investigación	1
1.1. Introducción	1
1.2. Planteamiento del Problema	5
1.3. Justificación	5
1.4. Objetivos	6
1.4.1 Objetivo general	6
1.4.2 Objetivos particulares	6
1.5. Hipótesis	7
Capítulo 2 Marco teórico	8
2.1 Catálisis	8
2.2.1. Catalizadores	11
2.2. Soportes catalíticos	12
2.2.1. MCM-41	13
2.2.2. Síntesis de MCM-41	14
2.3. CVD	15
2.4. Tipos de reactores	16
2.4.1. Rector de Lecho Fijo	16
2.4.2. Reactor de Lecho Fluidizado	17
Capítulo 3 Metodología	18
3.1 Desarrollo del proyecto de investigación	18
3.2 Métodos	19
3.2.1. Preparación de soportes catalíticos MCM-41	19
3.2.1.1. Metodología de experimentación	19
3.2.1.2. Diagrama de flujo de experimentación	21

3.2.1.3. Materiales y Reactivos	22
3.2.2. Obtención de condiciones de reacción en un reactor de lecho fijo	23
3.2.2.1. Metodología de experimentación	23
3.2.2.2. Obtención de parámetros óptimos de operación	25
3.2.2.3. Diagrama de flujo de operación del equipo	28
3.2.2.4. Materiales y reactivos	29
3.2.3. Ensamblado reactor de lecho fluidizado	30
3.2.3.1. Metodología de experimentación	31
3.2.3.2. Obtención de parámetros de operación	32
3.2.4. Caracterización en catalizadores sintetizados en el reactor de lecho fijo	33
3.2.4.1. DRX	34
3.2.4.2. Fisisorción de N ₂	36
3.2.4.3. ICP	37
Capítulo 4 Resultados y discusión	38
4.1 Preparación de soportes	38
4.1.1. Fisisorción de N ₂ y DRX	38
4.1.2. Análisis y discusión	39
4.2 Condiciones de reacción en el lecho fijo	40
4.2.1. Análisis y Discusión	42
4.3 Caracterización de catalizadores sintetizados en el reactor de lecho fijo	42
4.3.1. DRX	43
4.3.1.1. Análisis y discusión	44
4.3.2. Fisisorción de N ₂	44
4.3.2.1. Análisis y discusión	46

4.3.3. ICP	46
4.3.3.1. Análisis y discusión	47
4.4 Condiciones preliminares de operación del reactor de lecho fluidizado	47
Capítulo 5 Conclusiones	48
Capítulo 6 Bibliografía	50
Anexos	54

ÍNDICE DE FIGURAS

Capítulo 1	1
Figura 1. Gases productores del efecto invernadero	1
Figura 2. Efectos producidos por el efecto invernadero	2
Figura 3. Reacción de producción de ácido adípico	3
Figura 4. Reacción de producción de Nylon 66 y 6	4
Figura 5. Ácido Adípico	4
Capítulo 2	8
Figura 6. Diagrama de energías de activación con y sin catalizador	8
Figura 7. Clasificación de la Catálisis de acuerdo a los estados de agregación que actúan	9
Figura 8. Diagrama de las etapas elementales de un proceso catalítico	12
Figura 9. Estructura del MCM-41	13
Figura 10. Incorporación del Al al MCM-41	14
Figura 11. Técnica de CVD	15
Figura 12. Mecanismo de Deposición Química de Vapor	16
Figura 13. Diagrama de Reactor de Lecho Fijo	17
Figura 14. Diagrama de Reactor de Lecho Fluidizado	17
Capítulo 3	18
Figura 15. Diagrama de flujo de la síntesis de MCM-41 modificado con Al	21
Figura 16. Diagrama de flujo de la síntesis de Catalizadores mediante la técnica de CVD en el reactor de Lecho Fijo	28
Figura 17. Sistema de reacción del reactor de lecho fijo	29

Figura 18. Sistema de reacción del reactor de lecho fluidizado	33
Capítulo 4	37
Figura 19. MCM-41 antes y después de la reacción de deposición	43

ÍNDICE DE TABLAS

Capítulo 2	8
Tabla 1. Energías de activación de reacciones catalizadas	8
Tabla 2. Comparación de Catálisis Homogénea y heterogénea	10
Capítulo 3	18
Tabla 3. Cantidades de NaAlO ₂ necesarias para la variación de Si/Al del soporte	20
Tabla 4. Pre calentamiento de muestra	24
Tabla 5. Reacción de Deposición de Cobre sobre Al-MCM-41	24
Tabla 6. Resultados obtenidos para obtener la relación de masa y granulometría	25
Tabla 7. Condiciones de reacción establecidas Parte 1	26
Tabla 8. Condiciones de reacción establecidas Parte 2	27
Tabla 9. Resultados obtenidos para obtener la relación de masa y granulometría	32
Capítulo 4	38
Tabla 10. Resultados de isotermas de Al-MCM-41 con diferente relación Si/Al	38
Tabla 11. Cantidades obtenidas de las diferentes síntesis realizadas	40
Tabla 12. Resultados obtenidos en las variaciones de las reacciones según la matriz de experimentos	41
Tabla 13. Resumen de valores obtenidos en las isotermas	45
Tabla 14. Concentración de Cu obtenida en la síntesis del catalizador	46

ÍNDICE DE GRÁFICAS

Capítulo 4	38
Gráfica 1. Isotermas del Al-MCM-41 con diferente relación Si/Al	38
Gráfica 2. Comparación de Al-MCM-41 con diferente relación Si/Al	39
Gráfica 3. Difractogramas de Cu/Al-MCM-41	43
Gráfica 4. Difractogramas de Al-MCM-41	44
Gráfica 5. Isotermas de Al-MCM-41	45
Gráfica 6. Isotermas de Cu/Al-MCM-41	45

CAPÍTULO 1

PLANTEAMIENTO DE LA INVESTIGACIÓN

1.1 Introducción

El efecto invernadero es producido cuando determinados gases componentes (*Figura 1*) de la atmosfera planetaria, ya que retienen una parte de la energía que el suelo emite después de ser calentado por los rayos provenientes del sol, haciendo que esta energía regrese al espacio exterior [1,2].

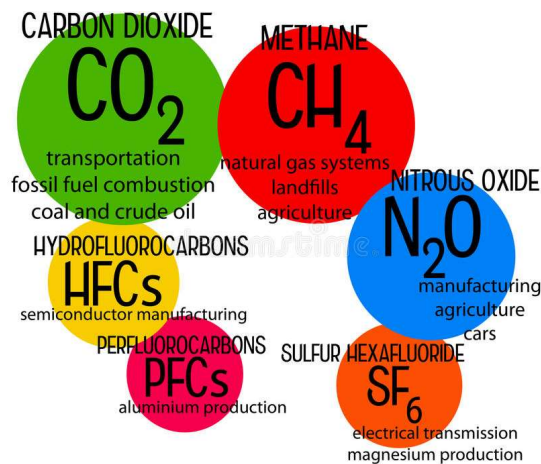


Figura 1. Gases productores del efecto invernadero [3].

Este proceso natural que hace que se tenga una temperatura agradable en el planeta se ha salido un poco de control, ya que se ha incrementado la emisión de ciertos gases debido a la actividad humana como es el caso de:

- **El vapor de agua**, el más abundante y funciona como un gas que actúa en retroalimentación con el clima, a mayor temperatura de la atmósfera, más vapor, más nubes y más precipitaciones.
- **Dióxido de carbono (CO₂)**, un componente menor, pero muy importante de la atmósfera. Se libera en procesos naturales como la respiración y en erupciones volcánicas y a través de actividades humanas como la deforestación, cambio en el uso de suelos y la quema de combustibles fósiles.

Desde el inicio de la Revolución Industrial (aproximadamente en 1760) la concentración de CO₂ ha aumentado en un 43% (para el año 2013).

- **Metano**, un gas hidrocarburo que tiene origen natural y resultado de actividades humanas, que incluyen la descomposición de rellenos sanitarios, la agricultura (en especial el cultivo de arroz), la digestión de rumiantes y el manejo de desechos de ganado y animales de producción. Es un gas más activo que el dióxido de carbono, aunque menos abundante.
- **Los Clorofluorocarbones (CFCs)**, son compuestos sintéticos de origen industrial que fueron utilizados en varias aplicaciones, ahora ampliamente regulados en su producción y liberación a la atmósfera para evitar la destrucción de la capa de ozono.
- **Óxido nítrico**, gas invernadero muy poderoso que se produce principalmente a través del uso de fertilizantes comerciales y orgánicos, la quema de combustibles fósiles, la producción de ácido nítrico, la producción de nylon y la quema de biomasa.

Dentro de los efectos producidos por estos gases está el incremento de la temperatura de la tierra, el derretimiento de los polos, lluvias acidas, fuegos forestales repentinos y más frecuentes, incremento del nivel del mar (*Figura 2*), cambio de la duración e intensidad de las estaciones del año, nuevas e intensas enfermedades y alergias, etc.



Figura 2. Efectos producidos por el efecto invernadero [4].

Una de las reacciones más importantes actuales a nivel mundial es la reacción de oxidación parcial, ya que muchos de los productos que se utilizan hoy en día de forma masiva se obtienen a por este medio, debido a que utiliza agentes oxidantes de forma estequiometria genera como subproducto una gran cantidad de óxidos de nitrógeno, una de las cuales contribuyen en gran medida con el efecto invernadero, es por esto que se busca una forma de disminuir las emisiones de gas; un ejemplo de este tipo de reacción es la que se lleva a cabo para la producción de Nylon, mediante la oxidación parcial de ciclohexano [1-6].

Cuando los compuestos orgánicos sufren reacciones de oxidación y reducción, la transferencia de electrones no se lleva de forma completa, dando lugar al cambio de los enlaces covalentes entre átomos con una distinta electronegatividad, para esto generalmente se necesitan átomos de oxígeno para propiciar la perdida de electrones, mediante reacciones en cadena de radicales libres [7].

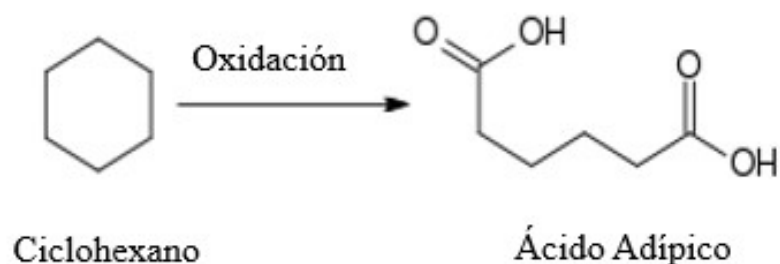


Figura 3. Reacción de producción de ácido adípico [7].

En la reacción de oxidación parcial de ciclohexano a ácido adípico (*Figura 3.*) involucra un mecanismo de reacción en dos etapas. En la primera, el ciclohexano es convertido a ciclohexanona y ciclohexanol usando un catalizador soluble a bajas temperaturas. En este caso, una baja conversión de ciclohexano es requerida para obtener un alto rendimiento de ambos productos. En la segunda etapa, la mezcla de ciclohexanona y ciclohexanol es oxidada a ácido adípico bajo un proceso en fase líquida a bajas temperaturas. No obstante, los procesos para

la producción de ácido adípico han recibido especial atención para hacerlos benignos al medio ambiente [7,8].

Durante la reacción el ciclohexano se transforma en ciclohexanona que es un producto intermedio para acceder a los precursores del Nylon 6 y 66: ácido adípico, hexametiléndiamina y ϵ -caprolactama, como se ve en la *Figura 4* [9].

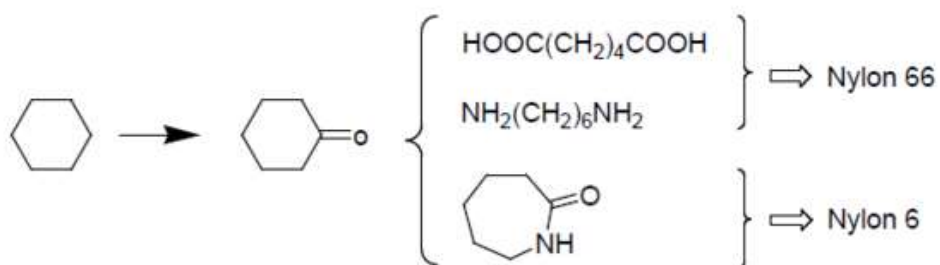


Figura 4. Reacción de producción de Nylon 66 y 6 [9].

El ácido adípico (*Figura 5*) o también llamado ácido hexanodioico, es el más importante ácido dicarboxílico desde el punto de vista industrial: anualmente se producen unos 2,500 millones de kilogramos de este polvo blanco cristalino. Este material es inodoro y es ligeramente soluble en agua pero soluble en alcohol y acetona.

Dentro de las aplicaciones de este así están: monómero para la producción de nylon, fabricación de productos plastificados y lubricantes, industria de alimentos (E355) y la industria de pinturas y recubrimientos [10].



Figura 5. Ácido Adípico [7.1].

En estos procesos de oxidación de etapas múltiples, se utilizan solventes orgánicos y ácidos libres, lo que hace que se contamine en gran medida debido a estas grandes emisiones de gas a la atmosfera [8].

1.2. Planteamiento del problema

Uno de los retos más importantes a los que nos enfrentamos como ingenieros día con día es la disminución o eliminación de emisión de gases de efecto invernadero, es por esto que la búsqueda de nuevos materiales que lleven a cabo esta tarea, es de vital importancia para la comunidad científica.

La técnica de CVD ha mostrado ser una técnica efectiva para la síntesis de catalizadores debido a la alta dispersión que se puede alcanzar. Esta propiedad es atractiva catalíticamente. En este sentido, en este trabajo se aplica la técnica de CVD para la síntesis de catalizadores de óxidos de cobre sobre materiales mesoporosos de tipo MCM-41.

Estos materiales pueden ser efectivos en la oxidación parcial de ciclohexano a ácido adípico. Este proceso produce una cantidad significativa de subproductos contaminantes para el medio ambiente.

En trabajos previos en nuestro grupo se ha realizado la CVD de óxidos de cobre sobre fibra de vidrio, material que tiene un área específica muy baja para posibles aplicaciones catalíticas y además con una baja dispersión del mismo (menor al 2%). Por lo tanto, en este trabajo la CVD se de óxidos de cobre se llevará a cabo en un reactor de lecho fijo y uno de lecho fluidizado con el objetivo de incorporar Cu en soportes con alta área específica.

1.3. Justificación

Una de las alternativas para el problema de la baja dispersión de Cu de los catalizadores preparados es la modificación del sistema de reacción, es decir al llevar a cabo el cambio las condiciones a las cuales se lleva la reacción, aunado

a ver la comparativa con la de uno de lecho fluidizado buscando que haya una mayor posibilidad de incrementar la dispersión de los óxidos de cobre sobre los soportes.

De igual manera el uso de MCM-41 modificado con Al hace que haya un incremento en el área superficial en relación al uso de fibra de vidrio como soporte catalítico, caracteriza deseable al desarrollar un catalizador.

1.4. Objetivos

1.4.1. General

Sintetizar catalizadores de óxidos de cobre sobre materiales Al-(MCM)-41 mediante la técnica de CVD en un reactor de lecho fijo para ver la distribución del material sobre este soporte catalítico así como llevar a cabo la caracterización de los catalizadores obtenidos por medio de técnicas cualitativas y cuantitativas, además sentar las bases de operación de un reactor de lecho fluidizado.

1.4.2. Particulares

- Sintetizar los materiales MCM-41 con diferente relación de Si/Al.
- Establecer las condiciones de reacción para la CVD de óxidos de cobre en el reactor de lecho fijo. Por ejemplo, temperaturas, flujos, tiempo de disposición, etc.
- Realizar un estudio preliminar de las condiciones de reacción en el reactor de lecho fluidizado.
- Realizar la caracterización de los catalizadores obtenidos.

1.5. Hipótesis

Es posible aumentar la dispersión de los óxidos de cobre sobre los soportes catalíticos, mediante el uso de Al-(MCM)-41 como soporte catalítico en vez de fibra de vidrio dando como resultado un aumento de dispersión en un área mayor; aunado a esto obtener las condiciones de operación idóneas de cada reactor nos proporciona las herramientas para el aprovechamiento de recursos con los que se cuentan, con lo que se pueden sentar las bases para el uso de estos reactores para la preparación de otros catalizadores.

Una vez determinadas las condiciones de operación del reactor es posible determinar cuál es mejor opción para la obtención de catalizadores capaces de reducir las emisiones de óxidos de nitrógeno a la atmósfera.

CAPÍTULO 2

MARCO TEÓRICO

2.1. Catálisis

La catálisis es la llave de las transformaciones químicas, ya que la mayoría de las industrias que llevan a cabo una reacción utilizan catalizadores, esto la hace parte de las más importantes tecnologías [11].

El término de catalizador que en la actualidad se considera como valido fue dado en 1895 por Ostwald y nos dice que “un catalizador acelera la velocidad de reacción sin afectar la posición de equilibrio. Esto lo logra ya que nos proporciona un camino alternativo con energía de activación menor (*Tabla 1*) modificando el tiempo en que la reacción llega al equilibrio [11].

Tabla 1. Energías de activación de reacciones catalizadas.

REACCIÓN	CATALIZADOR	$E_A/kJ mol^{-1}$
$2HI \rightarrow H_2 + I_2$	Ninguno	184
	Au	105
	Pt	59
$2NH_3 \rightarrow N_2 + 3H_2$	Ninguno	350
	W	162

De manera gráfica podemos ver lo anterior en la *Figura 6*

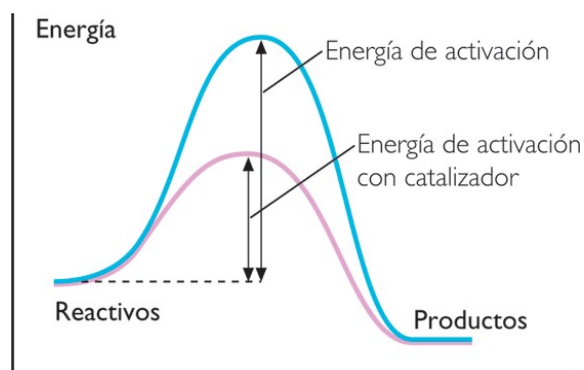


Figura 6. Diagrama de energías de activación con y sin catalizador.

La catálisis es un proceso cíclico, ya que los reactivos son mezclados con el catalizador, posteriormente los productos son recolectados y separados del catalizador, esto permite que regrese a su estado inicial y pueda ser vuelto a utilizar en el proceso.

Esta importante rama de la Química se puede clasificar de acuerdo a diferentes criterios como podrían ser: composición, estructura, área de aplicación y estado de agregación; sin embargo, la forma más común de clasificarla es dependiendo del estado de agregación como se muestra en la *Figura 7*, dentro de esta forma de clasificación las ramas más importantes son la catálisis homogénea y heterogénea, ya que las que se encuentran en el centro son una combinación de estas.

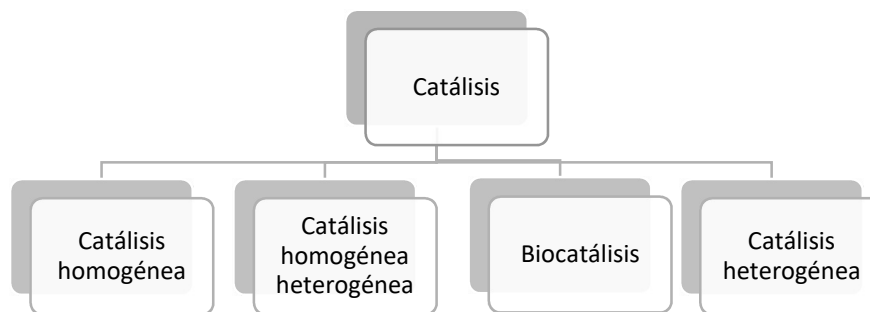


Figura 7. Clasificación de la Catálisis de acuerdo a los estados de agregación que actúan [12].

Donde en la catálisis homogénea tenemos a los que están en una fase uniforme, ya sea líquida o gaseosa, en la homogénea-heterogénea a catalizadores inmovilizados y en la heterogénea toman lugar diferentes fases, es decir puede tomar catalizadores sólidos con reactivos en fase líquida o gaseosa [12].

Debido a que las reacciones se llevan a cabo en condiciones muy diferentes los resultados van a variar de acuerdo a las fases usadas, para ello, en la *Tabla 2* se muestran las principales diferencias de cada tipo de catálisis, en esta podemos observar las diferentes efectividades y propiedades de cada rama de la Catálisis.

Tabla 2. Comparación de Catálisis homogénea y heterogénea [13].

	HOMOGÉNEA	HETEROGÉNEA
<i>EFFECTIVIDAD</i>		
<i>Centros activos</i>	Todos los átomos del metal	Solo átomos superficiales
<i>Concentración</i>	Baja	Alta
<i>Selectividad</i>	Alta	Baja
<i>Problemas de difusión</i>	Prácticamente omitidos	Presente (la transferencia de masa controla la reacción)
<i>Condiciones de reacción</i>	50-200°C	>250°C
<i>Aplicación</i>	Limitada	Amplia
<i>PROPIEDADES</i>		
<i>Estructura</i>	Definida	No definida
<i>Posibilidad de modificación</i>	Alta	Baja
<i>Estabilidad térmica</i>	Baja	Alta
<i>Reutilización</i>	Posiblemente	No necesario
<i>Costos de pérdida de catalizador</i>	Altos	Bajos

Como podemos ver, ambos tipos de catálisis son muy importantes, no hay competencia entre sí, por el contrario, se complementan y es por ello que se debe continuar con la investigación para mejorar las características que presenta cada rama de la catálisis, con la finalidad de obtener nuevos y mejores catalizadores que puedan optimizar procesos químicos [13].

Sin embargo, en esta ocasión nos vamos a basar en catalizadores heterogéneos, ya que en esta rama de la catálisis se encuentran los catalizadores ácidos más utilizados.

2.1.1 Catalizadores

Un catalizador sólido está constituido por un componente o fase activa, el soporte y un promotor o promotores.

El componente activo es el responsable de acelerar la reacción principal, estos pueden ser metales de transición, óxidos de metales de transición, sulfuros de metales de transición, sólidos ácidos y polímeros funcionalizados.

El soporte o portador es un material de área superficial elevada, que facilita la dispersión del componente activo y lo estabiliza, que se usa cuando el área superficial es pequeña. Algunos de los soportes más usados son alúmina, sílice, zeolitas y carbón activado.

Los promotores suelen incorporarse a la composición del catalizador en concentraciones muy pequeñas y se clasifican en texturales y químicos, estos mejoran la actividad y selectividad del componente activo [14].

Si el catalizador es poroso y posee centros activos en la superficie de los poros, la cinética de la reacción heterogénea se realiza de acuerdo a las siguientes siete etapas en cadena, [15]:

- 1.- Difusión externa de reactivos desde el seno del líquido a la superficie del catalizador.
- 2.- Difusión interna de reactivos en el interior de los poros del catalizador.
- 3.- Adsorción de los reactivos sobre la superficie del catalizador.
- 4.- Reacción o transformación química de las especies adsorbidas sobre la superficie del catalizador.
- 5.- Desorción de los productos.
- 6.- Difusión interna de los productos desde el interior de los poros hacia la superficie del catalizador.

7.- Difusión externa de los productos de la superficie del catalizador hacia el seno del líquido.

Dichas etapas están representadas en la *Figura 8*.

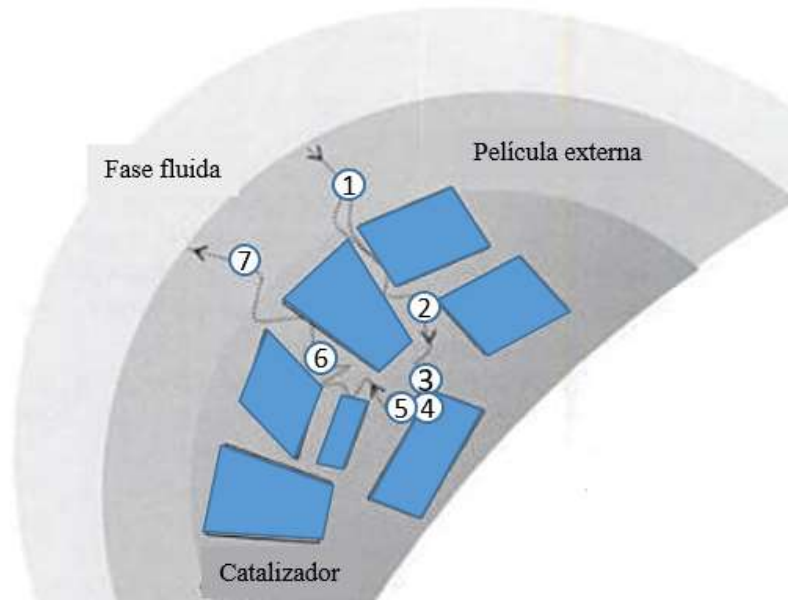


Figura 8. Diagrama de las etapas elementales de un proceso catalítico [16].

2.2 Soportes catalíticos

El soporte es la matriz sobre la cual se deposita la fase activa y el que permite optimizar sus propiedades catalíticas. Este soporte puede ser poroso y por lo tanto presentar un área superficial por gramo elevada. El soporte también debe tener resistencia mecánica elevada si se usan flujos muy rápidos, o tener resistencia térmica si la reacción es llevada a cabo en altas temperaturas.

Un tipo de sólidos catalíticos son aquellos que pueden contener en su superficie grupos ácidos debido al gradual removimiento de agua en los tratamientos térmicos [14, 15,17].

Dentro de los soportes catalíticos hay una gran cantidad de materiales tanto naturales como sintéticos, dentro de los cuales los de mayor interés son los materiales porosos, dentro de los cuales están los de tipo MCM-41.

2.2.1. MCM-41

Es un soporte catalítico que posee una estructura compuesta de SiO_2 , creadas inicialmente en Japón y posteriormente recreadas en los Laboratorios de Mobil Oil Corporation.

Es conocido por ser un material mesoporoso, que posee una estructura hexagonal plana (*Figura 9*), con poros grandes en forma de canales y cuya distribución se puede ajustar fácilmente, posee las siguientes características (18-20):

- ❖ Utilizada como catalizador o soporte catalítico.
- ❖ D_p entre 2-11 nm.
- ❖ A_s 1000 m^2/g .
- ❖ V_{eso} 1.3 mL/g .
- ❖ Alta estabilidad térmica.

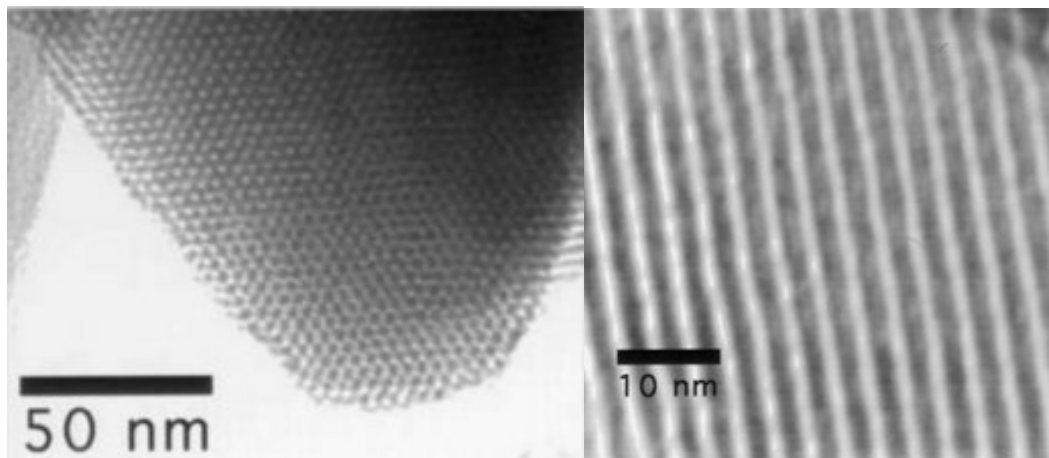


Figura 9. Estructura de MCM-41 [21].

El soporte catalítico denominado MCM-41, por su naturaleza no presenta acidez, es por esto que para brindarle una preferencia por una reacción es necesario aportarle un material que le brinde acidez a su superficie, capacidad de intercambio iónico y actividad catalítica, es por esto que al soportarle Al al MCM-41 se aumenta la posibilidad en nuestro caso de que se aumente la dispersión de Cu [22] sobre el soporte catalítico (*Figura 10*).

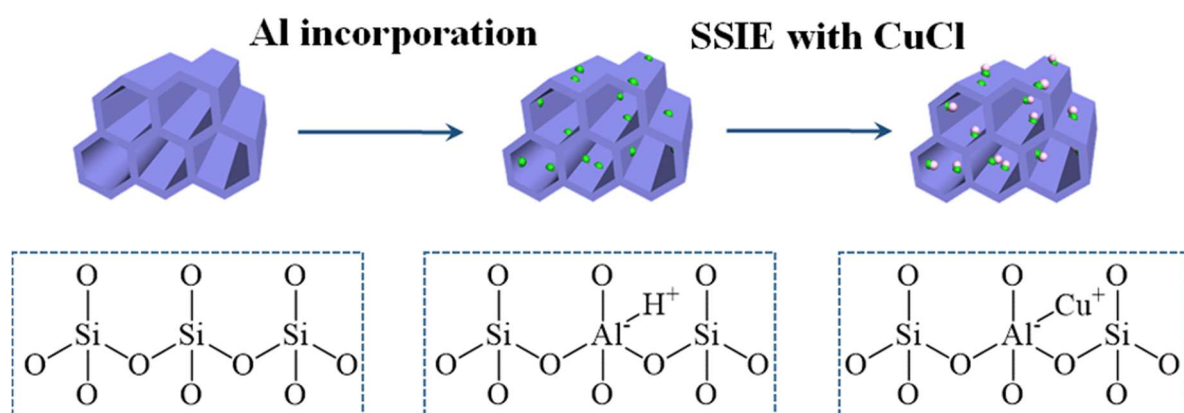


Figura 10. Incorporación del Al al MCM-41 [22].

2.2.2 Síntesis de MCM-41

Dentro de los diferentes tipos de síntesis de MCM-41, existen 2 tipos, dentro de los cuales están la síntesis a partir de partir de la reacción de diferentes reactivos, formando así la estructura hexagonal característica y la síntesis a partir de la inserción de un material precursor de la estructura. Siendo la más utilizada la primera, debido a la facilidad de realizar la reacción.

2.3 CVD

El método de preparación de catalizadores depende de las características que se quieren obtener, es por esto que la calidad final del catalizador depende a su vez de los pasos de preparación y de la calidad de los materiales de la preparación.

Dentro de las diferentes técnicas de preparación de catalizadores está la técnica de CVD (*Figura 11*), la cual puede generar productos de alta pureza y de alto rendimiento en materiales sólidos, esto es lo que lo hace importante desde el punto de vista de la catálisis [23-25].

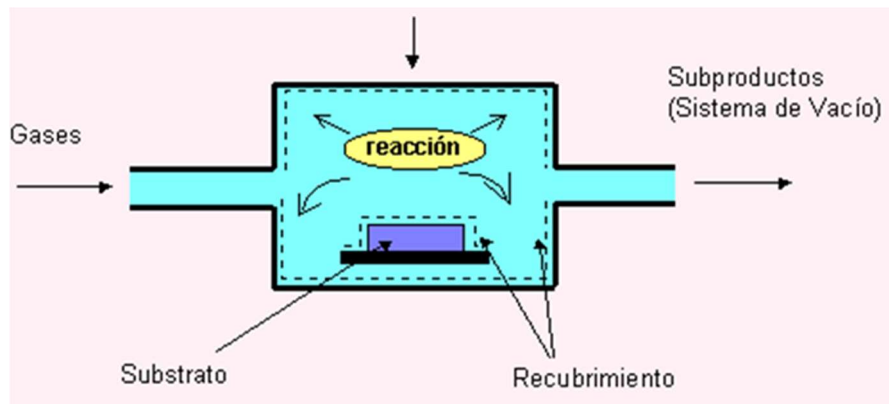


Figura 11. Técnica de CVD [26].

La técnica de CVD *Figura 11* consiste en una reacción de una mezcla de gases en el interior de una cámara de vacío o reactor en la que se sublima un precursor metálico o sustrato sobre otro material, los subproductos son extraídos al exterior por medio de un gas de arrastre o por medio de vacío [26].

Para llevar a cabo esta reacción es necesario que se lleve a cabo la activación de los precursores, para esto en nuestro caso la activación se lleva a cabo por activación térmica; de esta forma los precursores que son sustancias volátiles pueden fácilmente formar el recubrimiento sobre el sustrato o soporte, como se puede apreciar en el mecanismo de reacción representado en la *Figura 12*.

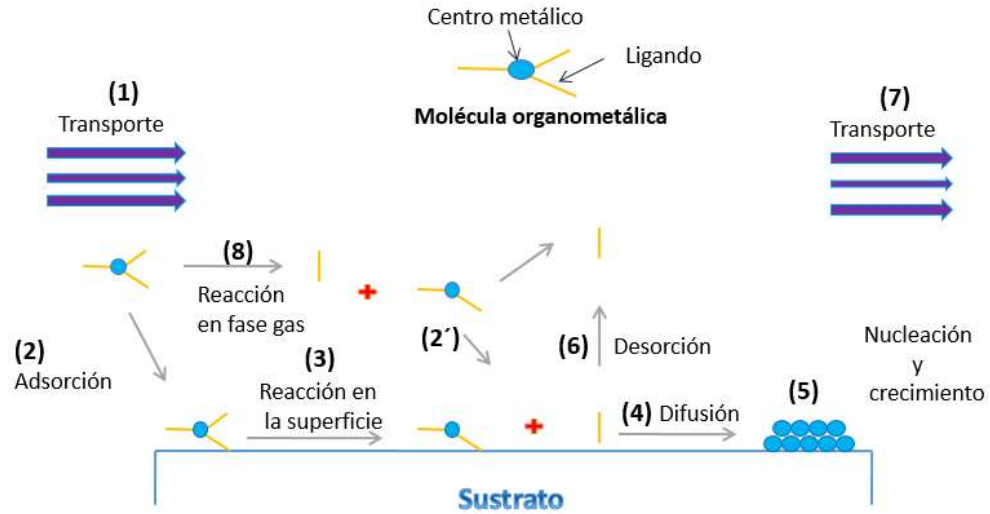


Figura 12. Mecanismo de Deposición Química de Vapor [27].

2.4 Tipos de reactores

Existen muchos tipos de reactores, y su clasificación se basa en diferentes características, de entre las cuales se encuentran las fases en la que se encuentren los reactivos, la operación del reactor, la variación de la composición respecto al tiempo y la interacción de los reactivos dentro del mismo, como es el caso del lecho fijo y fluidizado [28].

2.4.1 Reactor de Lecho Fijo

Es un reactor de lecho fijo en el cual se lleva a cabo una reacción fluido-sólido, en el cual el catalizador se presenta como un lecho de partículas relativamente pequeñas orientadas al azar y en una posición fija y se mantiene de forma estacionaria dentro del reactor (*Figura 13*). El fluido se mueve a través de los espacios entre las partículas (flujo convectivo o difusivo en algunos casos) sin separarse unas de otras.

Lo que hace que el lecho se mantenga constante y por lo tanto al pasar por el lecho poroso experimente una caída de presión en el proceso [29].

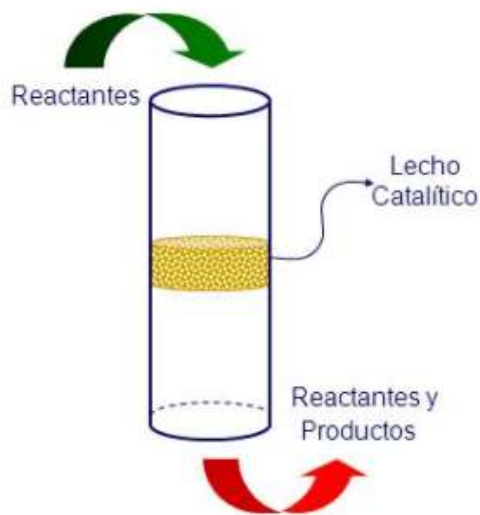


Figura 13. Diagrama de Reactor de Lecho Fijo [30].

2.4.2 Reactor de Lecho Fluidizado

Es sabido que el tipo de reactor es uno de los factores importantes para que se lleve a cabo una reacción, esto debido a la disposición e interacción de los reactivos, es por esto que el uso de un reactor de lecho fluidizado (*Figura 14*) aumenta en gran medida la interacción de los reactivos dentro del mismo [31].

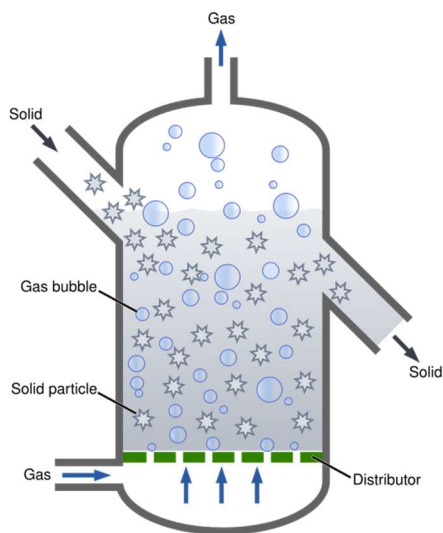


Figura 14. Diagrama de Reactor de Lecho Fluidizado [32].

CAPÍTULO 3

METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN

3.1. Desarrollo del Proyecto de Investigación

En este capítulo se describen cada una de las metodologías realizadas en las 4 etapas experimentales, así como las requisiciones necesarias para poder llevar a cabo esta investigación.

- La primera de ellas es la síntesis de soportes catalíticos de tipo Al-MCM-41 reproduciendo el método, proceso en el cual se obtiene el material con diferentes cantidades de Al que se utilizara posteriormente en el reactor de lecho fijo, con la finalidad de poder determinar cuál es la relación de Al que proporciona mejores condiciones de reacción.
- La segunda etapa, y el objetivo principal, de este trabajo es la obtención de los parámetros de operación de un reactor de lecho fijo para la síntesis de catalizadores de óxidos de cobre sobre Al-MCM-41 mediante la técnica de deposición química de vapor, esto en base al diseño experimentos propuestos y a los resultados de caracterización obtenidos mediante las técnicas de XDR y Fisorción de N₂; ya que para poder continuar con el estudio de esta reacción tanto en la presente investigación como en trabajos posteriores es necesario establecer las condiciones a las cuales esta se lleva cabo en el reactor de lecho fijo y se obtienen mejores resultados.
- La tercera etapa está basada en la determinación de los parámetros de operación del reactor de lecho fluidizado, con la finalidad de que para estudios posteriores se cuente con esta información y sea más fácil la manipulación del mismo para la deposición de cobre y otros metales de interés en el Laboratorio de Síntesis y Transformaciones Orgánicas de la Universidad Autónoma de Zacatecas

- La cuarta etapa se centra en la caracterización realizada a los materiales sintetizados en el reactor de lecho fijo, con la finalidad de posteriormente determinar con cuales se obtienen mejores propiedades catalíticas.

3.2. Métodos

3.2.1. Síntesis de soportes catalíticos Al-MCM-41

Dentro de la primera etapa de esta investigación correspondiente a la preparación de los soportes catalíticos que se utilizaran para preparar los catalizadores dentro del reactor de lecho fijo, la metodología a seguir para poder llevar a cabo esta síntesis de materiales catalíticos del tipo MCM-41 está basada en las técnicas ya establecidas por Alvarado Perea [33], descrito como se muestra a continuación.

3.2.1.1. Metodología de experimentación

Para poder llevar a cabo la síntesis de MCM-41 modificado con Al se siguen los pasos que se detallan a continuación, con las cantidades y reactivos utilizados durante el proceso.

1. Preparar una solución con 3.42g de bromuro de cetiltrimetilamonio (CTABr) y 23.3g de agua desionizada, mezclando vigorosamente durante 15 min.
2. Poner previamente a baño maria el hidróxido de tetrametilamonio (TBAOH) al 40% para evitar la formación de cristales.
3. Mezclar 5.4g del TBAOH al 40% con 0.6g de silica fumed, y agitar para formar el silicato de tetrabutilamonio, que tiene una consistencia de agitar hasta que se forme un gel blanco sin grumos.
4. Adicionar la mezcla obtenida en el punto 1 a la formada en el punto 3, y agitar vigorosamente hasta formar una solución espumosa homogénea.

- Añadir el aluminato de sodio (NaAlO_2) de acuerdo a lo que marca la *Tabla 3.* para obtener la relación de Si/Al deseada y volver a agitar vigorosamente.

Tabla 3. *Cantidades de NaAlO_2 necesarias para la variación de Si/Al del soporte.*

<i>Relación de Si/Al deseada</i>	Cantidad de NaAlO_2 (g)
∞	0
5	0.4395
16	0.1373
60	0.216
150	0.0147

- Finalmente agregar 1.011g de silica fumed y agitar vigorosamente hasta volver a formar la solución espumosa que tiene como composición molar $1\text{SiO}_2:0.035\text{TBAOH}:0.000-0.063\text{NaAlO}_2:50\text{H}_2\text{O}$; traspasar a la botella de teflón la espuma obtenida.
- Secar en la estufa a 100°C por 48hrs.
- Filtrar al vacío el material obtenido con papel filtro NrAl3, realizando 5 lavados de 250ml con agua desionizada, tomando a su vez el pH de cada uno de ellos.
- Poner a secar nuevamente en la estufa a 80°C durante 6 hrs.
- Calcinar el material obtenido para realizar la activación del mismo a 540°C en la mufla con una rampa de calentamiento de $1^\circ\text{C}/\text{min}$.

3.2.1.2. Diagrama de flujo de experimentación

Otra representación de las etapas a llevar a cabo durante la síntesis se representa mediante la *Figura 15*.

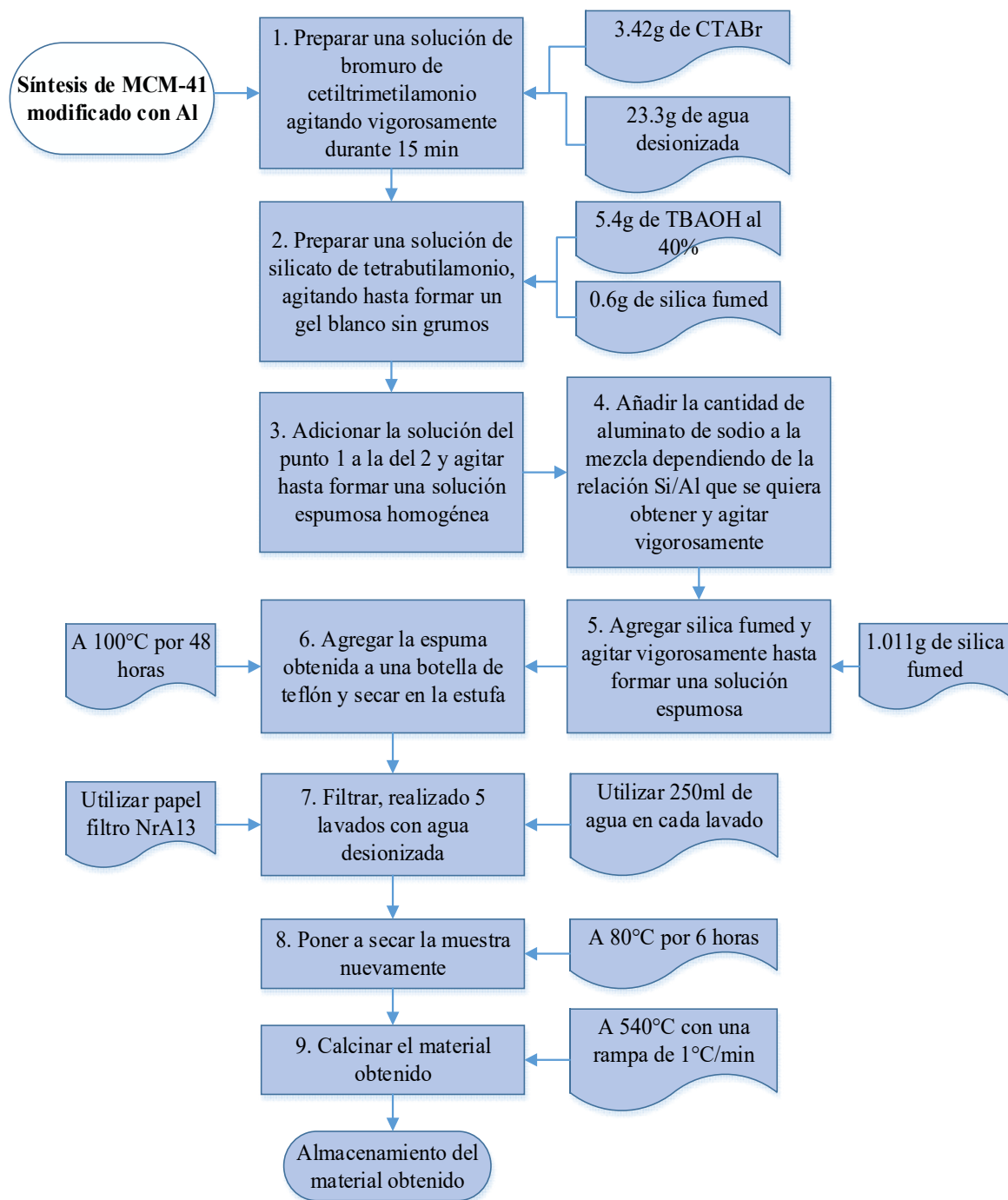


Figura 15. Diagrama de flujo de la síntesis de MCM-41 modificado con Al.

3.2.1.3. Materiales y reactivos

Para poder realizar la síntesis de materiales tipo MCM-41 es indispensable contar con los siguientes reactivos, materiales y equipos para obtener buenos resultados y los materiales producidos mantengan las propiedades reflejadas en la literatura.

Materiales y equipos:

- Botella de teflón.
- Vasos de precipitados de 250ml.
- Agitadores de metal.
- Agitadores de plástico.
- Balas magnéticas.
- Charolas de plástico.
- Pipetas Pasteur.
- Picetas.
- Papel filtro Nr.413.
- Embudo buchner.
- Matraz quitazato.
- Frascos.
- Plancha de agitación.
- Balanza analítica Ohaus modelo PA224.
- Estufa de calentamiento.
- Mufla.
- Potenciómetro.
- Bomba de vacío o sistema de vacío.

Reactivos:

- CTaBr (Bromuro de Cetiltrimetilamonio).
- TBaOH (Hidróxido de tetrabutilamonio).
- Silica Fumed.
- Agua desionizada.
- NaAlO₂ (Aluminato de sodio).
- Soluciones Buffer de pH 4, 7, 9.

Adicionalmente, y como medida de protección personal durante la síntesis de los soportes MCM-41, es necesario portar bata, guantes de nitrilo, cubre bocas o careta y gafas, ya que durante la manipulación de los reactivos es posible la ingesta de polvos o gases al mezclar los reactivos.

Revisar Anexos para ver hojas de seguridad de los reactivos.

3.2.2. Obtención de condiciones de reacción en un reactor de lecho fijo

Para obtener las condiciones de reacción en el reactor de lecho fijo se consideraron como punto de partida las condiciones de reacción obtenidas para la reacción de deposición química de vapor de óxidos de cobre sobre fibra de vidrio en un reactor de lecho fijo tipo “L” obtenidas en trabajos previos del grupo de trabajo [34].

Dichas condiciones son las siguientes:

- Masa de soporte: 0.2g.
- Cantidad de precursor metálico: 0.02g.
- Tiempo de reacción: 90 min.
- Temperatura de deposición: 290-300°C.
- Tiempo de tratamiento térmico: 60 min.
- Flujos de gas: N₂ 10ml/min (gas de arrastre) O₂ 30ml/min (gas oxidante).

3.2.2.1. Metodología de experimentación

Para la realización de la reacción de deposición química de vapor en un reactor de lecho fijo se utilizó un reactor en forma de “L” de lecho fijo, con un diámetro interior de 0.5cm, con una longitud de 57cm (30 cm verticales y 27cm horizontales), dicho reactor tiene acoplado un sistema para el monitoreo de la cantidad de gas de arrastre u oxidativo que pasa por el mismo.

Además de tener 2 hornos de calentamiento para las secciones de sublimación y deposición, que están fabricados con resistencias eléctricas, los cuales cuentan además con controladores de temperatura y termopares para eficientar su funcionamiento.

Para poder llevar a cabo la síntesis de estos catalizadores de cobre sobre Al-MCM-41 se siguen los pasos propuestos que se muestran a continuación, que detallan las cantidades de reactivos utilizados y tiempos de la reacción.

- 1) Colocar la muestra de Al-MCM-41 o MCM-41 dentro del reactor.
- 2) Montar el sistema de reacción.
- 3) Realizar el precalentamiento a la muestra una vez que se alcanza la temperatura de sublimación (190°C) y la de deposición (300°C); el precalentamiento consiste en hacer pasar un flujo de N₂ de 10 ml/min durante 1 hora.
- 4) Realizar la toma de datos durante 60 min utilizando la *Tabla 4* que se muestra a continuación.

Tabla 4. *Precalentamiento de la muestra.*

<i>hora</i>	tiempo (min)	T_s (°C)*	T_d (°C)*
	0		
	10		
	20		
	30		
	40		
	50		
	60		

- 5) Cerrar el flujo de N₂ y comenzar a desmontar el sistema de reacción.
- 6) Introducir el precursor metálico de cobre en su forma de acetilacetonato de cobre II dentro del reactor y montar nuevamente el sistema de reacción.
- 7) Se cambia el gas de arrastre a O₂ y se estandariza el flujo a 30 ml/min.
- 8) Comenzar a monitorear el sistema de reacción utilizando la siguiente *Tabla 5* durante 90 min.

Tabla 5. *Reacción de Deposición de Cobre sobre Al-MCM-41.*

<i>hora</i>	tiempo (min)	T_s (°C)*	T_d (°C)*
	0		
	10		
	20		
	30		
	40		
	50		
	60		
	70		
	80		
	90		

- 9) Pesar el cobre restante en el reactor.
- 10) Pesar el Catalizador obtenido y etiquetar.

* Las Temperaturas de sublimación y deposición tanto del precalentamiento como de la reacción se tomaron en base a la variación los parámetros de operación.

3.2.2.2. Obtención de parámetros óptimos de operación

Para obtener los parámetros de operación del sistema de reacción es necesario realizar variaciones a los parámetros de operación y determinar cuáles son los que prometen mejores resultados.

Como primer paso para la determinación de los parámetros de operación se realizó un estudio de las condiciones de granulometría y masa del soporte catalítico a introducirlo al reactor, esto para controlar la difusividad dentro del reactor y garantizar que haya flujo dentro del mismo y los reactivos estén en contacto durante la reacción.

Para lo cual se realizaron mediciones de flujo de entrada y salida del reactor con diferentes granulometrías del soporte y ver el comportamiento de este al pasar un gas de arrastre, verificando así a cual no existe o existe la menor perdida del flujo; una vez realizados los experimentos se reportaron los siguientes datos.

Tabla 6. Resultados obtenidos para obtener la relación de masa y granulometría.

mesh	Masa (mg)	flujo (ml/min)		Diferencia
		entrada	salida	
75	500	31.0	28.8	1.85
	250	30.4	26.8	3.21
	100	28.7	27.0	1.43
100	500	29.0	27.9	0.81
	250	30.3	29.1	0.8
	100	29.5	29.8	0.28
150	500	27.8	29.5	2
	250	28.0	28.1	0.365
	100	29.8	29.4	1.63

200

500	29.0	26.9	1.74
250	29.3	29.6	0.61
100	28.4	26.6	1.44

Para continuar con obtención de los parámetros de operación se determinaron como matriz de experimentación las siguientes tablas en la cual se variaron los parámetros de masa de Cu, de Al-MCM-41 y la temperatura.

Tabla 7. Condiciones de reacción establecidas Parte 1.

	Variaciones en la reacción									
	Estandarización	Cu	Al-MCM-41	Temperatura						
infinito	RX									
W _{MCM-41} (g)	0.1	0.1	0.1	-	-	-	-	-	-	-
Flujo _{N2} (ml/min)	10	10	10	-	-	-	-	-	-	-
t _{pre} (min)	60	60	60	-	-	-	-	-	-	-
W _{Cu} (g)	0.02	0.02	0.04	-	-	-	-	-	-	-
Flujo _{O2} (ml/min)	30	30	30	-	-	-	-	-	-	-
t _{rxn} (min)	90	90	90	-	-	-	-	-	-	-
T _{sub} (°C)	190	190	190	-	-	-	-	-	-	-
T _{dep} (°C)	300	300	300	-	-	-	-	-	-	-
150	RX									
W _{MCM-41} (g)	0.1	0.1	0.1	0.2	-	-	-	-	-	-
Flujo _{N2} (ml/min)	10	10	10	10	-	-	-	-	-	-
t _{pre} (min)	60	60	60	60	-	-	-	-	-	-
W _{Cu} (g)	0.02	0.02	0.04	0.02	-	-	-	-	-	-
Flujo _{O2} (ml/min)	30	30	30	30	-	-	-	-	-	-
t _{rxn} (min)	90	90	90	90	-	-	-	-	-	-
T _{sub} (°C)	190	190	190	190	-	-	-	-	-	-
T _{dep} (°C)	300	300	300	300	-	-	-	-	-	-
60	RX									
W _{MCM-41} (g)	0.1	0.1	0.1	0.2	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
Flujo _{N2} (ml/min)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
t _{pre} (min)	60	60	60	60	60	60	60	60	60	60
W _{Cu} (g)	0.02	0.02	0.04	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
Flujo _{O2} (ml/min)	30	30	30	30	15	15	15	15	15	15
t _{rxn} (min)	90	90	90	90	90	90	90	90	90	90
T _{sub} (°C)	190	190	190	190	200	200	200	200	200	200
T _{dep} (°C)	300	300	300	300	300	310	320	330	340	350

Tabla 8. Condiciones de reacción establecidas Parte 2.

	Variaciones en la reacción									
	Estandarización		Cu	Al-MCM-41	Temperatura					
15	RX									
W_{MCM-41} (g)	0.1	0.1	0.1	-	-	-	-	-	-	-
Flujo _{N2} (ml/min)	10	10	10	-	-	-	-	-	-	-
t_{pre} (min)	60	60	60	-	-	-	-	-	-	-
W_{Cu} (g)	0.02	0.02	0.04	-	-	-	-	-	-	-
Flujo _{O2} (ml/min)	30	30	30	-	-	-	-	-	-	-
t_{rxn} (min)	90	90	90	-	-	-	-	-	-	-
T_{sub} (°C)	190	190	190	-	-	-	-	-	-	-
T_{dep} (°C)	300	300	300	-	-	-	-	-	-	-
5	RX									
W_{MCM-41} (g)	0.1	0.1	-	-	-	-	-	-	-	-
Flujo _{N2} (ml/min)	10	10	-	-	-	-	-	-	-	-
t_{pre} (min)	60	60	-	-	-	-	-	-	-	-
W_{Cu} (g)	0.02	0.02	-	-	-	-	-	-	-	-
Flujo _{O2} (ml/min)	30	30	-	-	-	-	-	-	-	-
t_{rxn} (min)	90	90	-	-	-	-	-	-	-	-
T_{sub} (°C)	190	190	-	-	-	-	-	-	-	-
T_{dep} (°C)	300	300	-	-	-	-	-	-	-	-

Dentro de las consideraciones a tomar en cuenta para la determinación de las diferentes variaciones de los parámetros a utilizar se tomó inicialmente la estandarización de los parámetros de estudios previos utilizando las diferentes relaciones de Si/Al producidas; posteriormente se consideraron la modificación de la cantidad de Cu depositado dentro del reactor, la cantidad de soporte introducido y las temperaturas de deposición, pero para esto se dirigieron los experimentos en base a los resultados que se obtuvieron inicialmente visuales y que se complementaron con las caracterizaciones.

3.2.2.3. Diagrama de flujo de operación del equipo

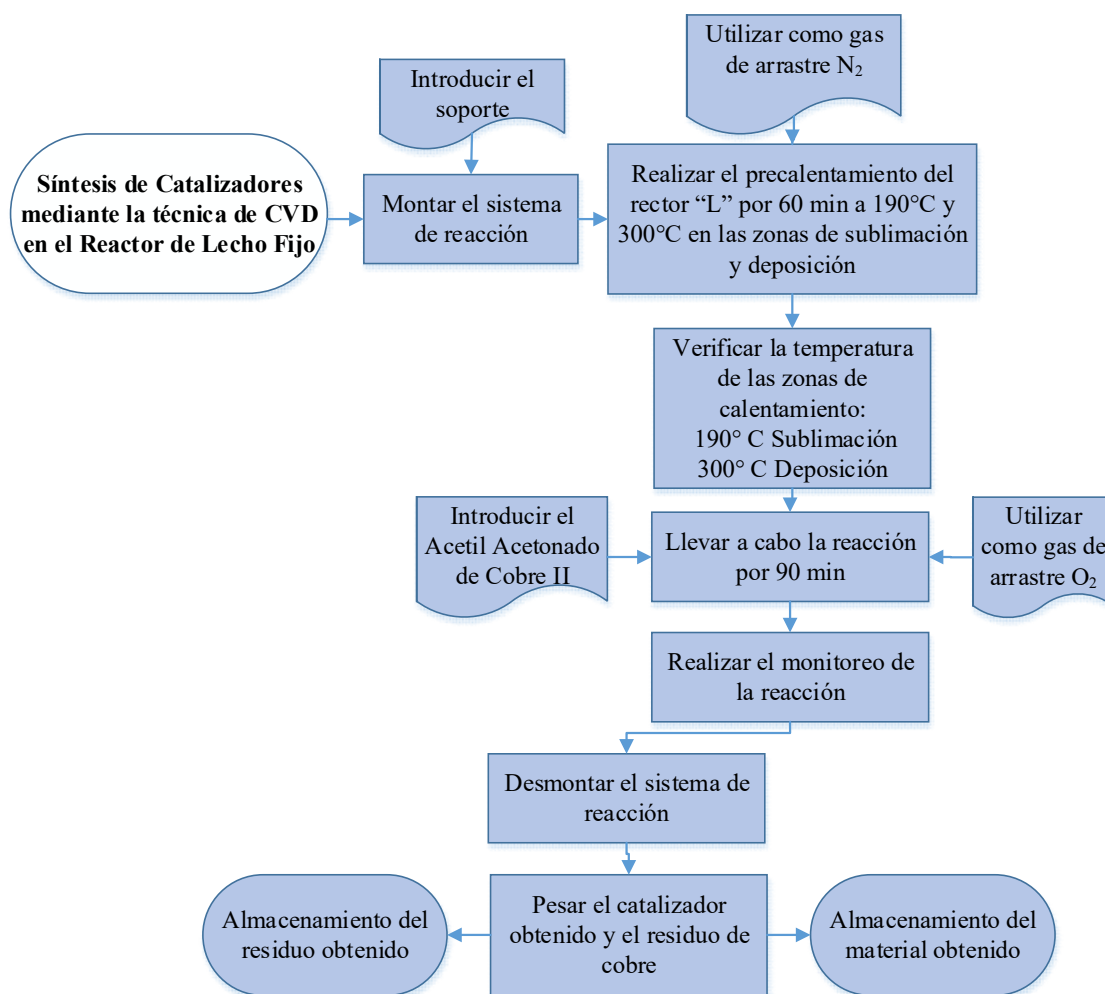


Figura 16. Diagrama de flujo de la síntesis de Catalizadores mediante la técnica de CVD en el reactor de Lecho Fijo.

Otra representación de las etapas a llevar a cabo durante la síntesis de catalizadores mediante la técnica de deposición química de vapor se representa mediante la *Figura 16*.

El sistema de reacción en el cual se lleva a cabo la reacción de CVD, se representa en la *Figura 17*.

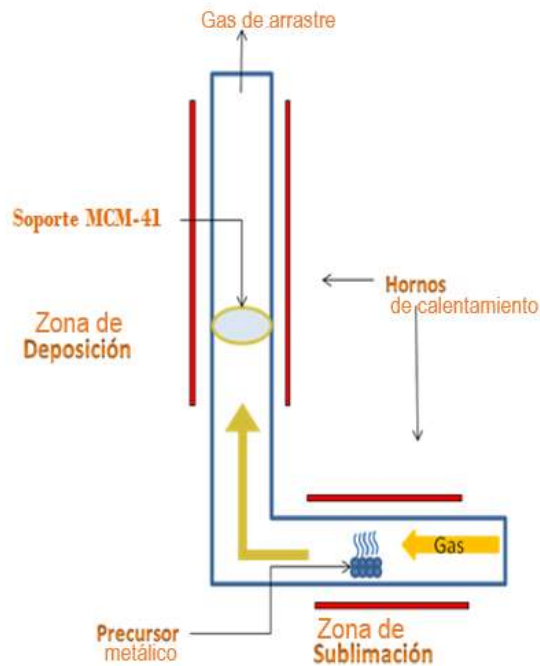


Figura 17. Sistema de reacción del reactor de lecho fijo.

3.2.2.4. Materiales y reactivos

Para poder realizar la síntesis de catalizadores de óxidos de cobre sobre materiales mesoporosos tipo MCM-41 es indispensable contar con los siguientes reactivos, materiales y equipos para obtener buenos resultados.

Materiales y equipos:

- Reactor de vidrio tipo “L”.
- Charola metálica.
- Charola de plástico.
- Mangueras de alta presión y conexiones.
- Medidor de flujo de gas.
- Hornos.
- Cintas de asbesto.
- Controladores de temperatura.

- Termopares.
- Rack metálico.
- Pinzas de 3 dedos.
- Nueces.
- Mufla.
- Balanza analítica.
- Cronómetros.
- Conexiones de gas
- Guantes de carmaza

Reactivos:

- Al-MCM-41 (con las relaciones ∞ , 150, 60, 15 y 5).
- Acetilacetato de cobre II.
- Fibra de vidrio.
- Solución de agua regia.
- Solución de agua jabonosa.
- Nitrógeno.
- Oxígeno.

Adicionalmente, y como medida de protección personal durante la síntesis de los catalizadores de Cu/Al-MCM41 es necesario portar bata, guantes de nitrilo, guantes aislantes cubre bocas o careta y gafas, ya que durante la manipulación de los reactivos es posible la ingesta de polvos o reactivos.

Revisar Anexos para ver hojas de seguridad de los reactivos.

3.2.3. Ensamblado reactor de lecho fluidizado

Para la puesta en marcha y ensamblado del reactor de lecho fluidizado es de vital importancia obtener las condiciones de reacción del reactor de lecho fluidizado en forma de “T”, por lo que se consideraron como variables

importantes durante la presente investigación como parámetros para la operación de este reactor:

- Tipo de reactor.
- Tiempo de reacción.
- Altura de fluidización.
- Flujo de fluidización.
- Gas de arrastre.
- Grado de dispersión.

Para lo cual se realizó la siguiente experimentación.

3.2.3.1. Metodología de experimentación

Para poder llevar a cabo el ensamblado y puesta en marcha del reactor de lecho fluidizado cuya forma en “T” tiene un diámetro interno de 8mm en la parte superior, con una longitud de 73.5cm y de 18mm en la parte vertical con 28 cm de longitud, dicho reactor es de vidrio con una parte de material poroso en su interior ubicado a 5.5cm de la parte vertical en el cual se realiza la deposición del soporte catalítico, se necesita de forma adicional un sistema de control de la cantidad de gas de arrastre ya que es un punto importante para la fluidización.

Además de 2 hornos de calentamiento para las secciones de sublimación y deposición, que están fabricados con resistencias eléctricas, los cuales cuentan además con controladores de temperatura y termopares para eficientar su funcionamiento.

La metodología para llevar a cabo la instalación del reactor dada por los siguientes pasos:

1. Colocar las nueces en el rack a las distancias correspondientes para dar estabilidad al reactor.

2. Insertar las pinzas de 3 dedos y nivelarlas para que el reactor quede paralelo al rack y perpendicular a las pinzas.
3. Colocar el reactor en el rack con ayuda de las pinzas de dedos, asegurando que la presión de las mismas es la necesaria para sujetar el reactor y no dañe la estructura del mismo.
4. Realizar la adecuación a los extremos del reactor para poder realizar la conexión con las mangueras de entrada y salida de gas.
5. Conectar las mangueras para la entrada al reactor y al sistema de medición de flujo de gas, la de salida y al sistema de burbujeo donde se corrobora el flujo de salida del reactor.
6. Verificar que no existan fugas en las diferentes conexiones realizadas, utilizando una solución jabonosa.

3.2.3.2. Obtención de parámetros de operación

Para la obtención de los parámetros de operación del reactor de lecho fluidizado de inicio se volvió a realizar una determinación de la masa y granulometría necesarios para controlar la difusividad dentro del reactor; por lo que se realizaron nuevamente mediciones de flujo a entrada y salida del reactor con diferentes cantidades y tamaños de partícula, para lo cual se determinó como flujo de gas base de 30ml/min de aire.

Tabla 9. Resultados obtenidos para obtener la relación de masa y granulometría.

<i>mesh</i>	Masa (mg)	flujo (ml/s)		Diferencia
		entrada	salida	
75	500	30.5	32.2	1.67
	250	30.3	33.0	2.65
	100	29.7	30.5	0.79
100	500	29.9	29.6	0.25
	250	29.9	30.0	0.15
	100	29.5	32.2	0.12
150	500	30.0	32.2	0.52
	250	29.9	32.2	1.79
	100	29.1	32.0	2.89
	500	29.1	33.2	4.01

200

250	29.3	33.9	4.55
100	30.1	34.8	4.76

Otro de los parámetros de interés a determinar es el flujo necesario para la fluidización de material (*Figura 18*) y altura máxima alcanzada; por lo que la única etapa para realizar sería la variación del flujo de gas de arrastre hasta lograr la fluidización y una vez esto registrar la altura a la cual llega a fluidizar,

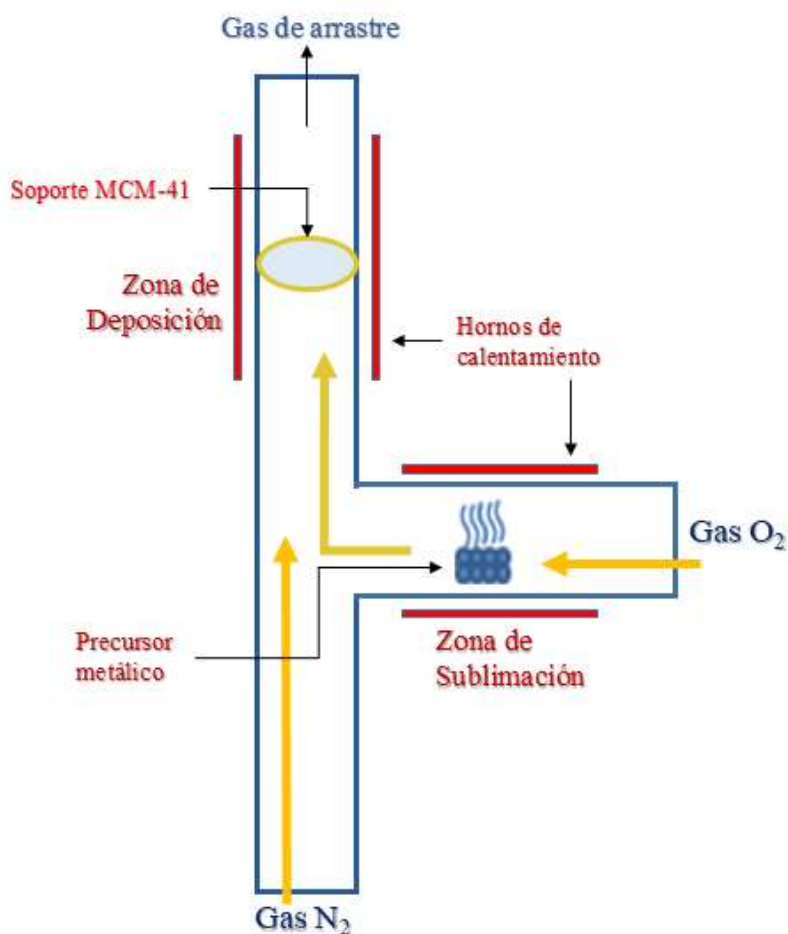


Figura 18. Sistema de reacción del reactor de lecho fluidizado.

3.2.4 Caracterización de catalizadores sintetizados en el reactor de lecho fijo

Una vez que se realizaron las síntesis de los diferentes catalizadores es de gran importancia realizar la caracterización de los mismos, ya que con base a la

información obtenida se podrá llevar a cabo la selección de los parámetros de operación óptimos a utilizar en las síntesis posteriores de catalizadores mediante este reactor.

3.2.4.1 DRX

Una de las técnicas principales para la caracterización de catalizadores es la de Difracción de Rayos X (DRX), la cual proporciona información sobre la estructura cristalográfica del material, con la finalidad de identificar la fase cristalina en la que se encuentra y hasta realizar una evaluación del tamaño del cristal.

Un Difractómetro de Rayos X está compuesto de un generador de rayos X, una parte óptica, de enfriamiento, eléctrica y un goniómetro. El generador consiste en un tubo transparente a los rayos X compuesto de berilio, utilizando frecuentemente radiación proveniente de $\text{CuK}\alpha$ y una diferencia de potencial entre los cátodos de 2kW. Adicionalmente se utiliza un blanco de cobre, el cual tiene un sistema de enfriamiento, el cual generalmente está compuesto por agua y se utiliza para evitar el sobrecalentamiento del equipo.

Una vez que los rayos son generados se realiza el barrido en la muestra, esto considerando que las líneas de difracción del detector deben de estar a 2θ respecto al haz incidente formando así la denominada Condición de Bragg.

Una vez terminada la toma de datos y formación de picos durante el barrido de la muestra se hace uso de bancos de datos los compuestos presentes en base a los picos característicos obtenidos.

Esta técnica está basada en la Relación de Bragg, la cual está dada por:

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

Donde:

λ = longitud de onda de los rayos X (para la fuente de $\text{CuK}-\alpha$, $\lambda=1.54056\text{\AA}$).

d = distancia entre los planos.

θ = ángulo entre los rayos X y a normal al plano de reflexión.

n =orden de reflexión.

Para que se cumpla la Ley de Bragg para un grupo de planos de reflexión paralelos, éstos deben cruzar los ejes de la celda unitaria un número entero de veces.

Las reflexiones cristalinas se identifican mediante tres números h , k y l , iguales al número de intersecciones de los planos con los ejes a , b y c de la celda. Los números h , k y l reciben el nombre de índices de Miller. Matemáticamente, los índices de Miller describen un vector perpendicular al plano de reflexión en el sistema de coordenadas definido por la red cristalina

Para poder identificar las fases obtenidas en un difractograma, se lleva a cabo una comparación de la posición e intensidad en la que se encuentran las líneas de difracción en una base de datos; la posición del pico en el parámetro de la celda unitaria nos da información sobre la concentración y distribución de los defectos en el material cristalino

Para la caracterización por medio de esta técnica se utilizó el equipo Diffractometer System PANalytical X'Pert-Pro XRD5, utilizando una radiación de $\text{Cu K}\alpha$ con un paso de 0.01° y de 30s por paso, el cual cuenta con un Software para el análisis de datos PANalytical Data Collector; dicho equipo se encuentra en el Instituto Max Planck para Dinámica de Sistemas Complejos en Magdeburg, en el Departamento de Fundamentos Físicos y Químicos de la Ingeniería de Procesos.

De manera adicional se realizó también caracterización por medio de esta técnica en la Universidad Autónoma Metropolitana- Iztapalapa, en el Área de Investigación de Catálisis y Fotocatálisis.

3.2.4.2. Fisisorción de N₂

La fisisorción es muy utilizada para realizar determinaciones de área superficial y diámetro de poro. Esta se lleva a cabo cuando se deja en contacto gas N₂ con un material sólido al que ya se ha desgasificado, esto con la finalidad de que se pueda determinar la cantidad de N₂ que éste pueda retener.

Para que el proceso experimental se lleve a cabo como ya se mencionó se debe realizar la desgasificación del material, lo cual consiste en básicamente limpiar la superficie del material, por lo menos hasta eliminar o remover compuestos fisisorbidos en el material, esto se realiza con ayuda de bombas de vacío, realizándolo a través de una trampa fría.

Las condiciones a las cuales este proceso se lleva a cabo (temperatura, tiempo y presión) dependen del equipo a utilizar y la aplicación de los resultados obtenidos.

Una vez realizado la limpieza del material se prosigue a realizar una inyección de gas con un volumen conocido y se determinará mediante una diferencia de presión al realizar la inyección del gas y presión en el equilibrio la cantidad de gas retenido entre los poros del material a analizar. La construcción de las isothermas de adsorción se obtiene a partir de estos datos, y estas nos dirán el tipo de poro del material a analizar.

Para la caracterización por medio de esta técnica se utilizó un equipo de Fisisorción de Nitrógeno Quantachrome, modelo Autosorb®iQ-Chemisorption & Physisorption Gas Sorption Analyzer-AG, que utiliza un Software para el análisis de datos Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report Autosorb Windows® Version 1.20; dicho equipo se encuentra en el Instituto Max Planck para Dinámica de Sistemas Complejos en Magdeburg, en el Departamento de Fundamentos Físicos y Químicos de la Ingeniería de Procesos.

De manera adicional se realizó también caracterización por medio de esta técnica en la Universidad Autónoma Metropolitana- Iztapalapa, en el Área de Investigación de Catálisis y Fotocatálisis.

3.2.4.3. ICP

El análisis por ICP (Inductively Coupled Plasma) o Espectrómetro de Plasma Inducido proporciona una rápida identificación y detección de contenido de trazas de metal en productos petrolíferos y químicos. Los laboratorios que cuentan con equipo de ICP ofrecen servicios extensos de análisis de metales traza. Los equipos ICP son a menudo combinados por espectrometría de masas (ICP-MS) para alcanzar niveles incluso más bajos de detección medición de trazas y ultra-trazas de metales.

En esta técnica, la introducción continua de la muestra líquida y un sistema de nebulización forma un aerosol que es transportado por el Argón a la antorcha del plasma, acoplado inductivamente por radio frecuencia. En el plasma, debido las altas temperaturas generadas, los analitos son atomizados e ionizados generándose los espectros de Emisión atómicos de líneas características. Los espectros son dispersados por la red de difracción y el detector sensible a la luz se encarga de medir las intensidades de las líneas. La información es procesada por el sistema informático.

En la presente investigación, la caracterización de los catalizadores utilizando esta técnica se realizó en la Mina “El Coronel”, de la Unidad Minera FRISCO.

CAPÍTULO 4

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Preparación de soportes

Dentro de los soportes catalíticos sintetizados se obtuvieron de las caracterizaciones realizadas para las diferentes relaciones de Si/Al los siguientes resultados:

4.1.1 Fisisorción de N₂ y DRX

Al realizar las pruebas se obtuvieron las siguientes isotermas y tablas de resultados.

Gráfica 1. Isotermas del Al-MCM-41 con diferente relación Si/Al.

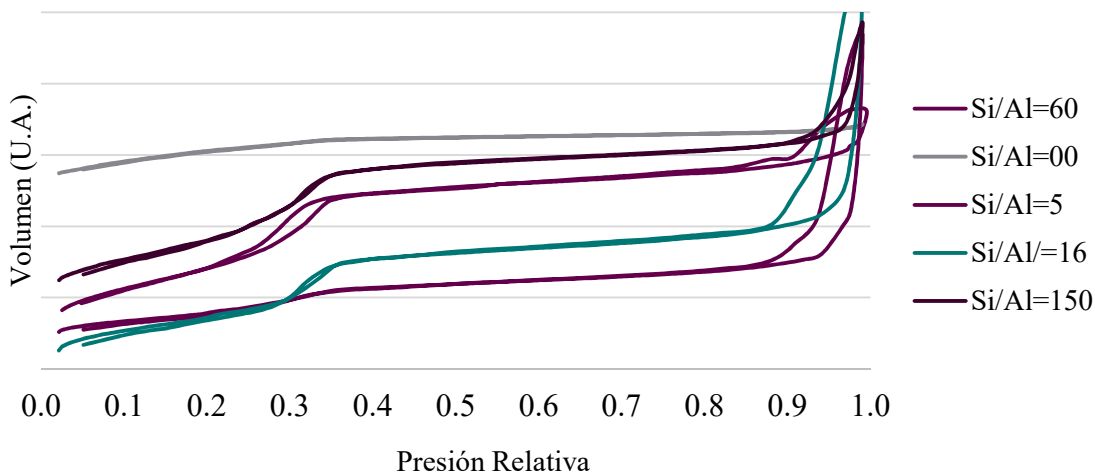
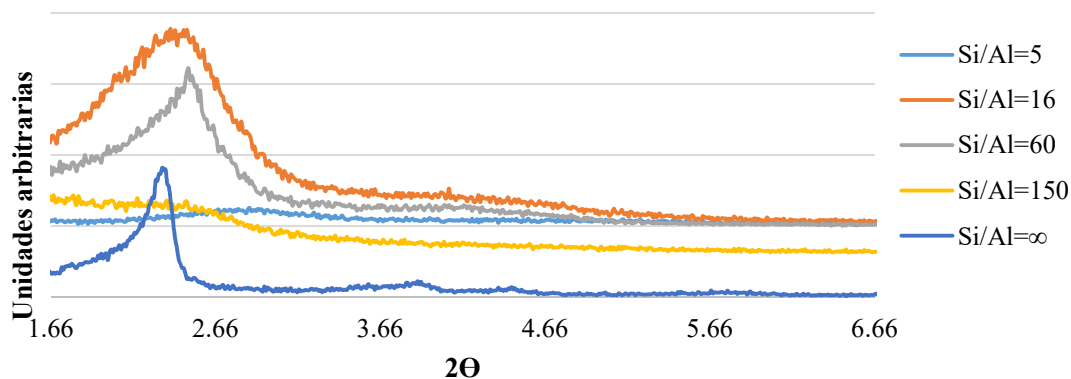


Tabla 10. Resultados de isotermas de Al-MCM-41 con diferente relación Si/Al.

Muestras analizadas/ Resultados y unidades	Al-MCM-41	
	SBET (m ² /g)	DBJH des (nm)
Si/Al = ∞	886	5.21
Si/Al = 150	1426	2.44
Si/Al = 16	1047	3.3
Si/Al = 60	1255	2.07
Si/Al = 5	640	2.18

Gráfica 2. Comparación de Al-MCM-41 con diferente relación Si/Al.



4.1.2 Análisis y discusión

Una vez que se tuvieron los resultados de DXR y Fisisorción de N₂, se encontró que, al realizar la síntesis de materiales Al-MCM-41 utilizando el método establecido, se obtienen productos que conservan las propiedades características de estos materiales mesoporosos; en el estudio de Fisisorción de N₂.

Se puede observar en la *Gráfica 1*, que, aunque si existe variación al realizar las modificaciones de Al, se mantiene la histéresis características del material mesoporoso (Isotherma tipo 4, con un diámetro de poro de 2-50nm) y aunque se modifica el diámetro del poro por la incrustación de Al en la superficie de material los canales de este, no se cierran y por lo tanto aunque varía el área superficial de las muestras, todas están en el rango de 1000m²/g (también característico de los materiales mesoporosos del tipo MCM-41), como se puede apreciar en la *Tabla 10*.

Por otro lado en la DXR se puede observar en la *Gráfica 2* que las muestras presentan el pico característico de los materiales MCM-41 (entre el ángulo 2-3.5°), por lo que las propiedades asociadas a los mismos se conservan, sin embargo se puede observar también en el patrón del difractograma que al realizar la modificación de la estructura al agregar Al a la superficie, la

cristalinidad del material se ve afectada produciendo modificación en la intensidad y ensanchamiento en los picos característicos.

Además, que se puede observar claramente la variación del comportamiento de los mismos al modificar la relación de Si/Al presente en cada una de ellas, las cuales se podrán ver de una forma más clara cuando se realice la deposición de Cu.

Dentro de los materiales preparados se tienen a continuación se tiene una tabla de los gramos obtenidos en cada una de las síntesis.

Tabla 11. *Cantidades obtenidas de las diferentes síntesis realizadas.*

Relación de Si/Al	Promedio de cantidad obtenida (g)
ω	1.3611
150	1.1553
60	0.863566667
16	1.143266667
5	1.0106

Por lo que una vez realizado el análisis estadístico de las diferentes síntesis podemos observar que la síntesis con un menor rendimiento de reacción está dado por la que tiene relación Si/Al=60 y la que tiene un mayor rendimiento de reacción es la de Si/Al= ω .

4.2 Condiciones de reacción en el lecho fijo

Una vez preparados los soportes catalíticos a utilizar, se procedió a la síntesis del catalizador utilizando el reactor de lecho fijo para realizar la deposición del metal. Dentro de los catalizadores obtenidos en la variación de los diferentes parámetros en base a la matriz de experimentos propuestos tenemos los siguientes.

Tabla 12. Resultados obtenidos en las variaciones de las reacciones según la matriz de experimentos.

	Variaciones en la reacción									
	Estandarización		Cu	AL-MCM-41	Temperatura					
infinito	RX-5	RX-9	RX-11	-	-	-	-	-	-	-
W_{MCM-41}	0.1004	0.1003	0.1003	-	-	-	-	-	-	-
W_{Cu}	0.0204	0.0205	0.0406	-	-	-	-	-	-	-
$W_{Cu\ rest}$	0.0154	0.0182g	0.0381g	-	-	-	-	-	-	-
W_{Cat}	0.0454	0.1006g	0.0987g	-	-	-	-	-	-	-
$W_{Cu\ ads}$	0.0050	0.0023	0.0025	-	-	-	-	-	-	-
150	RX-4	RX-10	RX-12	RX-16	-	-	-	-	-	-
W_{MCM-41}	0.1005	0.1003	0.1000	0.2001	-	-	-	-	-	-
W_{Cu}	0.0201	0.0203	0.0402	0.0203	-	-	-	-	-	-
$W_{Cu\ rest}$	0.0167	0.0146g	0.0380g	0.016g	-	-	-	-	-	-
W_{Cat}	0.0576	0.0873g	0.1002g	0.1943g	-	-	-	-	-	-
$W_{Cu\ ads}$	0.0034	0.0057	0.0022	0.0043	-	-	-	-	-	-
60	RX-02	RX-8	RX-13	RX-15	RX-18	RX-19	RX-20	RX-21	RX-22	RX-23
W_{MCM-41}	0.1002	0.1002	0.1005	0.2011	0.2505	0.2511	0.2501	0.2505	0.2506	0.2505
W_{Cu}	0.0204	0.0202	0.0405	0.0203	0.0206	0.02	0.0204	0.0205	0.0202	0.0203
$W_{Cu\ rest}$	0.0169	0	0.0372g	0.0173g	0.0142g	0.0163g	0.0156g	0.0175g	0.0138g	0.0166g
W_{Cat}	0.0513	0.0993g	0.0963g	0.2090g	0.2132g	0.2368g	0.2405g	0.2461g	0.2397g	0.2519g
$W_{Cu\ ads}$	0.0035	0	0.0033	0.003	0.0064	0.0037	0.0048	0.003	0.0064	0.0037
16	RX-3	RX-6	RX-14	-	-	-	-	-	-	-
W_{MCM-41}	0.1002	0.1005	0.0916	-	-	-	-	-	-	-
W_{Cu}	0.0205	0.0201	0.0405	-	-	-	-	-	-	-
$W_{Cu\ rest}$	0.0134	0.0176	0	-	-	-	-	-	-	-
W_{Cat}	0.058	0.0522	0.0897g	-	-	-	-	-	-	-
$W_{Cu\ ads}$	0.0071	0.0025	0	-	-	-	-	-	-	-
5	RX-1	RX-7	-	-	-	-	-	-	-	-
W_{MCM-41}	0.1009	0.1001	-	-	-	-	-	-	-	-
W_{Cu}	0.0205	0.0202	-	-	-	-	-	-	-	-
$W_{Cu\ rest}$	0.0163	0.0037g	-	-	-	-	-	-	-	-
W_{Cat}	0.0984	0.1085g	-	-	-	-	-	-	-	-
$W_{Cu\ ads}$	0.0042	0.0165	-	-	-	-	-	-	-	-

Durante el desarrollo de la experimentación y en base a los resultados obtenidos (inicialmente de forma visual y posteriormente con estudios de DRX), se fue sesgando la misma, de tal forma que se siguieron variando los parámetros de reacción, para así poder obtener las condiciones óptimas.

4.2.1 Análisis y discusión

Dentro de los resultados obtenidos de la variación de parámetros, se tiene que, de forma general y representativa, que existe mejor deposición de Cu sobre soportes catalíticos con relación Si/Al=60, por lo cual después de realizar la estandarización y para la optimización de recursos se buscó en base a esto dirigir la experimentación en buscar modificar la reacción para esta relación en específica.

Para obtener finalmente los parámetros ideales de operación en base a análisis más profundo de las muestras obtenidas en la experimentación se realizó posteriormente la caracterización completa de las mismas.

4.3 Caracterización de catalizadores sintetizados en el Reactor de Lecho Fijo

Una vez sintetizados los catalizadores, se procedió a la caracterización de los materiales para lo cual se realizó Difracción de Rayos X (DRX) para conocer la cristalinidad de la muestra, Fisisorción de N₂ para conocer las propiedades superficiales y Espectrometría de Masas con Plasma Acoplado Inductivamente (ICP) para establecer la cantidad de Cu depositado en el catalizador, de los cuales se obtuvieron los siguientes resultados:

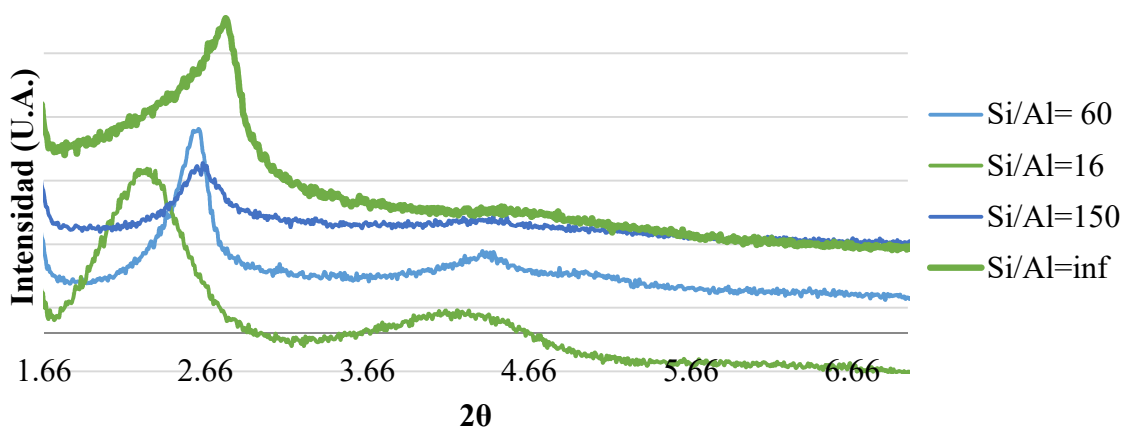


Figura 19. MCM-41 antes y después de la reacción de deposición.

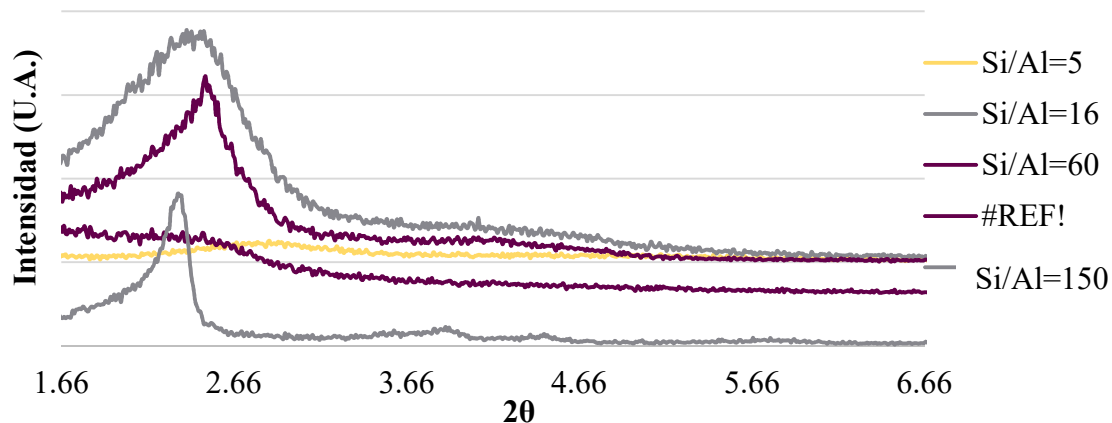
4.3.1 DRX

Los difractogramas de la síntesis de la estandarización de la reacción son los siguientes:

Gráfica 3. Difractogramas de Cu/Al-MCM-41.



Gráfica 4. Difractogramas de Al-MCM-41.



4.3.1.1 Análisis y discusión

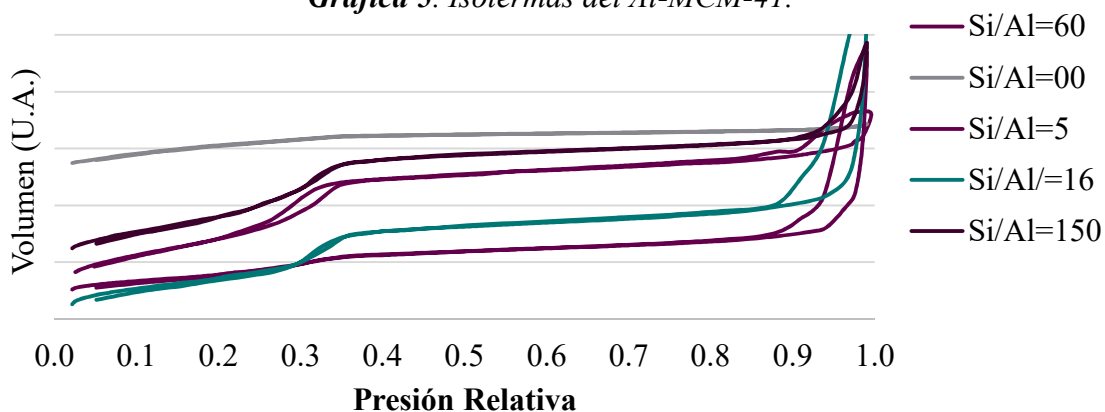
En las gráficas 3 y 4 se puede observar, que una vez que se realiza la deposición de óxidos de cobre sobre diferentes soportes catalíticos de tipo MCM-41 con diferente relación de Si/Al que siguen presentes los picos característicos de la estructura del MCM-41.

Sin embargo se puede apreciar que existe variación en la definición de los picos, notándose una mayor cristalinidad en el caso de las muestras donde se depositó el Cu, por lo que la adición del Al a la superficie si promovió la deposición del Cu al MCM-41 y esto generó que la estructura no sufriera una modificación considerable en sus propiedades estructurales porque se conserva la fase hexagonal característica de los materiales mesoporosos.

4.3.2 Fisisorción de N₂

Las isothermas la síntesis de la estandarización de la reacción son los siguientes:

Gráfica 5. Isotermas del Al-MCM-41.



Gráfica 6. Isotermas del Cu/Al-MCM-41.

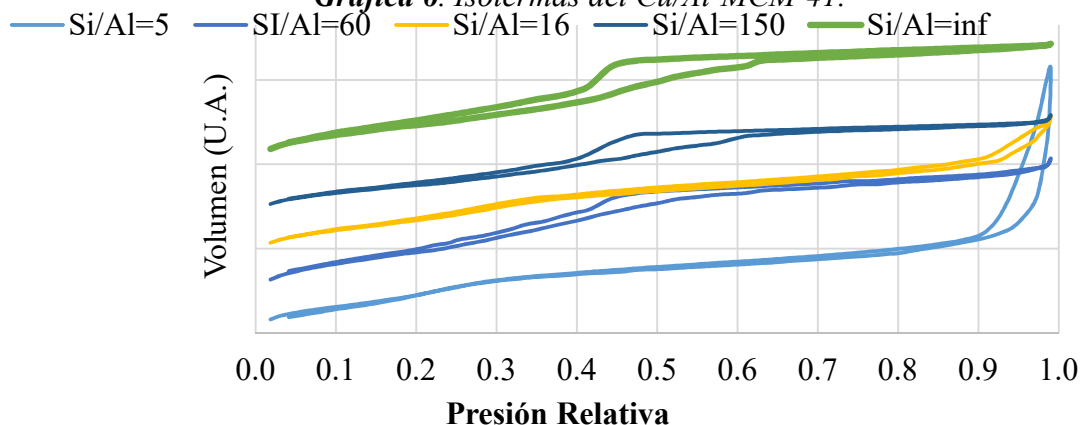


Tabla 13. Resumen de valores obtenidos en las isotermas.

Muestras analizadas / Resultados y unidades	Al-MCM-41		Cu/Al-MCM-41	
	SBET (m ² /g)	DBJH des (nm)	SBET (m ² /g)	DBJH des (nm)
Si/Al = ∞	886.40	5.21	871.4	3.4
Si/Al = 150	1426.00	2.44	737.8	3.5
Si/Al = 16	1047.00	3.30	806.2	3.0
Si/Al = 60	1255.00	2.07	972	3.0
Si/Al = 5	640.10	2.18	930.2	3.1

4.3.2.1 Análisis y discusión

De la caracterización de los materiales preparados en el reactor de lecho fijo se puede observar a través de las isothermas de las *Gráfica 5 y 6* que corresponden a isothermas tipo IV características de los materiales mesoporosos antes y después de la deposición.

La *Tabla 13* muestra el resumen de los valores obtenidos de los catalizadores con diferente relación Si/Al, en al cual se puede apreciar que el área superficial se mantuvo en un nivel cercano de $1000 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$, característico de los materiales mesoporosos. Por lo tanto se observa que las propiedades superficiales del MCM-41 se mantuvieron después de llevar a cabo el proceso de CVD.

4.3.3 ICP

Una vez realizado el análisis espectroscópico a las muestras preparadas para la estandarización de la reacción de deposición de Cu utilizando el reactor de lecho fijo, se obtiene para el caso del Cu la *Tabla 14*:

Tabla 14. Concentración de Cu obtenida en la síntesis del catalizador.

Relación de Si/Al	Cu		
	PPM	%	Promedio
∞	156.863	0.016	0.008
	0.000	0.000	
5	196.08	0.020	0.014
	74.07	0.007	
16	1769.23	0.177	0.172
	1661.54	0.166	
60	2015.38	0.202	0.190
	1784.62	0.178	
150	269.23	0.027	0.026
	246.15	0.025	

4.3.3.1 Análisis y discusión

Se puede observar en la *Tabla 14*, que la mayor concentración de Cu presente en las muestras se encuentra en aquellas que tienen una relación Si/Al=60.

Por lo que, una vez más se tiene que la reacción de deposición de Cu sobre materiales mesoporosos tipo MCM-41 modificados con Al, se ven favorecidas para la relación Si/Al=60, ya que la presencia de Al en la muestra propicia la alteración de la superficie del material auxiliando la deposición del Cu, sin embargo en cantidades grandes genera impedimentos estéricos o aglomeraciones que impiden al mismo tiempo y en cantidades pequeñas no genera la suficiente acidez, de modo tal que no propicia la disposición del metal. Sin embargo las cantidades de Cu depositadas son bajas, siendo la mayor de 1900 ppm.

4.4 Condiciones preliminares de operación del reactor de lecho fluidizado

Una vez realizadas las pruebas experimentales para la obtención de las condiciones de operación del reactor de lecho fluidizado para trabajos futuros se tiene lo siguiente:

Una vez preparadas las muestras de MC-41 con diferentes granulometrías, se determinó que únicamente para la mesh #100 se puede fluidizar el material. Ya que para granulometrías menores se produce un fenómeno tampón, en el cual se genera una especie de tapón el cual se compacta y fluidiza de forma uniforme, y una vez que alcanza el de 0.9 a 1.2cm se desmorona y cae nuevamente al lecho.

Para granulometrías mayores no es posible fluidizar el material a pesar la cantidad de soporte y el flujo a utilizar.

Para que la granulometría fluidice se requiere un flujo de gas de 90ml/min y una carga de 0.1g alcanzando una altura de fluidización de entre 1.8 y 2cm.

CAPÍTULO 5

CONCLUSIONES

Mediante la síntesis de soportes catalíticos tipo MCM-41 se pudo obtener que, utilizando la técnica propuesta por Alvarado Perea para la síntesis de soportes catalíticos tipo MCM-41, se obtiene una mayor cantidad de soporte para la relación de Si/AL= ∞ , sin embargo para la cual se generaron mejores resultados al momento de la realizar la síntesis del catalizador es la que tiene una relación de Si/AL=60.

Además, se pudo determinar, que al realizar la deposición de Cu sobre Al-MCM-41 mediante la utilización de un reactor de lecho fijo no existe pérdida considerable del área superficial del soporte al inicio se tienen áreas entre los 900 y 1400 m²/g, y una vez que se realiza la deposición del material se mantienen áreas entre los 700 y los 1000 m²/g; siendo para el caso de la relación de Si/Al=60 en la cual se mantienen después de la reacción 972 m²/g, representado el área mayor obtenida. Y para la relación de Si/Al=16 existe una menor variación en la diferencia de las áreas, manteniendo un área final de 806.2 m²/g. Con base a los resultados de caracterización se pudo determinar además que la relación ideal de trabajo es la que tiene una relación Si/Al=60, ya que favorece la deposición de cobre sin saturar los poros de material, con una cantidad promedio de 1900 ppm, lo que representa 0.2%.

Una vez que se ponga en marcha el sistema de reacción de lecho fluidizado se obtendrán mejores resultados de síntesis, ya que este tipo de reactor propiciará una mayor interacción entre los reactivos, dando con esto un incremento en el área de deposición. Dentro de los parámetros que se obtuvieron en la experimentación, se tiene que, para que el reactor de lecho fluidizado pueda ser utilizado se requieren utilizar soporte catalítico que tenga una granulometría mesh #100, un flujo de gas de arrastre superior a 90ml/min, con una carga de 0.100g, esto para que alcance una altura de fluidización de 2cm dentro del reactor.

Cumpliendo con esto los objetivos planteados en la presente experimentación; sin embargo se pudo ver a través del análisis, que aun con la modificación del soporte catalítico la concentración de Cu en el catalizador es menor a la esperada, debido a la canalización producida por la compactación del soporte al momento de realizar la reacción en comparación con la obtenida en la fibra de vidrio, sin embargo esto se pretenderá modificar con la implementación de la reacción en el reactor de lecho fluidizado, donde existirá una mayor interacción entre los reactivos, evitando con esto los problemas producidos con la deficiente interacción entre los reactivos dentro del reactor.

Los resultados obtenidos en la presente investigación fueron presentados en varios foros, en las X Jornadas de Ciencias Químicas (Agosto del 2017) y en el XV Congreso Mexicano de Catálisis, VI Congreso Internacional (Octubre del 2017), en el anexo se pueden ver dichas publicaciones.

CAPITULO 6

BIBLIOGRAFÍA

1. Escobar, A. C. (29 de noviembre de 2012). *Swagger noticias*. Obtenido de www.swagger.mx/natural/10-sorprendentes-efectos-del-calentamiento-global <Consulta: noviembre 2015>.
2. Gallardo, M. A. (Diciembre de 2013). *Cambio Climatico Global*. Obtenido de *Cambio Climatico Global*: <http://cambioclimaticoglobal.com/gasesinv> <Consulta: noviembre 2015>.
3. Lacroix, A. *Gases de Efecto Invernadero Stock de Ilustración*, Dreamstime, ID: 47990849. Obtenido de: <https://www.dreamstime.com/stock-illustration-greenhouse-gases-overview-several-types-influencing-global-warming-image47990849> <Consulta: Enero 2018>.
4. Fernandez, R. (2017) *Ejemplos de efecto invernadero*, Tus Ejemplos, Aprende así de fácil, Obtenido de: <https://tusejemplos.com/ejemplos-de-efecto-invernadero/> <Consulta: Enero 2018>.
5. E., D. R. (14 de noviembre de 2015). *Efecto Invernadero*. Obtenido de *Energía y Problemas ambientales*: http://exterior.pntic.mec.es/pvec0002/e_invernadero.htm <Consulta: Noviembre 2015>.
6. Valtierra M., Ramírez J. O., Reyes, J. A., (2003). *Oxidación de ciclohexano sobre películas de CuO depositado químicamente en fibra de vidrio*. Revista Mexicana de Ingeniería Química Vol.2, Pág. 21-28. Obtenido de: <http://www.redalyc.org/pdf/620/62020104.pdf> <Consulta: noviembre 2015>
7. Campbell Neil, A., "*Biología conceptos y relaciones*". Pearson, Prentice-Hall. 3ª Edición (2001). Pág. 92-95.
8. Grahon Solomons, "*Química Orgánica*". Limusa Wiley. 2ª Edición (2006). Pág 554-555.

9. Sanz, A. T., (2015). *Productos derivados de los hidrocarburos aromáticos*. Obtenido de Química Orgánica Industrial: <http://www.eii.uva.es/organica/qoi/tema-09.php> <Consulta: diciembre 2015>.
10. Grupo Pochteca (2015). *Ácido Adípico, Descripción y Generalidades*, Materias primas Pochteca, Obtenido de: <https://www.pochteca.com.mx/productosmp/acido-adipico/> <Consulta: Enero 2018>.
11. Atkins, P.W., (1991) *Fisicoquímica*, Capítulo 31: Procesos en superficies sólidas, Tercera Edición, Editorial Addison-Wesley Iberoamericana, ISBN 0201629003, Pág. 914-915.
12. Jens Hagen (2006), *Industrial catalysis a practical approach*, Chapter 1 Introduction, Wiley-Vch Verlag GmbH & Co. KGaA, Germany, ISBN-13 9783527311446, Pág. 1-14.
13. Felipe Izquierdo, José (2004), *Cinética de las reacciones químicas*, Capítulo 5 Reacciones catalizadas por sólidos, Ediciones de la Universidad de Barcelona, ISBN 8483384795, Pág.143-149.
14. Caballero Suárez, Luis M. (s. f.) *Introducción a la catálisis heterogénea*, Capítulo 1 Características de un catalizador, Editor Univ. Nacional de Colombia, ISBN 9587012070, Pág. 6-8.
15. Aguayo Pérez, Javier (2012), *Introducción a la catálisis heterogénea*, Capítulo 2, La Cinética de la catálisis Heterogénea, Universidad Autónoma de Zacatecas, Pág. 13-19,
16. Atkins, P.W., (1999) *Fisicoquímica*, Capítulo 28: Actividad Catalítica en la Superficie, Sexta Edición, Editorial Addison-Wesley Iberoamericana, ISBN 84-282-1181-7, Pág. 870-878.
17. Franco, Gpe (2009), "Tema 7. Superficies sólidas: adsorción y catálisis heterogénea", *Departamento de Química Física*, Química Física Avanzada, Universidad de Valencia.
<http://ocw.uv.es/ciencias/3-2/tema_7_parte_1_ads_completa.pdf> (Consulta abril 2016)
18. O. Franke, G. Schulz-Ekloff, J. Rathousky, J. Stárek and A. Zukal, J. Chem. Soc., Chem. Commun., 1993, 724-725.

19. P.J. Branton, P.G. Hall and K.S.W. Sing, *J. Chem. Soc., Chem Commun.*, 1993, 1257-1258.
20. R. Schmidt, M. Stöcker, E. Hansen, D. Akporiaye and O.H. Ellestad, *Microporous Mater.*, 1995, 443-448.
21. Pauly, T. *Materiales Catalíticos Nanoestructurados MCM-41*, Centro de Investigación de Materiales Fundamentales, Universidad Estatal de Michigan. Obtenido de: <https://www.nano.gov/timeline> <Consulta: Febrero 2015>.
22. G. Ferraris, G. Moretti, G. Fierro, M. Lo Jacono, *Structural properties of Cu-MCM-41 and Cu-Al-MCM-41 (Si/Al=30) catalysts*, 2002, 577-587.
23. *Catalisis Heterogenea*. Obtenido de : Universidad Juárez Autónoma de Tabasco:
<http://www.archivos.ujat.mx/dacb/historial%20de%20eventos/2006/catalisis%20heterogenea/c5.pdf> <Consulta: diciembre 2015>.
24. Aguila, F. G., (Diciembre 2010) *Tesis Doctoral "Estudio y Caracterización de catalizadores de Cu soportado y su aplicación en las reacciones de oxidación de CH₄ y CO"*. Obtenido de Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas:
http://repositorio.uchile.cl/tesis/uchile/2010/cf-aguila_ga/pdfAmont/cf-aguila_ga.pdf <Consulta: Septiembre 2016>.
25. Cuevas, R. (Marzo 2009). *Métodos de Preparación de catalizadores sólidos*. Obtenido de Facultad de Química de la UNAM:
http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/Perparacion_7191.pdf
<Consulta: noviembre: 2015>.
26. Gómez A. (2015) *Técnica de deposición química en fase vapor (CVD)*. Obtenido del Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid, Consejo Superior de Investigaciones Científicas:
<http://www.icmm.csic.es/fis/espa/cvd.html> <Consulta: noviembre 2015>.
27. Hampden-Smith, M.J., et Al. (1995), *Chemical Vapor Deposition of metals: Part. 1, P8*.

28. O. Levenspiel., (1987) *El minilibro de los reactores químicos*, Capítulo 1: Introducción a los reactores químicos de fase única, Editorial Reverté, S.A. de C.V., ISBN 84-291-73-39-0, Pág. 1.1-1.12.
29. H. Scott Fogler, (2001) *Elementos de Ingeniería de las Reacciones Químicas*, Capítulo 5: Evaluación de reactores, Ed. Prentice-Hall, Inc., ISBN 0-13-531708-8. Pág. 264, 649.
30. Marzuka S., Papa, J.; *Relación oxidativa del n-Butano y su relación con el estado de oxidación del catalizador*, Tutores Académicos, Universidad Central de Caracas Venezuela. Obtenido de: <http://slideplayer.es/slide/3275396/> <Consulta: Noviembre 2017>.
31. H. Scott Fogler, (2001) *Elementos de Ingeniería de las Reacciones Químicas*, Capítulo 5: Evaluación de reactores, Ed. Prentice-Hall, Inc., ISBN 0-13-531708-8, Pág. 786.
32. Hughesy, A. (2007). *Fluidized bed reactor graphic*. Obtenido de: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Fluidized_Bed_Reactor_Graphic.JPG#/media/File:Fluidized_Bed_Reactor_Graphic.svg <Consulta: 2015>.
33. L. Alvarado, (2014) *Tesis Doctoral "Direct conversión of ethene to propene on Ni-Aluminio-Mesostructured catalysts: synthesis, characterization and catalytic testing"*. Obtenido de Otto Von Guericke Universität Magdeburg.
34. E. Avila, (2012) *Tesis de Licenciatura "Deposición Química de Vapor de Óxidos de Cobre sobre Fibra de Vidrio"*. Obtenido de Universidad Autónoma de Zacatecas.
35. Hoja de Seguridad, Aluminato de Sodio, http://www.quimicapima.com/pdf/Aluminato_de_sodio_HDS.pdf <Consulta: Enero 2018>.
36. Hoja de Seguridad del Hidróxido de Tetrabutilamonio, [https://fagron.com/sites/default/files/document/msds_coa/2052-49-5_\(AR\).pdf](https://fagron.com/sites/default/files/document/msds_coa/2052-49-5_(AR).pdf) <Consulta: Enero 2018>.
37. Hoja de Seguridad del Bromuro de Cetiltrimetilamonio, http://www.karal.com.mx/admin/seguridad/uploads/BROMURO%20E%20CETIL%20TRIMETIL%20AMONIO_HsVen001%20Hoja%20de%20datos%20de%20seguridad.pdf <Consulta: Enero 2018>.

ANEXOS

A. - Documentos presentados en:

X Jornadas de Ciencias Químicas 2017

SÍNTESIS DE CATALIZADORES DE ÓXIDOS DE COBRE SOBRE MATERIALES AL-MCM-41 POR MEDIO DE LA TÉCNICA DE DEPOSICIÓN QUÍMICA DE VAPOR EN UN REACTOR DE LECHO FIJO Y UNO FLUIDIZADO

*Rosales Bañuelos^a * Edna Gabriela, López Gaona^b Jesús Alejandro, Villamil Aguilar^b Ruth Patricia, Tzompantzi Morales^b Francisco Javier, Alvarado Perea^a Leo.*

^aUnidad Académica de Ciencias Químicas-Maestría en Ciencias de la Ingeniería, Universidad Autónoma de Zacatecas, Campus UAZ Siglo XXI, Carr. Guadalajara Km. 6, Ejido La Escondida, Zacatecas, Zacatecas, 98160, MÉXICO. ^bUniversidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, Av. San Rafael Atlixco 186, Col. Vicentina, 09340, Ciudad de México., MÉXICO.

E-Mail: leoap@uaz.edu.mx

RESUMEN

Uno de los retos más importantes en la actualidad es la disminución o eliminación de emisión de gases de efecto invernadero, es por esto que la búsqueda de nuevos materiales que lleven a cabo esta tarea es de vital importancia para la comunidad científica.

La técnica de CVD ha mostrado ser una técnica efectiva para la síntesis de catalizadores debido a la alta dispersión en la fase activa que se puede alcanzar. Esta propiedad es atractiva catalíticamente. Esta propiedad junto con las características de los materiales mesoporosos del tipo MCM-41, hacen de la técnica de CVD ⁽¹⁻³⁾ un proceso atractivo para sintetizar materiales catalíticos, aunado a esto la búsqueda de una mayor interacción de los reactivos dentro del reactor por medio del proceso de fluidización nos brinda una alternativa para la mejora de las características del catalizador.

En este trabajo se realizó la síntesis de catalizadores de óxidos de cobre sobre materiales MCM-41 modificados con Al, empleando un reactor L de lecho fijo y otro fluidizado, y como precursor metálico acetilacetato de cobre (II). Se empleó N₂ como gas de arrastre y O₂ como reactivo. Los materiales se caracterizaron empleando los métodos de fisiorción de nitrógeno y difracción de rayos X. Con base a los resultados obtenidos, se determina que la estructura de los materiales MCM-41 se mantiene sin modificaciones importantes después de realizar el tratamiento de CVD debido a que se mantiene la histéresis característica, lo cual muestra que este proceso es adecuado para la preparación de catalizadores de óxidos de cobre sobre materiales mesoporosos del tipo MCM-41, además se determinó que para ese reactor de lecho fluidizado se utilizarán como condiciones de operación una granulometría de mesh #100, flujo de gas de 90ml/min y una carga de 0.1g de soporte se alcanzar una altura de fluidización de 2cm.

REFERENCIAS

1. Catalisis Heterogenea. Universidad Juárez Autónoma de Tabasco (Diciembre 2015). 2. Aguila, F. G., Tesis Doctoral "Estudio y Caracterización de catalizadores de Cu soportado y su aplicación en las reacciones de oxidación de CH₄ y CO". Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas (2010). 3. Cuevas, R., Métodos de Preparación de catalizadores sólidos Facultad de Química de la UNAM (2009).

SÍNTESIS DE CATALIZADORES DE ÓXIDOS DE COBRE SOBRE MATERIALES AL-MCM-41 POR MEDIO DE LA TÉCNICA DE DEPOSICIÓN QUÍMICA DE VAPOR EN UN REACTOR DE LECHO FIJO Y UNO FLUIDIZADO



Rosales Bañuelos^a, Edna Gabriela, López Gaona^b, Jesús Alejandro, Villamil Aguilar^b, Ruth Patricia, Tzompantzi Morales^b, Francisco Javier, Alvarado Perea^a, Leo.

^a Unidad Académica de Ciencias Químicas-Posgrado en Ciencias de la Ingeniería, Universidad Autónoma de Zacatecas, Campus UAZ, Siglo XXI, Carr. Guadalajara Km. 6, Ejido La Escondida, Zacatecas, Zacatecas, 98160, MÉXICO.
^b Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, Av. San Rafael Atlixo 186, Col. Vicentina, 09340, México DF., MÉXICO
 E-Mail: leoap@uaz.edu.mx



RESUMEN

Uno de los retos más importantes en la actualidad es la disminución o eliminación de emisión de gases de efecto invernadero, es por esto que la búsqueda de nuevos materiales que lleven a cabo esta tarea es de vital importancia para la comunidad científica.

La técnica de CVD ha mostrado ser una técnica efectiva para la síntesis de catalizadores debido a la alta dispersión en la fase activa que se puede alcanzar. Esta propiedad es atractiva catalíticamente. Esta propiedad junto con las características de los materiales mesoporosos del tipo MCM-41, hacen de la técnica de CVD (^{1,2}) un proceso atractivo para sintetizar materiales catalíticos, aunado a esto la búsqueda de una mayor interacción de los reactivos dentro del reactor por medio del proceso de fluidización nos brinda una alternativa para la mejora de las características del catalizador.

En este trabajo se realizó la síntesis de catalizadores de óxidos de cobre sobre materiales MCM-41 modificados con Al, empleando un reactor L de lecho fijo y otro fluidizado, y como precursor metálico acetilacetato de cobre (II). Se empleó N₂ como gas de arrastre y O₂ como reactivo. Los materiales se caracterizaron empleando los métodos de fisiorción de nitrógeno y difracción de rayos X. Con base a los resultados obtenidos, se determina que la estructura de los materiales MCM-41 se mantiene sin modificaciones importantes después de realizar el tratamiento de CVD debido a que se mantiene la histéresis característica, lo cual muestra que este proceso es adecuado para la preparación de catalizadores de óxidos de cobre sobre materiales mesoporosos del tipo MCM-41, además se determinó que para ese reactor de lecho fluidizado se utilizarán como condiciones de operación una granulometría de mesh #100, flujo de gas de 90ml/min y una carga de 0.1g de soporte se alcanzar una altura de fluidización de 2cm.

INTRODUCCIÓN

El efecto invernadero es el producido cuando determinados gases componentes de la atmósfera planetaria retienen una parte de la energía que el suelo emite después de ser calentado por los rayos provenientes del sol, haciendo que esta energía regrese al espacio exterior.

Una de las reacciones actuales más importantes a nivel mundial es la reacción de oxidación parcial, debido a que utiliza agentes oxidantes de forma estequiometría y genera como subproducto una gran cantidad de óxidos de nitrógeno, principales contribuyentes del efecto invernadero, es por esto que se buscan disminuir las emisiones de este gas; un ejemplo de este tipo de reacción es la que se lleva a cabo para la producción de ácido adipico (precursor del Nylon), mediante la oxidación parcial de ciclohexano (Figura 1)⁴.

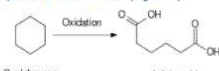


Figura 1. Reacción de producción de ácido adipico.

El ácido adipico es el más importante ácido dicarboxílico: anualmente se producen unos 2,500 millones de kilogramos de este polvo blanco cristalino.

El proceso de oxidación parcial de ciclohexano produce una importante cantidad contaminantes, por lo que el estudio de procesos amigables al medio ambiente se vuelve necesario. En este sentido, una propuesta para la disminución en la emisión de óxidos de nitrógeno producto de esta reacción es la utilización de catalizadores de óxidos de cobre.

Dentro de anteriores estudios realizados en el grupo de trabajo la incorporación de óxidos de cobre, se ha utilizado un reactor de lecho fijo, utilizando como técnica de preparación CVD y como soporte catalítico se ha utilizado fibra de vidrio; sin embargo la dispersión del mismo que se ha obtenido ha sido muy baja, es por esto que la utilización de un soporte con mejores cualidades como lo es el MCM-41 promete potenciar las características de este catalizador.

METODOLOGÍA

Síntesis del Catalizador en el Reactor de Lecho Fijo.

Mediante la utilización de un reactor L de lecho fijo (Figura 2) con un diámetro de 6mm, adaptado a un sistema de calentamiento de 2 secciones (sublimación y deposición), se realiza el precalentamiento de las muestras a una temperatura de 190°C en la zona de sublimación y 300°C en la zona de deposición por 90 min utilizando como gas de arrastre nitrógeno. Posteriormente se inserta el Acetilacetato de Cobre II dentro del reactor y se prosigue con el proceso de reacción dentro del mismo por 60 min.

Instalación y caracterización del Reactor de Lecho Fluidizado.

Con la finalidad de incrementar la interacción de los reactivos dentro del sistema de reacción en el lecho fijo se realizó la instalación y caracterización de un reactor de lecho fluidizado para obtener mayor dispersión de metal sobre la superficie del soporte catalítico, para lo cual se llevó a cabo la conexión de los equipos auxiliares del sistema de reacción, para posteriormente obtener la granulometría, la masa de soporte y flujo necesario para poder llevar a cabo la fluidización dentro del reactor.



Figura 2. Sistema de Reacción Lecho Fluidizado

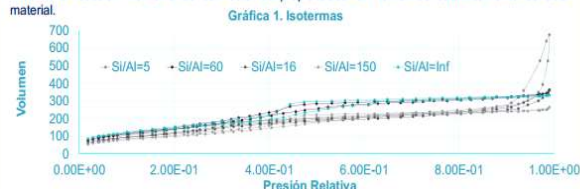


Figura 3. MCM-41 antes y después de la reacción de deposición

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

De la caracterización de los materiales preparados en el reactor de lecho fijo se puede observar a través de las isotermas de la Gráfica 1 que sí existe la formación de histéresis característica de los materiales de tipo MCM-41.

De mismo modo se puede observar que existe una disminución considerable en el volumen de la muestra debido a la saturación de los poros, por lo que en posteriores experimentos se utilizará Al-MCM-41 para garantizar la presencia de Al pero sin interferir en la deposición del metal sobre la superficie catalítica; además que al realizar la caracterización de las mismas utilizando la técnica de XDR Gráfica 2 se observa que los picos característicos de la estructura MCM-41 no se modifican durante la reacción manteniendo con esto las propiedades tan llamativas catalíticamente de este material.



Para el reactor de lecho fluidizado una vez llevada a cabo la instalación y realizadas las pruebas experimentales para la obtención de las condiciones de operación del reactor de lecho fluidizado se obtiene que para que este pueda llegar a fluidizar se requiere de una granulometría de mesh #100 y para que se pueda fluidizar considerando un flujo de gas de 90ml/min con una carga de 0.1g de soporte se alcanza una altura de fluidización de 2cm.

Tabla 1. Resultados de experimento para obtener la relación de masa y granulometría

mesh	Masa (mg)	flujo (ml/s)		Diferencia
		entrada	salida	
75	500	31.0	28.8	1.85
	250	30.4	26.8	3.21
	100	28.7	27.0	1.43
100	500	29.0	27.9	0.81
	250	30.3	29.1	0.8
	100	29.5	29.9	0.28
150	500	27.8	29.5	2
	250	28.0	28.1	0.395
	100	29.8	29.4	1.63
200	500	29.0	28.9	1.74
	250	29.3	29.6	0.61
	100	28.4	28.6	1.44

CONCLUSIONES

Se pudo determinar que al realizar la deposición de Cu sobre Al-MCM-41 no existe pérdida del área superficial del soporte, dando pie a mejorar la eficiencia del catalizador una vez que se hagan pruebas catalíticas a comparación de los materiales utilizados anteriormente; se pudo además determinar que la relación ideal de trabajo es la que tiene relación Si/Al=60 ya que favorece la deposición de cobre sin saturar los poros de material.

Una vez que se ponga en marcha el sistema de reacción de lecho fluidizado con las condiciones ya se determinaron se podrá incrementar la dispersión de cobre sobre el Al-MCM-41.

REFERENCIAS

- Catalisis Heterogénea. Universidad Juárez Autónoma de Tabasco (Diciembre 2015).
- Aguila, F. G., Tesis Doctoral "Estudio y Caracterización de catalizadores de Cu soportado y su aplicación en las reacciones de oxidación de CH₄ y CO". Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas (2010).
- Cuevas, R., Métodos de Preparación de catalizadores sólidos Facultad de Química de la UNAM (2009).
- Valtierra, M., Ramírez, J. O., Reyes, J. A., (2003). Oxidación de ciclohexano sobre películas de CuO depositado químicamente en fibra de vidrio. Revista Mexicana de Ingeniería Química Vol.2, Pág. 21-28.



UNAM

UNICAZ



LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ZACATECAS
"Francisco García Salinas"
A TRAVÉS DE LA UNIDAD ACADÉMICA DE CIENCIAS QUÍMICAS

FOLIO:
1927



OTORGA LA PRESENTE

CONSTANCIA

EDNA GABRIELA ROSALES BAÑUELOS

A:

Por su valiosa ASISTENCIA a las "X Jornadas de Ciencias Químicas",
en el marco del 54 Aniversario de la Unidad Académica de Ciencias Químicas,
con un valor curricular de 25 horas crédito, llevado a cabo en las instalaciones de la
Universidad Autónoma de Zacatecas.

Zacatecas, Zac., 01 de Septiembre de 2017

Dr. Jorge Luis Ayala Leyón
Director UACQ



FORMANDO PROFESIONALES DE LA QUÍMICA
"UN PILAR DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA
EN ZACATECAS"

B. - Documentos presentados en:

XV Congreso Mexicano de Catálisis,
VI Congreso Internacional 2017

Síntesis de Catalizadores de Óxidos de Cobre sobre Materiales Al-MCM-41 por medio de la Técnica de Deposición Química de Vapor

Edna Gabriela Rosales Bañuelos^{a}, Jesús Alejandro López Gaona^b, Ruth Patricia Villamil Aguilar^b, Francisco Javier Tzompantzi Morales^b, Leo Alvarado Perea^a*

*^aUnidad Académica de Ciencias Químicas-Maestría en Ingeniería, Universidad Autónoma de Zacatecas, Campus UAZ Siglo XXI, Carr. Guadalajara Km. 6, Ejido La Escondida, Zacatecas, Zacatecas, 98160, MÉXICO. ^bUniversidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, Av. San Rafael Atlixco 186, Col. Vicentina, 09340, Ciudad de México., MEXICO
E-Mail: leoap@uaz.edu.mx*

Resumen

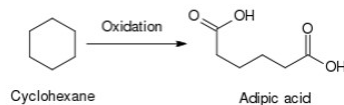
La deposición química de vapor (CVD) es una técnica de síntesis de catalizadores que nos ofrece la posibilidad de sintetizar materiales con propiedades catalíticas atractivas para diversas aplicaciones. Una de las características del proceso CVD es el producir catalizadores con una alta dispersión de la fase activa. Esta propiedad junto con las características de los materiales MCM-41, hacen de la técnica de CVD un proceso atractivo para sintetizar materiales catalíticos.

En este trabajo se realizó la síntesis de catalizadores de óxidos de cobre sobre materiales MCM-41 modificados con Al. Los materiales Al-MCM-41 se prepararon con diferente relación Si/Al. La CVD de cobre se llevó a cabo empleando un reactor L de lecho fijo empleando acetilacetato de cobre (II) como precursor del metal. Se empleó O₂ como gas de arrastre y reactivo. Los materiales se caracterizaron empleando los métodos de fisisorción de nitrógeno y difracción de rayos X. Con base a los resultados obtenidos, se determina que la estructura de los materiales MCM-41 se mantiene sin modificaciones importantes después de realizar el tratamiento de CVD, lo cual muestra que este proceso es adecuado para la preparación de catalizadores de óxidos de cobre sobre materiales mesoporosos del tipo MCM-41.

Introducción

Las características de un catalizador dependen de gran medida de las características de los soportes utilizados en su elaboración, ya que de éste obtendrá propiedades y afinidades diferentes al momento de reaccionar. El soporte es un material de alta área superficial que facilita la dispersión del componente activo y lo estabiliza. Uno de los soportes catalíticos de mayor interés debido a sus características estructurales es el MCM-41; dicho material está compuesto por SiO₂, es conocido por ser un material mesoporoso, que posee una estructura hexagonal plana con poros grandes en forma de canales, puede ser utilizado como catalizador o soporte catalítico, tiene un D_p entre 2-11 nm, una A_S 1000 m²/g, un V_{eso} 1.3ml/g, además que posee alta estabilidad térmica. Una de las técnicas con menor utilización en la síntesis de catalizadores y con posibilidad de generar productos de alta pureza y alto rendimiento en materiales sólidos, es la CVD [1-3]. La cual consiste en una reacción de una mezcla de gases en el interior de una cámara de vacío o reactor en la que se sublima un precursor metálico o sustrato sobre otro material, los subproductos son extraídos al exterior por medio de un gas de arrastre o por medio de vacío [4].

En el presente trabajo se busca la creación de catalizadores de óxidos de cobre para su posible utilización como propuesta para la disminución en la emisión de óxidos de nitrógeno producto de



la reacción de oxidación parcial de ciclohexano [5].

Figura 1. Reacción de oxidación parcial de ciclohexano

Por lo tanto, en este trabajo se realizó la síntesis de materiales catalíticos con base en Cu sobre materiales mesoporosos del tipo MCM-41 empleando la técnica de CVD. Se prepararon materiales Al-MCM-41 con diferente relación Si/Al. El Cu se depositó sobre estos materiales empleando un reactor L de lecho fijo y empleando acetilacetato de cobre (II). Todas las muestras se caracterizaron empleando difracción de rayos X y fisisorción de nitrógeno. El procedimiento de síntesis se detalla a continuación.

Métodos experimentales

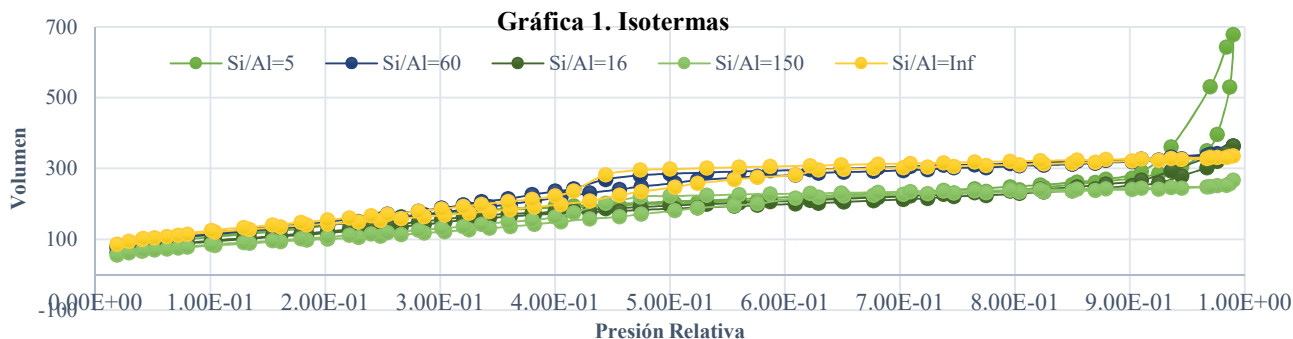
Síntesis de MCM-41 con diferentes relaciones de Al.- Los materiales MCM-41 se prepararon con diferentes relaciones Si/Al (∞ , 150, 60, 16 y 5). El procedimiento empleado para la síntesis de estos materiales esta detalladamente reportado en la referencia [6].

Síntesis de los catalizadores por CVD.- Todos los catalizadores se sintetizaron empleando un reactor L de lecho fijo de 0.6 cm de diámetro. Dicho reactor consiste de dos zonas de calentamiento, en la primera zona (zona de sublimación) se realiza la sublimación del acetilacetato de cobre (II) a una T=190 °C empleando O₂ como gas de arrastre. Esta corriente transporta al precursor hasta la zona de deposición, en donde entra en contacto con los materiales Al-MCM-41 a una T=300 °C. En esta zona se lleva a cabo la descomposición del precursor y el cobre se deposita sobre la superficie de los materiales MCM-41. Dicho procedimiento se realizó para cada uno de los materiales MCM-41 con diferente relación Si/Al. **Instalación del Reactor de Lecho Fluidizado.-** De forma paralela se está trabajando en la instalación de un reactor de lecho fluidizado para mejorar el contacto gas-sólido. Al momento se está trabajando en la obtención de parámetros tales como: granulometría, masa de soporte y flujo necesario para poder llevar a cabo la fluidización dentro del reactor.

Todas las muestras se caracterizaron empleando difracción de rayos X para polvos y fisisorción de nitrógeno.

Resultados y discusión

De la caracterización de los materiales preparados en el reactor de lecho fijo se puede observar a través de las isotermas de adsorción de nitrógeno de la *Gráfica 1* que corresponden a isotermas tipo IV características de los materiales MCM-41. La grafica muestra los catalizadores con diferente relación Si/Al. El área superficial se mantuvo en un nivel de 1000 m² g⁻¹. Por lo tanto



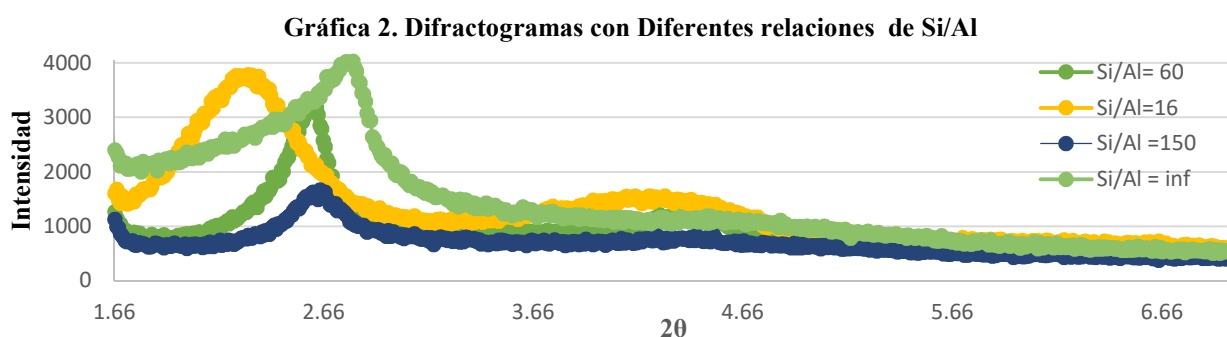
se observa que la estructura de la MCM-41 se mantuvo después de llevar a cabo el proceso de CVD.

En los difractogramas se puede observar en la **Gráfica 2** que una vez que se realiza la deposición de óxidos de cobre sobre diferentes soportes catalíticos de tipo MCM-41 con diferente relación de Si/Al siguen presentes los picos característicos de la estructura del MCM-41, por lo que esta no sufre una modificación que modifique de forma considerable sus propiedades estructurales.

Una vez realizadas las pruebas experimentales para la obtención de las condiciones de operación del reactor de lecho fluidizado se obtiene que para que este pueda llegar a fluidizar se requiere de una granulometría de mesh #100 y considerando un flujo de gas de 90ml/min con una carga de 0.1g de soporte se alcanza una altura de fluidización de 2cm.

Conclusiones

Se pudo determinar que al realizar la deposición de Cu sobre Al-MCM-41 no existe pérdida del área superficial del soporte, lo que nos da una ventaja en la utilización de estos catalizadores. Con base en los resultados obtenidos se concluye que el catalizador con mayor eficiencia es el catalizador con una relación Si/Al=60. La técnica de CVD resulta apropiada para realizar la deposición de óxidos de cobre sobre materiales mesoporosos. Una posible aplicación de estos materiales puede ser en la oxidación parcial de ciclohexano.



En el reactor de lecho fluidizado se espera mejorar el contacto sólido-gas con lo cual se obtendría una mejora en la dispersión del cobre en la superficie de la MCM.

Referencias

1. Catalisis Heterogenea. Universidad Juárez Autónoma de Tabasco (Diciembre 2015).
2. Aguila, F. G., Tesis Doctoral "Estudio y Caracterización de catalizadores de Cu soportado y su aplicación en las reacciones de oxidación de CH₄ y CO". Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas (2010).
3. Cuevas, R., Métodos de Preparación de catalizadores sólidos Facultad de Química de la UNAM (2009).
4. Gómez A., Técnica de deposición química en fase vapor (CVD). Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid, Consejo Superior de Investigaciones Científicas (2015).
5. Valtierra M., Ramírez J. Reyes, J. A., Revista Mexicana de Ingeniería Química Vol. 2 21-28 (2003).
6. L. Alvarado Perea, T. Wolff, P. Veit, L. Hilfert, F. T. Edelmann, C. Hamel, A. Seidel-Morgenstern, J. Catal. 305, 154-168 (2013).



SINTESIS DE CATALIZADORES DE ÓXIDOS DE COBRE SOBRE MATERIALES Al-MCM-41 POR MEDIO DE LA TÉCNICA DE DEPOSICIÓN QUÍMICA DE VAPOR



Rosario Barahona¹, Dora Gabriela López Guezo², Jesús Alejandro Vilcas Aguiar³, Ruth Patricia Tapscott Barahona Francisco Javier, Alvarado Perera Leo.

¹ Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Ingeniería, Av. Alameda 1075, Lima, Perú

² Instituto Tecnológico de San Marcos, Av. Alameda 1075, Lima, Perú

³ Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Ingeniería, Av. Alameda 1075, Lima, Perú

Correo electrónico: leo@unmsm.edu.pe



RESUMEN

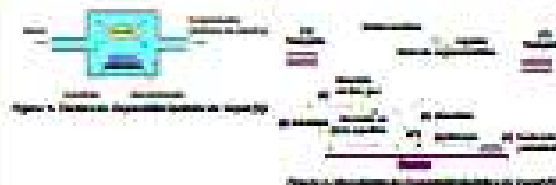
La Deposición Química de Vapor (CVD) es una técnica de síntesis de catalizadores con la cual se pueden preparar materiales con propiedades catalíticas específicas, tanto al preparar catalizadores con alta dispersión de la fase activa. Esta propiedad junto con las características de los materiales MCM-41, hacen de esta técnica un proceso atractivo científicamente. En este trabajo se realizó la síntesis de catalizadores de cobre sobre materiales MCM-41 modificados con Al. Los materiales Al-MCM-41 se prepararon con diferentes volúmenes (0%, 1 y 2) de cobre en el reactor de CVD a una temperatura de 300°C y un tiempo de 1 hora. Los catalizadores se analizaron por espectroscopía de rayos X para determinar la estructura de los materiales MCM-41 y se analizaron por espectroscopía de rayos X para determinar la estructura de los materiales MCM-41 y se analizaron por espectroscopía de rayos X para determinar la estructura de los materiales MCM-41 y se analizaron por espectroscopía de rayos X para determinar la estructura de los materiales MCM-41.

INTRODUCCIÓN

Uno de los catalizadores de mayor interés actual es con características estructurales en el MCM-41. Este material está compuesto por SiO_2 en un esqueleto poroso con un material mesoporoso, que posee una estructura hexagonal plana con poros grandes en forma de canales, puede ser utilizado como catalizador de soporte catalítico, tiene un d_p entre 50-100 nm, una d_p entre 1000-1500 m²/g. En este trabajo se realizó la síntesis de catalizadores de cobre sobre materiales MCM-41 modificados con Al.

DEPOSICIÓN QUÍMICA DE VAPOR

La Deposición Química de Vapor (CVD) es una de las técnicas más comunes utilizadas en la síntesis de catalizadores y que permite la síntesis de catalizadores de alta pureza y alta dispersión de la fase activa sobre el soporte. En la cual se utiliza un precursor metálico volátil que produce el crecimiento de la fase activa sobre el soporte en una cámara de deposición de vapor (CVD).



METODOLOGÍA

La síntesis de MCM-41 con diferentes volúmenes de Al. Los materiales MCM-41 se prepararon con diferentes volúmenes (0%, 1 y 2) de Al. Los materiales MCM-41 se prepararon con diferentes volúmenes (0%, 1 y 2) de Al. Los materiales MCM-41 se prepararon con diferentes volúmenes (0%, 1 y 2) de Al.



En este trabajo se realizó la síntesis de catalizadores de cobre sobre materiales MCM-41 modificados con Al. Los materiales MCM-41 se prepararon con diferentes volúmenes (0%, 1 y 2) de Al. Los materiales MCM-41 se prepararon con diferentes volúmenes (0%, 1 y 2) de Al.

ANÁLISIS ESTRUCTURAL Y CATALÍTICO

En la caracterización de los materiales preparados en el reactor de vapor se puede observar a través de los espectros de los difracción θ y d que corresponden a la estructura de los materiales MCM-41 antes y después de la deposición. La gráfica muestra los resultados de los análisis de difracción de rayos X para determinar la estructura de los materiales MCM-41 y se analizaron por espectroscopía de rayos X para determinar la estructura de los materiales MCM-41.



Tabla 1. Resultados de difracción de rayos X.

Muestra	MCM-41		MCM-41 + Al		MCM-41 + Al + Cu	
	2θ	d	2θ	d	2θ	d
0%	10.0	8.8	10.0	8.8	10.0	8.8
1%	10.0	8.8	10.0	8.8	10.0	8.8
2%	10.0	8.8	10.0	8.8	10.0	8.8

Se puede observar en los difracción θ y d que los materiales MCM-41 con diferentes volúmenes de Al. Los materiales MCM-41 se prepararon con diferentes volúmenes (0%, 1 y 2) de Al. Los materiales MCM-41 se prepararon con diferentes volúmenes (0%, 1 y 2) de Al.



TRABAJO A FUTURO

En el presente trabajo se realizó la síntesis de catalizadores de cobre sobre materiales MCM-41 modificados con Al. Los materiales MCM-41 se prepararon con diferentes volúmenes (0%, 1 y 2) de Al. Los materiales MCM-41 se prepararon con diferentes volúmenes (0%, 1 y 2) de Al.



CONCLUSIONES

Se puede observar que al realizar la deposición de Cu sobre MCM-41 con diferentes volúmenes de Al. Los materiales MCM-41 se prepararon con diferentes volúmenes (0%, 1 y 2) de Al. Los materiales MCM-41 se prepararon con diferentes volúmenes (0%, 1 y 2) de Al.

REFERENCIAS

1. García, P. (2010). Síntesis de catalizadores de cobre sobre materiales MCM-41 modificados con Al. Tesis de maestría. Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima, Perú.



ACADEMIA DE CATALISIS, A.C.
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS



OTORGAM: EL PRESENTE

RECONOCIMIENTO

Edna Gabriela Rosales Bañuelos, Jesús Alejandro López Gaxona,
Ruth Patricia Villamil Aguilar, Francisco Javier Tzompantzi Morales
y Leo Alvarado Perera

POR SU DESTACADA PARTICIPACIÓN COMO PONENTES DEL CARTEL

“Síntesis de Catalizadores de Óxidos de Cobre sobre Materiales Al-
MICM-41 por medio de la Técnica de Deposición Química de Vapor”

DENTRO DEL

XV CONGRESO MEXICANO DE CATALISIS VI CONGRESO INTERNACIONAL

Desarrollo Sostenible impulsado por la Catalisis
LLEVADO A CABO EN LA CIUDAD DE MONTERREY, NL., DEL 1 AL 06 DE OCTUBRE DE 2017

Alete Flammulum Veritatis
Octubre 2017

MEMBRADO DE HONOR DEL CENTRO
Dr. José Antonio de los Ríos

Amador

PRESIDENTE DE LA ACADEMIA DE CATALISIS, A.C.
Dr. Julio Aguilar Piñero






C. - Ficha de seguridad de reactivos:

ALUMINATO DE SODIO [35].

- Datos Generales de la Sustancia Química

1.- NOMBRE COMERCIAL: Aluminato de sodio 14%	2.- NOMBRE QUÍMICO: Aluminato de sodio en solución
3.- PESO MOLECULAR: 163.94 g/mol	4.- FAMILIA QUÍMICA: Sal de aluminio y sodio
5.- SINÓNIMOS: Dióxido de aluminio y sodio	6.- FÓRMULA QUÍMICA: Na ₂ Al ₂ O ₄
SECCIÓN III.- COMPONENTES RIESGOSOS	

- Componentes riesgosos

1.- % Y NOMBRE DE LOS COMPONENTES: Aluminato de sodio ≈ 14%	2.- Nº CAS: 1302-42-7	3.- Nº DE LA O.N.U.: UN-1819	4.- INMEDIATAMENTE PELIGROSO PARA LA VIDA Y LA SALUD: IPVS (IDLH): N.D.
5.- LÍMITE MÁXIMO PERMISIBLE DE CONCENTRACIÓN: 2 mg/m ³ (como aluminio)	6.- GRADO DE RIESGO		
	SALUD 3 - ALTO	INFLAMABILIDAD 0 - MÍNIMO	REACTIVIDAD 1 - BAJO
			ESPECIAL N.A.
			
TRANSPORTE	ENVASE	ALMACENAMIENTO	

- Propiedades Físicas y Químicas

1.- PUNTO DE FUSIÓN: 1650°C	2.- PUNTO DE EBULLICIÓN: 109°C
3.- PRESIÓN DE VAPOR: N.A.	4.- DENSIDAD RELATIVA: 1.53 ± 0.03 g/ml
5.- DENSIDAD RELATIVA DE VAPOR: N.A.	6.- SOLUBILIDAD EN AGUA: Miscible con el agua
7.- REACTIVIDAD EN AGUA: N.D.	8.- ESTADO FÍSICO, COLOR Y OLOR: Líquido incoloro a ámbar con olor característico.
9.- VELOCIDAD DE EVAPORACIÓN (BUTIL ACETATO = 1): N.D.	10.- PUNTO DE INFLAMACIÓN (°C): N.A.
11.- TEMPERATURA DE AUTOIGNICIÓN (°C): N. A.	12.- PORCIENTO DE VOLATILIDAD: N.D.
13.- LÍMITES DE INFLAMABILIDAD (%V/V): N.A.	14.- pH: 13.5-14

- Riesgos para la salud

MEDIOS DE EXPOSICIÓN	EFECTOS DE LA EXPOSICIÓN	PRIMEROS AUXILIOS
1.- INGESTIÓN ACCIDENTAL	Corrosivo. La ingestión puede resultar en ulceración y quemaduras de la boca y la garganta, náuseas, vómito, dolor abdominal y diarrea.	Si la víctima está consciente suministre 1 ó 2 vasos agua para diluir el material. No induzca el vómito. Mantenga la víctima semisentada y abrigada. Si la víctima está inconsciente, no suministre nada por vía oral, esté atento si se produce vómito para colocar a la víctima de lado, evitando que se ahogue con sus propios fluidos. Acuda al médico inmediatamente.
2.- CONTACTO CON LOS OJOS	Corrosivo. Irritante severo. La exposición puede ocasionar dolor, enrojecimiento, quemadura en la córnea y ulceración con posible daño permanente por contacto prolongado	Lave con agua durante 15 minutos manteniendo los párpados abiertos, se debe parpadear para lubricar el ojo. Cubra el ojo lesionado. NO aplique gotas ni ungüentos. Acuda al oftalmólogo inmediatamente.
3.- CONTACTO CON LA PIEL	Corrosivo. Irritante severo. El contacto puede ocasionar picazón, dolor, enrojecimiento, erupciones y dermatitis. El contacto prolongado puede resultar en quemaduras.	Retire la ropa y zapatos contaminados mientras se ducha, no contamine otras áreas; lave las partes afectadas con abundante agua durante 10 minutos, sin restregarse, solo deje que la corriente de agua se lleve el producto. Acuda inmediatamente al médico.
4.- INHALACIÓN	Corrosivo. Sobreexposición puede resultar en irritación de la membrana mucosa, la nariz y la garganta, tos y bronquitis. A elevadas concentraciones de polvo, puede presentarse ulceración del tracto respiratorio, daño al pulmón, neumonitis química y edema pulmonar.	Traslade de inmediato la víctima al aire fresco. Mantenga la temperatura corporal estable. Solo personal capacitado debe suministrar oxígeno en caso de dificultad respiratoria. Evite suministrar respiración boca a boca sin la debida protección. Acuda al médico de inmediato.
5.- ANTÍDOTO: N.A.		
6.- SUSTANCIA QUÍMICA CONSIDERADA COMO: CARCINOGENICA: No hay información. MUTAGÉNICA: No hay información. TERATOGÉNICA: No hay información.		
7.- INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA:	LD₅₀ (oral ratas): >5000 mg/kg	LC₅₀ (inhalación ratas): N.D.

- Equipo de Protección Personal

<p>CONTROLES DE INGENIERÍA: Regaderas de emergencia y lavajos deben estar cerca de los lugares donde se maneja esta solución. No coma o beba en las áreas de trabajo. Lave las manos después de la rutina de trabajo y antes de comer o beber alimentos.</p> <p>PROTECCIÓN DE LOS OJOS Y EL ROSTRO: Es recomendable utilizar monogafas de seguridad con sello en el contorno de la cara</p> <p>PROTECCIÓN DE PIEL: Se recomienda utilizar ropa protectora en materiales sintéticos de tal forma que prevenga el contacto con la piel (ejemplo: prendas en PVC). Se recomienda utilizar guantes de caucho nitrilo, caucho natural o neopreno.</p> <p>PROTECCIÓN RESPIRATORIA: Se recomienda la utilización de máscara con filtros de gases ácidos, aprobados por NIOSH/MSHA, en ambientes poco ventilados y/o muy contaminados (concentraciones superiores a 10X el TLV); en áreas con concentraciones superiores debe utilizarse línea de aire.</p> <p>PROTECCIÓN EN CASOS DE EMERGENCIA: Traje completo, botas, guantes de hule y equipo de respiración autónomo.</p>

HIDRÓXIDO de TETRABUTILAMONIO [36].

- Datos Generales de la Sustancia Química

· Información sobre propiedades físicas y químicas básicas	
· Datos generales	
· Aspecto:	
Forma:	Sólido
Color:	Transparente
Olor:	Característico
· Cambio de estado	
Punto de fusión /campo de fusión:	27-30 °C
Punto de ebullición /campo de ebullición:	Indeterminado.
· Punto de inflamación:	11 °C
· Inflamabilidad (sólido, gaseiforme):	La sustancia no es inflamable.
· Peligro de explosión:	El producto no es explosivo.
· Densidad a 20 °C:	0,79 g/cm ³
· Solubilidad en / miscibilidad con agua:	Soluble.
· Información adicional	No existen más datos relevantes disponibles.

- Componentes Riesgosos

- Clasificación de la sustancia o de la mezcla
- Clasificación con arreglo al Reglamento (CE) n° 1272/2008



corrosión

Skin Corr. 1B H314 Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves.

- Clasificación con arreglo a la Directiva 67/548/CEE o Directiva 1999/45/CE



C: Corrosivo

R34: Provoca quemaduras.

- Reactividad
- Estabilidad química
- Descomposición térmica / condiciones que deben evitarse: No se descompone al emplearse adecuadamente.
- Posibilidad de reacciones peligrosas No se conocen reacciones peligrosas.
- Condiciones que deben evitarse No existen más datos relevantes disponibles.
- Materiales incompatibles: No existen más datos relevantes disponibles.
- Productos de descomposición peligrosos: No se conocen productos de descomposición peligrosos.

- Riesgos para la Salud

- Información sobre los efectos toxicológicos
- Toxicidad aguda:
- Efecto estimulante primario:
- en la piel: Efecto cáustico en la piel y las mucosas.
- en el ojo: Fuerte efecto cáustico
- Sensibilización: No se conoce ningún efecto sensibilizante.
- Indicaciones toxicológicas adicionales:
La ingestión produce un fuerte efecto cáustico en la boca y la faringe, así como el peligro de perforación del esófago y del estómago.

- EPP

El material del guante deberá ser impermeable y resistente al producto / sustancia / preparado.
Ante la ausencia de tests específicos, no se puede recomendar ningún material específico para guantes de protección contra el producto / preparado / mezcla de sustancias químicas.

· Protección de manos:



Guantes de protección

La elección del guante adecuado no depende únicamente del material, sino también de otras características de calidad, que pueden variar de un fabricante a otro.

Tiempo de penetración del material de los guantes

El tiempo de resistencia a la penetración exacto deberá ser pedido al fabricante de los guantes. Este tiempo debe ser respetado.

Protección de ojos:



Gafas de protección herméticas

- Primeros Auxilios

- Instrucciones generales: Quitarse de inmediato toda prenda contaminada con el producto.
- En caso de inhalación del producto:
Las personas desmayadas deben tenderse y transportarse de lado con la suficiente estabilidad.
- En caso de contacto con la piel: Lavar inmediatamente con agua y jabón y enjuagar bien.
- En caso de con los ojos:
Limpiar los ojos abiertos durante varios minutos con agua corriente y consultar un médico.
- En caso de ingestión: Beber mucha agua a respirar aire fresco. Solicitar asistencia médica inmediatamente.
- Indicaciones para el médico:
- Principales síntomas y efectos, agudos y retardados No existen más datos relevantes disponibles.
- Indicación de toda atención médica y de los tratamientos especiales que deban dispensarse inmediatamente
No existen más datos relevantes disponibles.


BROMURO DE CETILTRIMETILAMONIO [37].

- Datos Generales de la Sustancia Química

Nombre químico	Hexadeciltrimetilamonio bromuro
Nombre comercial	cetiltrimetilamonio bromuro,
Sinónimos	Cetab, centimide, bromuro de cetrimonio
Familia química	Sales cuaternarias de amonio
Catálogo KARAL	3027
: Otros datos:	
Fórmula	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}$

- Componentes riesgosos

Clasificación de los grados de riesgo:			
Código de colores		N.F.P.A	
Salud	2 (moderado)	Salud	2 (moderado)
Inflamabilidad	1 (ligero)	Inflamabilidad	1 (ligero)
Reactividad	1 (ligero)	Reactividad	0 (nulo)
Contacto	2 (moderado)	Riesgo específico	ninguno

Elementos de las etiquetas del SGA (Sistema Globalmente Armonizado de Clasificación y Etiquetado de Productos Químicos), incluidos los consejos de prudencia	
Pictograma	

- Propiedades Físicas y Químicas

Temperatura de ebullición (°C)	235
Temperatura de fusión (°C)	237 - 243
Apariencia	Polvo
Densidad relativa (AGUA=1)	No se encontró información
Peso molecular	364.45
Estado físico	Sólido
Color	Blanco
Olor	Ligero amina
PH solución acuosa 0.1M a 25 °C	No se encontró información
Solubilidad en el agua	Soluble


- Riesgos a la Salud

1a. PARTE		EFFECTOS A LA SALUD
Por exposición aguda:		
A) Ingestión accidental	Tóxico. Nocivo si se ingiere. Causa irritación del tracto gastrointestinal. Los síntomas pueden ser náuseas, vómitos y diarrea.	
B) Inhalación	Causa irritación del tracto respiratorio con síntomas como tos, falta de respiración.	
C) Piel (contacto y absorción)	Causa irritación de la piel. Los síntomas incluyen enrojecimiento, prurito y dolor. Se puede absorber a través de la piel con posibles efectos sistémicos	
D) Ojos	Causa irritación, enrojecimiento y dolor.	
Sustancia química considerada como:		
Cancerígena	No	
Teratogénica	No	
Mutagénica	No	
STPS (NOM-010-STPS)	No	
Información complementaria	Ha sido investigado como causante de efectos reproductivos.	
Rata oral LD50	410 mg / kg.	
Ojo de conejos	450 mg	

- EPP

SECCION IX		Protección especial
EQUIPO DE PROTECCION PERSONAL		
Respiratoria	Mascarilla contra polvos.	
Manos	Guantes de neopreno o PVC.	
Ojos	Lentes y/o goggles.	
Cuerpo	Use guantes y botas adecuados.	
Ventilación	Se recomienda ventilación de escape local. Para la instalación de extractores de techo se debe considerar la dirección de los vientos predominantes.	

- Primeros Auxilios

2a. PARTE		EMERGENCIA Y PRIMEROS AUXILIOS
Contacto con los ojos	Lavar inmediatamente con gran cantidad de agua por lo menos durante 15 minutos.	
Contacto con la piel	Lavar inmediatamente con gran cantidad de agua por lo menos durante 15 minutos, quitar ropa y calzado y lavar antes de volver a utilizar.	
Ingestión	Induzca el vomito inmediatamente.	
Inhalación	Colocar a la persona al aire fresco, en caso de que no respire proporcionar respiración artificial y si respira con dificultad administrar oxígeno.	
 En todos los casos obtener atención médica inmediata.		

SILICA FUMED [38].

- Datos Generales de la Sustancia Química

Estado Físico:	Amorfo polvo de submicrón – el polvo tiene una tendencia de acumularse		
Color:	Enciende el color gris al color gris medio	Olor:	Ninguno
Punto de fusión:	1200°C - 1300°C*	Gravedad Específica:	2.2 – 2.50
pH:	6.0 to 9.0		Echar agua = 1.0
Solubilidad en el Echar agua:	Insoluble	Tamaño de Partículas:	Aproximadamente 0.4 µm
Densidad de Bulto:	Aproximadamente 8 to 45 lb/ft ³ or 128-720 kg/m ³		
Solventes de Solubilidad:	Insoluble a ligeramente soluble en solventes orgánicos		

*La temperatura de punto de fusión es el dependiente en el tipo de la sílice amorfa así como la fuente.

- Componentes Riesgosos

Estabilidad Química: estable; no reaccionará con el echar agua
Incompatibilidad: el humo de sílice es soluble en el ácido hydrofluoric (HF).
Descomposición: Calefacción en temperaturas encima 500 ° C (930 ° F) ya que los periodos de tiempo prolongados convertirán la sílice amorfa a fases cristalinas.

El Humo de Sílice es el no combustible aun cuando en una nube de polvo y no presenta ningún peligro de explosión. - N / A - No Aplicable			
Punto de inflamación:	N/A	Método Usado:	N/A
Extinción de Medios:	N/A	Potencial de Explosión:	Ninguno
Procedimientos Contra Incendios Especiales:	Ninguno	Limites Inflamables:	Ninguno

- Propiedades Físicas y Químicas

La Calefacción de Humo de Sílice en temperaturas encima 500 ° C (930 ° F) ya que los periodos de tiempo prolongados convertirán la sílice amorfa a las fases cristalinas Cristobalite y Tridymite que puede causar la silicosis. Las temperaturas aumentadas aumentarán el precio de formación de estas fases.

El Humo de Sílice es generalmente considerado un polvo de fastidio de la toxicidad baja. El uso y el manejo del Humo de Sílice no representan un riesgo de salud cuando las reglas de seguridad normales son observadas. El Humo de Sílice cuando manejado y almacenado de acuerdo con este documento con poca probabilidad causará efectos dañosos. Es posible para el Humo de Sílice para contener cantidades de rastro (<el 0.05 %) de la sílice cristalina, que ha sido mostrada para causar la silicosis, y ha sido identificada por IARC y NTP como un cancerígeno humano posible.

Ruta (s) de Entrada: **Inhalación:** Sí **Piel:** No **Ingestión** N/A **Ojos:** Sí

Toxicidad aguda y Crónica:

Inhalación: Puede causar toses y falta de aliento.
Ingestión: No recomendado. Ningunos efectos adversos conocidos.
Ojos: Puede irritar ojos.
Piel: No absorbido por piel. La exposición de piel prolongada puede causar irritación, secando o abrasiones, sobre todo cuando mojado.

- Riesgos para la Salud

A. Efectos Agudos: Ningunos datos disponibles

Inhalación:	El polvo de Humo de Sílice aerotransportado generado por el uso o el manejo de este producto puede causar la irritación respiratoria
Ingestión:	El polvo de Humo de Sílice puede irritar y deshidratar la garganta y la boca
Contacto de Ojo:	El polvo de Humo de Sílice puede causar la irritación de ojo y la sequedad
Contacto de Piel:	El polvo de Humo de Sílice puede causar la irritación de piel expuesta y la sequedad

B. Efectos Crónicos:

El Humo de Sílice es generalmente considerado un polvo de fastidio de la toxicidad baja por consiguiente se piensa que ello plantea el riesgo mínimo de la fibrosis pulmonar (silicosis). Evite la exposición prolongada a concentraciones de polvo de humo de sílice encima de los límites de exposición recomendados, a menos que el equipo protector sea usado.

Es posible para el Humo de Sílice para contener cantidades de rastro (<el 0.05 %) de la sílice cristalina, que ha sido mostrada para causar la silicosis, y ha sido identificada por IARC y NTP como un cancerígeno humano posible.

- Medidas de Primeros Auxilios

De Ser derramado:	Coleccione métodos de utilización que minimizan la creación del polvo aerotransportado. Se recomienda que la limpieza de vacío de eficacia alta recupere el material derramado. Lugar en contenedor conveniente para reciclaje o disposición.
Seguridad Personal:	Observe salud y medidas de seguridad. Refiérase a la Sección IX.
Eliminación de desperdicios:	Elimine de acuerdo con regulaciones Federales, Estatales y Locales aplicables.
Inhalación:	Si inhalado al exceso quitan la persona expuesta a un área ventilada o aire fresco.
Contacto de Piel:	Lave la piel con el echar agua y jabón suave.
Ingestión:	Obtenga primeros auxilios o asistencia médica inmediatamente.
Contacto de Ojo:	Los ojos de rubor con el agua y con cuidado aclaran bajo los párpados. Obtenga la asistencia médica, de ser necesario.

- Equipo de Protección Personal

Protección Respiratoria:	Use 42 CFR 84 NIOSH/MSHA respiradores aprobados cuando las concentraciones aerotransportadas igualan o exceden el Límite de Exposición permisible
Protección de Piel:	los Guantes son recomendados
Protección de Ojo:	Use anteojos de seguridad con escudos de lado. Si el potencial para la exposición a partículas (polvo aerotransportado) que podría causar la herida mecánica al ojo lleva puestos anteojos de seguridad