

5

SÍNTESIS DE  
CATALIZADORES DE  
NANOPARTÍCULAS  
DE PLATINO  
E IRIDIO  
SOPORTADAS EN  
COMPUESTOS DE  
ÓXIDO DE CERIO  
IMPURIFICADOS  
CON RUTENIO  
( $\text{Ce}_{1-x}\text{Ru}_x\text{O}_2$ )  
MEDIANTE LA  
TÉCNICA DE  
IMPREGNACIÓN  
HÚMEDA  
INCIPIENTE

# Síntesis de catalizadores de nanopartículas de Platino e Iridio soportadas en compuestos de óxido de cerio impurificados con rutenio ( $\text{Ce}_{1-x}\text{Ru}_x\text{O}_2$ ) mediante la técnica de impregnación húmeda incipiente

*Edson González Arredondo<sup>1</sup>, Ricardo Rangel Segura<sup>2</sup>, Pascual Bartolo Pérez<sup>3</sup>*

*<sup>1</sup>Estudiante del Programa de Doctorado en Ciencias en Ingeniería Química, División de estudios de posgrado, Facultad de Ingeniería Química, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Morelia, Michoacán, México.*

*<sup>2</sup>División de estudios de posgrado, Facultad de Ingeniería Química, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Morelia, Michoacán, México.*

*<sup>3</sup>Departamento de Física Aplicada, CINVESTAV-Unidad Mérida, Mérida, Yucatán,*

## Resumen

Los óxidos de tierras raras presentan excepcionales propiedades luminiscentes, magnéticas y electrónicas, esto debido a su estructura electrónica. El óxido de cerio ( $\text{CeO}_2$ ) es de gran importancia en los procesos de oxidación catalítica debido a su habilidad para cambiar su estado de reducido a oxidado, y viceversa, esto como resultado directo de los cambios en la concentración de oxígeno en la fase gaseosa [1].

Si se estudia su capacidad para almacenar oxígeno, puede decirse que el óxido de cerio actúa como una bomba de oxígeno, proporcionándolo cuando su concentración baja, y almacenándolo en condiciones de alta concentración, dando lugar a las condiciones para la oxidación en los sistemas catalíticos. [2] Se encuentra de forma natural como cerianita, la cual presenta una estructura cristalina cúbica simple centrada en las caras (FCC, por sus siglas en inglés) (Figura 1).

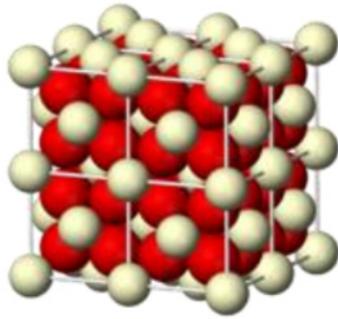


Figura 1. Estructura cristalina centrada en las caras del  $CeO_2$ .

## 1. Síntesis hidrotérmica asistida por microondas

Desde el descubrimiento de los nanotubos de carbón por Iijima [3], el campo de los materiales se ha conducido al desarrollo de materiales tubulares a nanoescala con novedosas propiedades que son relevantes para la industria de la nanoelectrónica[4].

Existen métodos muy variados para la síntesis de nanomateriales, sin embargo, los avances tecnológicos han permitido el uso de técnicas o procedimientos con características y ventajas muy por encima de los métodos convencionales. Uno de estos métodos es el tratamiento hidrotérmico asistido por microondas, el cual tiene varias ventajas: la obtención de un producto altamente cristalino y homogéneo a una temperatura relativamente baja ( $< 150^{\circ}C$ ) [5]; esto

favorece que las partículas no se aglomeren en formaciones de gran tamaño (reduciendo el área superficial expuesta), así como el control de la morfología.[6].

El procedimiento para la obtención de los soportes de óxido de cerio impurificados con rutenio consistió en disolver los precursores en agua destilada y una solución de PVP, un agente surfactante, agitando durante 2 horas hasta la formación de un gel, posteriormente se siguió la reacción de síntesis utilizando un horno de microondas Synthos 300 de la marca Anton Paar. Una vez obtenido el producto, se sometieron a lavados sucesivos y secados a  $120^{\circ}C$ , se calcinaron y se molieron hasta obtener polvos de tamaño fino, inferior a 100 mallas. (Figura 2).



Figura 2. Proceso de síntesis de los soportes catalíticos de  $CeRuO$ .

## 2. Procedimiento de impregnación.

Después de obtenidos los soportes catalíticos se procedió a realizar su impregnación con nanopartículas metálicas utilizando el método de depósito por reflujo, que es una modificación de la impregnación húmeda incipiente (Figura 3). El procedimiento consiste en disolver el precursor de platino en agua destilada, después se mezclaron con la solución del soporte catalítico en agua destilada. Se agitó mecánicamente durante 12 horas a 85°C.



Figura 3. Sistema utilizado para realizar la impregnación húmeda incipiente del Platino.

## 3. Resultados

Se muestran a continuación algunas imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido de los soportes catalíticos sin depósito de partículas (Figura 4). Puede apreciarse

la formación de partículas en forma de hojuelas en pequeñas aglomeraciones con un tamaño aproximado de 1 micra, en las cuales también se puede apreciar una gran cantidad de porosidades.

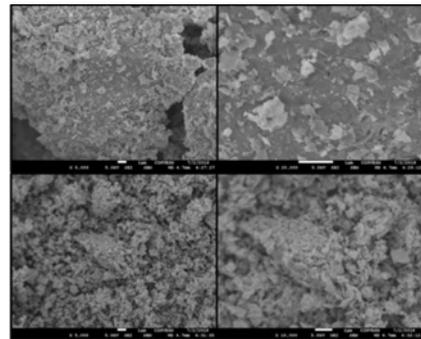


Figura 4. Micrografías de MEB obtenidas a distintas magnificaciones de  $CeO_2$  con PVP como agente surfactante.

Además, se logró demostrar la obtención de la fase cristalina característica del soporte catalítico de óxido de cerio impurificado con rutenio mediante la técnica de difracción de rayos X (DRX) (Figura 5).

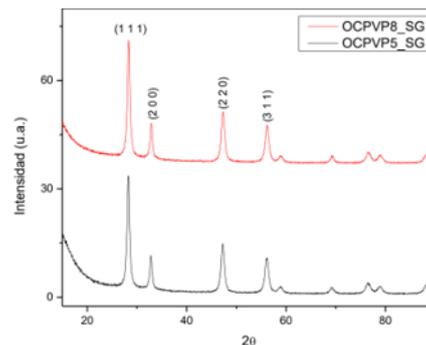


Figura 5. Patrones de difracción de rayos X correspondientes al  $Ce_{1-x}Ru_xO_2$ .

## 4. Conclusiones.

Es posible la obtención de estructuras estables de óxido de cerio impurificadas con rutenio utilizando un método hidrotérmico asistido por microondas, para su utilización como soportes catalíticos para nanopartículas de platino. De este modo se busca reducir el tiempo de síntesis y encontrar la forma de aplicarlo a alguna reacción de oxidación catalítica probando su actividad en tiempo real.

## Agradecimientos

Agradecemos a la Red de Energía Solar por el apoyo económico brindado para la realización de la estancia. A los investigadores del Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN-Unidad Mérida, en especial al Dr. Pascual Bartolo Pérez por su invitación a realizar la estancia de investigación. A la Dra. Patricia Quintana por la ayuda brindada en el uso de equipos en el Departamento de Física Aplicada, al técnico Daniel H Aguilar.

Los análisis de microscopía electrónica de barrido fueron realizados por el Ing. Wilian Javier Cauch en el Laboratorio Nacional de Nano y Biomateriales, Cinvestav-IPN; financiado por los proyectos FOMIX: Yucatán 2008-108160, CONACYT LAB-2009-01-123913, 29692, 294643, 188345 y 204822. Los análisis de espectroscopia de Raman fueron realizados por el M.C. José Bante Guerra en el Laboratorio Nacional de Nano y Biomateriales, Cinvestav-IPN; financiado por los proyectos FOMIX-Yucatán 2008-108160, CONACYT LAB-2009-01-123913, 292692, 294643, 188345 y 204822.

## REFERENCIAS

- [1] A. Trovarelli, C. de Leitenburg, M. Boaro, and G. Dolcetti, "The utilization of ceria in industrial catalysis," *Catal. Today*, vol. 50, no. 2, pp. 353–367, 1999.
- [2] A. I. Y. Tok, F. Y. C. Boey, Z. Dong, and X. L. Sun, "Hydrothermal synthesis of CeO<sub>2</sub> nano-particles," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 190, no. 1–3, pp. 217–222, 2007.
- [3] S. Iijima, "Helical microtubules of graphitic carbon," *Nature*, vol. 354, pp. 56–58, 1991.
- [4] F. Membrives, M. J. Santillan, S. Clavijo, S. Moreno, and M. Bertani, "Obtención de nanoestructuras por síntesis hidrotermal," 2007.
- [5] X. Wu, J. Qi-Zhong, M. Zi-Feng, F. Min, and S. Wen-Feng, "Synthesis of titania nanotubes by microwave irradiation," *Solid State Commun.*, no. 136, pp. 513–517, 2005.
- [6] K. Byrappa and T. Adschiri, "Hydrothermal technology for nanotechnology," *Prog. Cryst. growth Charact. Mater.*, vol. 53, pp. 117–166, 2007.