

# ESTRATEGIAS PARA EL CONTROL DE LA NATURALEZA QUÍMICA Y EL TAMAÑO DE NANOESPECIES DE Ag CONFINADAS EN ESTRUCTURAS LTA



Pereyra Andrea<sup>1,2</sup> Moreno Sergio<sup>3</sup>, Basaldella Elena<sup>2</sup>

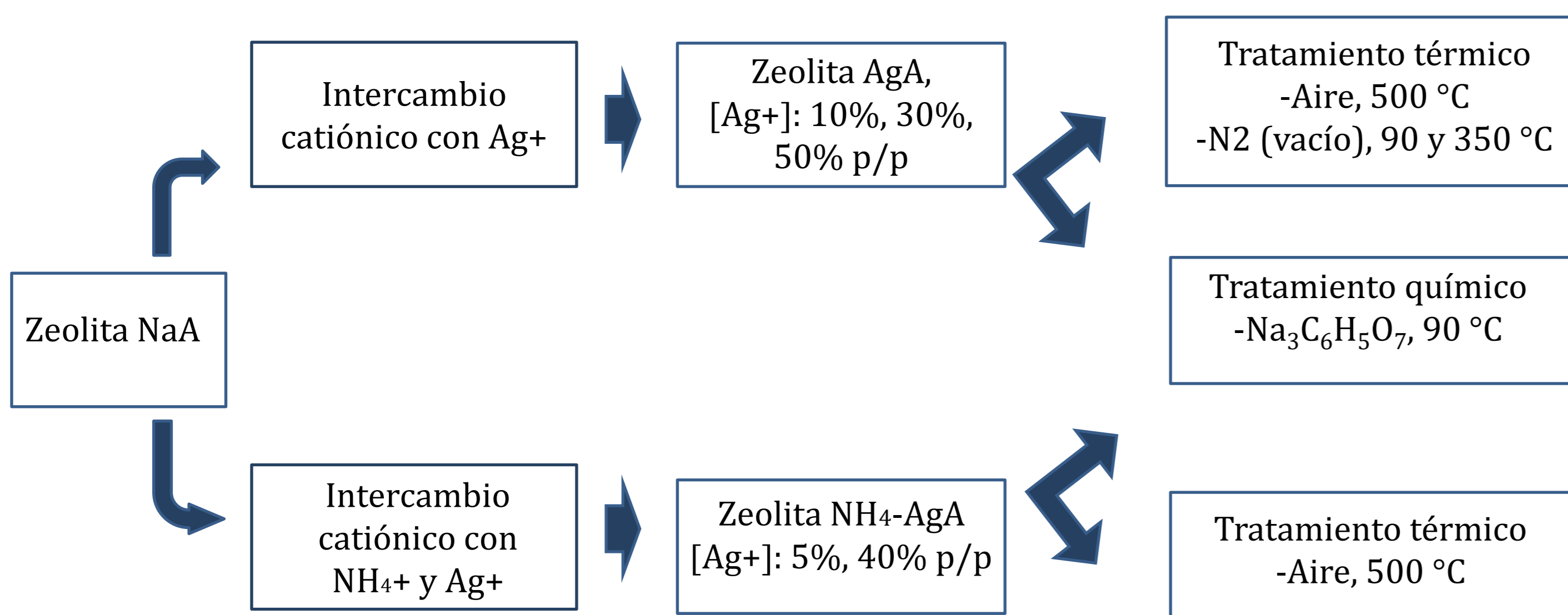
<sup>1</sup>Universidad Tecnológica Nacional, 124 y 60, 1900- La Plata, Argentina.  
<sup>2</sup>CINDECA, (CONICET-CIC-UNLP) 47 No 257, B1900 AJK- La Plata, Argentina.  
<sup>3</sup>INN, CNEA-CONICET-Centro Atómico Bariloche, S. C. de Bariloche, Argentina.  
 andreampereyra@yahoo.com



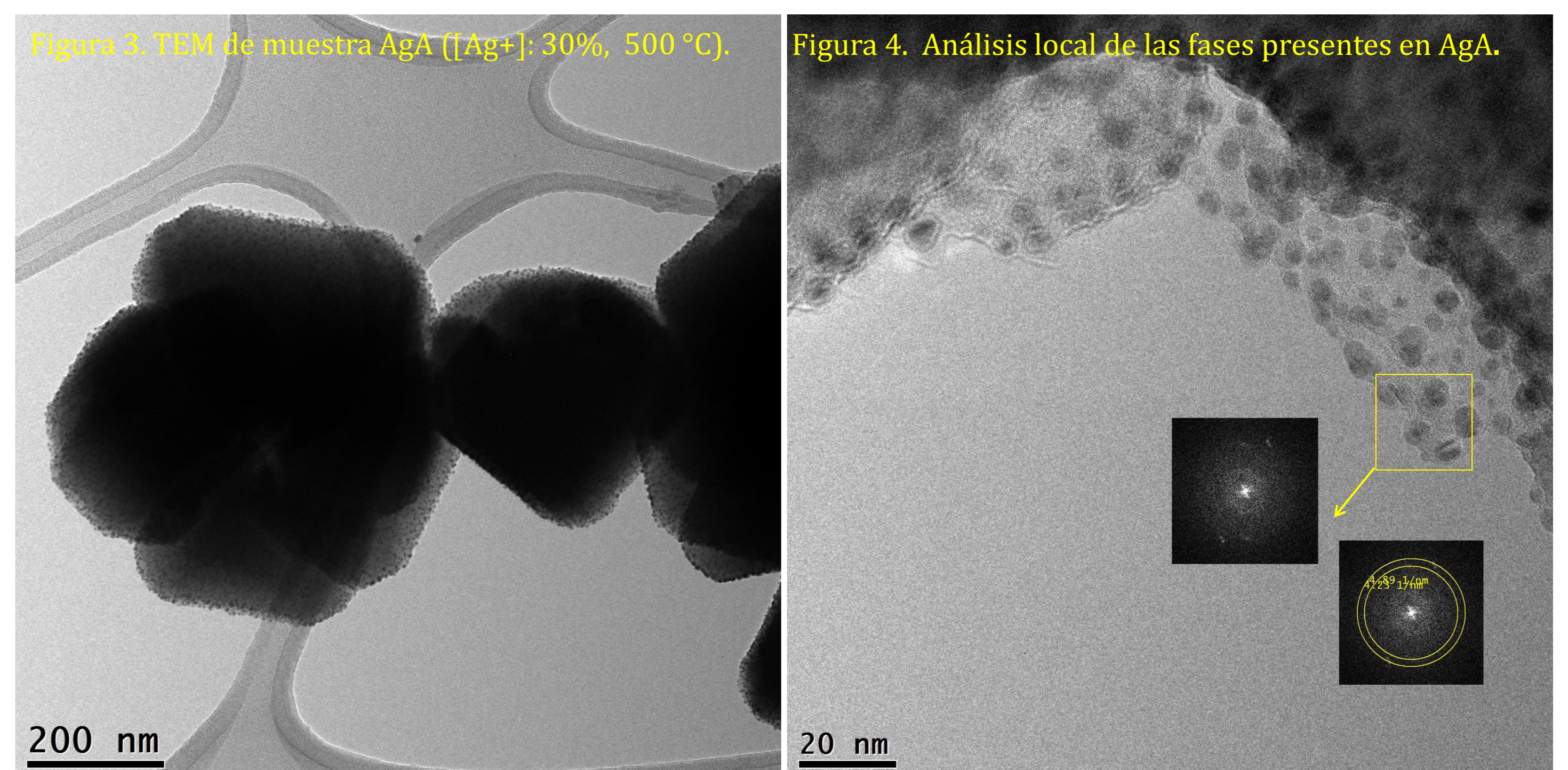
## Resumen

Las estructuras zeolíticas son reconocidas por su capacidad para alojar y estabilizar cationes y especies oligoatómicas que proporcionan propiedades específicas de acuerdo al estado químico y a la posición que ocupan en la matriz. En las zeolitas intercambiadas con  $Ag^+$ , la activación térmica o reducción química son metodologías para lograr la formación de nano-especies en la estructura del sólido. En este trabajo se estudió, mediante HRTEM y UV-vis, diferentes estrategias para el control de las propiedades de las especies de Ag estabilizadas en una zeolita A sintetizada en nuestro laboratorio.

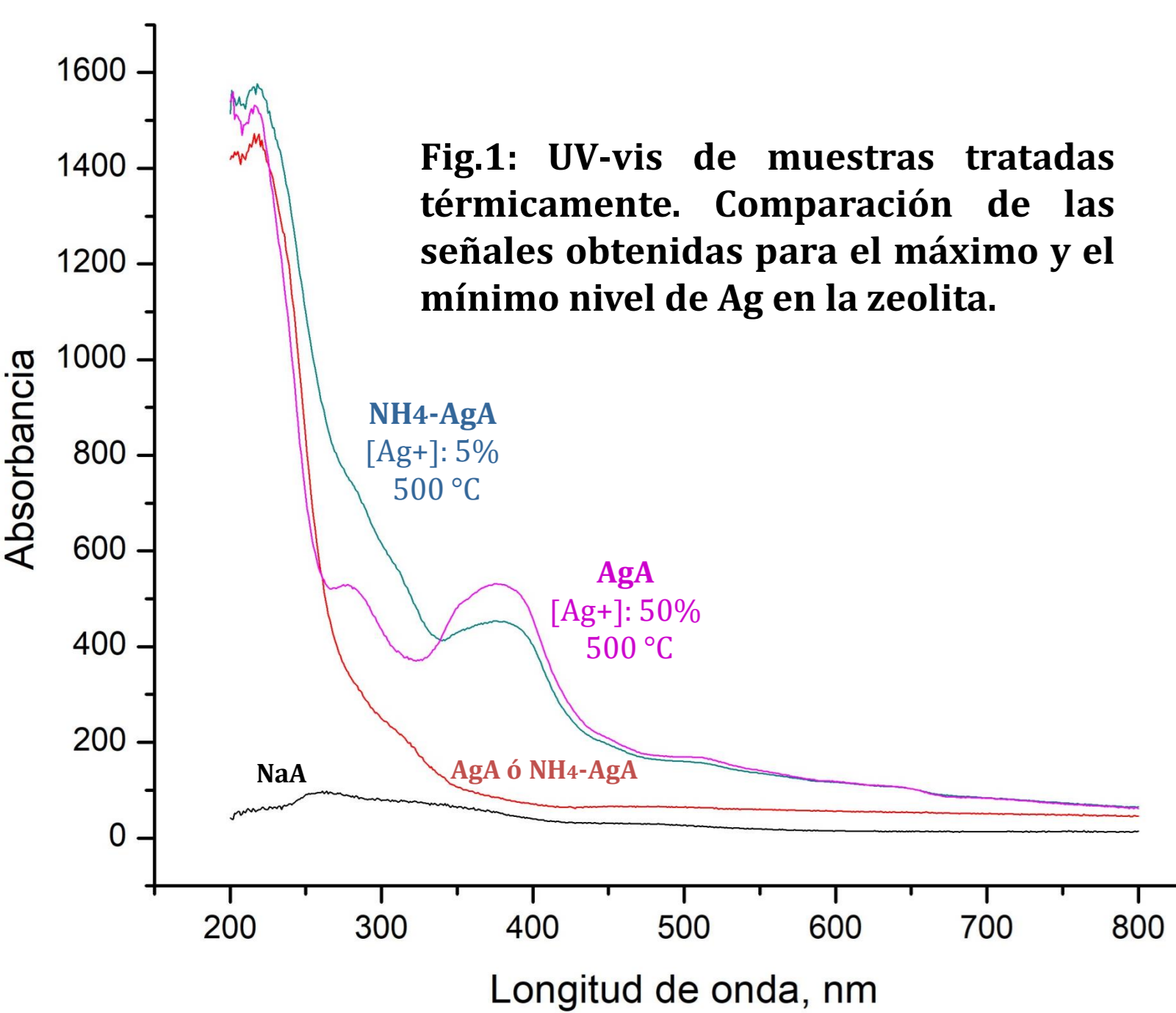
## Síntesis de nanopartículas soportadas en zeolita A



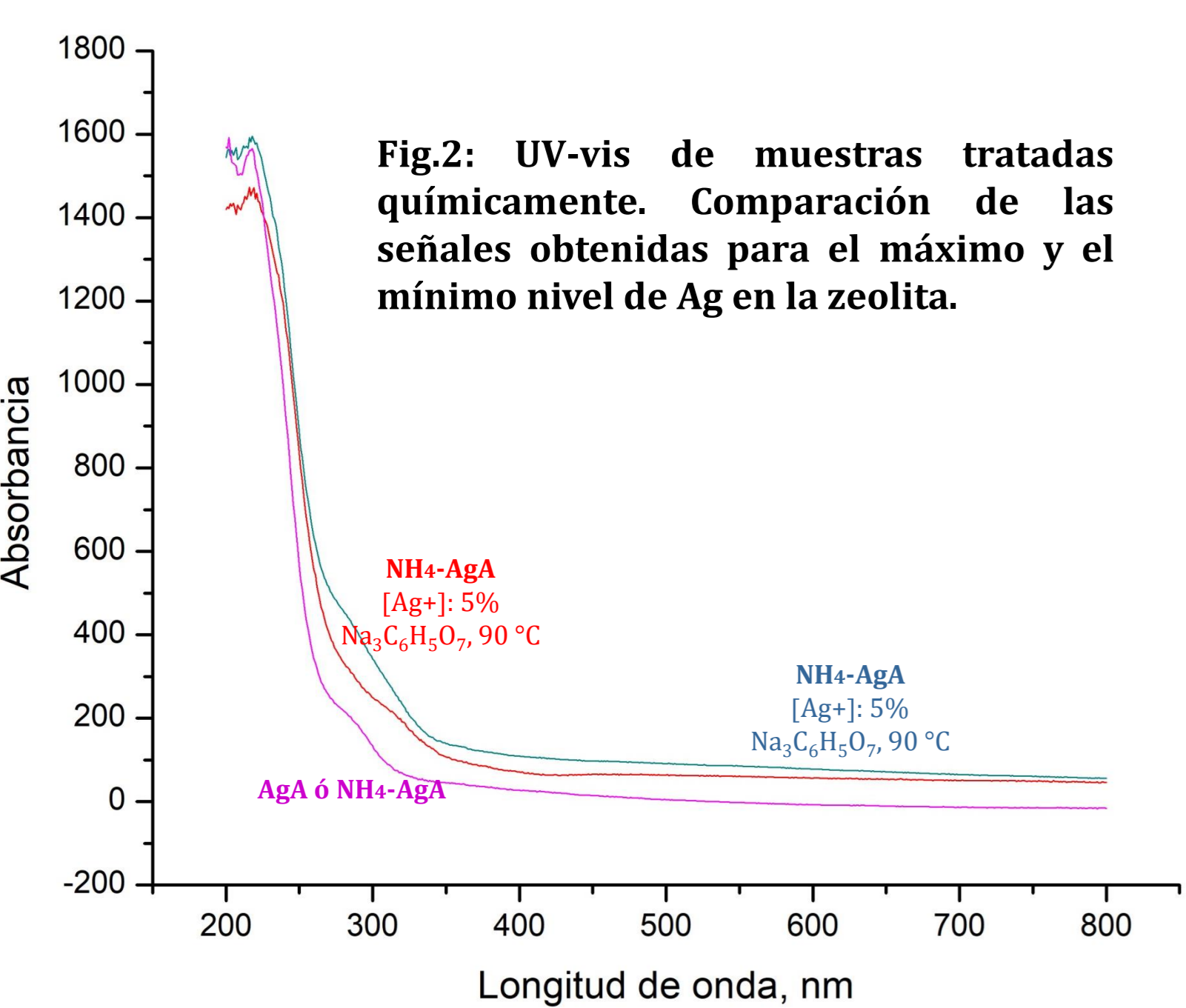
## Microscopía electrónica de transmisión



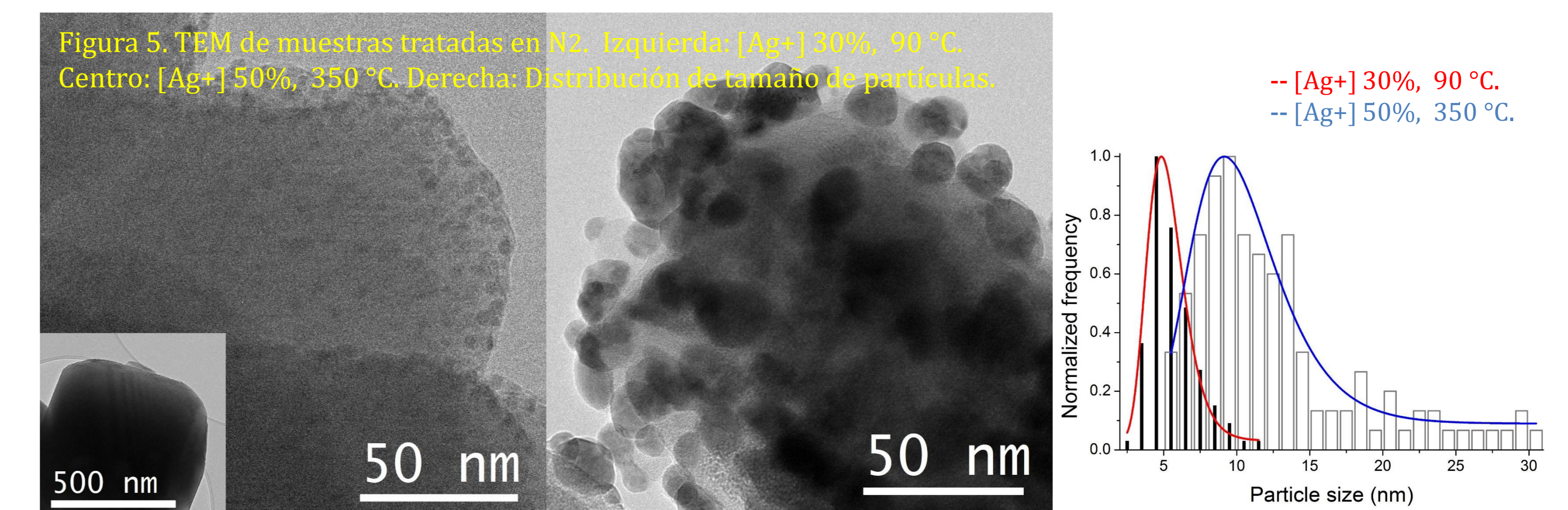
## UV-vis



Todas las muestras exhibieron una señal en el rango 200-250 nm asignada a cationes  $Ag^+$  y bandas correspondientes a los clusters de  $Ag_m^{n+}$  ( $\lambda \cong 270$  nm). La intensidad y amplitud de las señales dependió de la cantidad de  $Ag^+$ , incrementándose a medida que se aumentó su contenido. La localización de Ag dentro de las cajas zeolíticas produjo clusters de diferente nuclearidad y distribución espacial que se evidenciaron por el desplazamiento de las señales.



Todos los tratamientos térmicos produjeron nanopartículas de  $Ag^0$  ( $\lambda \cong 400$  nm, Fig. 1). La absorbancia en ese rango fue mayor para las muestras de elevado contenido de Ag. Las señales observadas a  $\lambda > 500$  nm corresponden a aglomeraciones de nanopartículas. Las muestras a las que se les aplicó el tratamiento de reducción química con citrato de sodio (Fig. 2) mostraron una señal muy débil en el rango de absorción de  $Ag^0$ .



En la superficie de las zeolitas tratadas se observaron nanopartículas redondeadas (Fig. 3). Las fases formadas se identificaron mediante la transformada de Fourier de la imagen como se muestra en la Fig. 4. El tratamiento térmico en aire produjo  $Ag^0$  coexistiendo con una pequeña fracción de nano- $Ag_xO_y$ . La reducción química produjo mayoritariamente nano- $Ag_2O$ , (ver Tabla).

La reducción térmica en  $N_2$  fue la más efectiva para producir  $Ag^0$ , ya que un exhaustivo análisis de las imágenes reveló sólo algunas nanopartículas de  $Ag_2O$  aisladas.

El diámetro de las partículas y su distribución de tamaño dependieron de la carga de  $Ag^+$  y de la temperatura de tratamiento (ver Tabla). Las muestras de baja carga de  $Ag^+$  tratadas a 90 °C presentaron el menor diámetro, siendo de 4,4 nm para las previamente intercambiadas con  $NH_4^+$  y de 3 nm para las activadas en  $N_2$ . El aumento de  $Ag^+$  y de la temperatura produjo un aumento del diámetro hasta 16 nm y una distribución de tamaño más ancha, atribuida a la presencia de aglomeraciones.

## Conclusiones

La modificación de una zeolita LTA incorporando Ag mediante diferentes métodos y tratamientos de reducción permitió obtener un material nanoestructurado en el que coexisten  $Ag^+$ ,  $Ag_m^{n+}$ ,  $Ag^0$  y/o nano- $Ag_xO_y$ . Se observó que existe una correlación entre los niveles de carga de Ag en el sólido, la incorporación previa de  $NH_4^+$  y la metodología de activación o reducción aplicada con la naturaleza química de las nanoespecies formadas, el tamaño y la distribución de tamaño.

Finalmente, determinar las condiciones operativas para el control de las especies de Ag conduciría a optimizar la eficiencia de los procesos de adsorción por complejación del tipo  $\pi$  o, de los catalíticos o antimicrobianos basados en interacciones superficiales.

## Agradecimientos

Los autores agradecen a CONICET por el financiamiento parcial.

Carga de $Ag^+$ , % p/p	$NH_4^+$	Temperatura	Fase mayoritaria	Diámetro medio (nm)
<b>Tratamiento térmico en presencia de <math>O_2</math></b>				
10	No	500 °C	$Ag^0$ y $Ag_xO_y$	5,7
50				16,7
5	Si	500 °C	$Ag^0$ y $Ag_xO_y$	4,4
40				12,6
<b>Tratamiento químico con <math>Na_3C_6H_5O_7</math></b>				
10	No	90 °C	$Ag_xO_y$	6,2
50				10,5
5	Si	90 °C	$Ag_xO_y$	4,7
40				8,5
<b>Tratamiento térmico en atmósfera de <math>N_2</math></b>				
30	No	90 °C	$Ag^0$	3
50		350 °C	$Ag^0$	10