

Romero Castro Leticia del C., Abello M. Cristina, Barroso Mariana N.

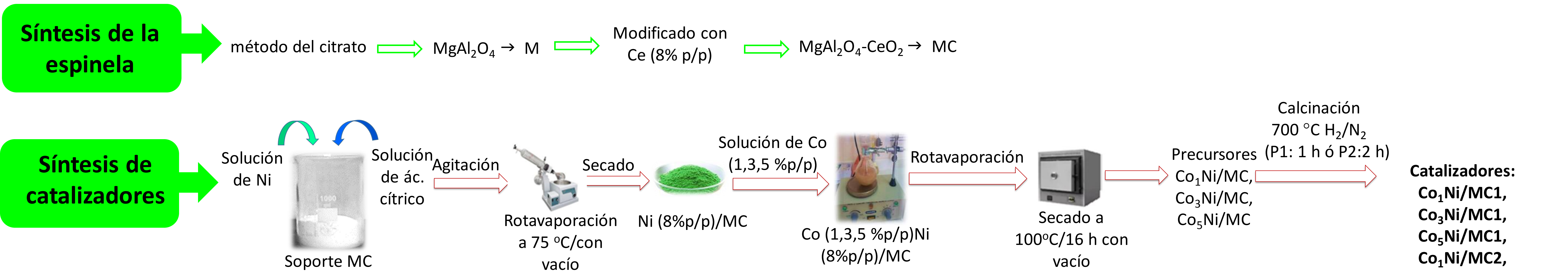
INTEQUI, Instituto de Investigaciones en Tecnología Química (UNSL-CONICET), Almirante Brown 1455, San Luis, Argentina, 5700,

*email: mnbarro@unsl.du.ar – leticarrom@Gmail.com

INTRODUCCIÓN

El empleo de catalizadores basados en nanopartículas metálicas (NPs), para producir hidrógeno y gas de síntesis, ha sido el centro de numerosas investigaciones en las últimas décadas. La elevada capacidad de romper el enlace C-C del Ni y el Co y su bajo costo, respecto de los metales nobles, han permitido su uso en distintas reacciones catalíticas como el reformado de derivados oxigenados de la biomasa, por ejemplo, etanol, glicerol, ácido acético, etc. La utilización de métodos químicos, como el de sol-gel, permite obtener NPs con morfología controlada y con menores tamaños [1]. En esta contribución se reporta la síntesis, caracterización y la influencia del contenido de Co en catalizadores bimetalicos de Ni (8% p/p) y Co (1, 3 y 5 % p/p) soportados en MgAl₂O₄-CeO₂. Estos sólidos fueron calcinados en atmósfera reductora hasta 700 °C por 1 h ó 2 h, a fin de lograr la formación de las nanopartículas metálicas.

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL



RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los valores de superficie específica BET para todos los catalizadores resultaron relativamente altos, entre 92 y 98 m²/g, a pesar del tratamiento térmico al que fueron sometidas y sin presentar cambios significativos a mayor tiempo de calcinación y/o con el aumento del contenido de Co. La composición química de los catalizadores fue cercana a la calculada teóricamente, Tabla 1.

Tabla 1. Características de las muestras

Catalizadores	Ni % p/p ^a	Co % p/p ^a	S _{BET} (m ² /g)
Co ₁ Ni/MC1	6.8	1.05	92
Co ₃ Ni/MC1	7.61	3.15	94
Co ₅ Ni/MC1	6.3	4.22	93
Co ₁ Ni/MC2	6.8	1.05	92
Co ₃ Ni/MC2	7.61	3.15	91
Co ₅ Ni/MC2	6.3	4.22	98
M	-	-	108
MC	-	-	102

^a Determinado por AA

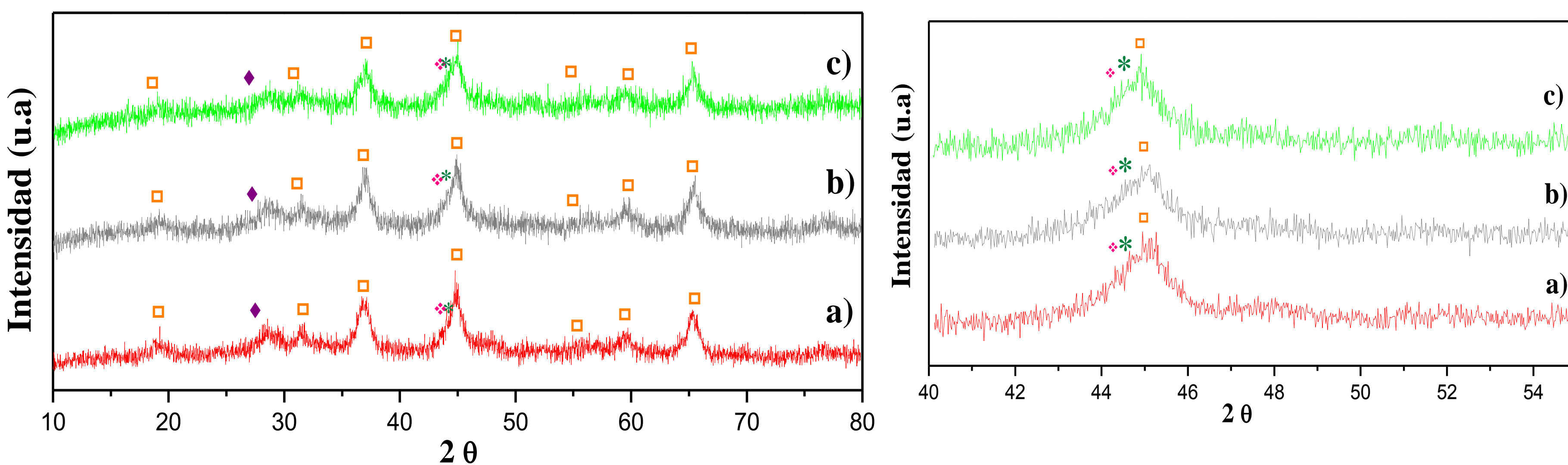


Figura 1. Perfiles de difracción de los catalizadores: a) Co₁Ni/MC1, b) Co₃Ni/MC1, c) Co₅Ni/MC1

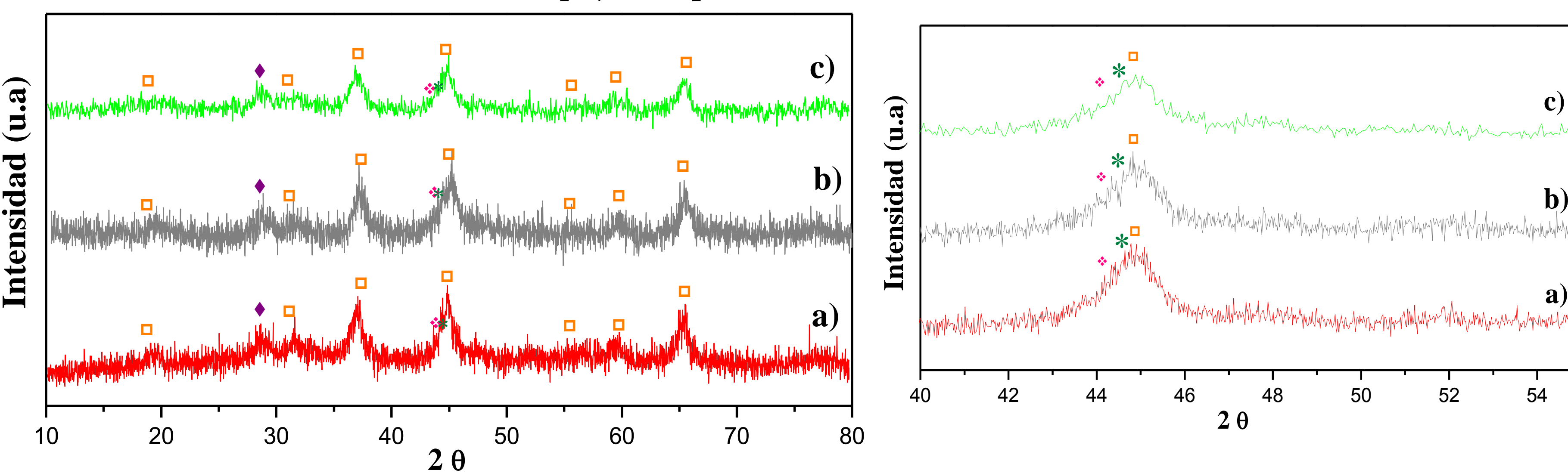


Figura 2. Perfiles de difracción de los catalizadores: a) Co₁Ni/MC2, b) Co₃Ni/MC2, c) Co₅Ni/MC2

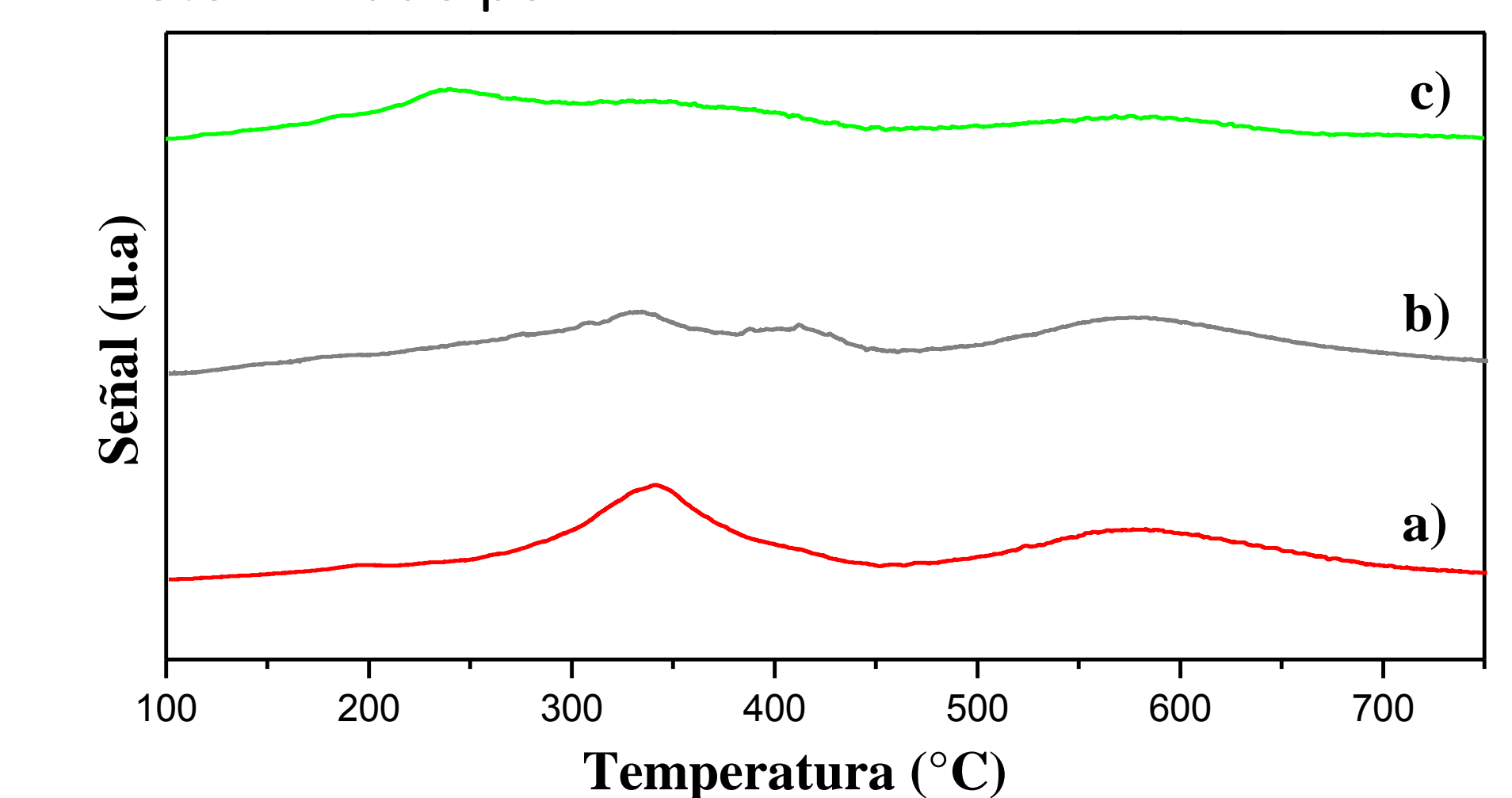


Figura 3. Perfiles de reducción térmica programada de: a) Co₁Ni/MC1, b) Co₃Ni/MC1, c) Co₅Ni/MC1

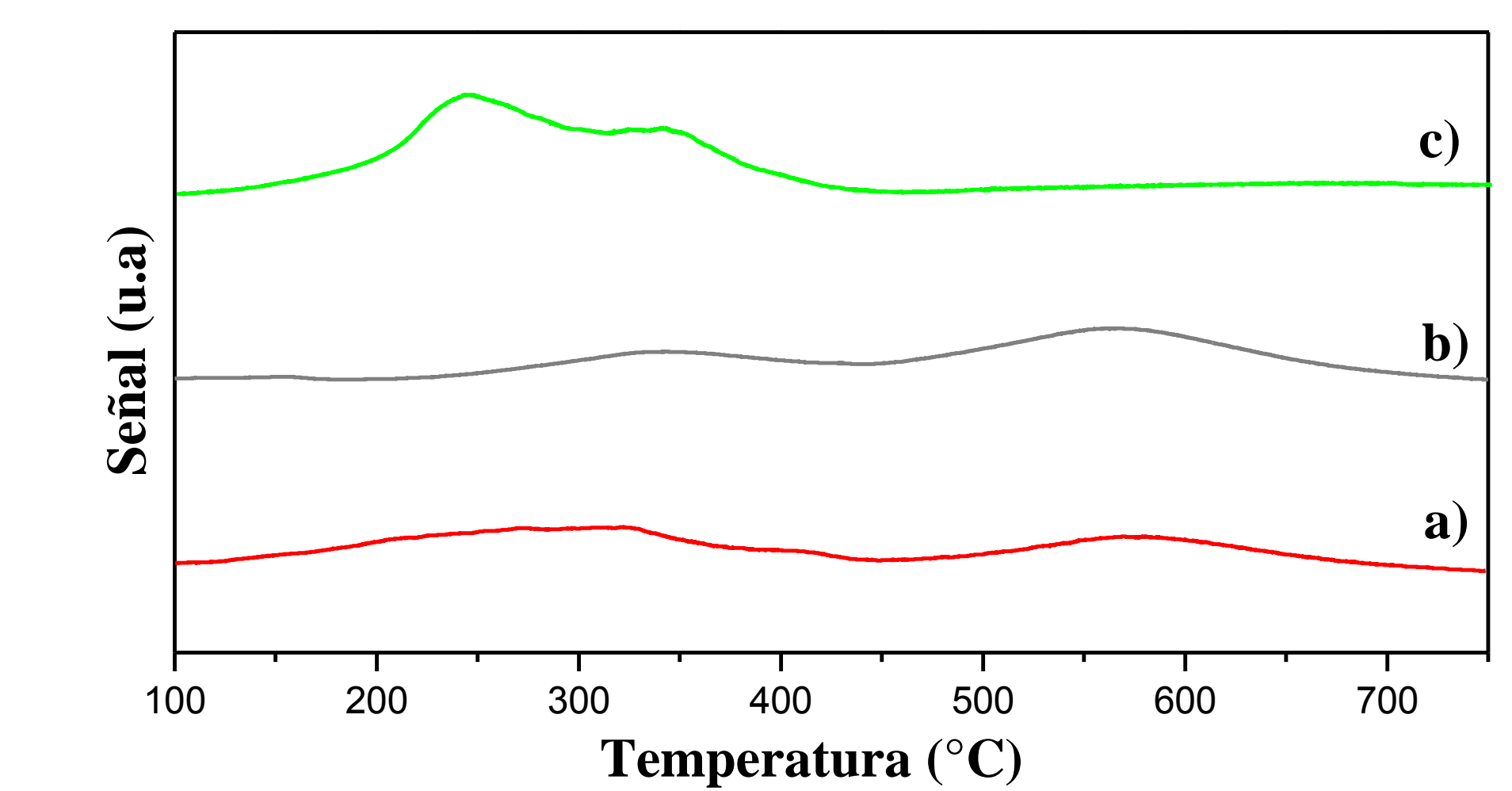


Figura 4. Perfiles de reducción térmica programada de: a) Co₁Ni/MC2, b) Co₃Ni/MC2, c) Co₅Ni/MC2

Los DRX de todas las muestras revelaron la presencia de picos correspondientes a las fases espinela, MgAl₂O₄, y fluorita del CeO₂. La intensidad de las líneas de difracción no fue afectada significativamente con el aumento del tiempo de calcinación.

La señal correspondiente a la espinela a 2θ = 45°, presentó un hombro poco definido, el cual estaría asociado a alguna fase conteniendo Ni y/o Co metálico o alguna aleación Ni-Co.

Los perfiles de RTP revelaron la reducción superficial de especies Ni²⁺ y/o Co²⁺/Co³⁺ oxidadas por la exposición al aire y/o eventualmente por el oxígeno donado por el CeO₂ durante el pretratamiento en He a 300 °C.

El pequeño consumo de hidrógeno estaría indicando una oxidación superficial, debido al manipuleo de la muestra al aire o a la presencia de especies oxidadas superficiales que no hayan sido reducidas durante la etapa de calcinación.

CONCLUSIONES

- ✓ El método de síntesis empleado en este trabajo permite obtener catalizadores bimetalicos basados en nanopartículas de Ni y Co.
- ✓ La calcinación de los catalizadores bimetalicos de NiCo en atmósfera reductora es adecuada y la oxidación superficial puede ser eliminada con un tratamiento de reducción suave a baja temperatura.
- ✓ Por DRX, no se detectan claramente los picos de Ni⁰ y Co⁰ o una posible aleación, pudiéndose inferir la formación de partículas metálicas de tamaños menores a 4 nm. Para una mejor identificación de las fases metálicas presentes se requiere el empleo de otras técnicas de caracterización tales como TEM.