

# Caracterización de partículas de Pt encapsuladas en la zeolita NaA

Martínez Galeano, Yohana<sup>1</sup>, Ramallo López, José<sup>2</sup>, Cornaglia, Laura<sup>1</sup>, Tarditi, Ana<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Instituto de investigaciones en Catálisis y Petroquímica (INCAPE), Universidad Nacional del Litoral, Facultad de Ingeniería Química, Santiago del Estero 2829, 3000, Santa Fe, Argentina.

<sup>2</sup> Instituto de Investigaciones Físicoquímicas Teóricas y Aplicadas, INIFTA (CONICET, UNLP), 1900 La Plata, Argentina  
 E-mail: [ymartinez@fiq.unl.edu.ar](mailto:ymartinez@fiq.unl.edu.ar)

**INTRODUCCIÓN:** El encapsulado de nanopartículas metálicas en diferentes estructuras zeolíticas permite la obtención de catalizadores con alta dispersión, previniendo la sinterización y/o envenenamiento de las partículas. Además, en función del tipo de estructura cristalina seleccionada se pueden obtener elevadas selectividades aprovechando el tamaño de sus poros. En el presente trabajo, catalizadores PtNaA con diferente contenido metálico fueron caracterizados con el objetivo de elucidar la localización y/o especiación de las partículas de Pt en la estructura de la zeolita.

## OBJETIVO



Confinamiento de partículas de Pt en la estructura de la zeolita NaA

## METODOLOGÍA DE SÍNTESIS

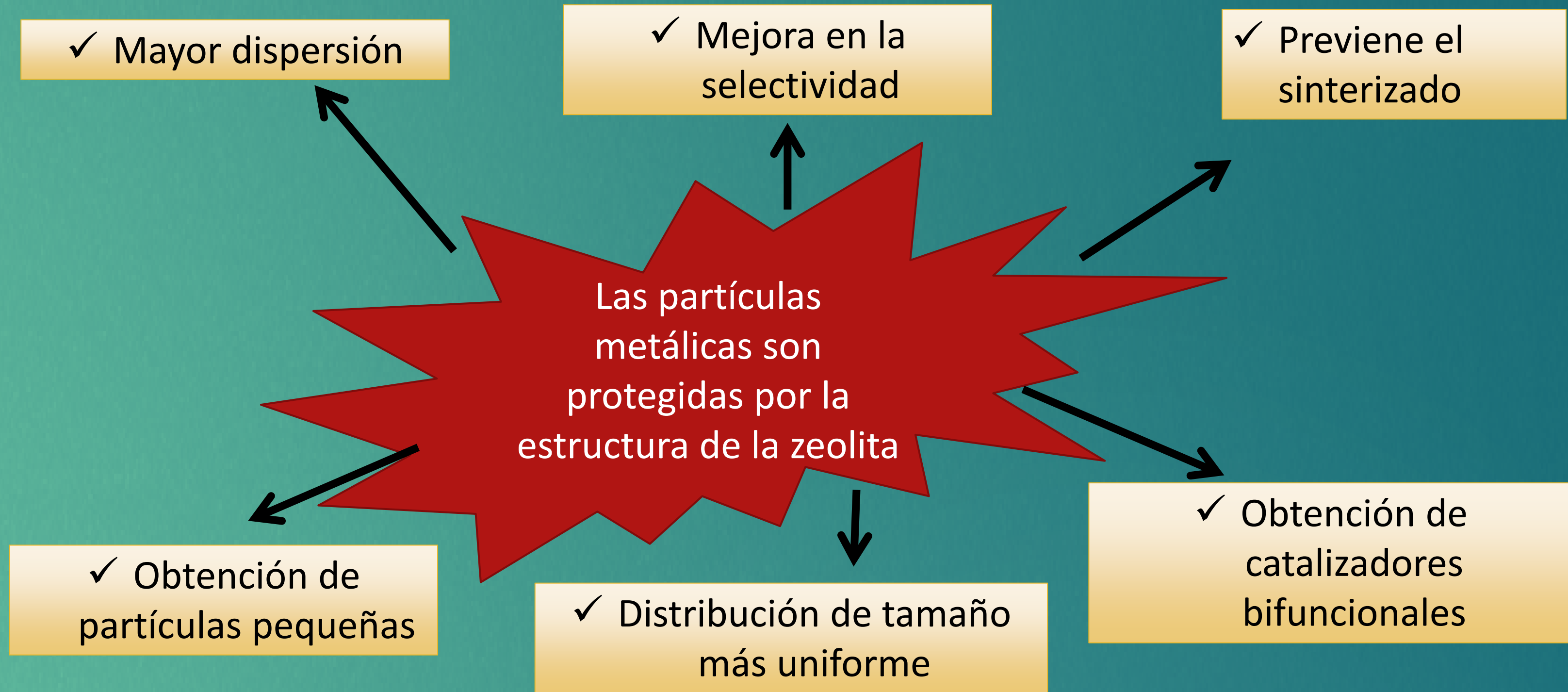
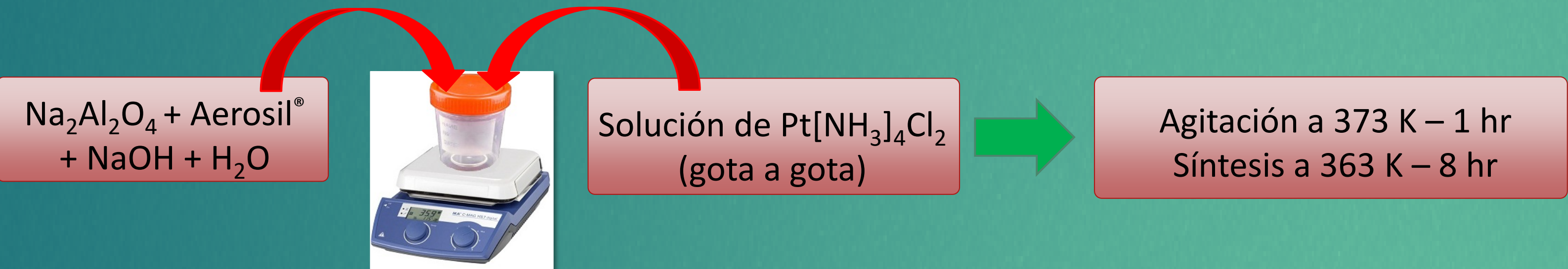


Tabla 1. Composición volumétrica y superficial de las muestras preparadas

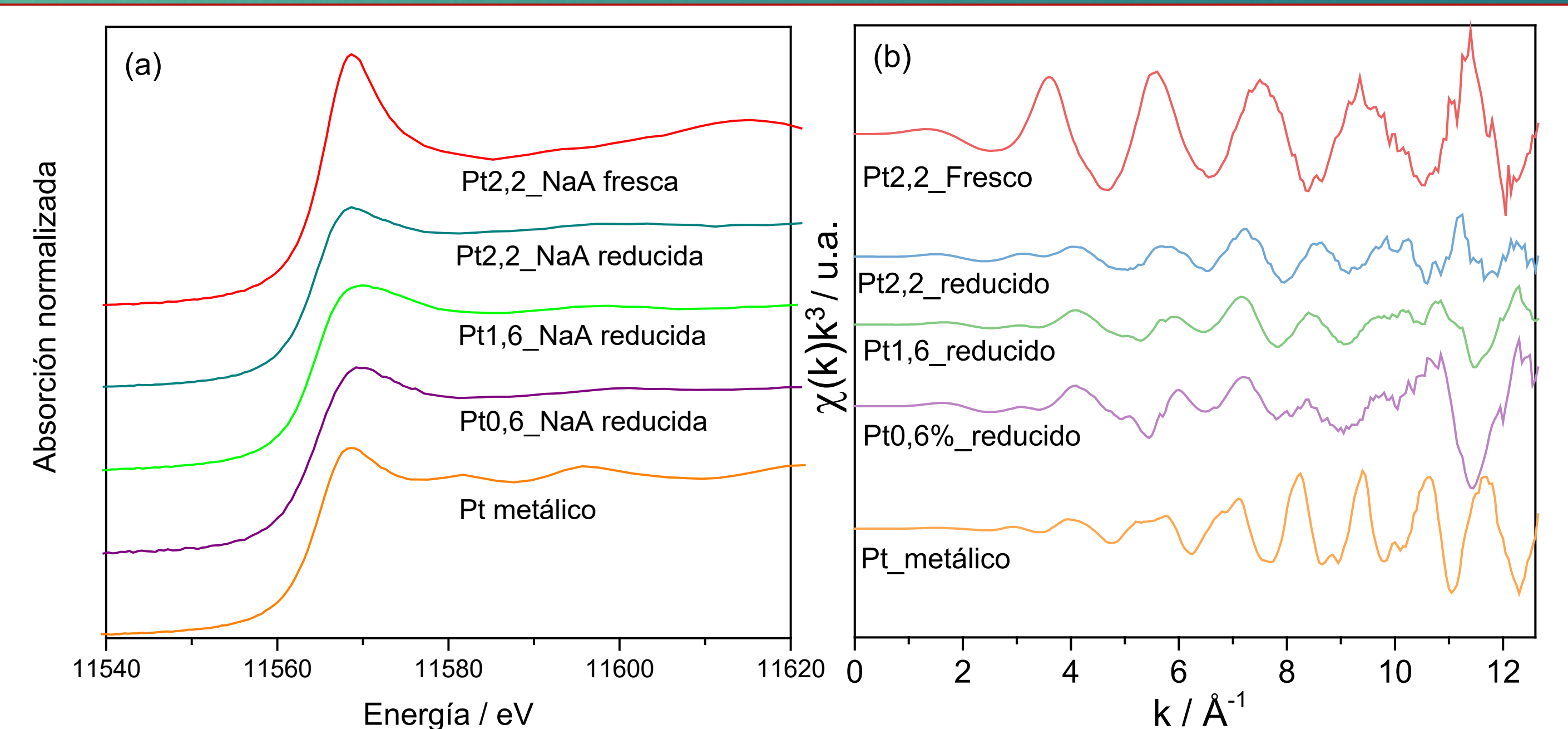
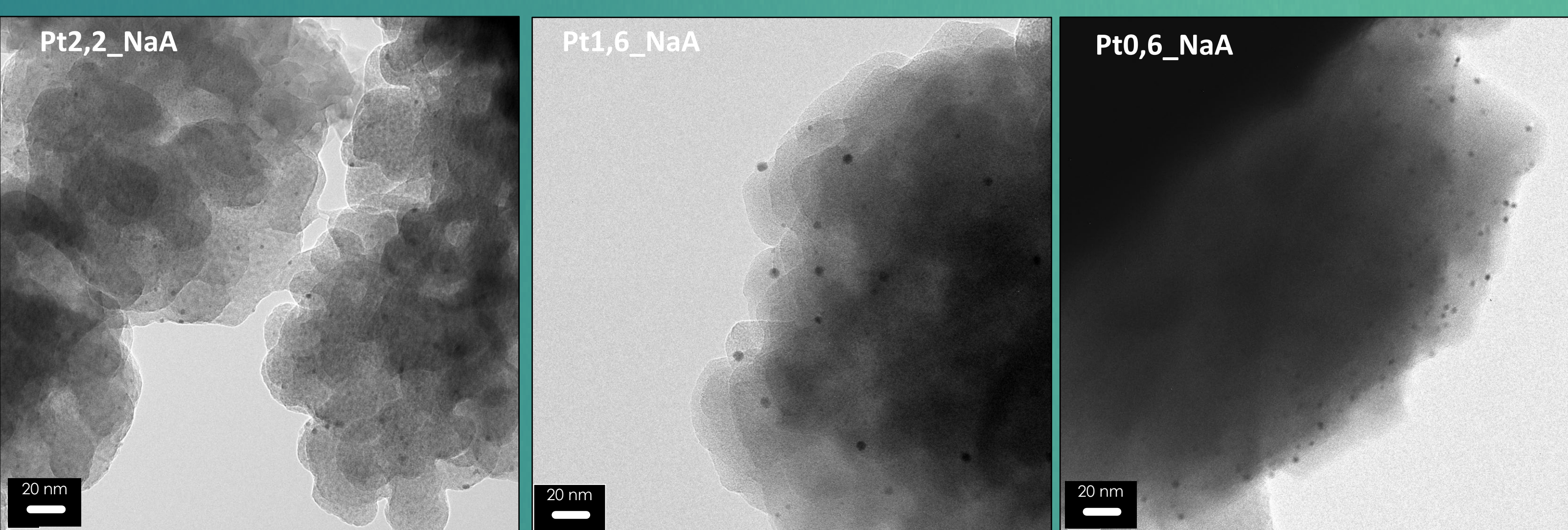
Muestra	% (p/p) de Pt	RELACIONES					
		Si/Al		Na/Si		Pt/Si	
		FRX	XPS	FRX	XPS	FRX	XPS
Pt2,2_NaA	2,2	1,2	1,049	0,91	1,312	0,14	0,009
Pt1,6_NaA	1,6	1,2	1,152	0,97	1,078	0,10	0,008
Pt0,6_NaA	0,6	1,2	1,094	0,90	1,151	0,04	0,003

✓ La diferencia entre las relaciones de Pt/Si volumétrica (FRX) y superficial (XPS) sugieren que las partículas de Pt están localizadas principalmente en el interior de la estructura cristalina de la zeolita NaA.

✓ La adsorción de CO seguida por FTIR mostró la presencia de Pt<sup>0</sup> en todas las muestras (bandas entre 1950 – 2060 cm<sup>-1</sup>), sin embargo, las muestras con menor contenido de Pt también mostraron la presencia de Pt<sup>2+</sup> (bandas entre 2100 – 2200 cm<sup>-1</sup>).

✓ Mediante TEM pudo observarse que la concentración de Pt en el gel de síntesis, influye directamente en el tamaño de los clústeres metálicos obtenidos en la estructura.

✓ Los resultados de EXAFS determinaron que el tamaño de las partículas de Pt es aproximadamente 1 nm, lo que estaría en desacuerdo con lo observado mediante TEM.



Espectros XANES (a) y oscilaciones EXAFS (b) en el borde L3-Pt del catalizador Pt2,2\_NaA fresco y de los catalizadores Pt2,2\_NaA, Pt1,6\_NaA y Pt0,6\_NaA luego de un tratamiento de reducción en H<sub>2</sub> a 400°C por 2 horas.

Tabla 2. Resultados de los ajustes EXAFS

Muestra	Pt-O shell			Pt-Pt Shell		
	N <sub>PtO</sub>	R <sub>PtO</sub> (Å)	DWF <sub>PtO</sub> (Å <sup>2</sup> )	N <sub>PtPt</sub>	R <sub>PtPt</sub> (Å)	DWF <sub>PtPt</sub> (Å <sup>2</sup> )
Pt2,2_NaA fresco	4.1(3)	2.00(1)	0.0013(7)	-	-	-
Pt2,2_NaA_H <sub>2</sub>	1.1(2)	2.43(6)	0.003	2.8(8)	2.67(9)	0.007(1)
Pt1,6_NaA_H <sub>2</sub>	1.2(4)	2.49(2)	0.002	2.5(7)	2.67(9)	0.007(1)

## OBSERVACIONES

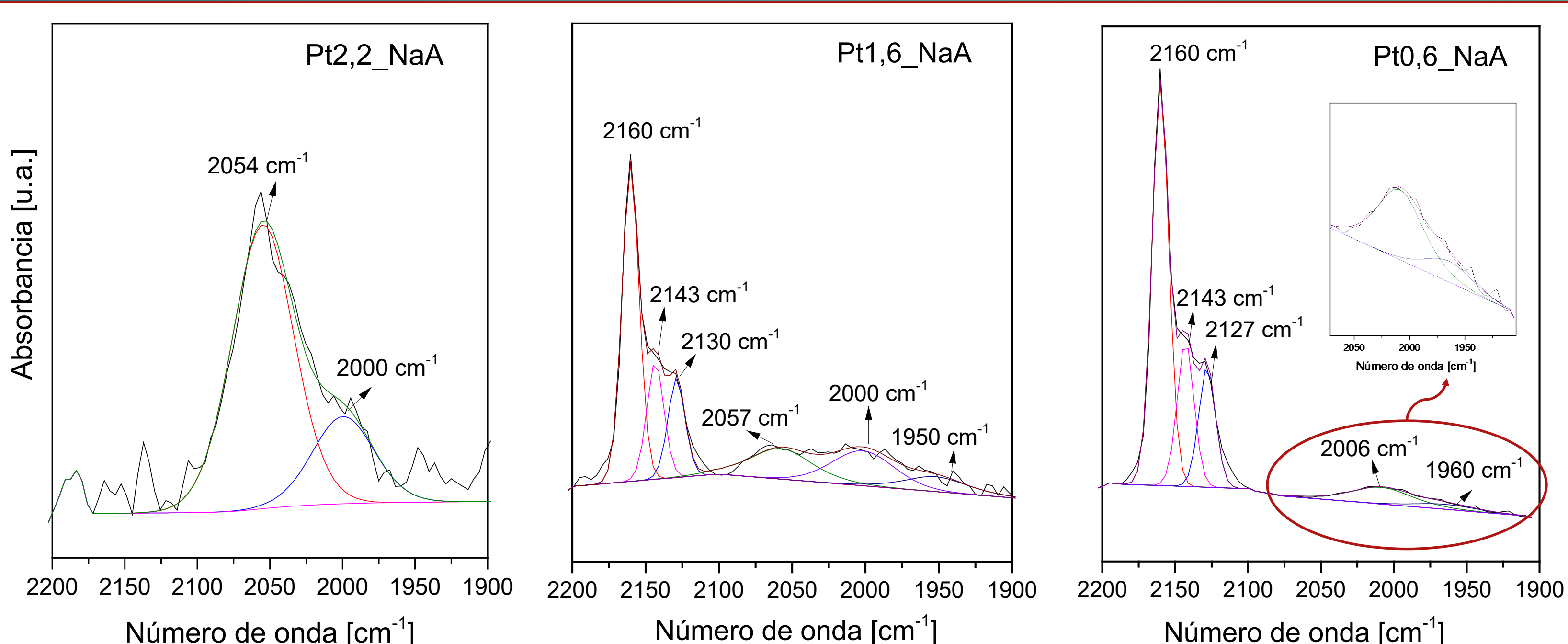
✓ Inicialmente, puede verse que los resultados de TEM y EXAFS no son congruentes. Mediante TEM se observaron partículas de Pt con un tamaño de hasta ~4 nm; mientras que los resultados de EXAFS indicaron que el tamaño de las partículas de Pt debía ser de alrededor de 1 nm según las distancias y los números de coordinación determinados en el ajuste de los espectros (Tabla 2).

✓ Los resultados de FTIR permitieron aclarar las diferencias observadas entre los resultados de TEM y EXAFS. El análisis de los espectros de FTIR sugiere la presencia de dos tamaños de partícula en las muestras PtNaA, teniendo en cuenta los corrimientos hacia menores número de onda de la señal correspondiente al Pt<sup>0</sup> (~2050 cm<sup>-1</sup>). Esto podría sugerir que hay una pequeña proporción de partículas de Pt ubicadas en la superficie de los cristales, las cuales son propensas a sinterizarse durante los tratamientos de calcinación y reducción a 673 K.

## CONCLUSIONES

✓ Mediante la combinación de diferentes técnicas de caracterización físicoquímica se logró determinar que existe la presencia de partículas de Pt confinadas en los poros de la zeolita NaA.

✓ El empleo exclusivo de TEM en este tipo de materiales no es suficiente para determinar la presencia de partículas metálicas encapsuladas en estructuras cristalinas con tamaños de poro nanométricos.



Espectros FTIR luego de la adsorción de CO a 100 Torr para las muestras Pt2,2\_NaA, Pt1,6\_NaA y Pt0,6\_NaA luego de un tratamiento de reducción en H<sub>2</sub> a 400°C por 2 horas.