

# Fundamentos de Catálisis Heterogénea

## Unidad 4: Técnicas de caracterización de catalizadores

Laura Díaz Rodríguez  
Douglas Jimmy Escalante Ayala  
Karina Elvira Rodríguez Espinoza

# Estructura

## 4.1. Introducción

## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

4.2.1. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

4.2.2. Fisisorción de N<sub>2</sub> – Método BET

4.2.3. Porosimetría de Mercurio

4.2.4. Difracción de Rayos X (XRD)

4.2.5. Análisis Termogravimétrico (TGA)

4.2.6. Espectroscopía FT-IR (Infrarrojos por Transformada de Fourier)

4.2.7. Espectroscopía Fotoelectrónica de Rayos X (XPS)

4.2.8. Desorción a Temperatura Programada (TPD)

## 4.1. Introducción

### ¿Por qué caracterizar un catalizador?



La caracterización de catalizadores heterogéneos es una etapa crítica y fundamental en todas las fases de su desarrollo y aplicación. Permite establecer una sólida conexión entre las propiedades fisicoquímicas del material y su comportamiento catalítico, es decir, la **relación estructura-actividad**.

Comprender esta relación es esencial para:

- ❑ **Optimizar el diseño de nuevos materiales catalíticos:** Permite modificar intencionadamente las propiedades del catalizador para mejorar su actividad, selectividad y estabilidad.
- ❑ **Evaluar la estabilidad:** Monitorizar los cambios en el catalizador antes, durante y después de su uso en reacciones para entender su envejecimiento y desactivación.
- ❑ **Comparar el comportamiento:** Facilitar la evaluación comparativa entre distintos catalizadores o entre diferentes condiciones de preparación de un mismo catalizador.
- ❑ **Control de calidad:** Asegurar que los catalizadores producidos cumplen con las especificaciones deseadas.



## 4.1. Introducción

### ¿Por qué caracterizar un catalizador?

Un mismo catalizador puede variar significativamente su actividad dependiendo de una multitud de factores intrínsecos y extrínsecos. Por ello, la caracterización busca determinar propiedades clave como:

- ❑ **Propiedades texturales:** Relacionadas con la superficie y la porosidad, incluyendo el área superficial, el volumen y la distribución de poros, y el tamaño de partícula. Estas propiedades influyen directamente en la accesibilidad de los reactivos a los sitios activos.
- ❑ **Propiedades estructurales:** La identificación de fases cristalinas y el grado de cristalinidad son cruciales para entender la arquitectura molecular del catalizador.
- ❑ **Propiedades de composición:** La composición elemental global y superficial, así como los estados de oxidación de los elementos, son vitales para conocer la naturaleza química del material y la distribución de sus componentes.
- ❑ **Propiedades de superficie:** La naturaleza y el número de sitios activos (ácidos, básicos, metálicos, etc.) y la presencia de especies adsorbidas son determinantes para la interacción con los reactivos y la mecánica de la reacción.



## 4.1. Introducción

### ¿Por qué caracterizar un catalizador?

La selección de la técnica de caracterización adecuada depende del tipo de información que se desea obtener y de las características específicas del catalizador. La caracterización es, por tanto, un proceso iterativo que guía la investigación y el desarrollo de catalizadores más eficientes y sostenibles.



## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

A continuación, se describen algunas de las técnicas de caracterización más empleadas en el campo de la catálisis heterogénea, destacando su objetivo, principio de funcionamiento, equipo principal y ejemplos de aplicación relevantes.

### 4.2.1. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

### 4.2.2. Fisisorción de N<sub>2</sub> – Método BET

### 4.2.3. Porosimetría de Mercurio

### 4.2.4. Difracción de Rayos X (XRD)

### 4.2.5. Análisis Termogravimétrico (TGA)

### 4.2.6. Espectroscopía FT-IR (Infrarrojos por Transformada de Fourier)

### 4.2.7. Espectroscopía Fotoelectrónica de Rayos X (XPS)

### 4.2.8. Desorción a Temperatura Programada (TPD)



## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.1. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

*El SEM es como una lupa súper potente que te permite ver la superficie del catalizador en un nivel de detalle increíble*

- ❑ **Objetivo:** Analizar la morfología del catalizador (forma general, si es esférico, irregular, etc.), la topografía superficial (si es liso, rugoso, poroso), la textura superficial, la distribución de partículas y, a veces, incluso permite inferir la presencia de agregados o la homogeneidad de la muestra.



## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.1. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

- **Principio general:** Un haz de electrones incide sobre la muestra generando electrones secundarios y retrodispersados que se detectan para formar imágenes de alta resolución.
- **Principio detallado:** Un haz de electrones focalizado escanea la superficie de la muestra. Cuando los electrones chocan, generan diferentes tipos de señales:

#### Electrones secundarios (SE)

Son los más comunes para obtener imágenes de alta resolución de la superficie, ya que su intensidad depende de la topografía.

#### Electrones retrodispersados (BSE)

Son electrones del haz que rebotan. Su intensidad es sensible al número atómico, lo que permite diferenciar zonas con diferentes elementos químicos (contraste composicional).

#### Rayos X característicos

Producidos por la relajación de átomos excitados, son la base de la espectroscopía de energía dispersiva de rayos X (EDX o EDS), que permite un análisis elemental cualitativo y semicuantitativo de la superficie.

## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

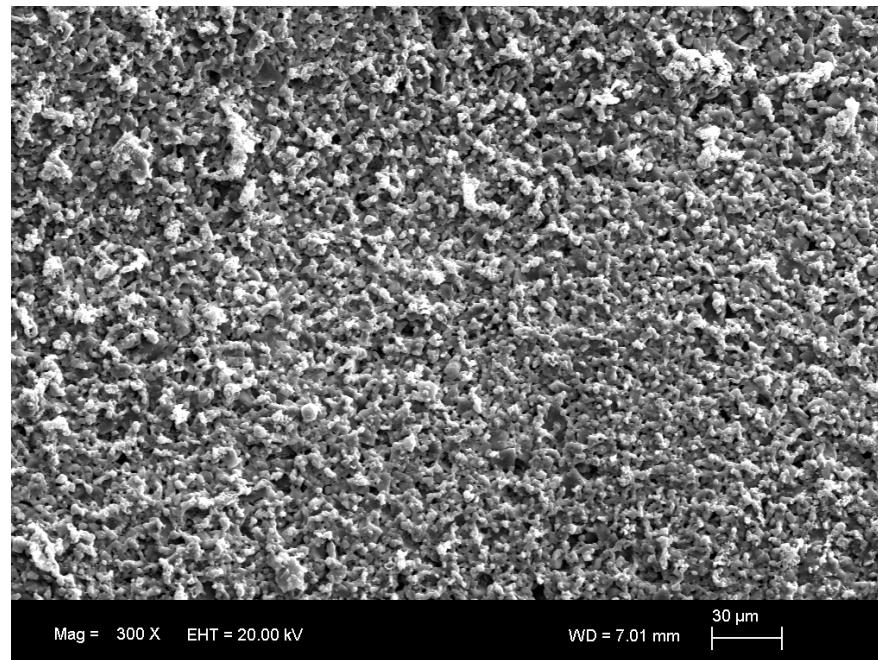
### 4.2.1. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

- ❑ **Equipo:** Microscopio electrónico de barrido con sistema de vacío y detector de electrones secundarios. El microscopio electrónico de barrido consta de una columna de electrones (donde se genera y enfoca el haz), una cámara de muestras (donde se coloca la muestra bajo vacío) y detectores para las diferentes señales.
- ❑ **Ejemplo:** Observar la forma característica de cristales de zeolita, la distribución de partículas metálicas sobre un soporte, o la presencia de aglomerados.
- ❑ **Aplicación principal en catálisis:** Análisis morfológico general, estudio de la homogeneidad en la distribución de fases o componentes activos y evaluación de cambios estructurales superficiales tras el uso.

## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.1. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

- **Imagenes SEM:** Son el resultado principal. Muestran imágenes en escala de grises con diferentes aumentos (desde unos pocos cientos hasta cientos de miles de veces). Permiten observar la forma de las partículas, la rugosidad de la superficie, la presencia de poros grandes o la distribución de los componentes. Se puede superponer mapas de EDX para mostrar la distribución de elementos específicos en la superficie.



## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.2. Fisisorción de N<sub>2</sub> – Método BET

*Esta técnica es como una "esponja" que absorbe nitrógeno para decirnos cuánto mide la superficie total del catalizador.*

- **Objetivo:** Determinar el área superficial específica del sólido (normalmente expresada en m<sup>2</sup>/g) y, con análisis más avanzados de la isoterma de adsorción, también puede proporcionar información sobre la distribución del tamaño de poro (para poros en el rango de microporos y mesoporos) y el volumen total de poros.



#### Clasifican de poros según IUPAC

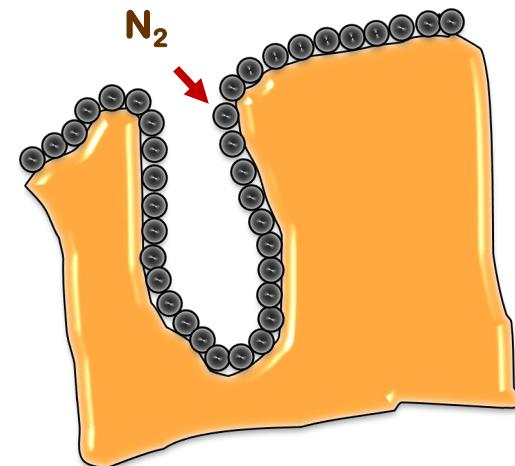
- **Microporos:** diámetro inferior a 2 nm.
- **Mesoporos:** diámetros entre 2 y 50 nm.
- **Macroporos:** diámetros superiores a 50 nm.

## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.2. Fisisorción de N<sub>2</sub> – Método BET

- Principio: Se mide la cantidad de gas (comúnmente nitrógeno, N<sub>2</sub>) que se adsorbe físicamente sobre la superficie del material a una temperatura constante y muy baja (generalmente 77 K, la temperatura de ebullición del nitrógeno líquido).

- A partir de la isoterma de adsorción, se aplica el modelo de Brunauer, Emmett y Teller (BET) para calcular el área superficial multicapa.



## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.2. Fisisorción de N<sub>2</sub> – Método BET

- ¿Qué es una isoterma de adsorción? Es una representación gráfica que muestra la cantidad de una sustancia (el adsorbato, generalmente un gas) adsorbida en la superficie de un material (el adsorbente, generalmente un sólido) en función de la presión parcial del adsorbato (o su concentración en fase líquida) a una temperatura constante.

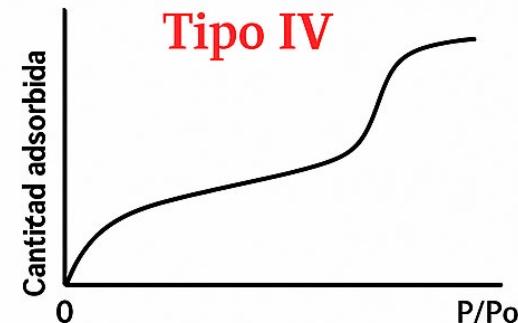
En otras palabras, es una curva que dice cuánto gas se "pega" a la superficie de un sólido a diferentes presiones, manteniendo la temperatura fija.

#### Elementos de una Isoterma de Adsorción

- Eje X (Abscisas)**
- Presión parcial del adsorbato (para gases) o concentración (para líquidos).

- Eje Y (Ordenadas)**
- Cantidad de adsorbato adsorbido (puede expresarse en volumen adsorbido por unidad de masa del adsorbente, moles por gramo, etc.).

- Temperatura constante**
- Factor crucial que define una "isoterma". Si la temperatura cambia, la curva de adsorción también lo hará.



## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.2. Fisisorción de N<sub>2</sub> – Método BET

- ❑ **Tipos de isotermas:** Existen varios tipos de isotermas, clasificadas por la IUPAC (Unión Internacional de Química Pura y Aplicada), que reflejan diferentes mecanismos de adsorción y tipos de porosidad:
- **Tipo I:** Típica de microporos (poros muy pequeños), donde la adsorción ocurre principalmente por llenado de poro.
  - **Tipo II y IV:** Comunes en materiales no porosos o mesoporosos, mostrando formación de monocapa, multicapa y, en el caso del Tipo IV, condensación capilar en mesoporos.
  - **Tipo III y V:** Menos comunes, indican interacciones adsorbato-adsorbato más fuertes que adsorbato-adsorbente.
  - **Tipo VI:** es poco común y presenta una forma escalonada, indicando adsorción multicapa en etapas discretas. Este comportamiento suele deberse a una superficie heterogénea o a interacciones laterales fuertes entre las moléculas adsorbidas, de modo que cada escalón representa la formación sucesiva de capas de adsorción a medida que aumenta la presión.

## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.2. Fisisorción de N<sub>2</sub> – Método BET

- ❑ **Equipo:** Adsorbómetro de gas (también conocido como analizador de área superficial o porosímetro de baja presión), que consta de un sistema de vacío, un sistema de control de temperatura (baño criogénico) y transductores de presión.
- ❑ **Ejemplo:** Determinar el área superficial de soportes catalíticos (como sílice, alúmina, carbón activado), o el área de catalizadores nanoestructurados.
- ❑ **Aplicación principal en catálisis:** Evaluación de la accesibilidad de los reactivos a los sitios activos y la dispersión de la fase activa sobre un soporte. Un área superficial alta suele ser deseable para catalizadores heterogéneos.

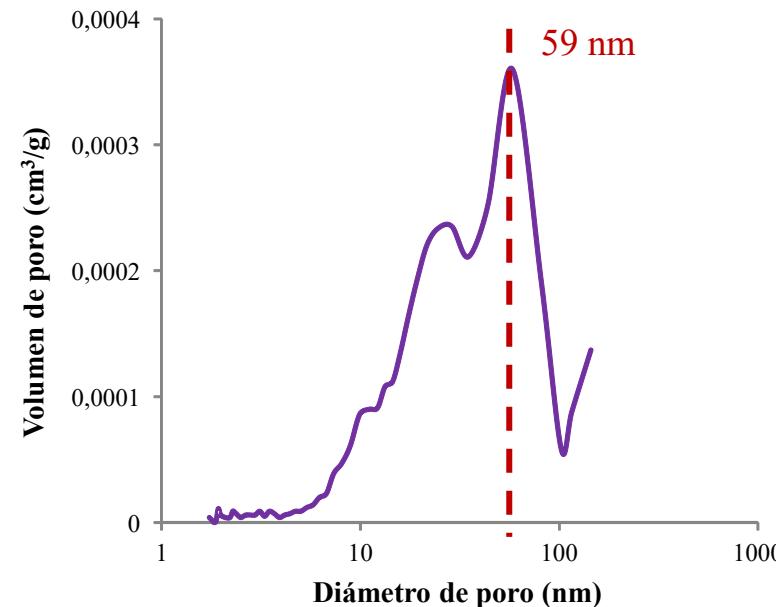
## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.2. Fisisorción de N<sub>2</sub> – Método BET

- El resultado principal de la fisisorción de nitrógeno, especialmente cuando se aplica el método BET, es la determinación del **área superficial específica** de los materiales porosos.
- Además del área superficial, también se puede obtener información valiosa sobre el **volumen de poros** y la **distribución de tamaño de poros**, especialmente para mesoporos y microporos, a partir de la isoterma de adsorción de nitrógeno.

$S_{BET}$ (m <sup>2</sup> /g)	D (nm)
0,83	15,53

No son  
microporosos



## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

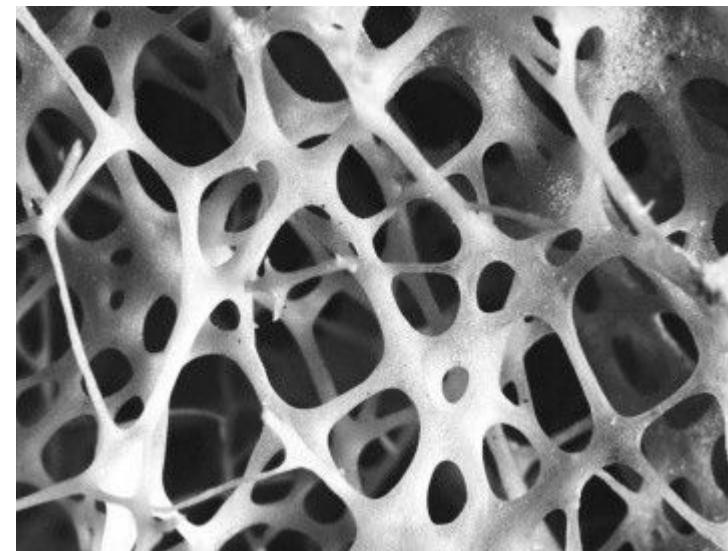
### 4.2.3. Porosimetría de Mercurio

*Esta técnica es excelente para analizar los "túneles" o "canales" dentro del catalizador, especialmente los más grandes.*

- ❑ **Objetivo:** Determinar la distribución de tamaño de poro y el volumen de poro, especialmente en el rango de mesoporos y macroporos (poros más grandes).

#### Clasifican de poros según IUPAC

- Microporos: diámetro inferior a **2 nm**.
- Mesoporos: diámetros entre **2 y 50 nm**.
- Macroporos: diámetros superiores a **50 nm**.



## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.3. Porosimetría de Mercurio

- ❑ **Principio:** El mercurio es un líquido no mojante para la mayoría de los materiales sólidos, lo que significa que no penetra en los poros espontáneamente. Se introduce mercurio en los poros de la muestra aplicando una presión creciente. La presión necesaria para que el mercurio invada un poro es inversamente proporcional al diámetro del poro (Ecuación de Washburn).
- ❑ Midiendo el volumen de mercurio intruido a diferentes presiones, se obtiene la distribución de tamaño de poro.

## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

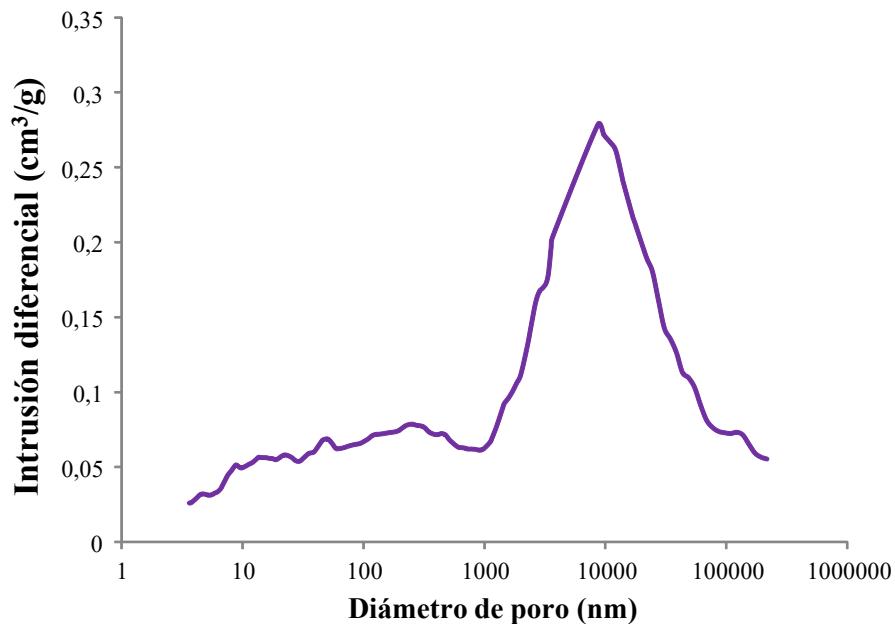
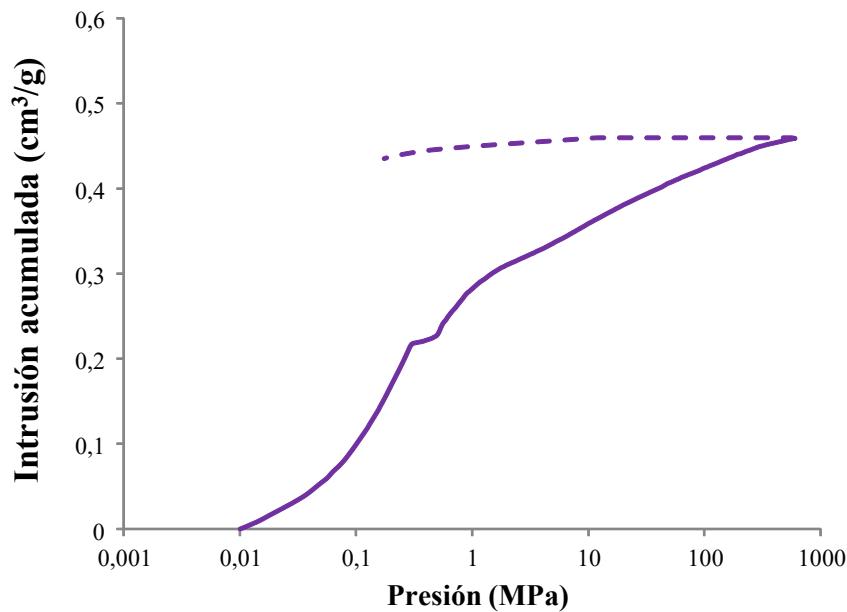
### 4.2.3. Porosimetría de Mercurio

- ❑ **Equipo:** Porosímetro de mercurio, compuesto por una cámara de vacío para la evacuación inicial, una cámara de baja presión y una cámara de alta presión para la intrusión de mercurio.
- ❑ **Ejemplo:** Caracterizar la porosidad de soportes catalíticos con una red de poros grande, materiales monolíticos, o estudiar la estructura de poros de catalizadores extrudidos.
- ❑ **Aplicación principal en catálisis:** Entender la accesibilidad de los reactivos a los sitios activos y la facilidad de difusión de reactivos y productos a través de la red porosa del catalizador. La macroporosidad puede ser clave para minimizar las limitaciones de difusión.

## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.3. Porosimetría de Mercurio

- Curva de Intrusión Acumulada (volumen acumulado de mercurio intruido vs. presión).
- Curva de distribución diferencial de tamaño de poro o Distribución de tamaño de poro.



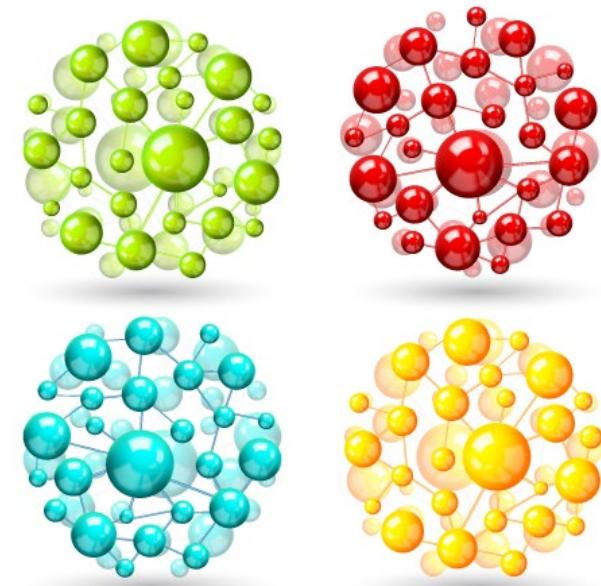
S (m²/g)	Porosidad (%)	D (4V/A) (nm)
20,78	48,98	88,3

## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.4. Difracción de Rayos X (XRD)

*El XRD es como el "escáner" de los materiales cristalinos dentro de tu catalizador para ver qué fases (tipos de cristales) están presentes y cómo de bien ordenados están.*

- Objetivo: Identifica las fases cristalinas presentes en una muestra, determina su grado de cristalinidad (si el material es amorf o cristalino), calcula el tamaño de cristalito promedio (para partículas cristalinas muy pequeñas) y puede ayudar a determinar la orientación preferencial de los cristales.



## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.4. Difracción de Rayos X (XRD)

- **Principio:** Cuando un haz de rayos X incide sobre una muestra cristalina, se difracta por los planos atómicos de la red cristalina según la Ley de Bragg. Cada fase cristalina tiene un patrón de difracción único, caracterizado por la posición (ángulo  $2\theta$ ) e intensidad de los picos. La anchura de los picos está relacionada con el tamaño de las cristalitas.

#### Ley de Bragg:

- Relación entre la distancia entre planos ( $d$ ), la longitud de onda ( $\lambda$ ) y el ángulo de incidencia ( $\theta$ ).
- Fórmula:  $n\lambda = 2 d \operatorname{sen}(\theta)$ .
- Solo ocurre difracción cuando se cumple la Ley de Bragg.

## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

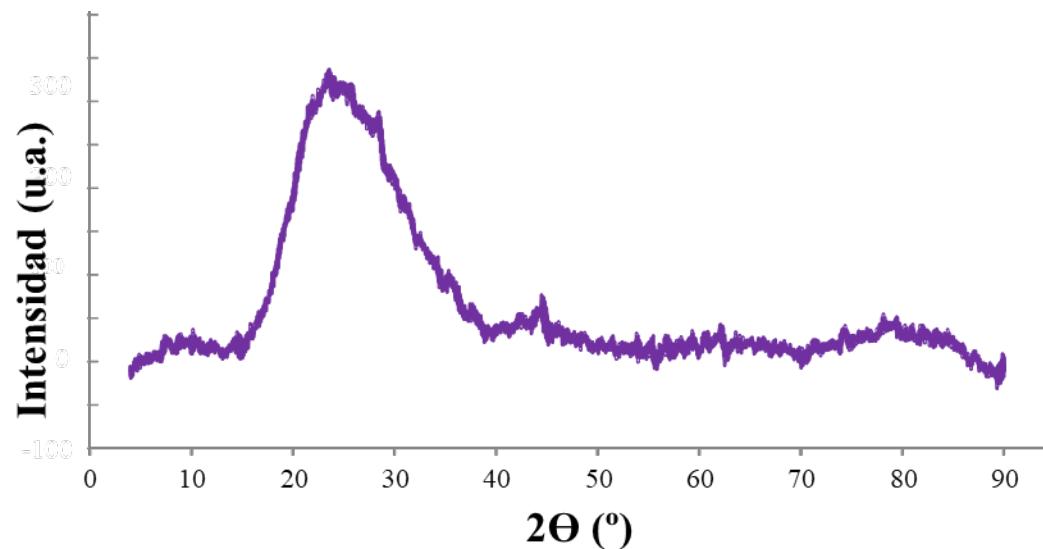
### 4.2.4. Difracción de Rayos X (XRD)

- ❑ **Equipo:** Difractómetro de rayos X, que consta de una fuente de rayos X (típicamente un tubo de Cu), un goniómetro para controlar el ángulo de incidencia y detección, y un detector de rayos X.
- ❑ **Ejemplo:** Identificar la fase activa de un catalizador (ej. óxidos metálicos, sulfuros), determinar el tamaño de las nanocrystalinas metálicas soportadas, o cuantificar fases amorfas o cristalinas.
- ❑ **Aplicación principal en catálisis:** Identificación estructural de las fases activas y del soporte, seguimiento de la estabilidad estructural del catalizador (crecimiento de cristalita, cambios de fase) durante la síntesis o la reacción.

## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.4. Difracción de Rayos X (XRD)

- **Difractograma:** gráfico que representa la intensidad de los rayos X difractados por una muestra cristalina en función del ángulo de difracción ( $2\theta$ ). En el eje X se indica el ángulo  $2\theta$  (grados), y en el eje Y la intensidad de la señal difractada, lo que permite identificar fases cristalinas y analizar la estructura del material.



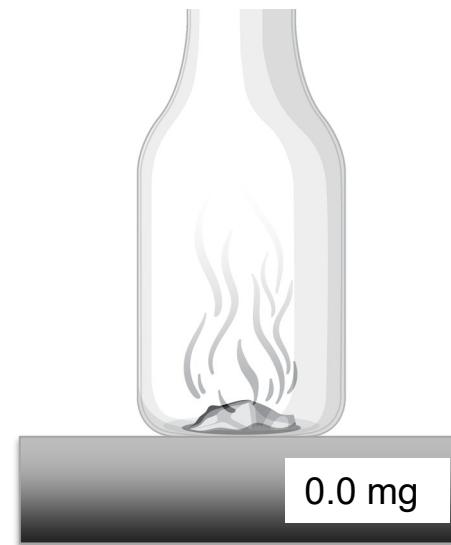
- ✓ No picos definidos → material amorfico
- ✓ Pico ancho y difuso a  $2\theta=20-30^\circ$  → Aluminosilicatos amorfos

## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.5. Análisis Termogravimétrico (TGA)

*El TGA es como "pesar" el catalizador mientras lo calientas para ver si pierde peso y por qué.*

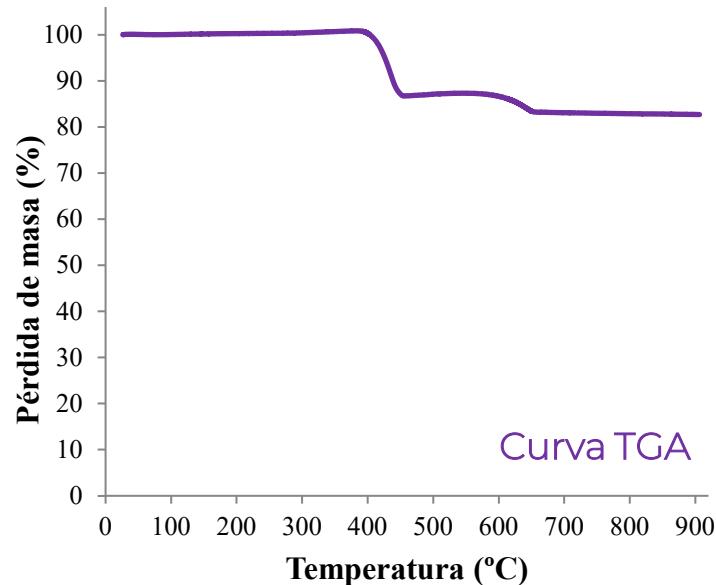
- ❑ **Objetivo:** Cuantificar los cambios de masa de una muestra en función de la temperatura o el tiempo, en una atmósfera controlada. Permite estudiar la composición, estabilidad térmica y procesos de descomposición o adsorción/desorción.



## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.5. Análisis Termogravimétrico (TGA)

- **Principio:** La muestra se coloca en una balanza de alta precisión dentro de un horno. A medida que la temperatura se incrementa (o se mantiene constante), cualquier cambio en la masa de la muestra se registra con alta sensibilidad. Estos cambios se correlacionan con la pérdida de volátiles, descomposición de componentes, oxidación, reducción o formación de nuevas fases.



## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

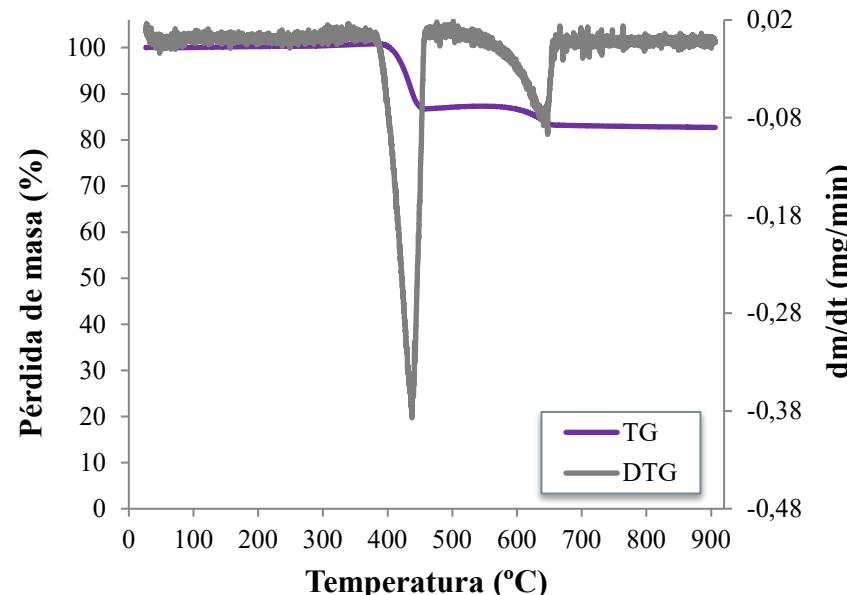
### 4.2.5. Análisis Termogravimétrico (TGA)

- ❑ **Equipo:** Termobalanza, que incluye un horno con control preciso de temperatura, una balanza de alta sensibilidad y un sistema para controlar la atmósfera gaseosa (inertes, aire, reactivos).
- ❑ **Ejemplo:** Cuantificar el contenido de humedad, materia orgánica o el residuo de carbono (coque) depositado en un catalizador usado. Determinar la temperatura de descomposición de un precursor catalítico.
- ❑ **Aplicación principal en catálisis:** Cuantificación de especies adsorbidas o depositadas sobre el catalizador, estudio de la estabilidad térmica del catalizador o sus precursores, y determinación del punto de inicio de la calcinación o activación.

## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.5. Análisis Termogravimétrico (TGA)

- Curva TG (Termogravimétrica): es la curva violeta y muestra cómo la masa de una muestra cambia a medida que se calienta, revelando pérdidas o ganancias de peso.
- Curva DTG (Termogravimétrica Diferencial): es la curva gris y es la derivada de la curva TG. Muestra la velocidad de cambio de masa con respecto a la temperatura, destacando las temperaturas exactas donde ocurren los eventos de pérdida de peso.

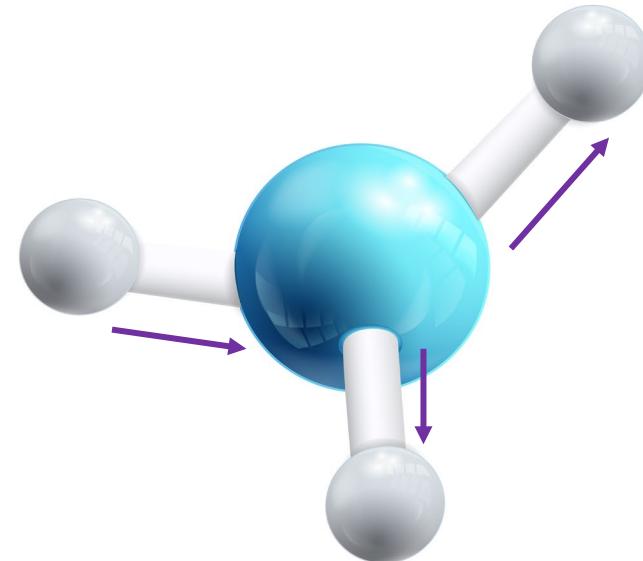


## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.6. Espectroscopía FT-IR (Infrarrojos por Transformada de Fourier)

*El FT-IR es como escuchar las "vibraciones" de los enlaces químicos en el catalizador. Cada tipo de enlace vibra a una frecuencia característica.*

- ❑ Objetivo: Identificar grupos funcionales y especies moleculares presentes en la superficie o volumen del catalizador, y estudiar la naturaleza de los sitios activos y las interacciones superficie-adsorbato.



## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.6. Espectroscopía FT-IR (Infrarrojos por Transformada de Fourier)

- **Principio:** Se mide la absorción de radiación infrarroja por la muestra. Los enlaces químicos vibran a frecuencias características; cuando la frecuencia de la radiación infrarroja (IR) coincide con una frecuencia vibracional de un enlace, la energía es absorbida. El patrón de absorción resultante (espectro IR) es único para cada molécula y grupo funcional.

*Ejemplo: Asignación de bandas características en espectros FT-IR para materiales aluminosilicatados*

Número de onda (cm <sup>-1</sup> )	Asignación vibracional	Interpretación
534–791	Vibraciones de estiramiento Al–O–Si	Asociadas a enlaces Al–O–Si en la red cristalina (pueden incluir modos de flexión)
798	Estiramiento Al–O	Vibración característica del enlace Al–O (dependiente de la coordinación del Al)
915	Estiramiento Al–OH	Grupo hidroxilo unido al aluminio (común en superficies hidratadas)
1032	Estiramiento asimétrico Si–O–Si	Modo principal de la red silícea en aluminosilicatos y zeolitas
3624–3690	Estiramiento O–H (grupos OH estructurales o superficiales)	OH libres o débilmente ligados por puente de hidrógeno

## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

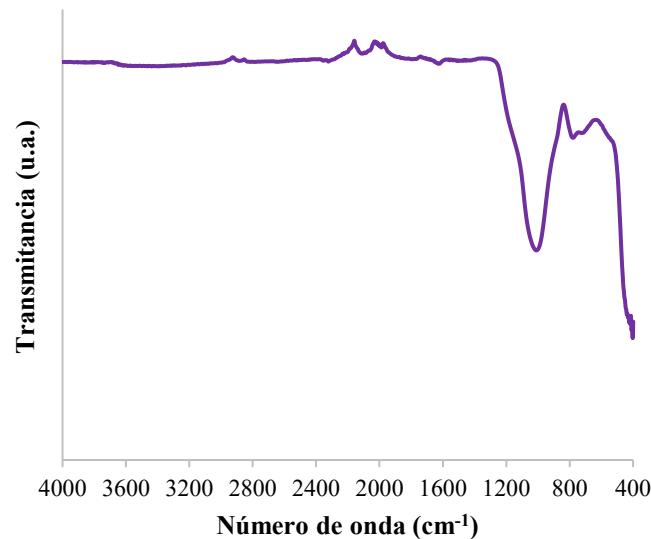
### 4.2.6. Espectroscopía FT-IR (Infrarrojos por Transformada de Fourier)

- ❑ **Equipo:** Espectrómetro FT-IR, que utiliza un interferómetro de Michelson para procesar la señal, una fuente de radiación IR, un compartimento de muestra (con accesorios como pastillas de KBr, Reflectancia Total Atenuada (ATR), o celdas de transmisión *in situ*) y un detector.
- ❑ **Ejemplo:** Detección de grupos hidroxilo ácidos/básicos, carbonatos o especies adsorbibles (como CO o piridina) en la superficie de un catalizador para caracterizar sitios activos.
- ❑ **Aplicación principal en catálisis:** Identificación de grupos funcionales, estudio de la naturaleza (ácida o básica) y concentración de los sitios superficiales mediante la adsorción de moléculas sonda, y seguimiento *in situ* de reacciones catalíticas.

## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.6. Espectroscopía FT-IR (Infrarrojos por Transformada de Fourier)

- Espectro FT-IR: gráfico que muestra cómo una muestra absorbe radiación infrarroja según la frecuencia de vibración de sus enlaces, representando en el eje X el número de onda ( $\text{cm}^{-1}$ ) y en el eje Y la transmitancia o absorbancia.



Número de onda ( $\text{cm}^{-1}$ )	Asignación vibracional
534–791	Vibraciones de estiramiento Al–O–Si
798	Estiramiento Al–O
915	Estiramiento Al–OH
1032	Estiramiento asimétrico Si–O–Si
3624–3690	Estiramiento O–H (grupos OH estructurales o superficiales)

Espectro FT-IR de un aluminosilicato

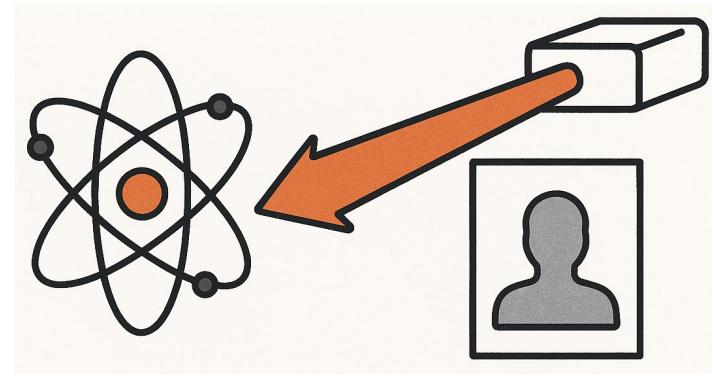


## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.7. Espectroscopía Fotoelectrónica de Rayos X (XPS)

*El XPS es como sacar fotos carnet a los electrones de la superficie: con un flash de rayos X, solo los que están en la primera fila salen en la imagen, y por su energía sabemos de qué elemento vienen y cómo están ligados.*

- ❑ **Objetivo:** Determinar la composición elemental superficial (sensible a los primeros ~10 nanómetros de la superficie) y los estados de oxidación de los elementos presentes.



## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.7. Espectroscopía Fotoelectrónica de Rayos X (XPS)

- **Principio:** La irradiación de la muestra con rayos X (generalmente monocromáticos) provoca la emisión de fotoelectrones de los niveles atómicos internos (efecto fotoeléctrico).
- La energía cinética de estos electrones se mide y, a partir de ella, se deduce su energía de enlace.
- La energía de enlace es característica de cada elemento y, crucialmente, es sensible a su estado químico (estado de oxidación y entorno químico).

## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

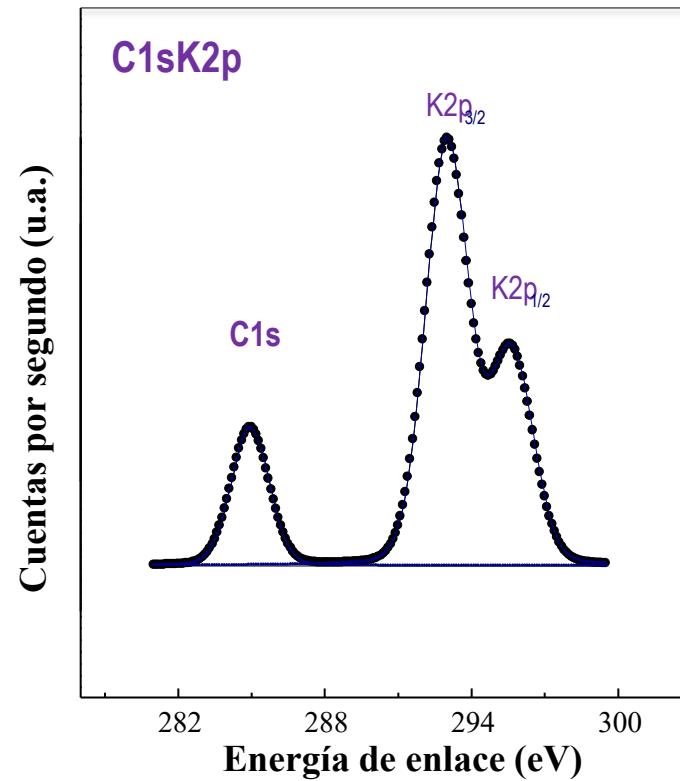
### 4.2.7. Espectroscopía Fotoelectrónica de Rayos X (XPS)

- ❑ **Equipo:** Espectrómetro XPS, que opera bajo condiciones de ultra alto vacío (UHV), y consta de una fuente de rayos X, un analizador de energía de electrones y un detector.
- ❑ **Ejemplo:** Determinar si un catalizador de cobre se encuentra como  $\text{Cu}^0$  (metálico),  $\text{Cu}^+$  o  $\text{Cu}^{2+}$  en su superficie; analizar la relación atómica de diferentes elementos en la superficie para comprender la segregación.
- ❑ **Aplicación principal en catálisis:** Caracterización detallada de la composición y el estado químico de la superficie activa del catalizador, estudio de la segregación de elementos y seguimiento de los cambios en el estado de oxidación bajo diferentes tratamientos o condiciones de reacción.

## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.7. Espectroscopía Fotoelectrónica de Rayos X (XPS)

- Espectro XPS: gráfico que representa la intensidad de electrones emitidos en función de su energía. El eje X indica la energía de enlace (eV), característica de cada elemento y su entorno químico, mientras que el eje Y muestra la intensidad o número de electrones detectados.

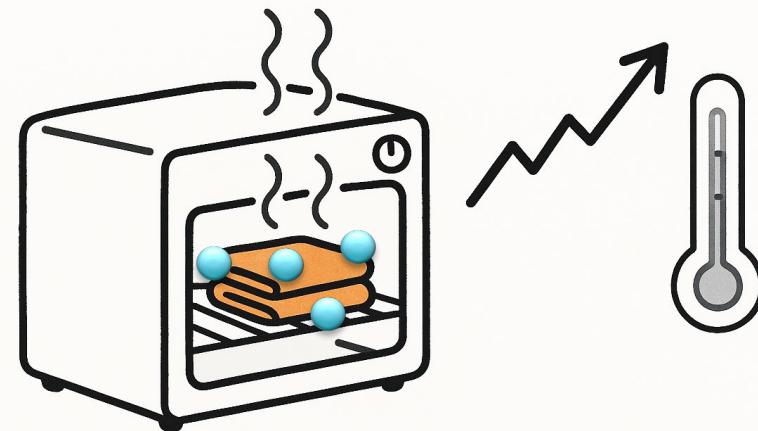


## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.8. Desorción a Temperatura Programada (TPD)

*El TPD es como meter ropa mojada en el horno y ver a qué temperatura empieza a salir vapor: si tarda mucho, la ropa está bien empapada; si sale rápido, estaba apenas húmeda. Así sabemos cuán fuerte estaba 'pegada' el agua. Con un catalizador, hacemos lo mismo con gases..*

- ❑ Objetivo: Analizar la acidez, basicidad o la capacidad de adsorción de un sólido, y la fuerza y cantidad de los sitios de adsorción.



## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.8. Desorción a Temperatura Programada (TPD)

- ❑ **Principio:** Primero, una molécula sonda (como NH<sub>3</sub> para sitios ácidos, CO<sub>2</sub> para sitios básicos, o H<sub>2</sub>/CO para sitios metálicos) se adsorbe sobre la superficie del catalizador a una temperatura controlada.
- ❑ Luego, la muestra se calienta progresivamente a una velocidad constante en una atmósfera inerte, y se mide la cantidad de la molécula sonda desorbida en función de la temperatura.
- ❑ Los picos en la curva de desorción indican diferentes tipos y fuerzas de sitios de adsorción.

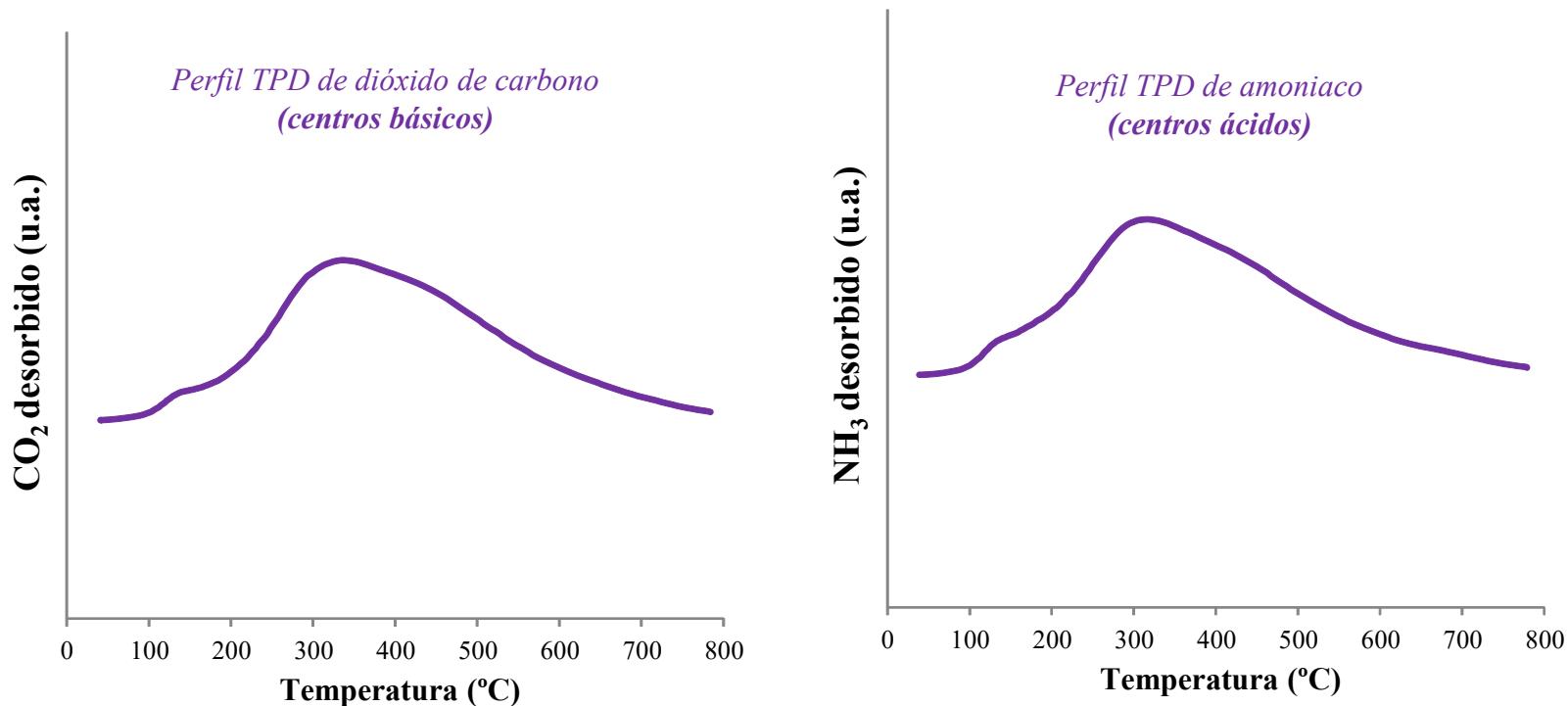
## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.8. Desorción a Temperatura Programada (TPD)

- ❑ **Equipo:** Un sistema TPD típico incluye un reactor tubular (reactor de lecho fijo), un horno con control de temperatura preciso, un sistema de flujo de gases, y un detector de gases (como un detector de conductividad térmica - TCD, o un espectrómetro de masas - MS) para monitorizar el gas desorbido.
- ❑ **Ejemplo:** Cuantificar y clasificar sitios ácidos o básicos en zeolitas, óxidos metálicos o materiales mesoporosos. Determinar la dispersión de la fase metálica mediante la quimisorción/desorción de  $H_2$  o CO.
- ❑ **Aplicación principal en catálisis:** Caracterización cuantitativa y cualitativa de la naturaleza y fuerza de los sitios activos superficiales, esencial para entender el mecanismo de reacción y la selectividad. También se utiliza para evaluar la dispersión de partículas metálicas.

## 4.2. Clasificación de las técnicas de caracterización

### 4.2.8. Desorción a Temperatura Programada (TPD)



NH <sub>3</sub> desorbido (mmol/g cat.)	CO <sub>2</sub> desorbido (mmol/g cat.)
1,45	0,75



