

Fundamentos de Catálisis Heterogénea

Unidad 3: MÉTODO DE SÍNTESIS DE CATALIZADORES

Dra. Laura Díaz Rodríguez
Dr. Douglas Jimmy Escalante Ayala
Dra. Karina Elvira Rodríguez Espinoza

Estructura

3.1. Tipos de Catalizadores Heterogéneos.

3.1.1. Clasificación según su fase activa.

3.1.2. Clasificación según su composición.

3.1.3. Cómo se diseñan o sintetizan estos catalizadores.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos.

3.2.1. Procedimiento de cada uno de los métodos de síntesis de catalizadores heterogéneos.

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores

3.1. Tipos de Catalizadores Heterogéneos

- ❖ La metodología de síntesis de los catalizadores heterogéneos depende básicamente del tipo de catalizador que se dese sintetizar.
- ❖ Los catalizadores heterogéneos son aquellos que están en una fase distinta a la de los reactivos, generalmente en fase sólida, mientras que los reactivos están en fase líquida o gaseosa. Son ampliamente utilizados en procesos industriales por su facilidad de separación y regeneración.



3.1. Tipos de Catalizadores Heterogéneos

3.1.1. Clasificación según su fase activa

Aquí tenemos una clasificación general de los tipos más comunes:

Metálicos	Óxidos Metálicos	Zeolitas
<ul style="list-style-type: none"> ○ Descripción: Usan metales o aleaciones como fase activa. ○ Ejemplos: <ul style="list-style-type: none"> • Platino (Pt), Paladio (Pd), Níquel (Ni), Rodio (Rh). ○ Usos: <ul style="list-style-type: none"> • Hidrogenación de alquenos (Pt o Pd sobre soporte). • Reformado catalítico en petroquímica. 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Descripción: emplean óxidos de metales como catalizadores o soportes. ○ Ejemplos: <ul style="list-style-type: none"> • Óxido de vanadio (V_2O_5), óxido de hierro (Fe_2O_3), óxido de cromo (Cr_2O_3). ○ Usos: <ul style="list-style-type: none"> • Oxidación de SO_2 a SO_3 (V_2O_5 en el proceso de contacto para producir ácido sulfúrico). • Descomposición de peróxidos. 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Descripción: Alúmino-silicatos cristalinos con estructura porosa. ○ Propiedades: <ul style="list-style-type: none"> • Alta acidez, forma selectiva (tamaño de poro). ○ Usos: <ul style="list-style-type: none"> • Craqueo catalítico de hidrocarburos (FCC). • Conversión de metanol a olefinas (MTO).

3.1. Tipos de Catalizadores Heterogéneos

3.1.2. Clasificación según su composición

Aquí tenemos una clasificación general de los tipos más comunes:

Catalizadores a Granel (Bulk Catalysts)

- Compuestos enteramente por el material activo.
- No tienen soporte adicional.
- Ejemplo: óxidos metálicos como V_2O_5 en la producción de ácido sulfúrico.

Catalizadores Soportados

- El material activo se dispersa sobre un soporte inerte (como alúmina o sílice).
- Mejora la superficie activa y la estabilidad.
- Ejemplo: platino sobre alúmina en convertidores catalíticos.

Catalizadores Estructurados

- Diseñados con geometrías específicas (monolitos, espumas, mallas).
- Usados en procesos con alta eficiencia de flujo, como en automóviles.
- Ejemplo: estructuras tipo “panal de abeja” en catalizadores automotrices.



3.1. Tipos de Catalizadores Heterogéneos

3.1.2. Clasificación según su composición

Aquí tenemos una clasificación general de los tipos más comunes:

Tamices Moleculares (Zeolitas)

- Materiales microporosos con alta selectividad.
- Permiten el paso solo de ciertas moléculas por tamaño.
- Muy usados en el craqueo del petróleo.

Catalizadores Multifásicos

- Combinan varias fases activas o soportes.
- Diseñados para reacciones complejas o múltiples etapas.

3.1. Tipos de Catalizadores Heterogéneos

3.1.3. Cómo se diseñan o sintetizan estos catalizadores

- ❖ El diseño y síntesis de catalizadores heterogéneos es una disciplina compleja que combina conocimientos de química, ingeniería de materiales y ciencia de superficies. El objetivo es obtener un material con alta actividad catalítica, selectividad, estabilidad y regenerabilidad.
- ❖ Aquí se presenta como se diseñan o sintetizan, paso a paso, según el tipo:

3.1.3.1. Etapas Generales del Diseño de Catalizadores Heterogéneos

- ❖ **Selección de la Fase Activa**
 - **Metales:** Pt, Pd, Ni, Cu, etc.
 - **Óxidos:** V_2O_5 , Fe_2O_3 , CeO_2 , etc.
 - **Zeolitas:** Estructura específica para selectividad.
 - Se elige según la reacción objetivo (oxidación, hidrogenación, reformado, etc.).

3.1. Tipos de Catalizadores Heterogéneos

3.1.3. Cómo se diseñan o sintetizan estos catalizadores

- ❖ Elección del Soporte
 - Material inerte que proporciona superficie y estabilidad térmica.
 - Comunes: Alúmina (Al_2O_3), Sílice (SiO_2), Carbón activado, Zeolitas, Titania (TiO_2).
 - Aporta propiedades físicas (porosidad, área superficial) y químicas (interacción con la fase activa).
- ❖ Método de Deposición o Preparación
 - Impregnación
 - Método más común.
 - Se disuelve el precursor metálico en solución y se deposita sobre el soporte.
 - Luego se seca y calienta (calcinación) para formar la fase activa.
 - Ejemplo: Impregnación de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ sobre $\text{Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$.

3.1. Tipos de Catalizadores Heterogéneos

3.1.3. Cómo se diseñan o sintetizan estos catalizadores

3.1.3.1. Etapas Generales del Diseño de Catalizadores Heterogéneos

- **Precipitación o Co-precipitación**
 - Se mezclan sales metálicas y se precipitan simultáneamente con un agente alcalino.
 - Se forma un sólido con la fase activa distribuida en todo el volumen.
 - Común para óxidos mixtos.
- **Sol-gel**
 - Se parte de precursores en solución que gelifican y luego se calcinan.
 - Produce materiales homogéneos y porosos.
 - Muy usado en catalizadores tipo óxidos o híbridos.
- **Síntesis hidrotermal**
 - Cristalización controlada en autoclave a alta presión.
 - Usado para sintetizar zeolitas y materiales mesoporosos con estructura definida.

3.1. Tipos de Catalizadores Heterogéneos

3.1.3. Cómo se diseñan o sintetizan estos catalizadores

- Deposición por vapor (CVD) o técnicas avanzadas
 - Se utiliza para lograr recubrimientos ultrafinos y bien controlados.
 - Típico en investigación o en la industria microelectrónica.
- ❖ Tratamientos Térmicos
 - Secado: elimina solventes.
 - Calcinación: descompone precursores y forma la fase activa (a altas temperaturas, en aire o gas inerte).
 - Reducción (si es necesario): para obtener metales en su estado activo (usualmente con H_2).
- ❖ Caracterización del Catalizador

Se usan técnicas para entender la estructura y propiedades:

- BET: área superficial.
- DRX (XRD): estructura cristalina.
- TEM/SEM: morfología, tamaño de partículas.
- XPS: estados de oxidación superficial.
- TPR/TPO/TPD: comportamiento en reacciones de reducción, oxidación y desorción.



3.1. Tipos de Catalizadores Heterogéneos

3.1.3. Cómo se diseñan o sintetizan estos catalizadores

Ejemplo práctico: Ni/Al₂O₃ para reformado de metano

- Disolver Ni(NO₃)₂ en agua.
- Impregnar sobre alúmina.
- Secar a 120 °C.
- Calcinar a 500-600 °C → NiO/Al₂O₃.
- Reducir en H₂ → Ni metálico sobre soporte.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.1. Procedimiento de cada uno de los métodos de síntesis de catalizadores heterogéneos.

Impregnación

Usado para: Metales sobre soportes sólidos (ej. Ni, Pt, Pd sobre Al_2O_3 , SiO_2 , etc.)

Procedimiento:

1. Preparación de solución precursora:

- Disolver la sal metálica (ej. $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$, H_2PtCl_6) en agua o solvente adecuado.

2. Impregnación del soporte:

- Agregar el soporte (ej. alúmina) a la solución bajo agitación.
- Se puede hacer por:
 - Impregnación húmeda: exceso de solución.
 - Impregnación incipiente: volumen justo para llenar los poros del soporte.

3. Secado:

- Generalmente a 100–120 °C por varias horas.



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.1. Procedimiento de cada uno de los métodos de síntesis de catalizadores heterogéneos.

4. Calcinación:

- Tratamiento térmico en aire a 400-600 °C para formar el óxido metálico.

5. Reducción (opcional):

- Si se desea el metal en estado cero, se reduce con H_2 a 300-600 °C.

Ejemplo:

Ni/Al_2O_3 para reformado de metano

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.1. Procedimiento de cada uno de los métodos de síntesis de catalizadores heterogéneos.

Precipitación / Coprecipitación

Usado para: Óxidos simples o mixtos (ej. Cu-Zn-Al, Fe-Cr)

Procedimiento:

- 1. Preparación de soluciones precursoras:**
 - Mezclar sales metálicas solubles (ej. $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$).
- 2. Precipitación:**
 - Agregar base (NaOH o NH_4OH) o agente precipitante (Na_2CO_3) gota a gota bajo agitación.
 - Controlar pH (usualmente 7-9) y temperatura (60-80 °C).
- 3. Envejecimiento del precipitado:**
 - Se deja reposar 1-24 h para formar mejor estructura.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.1. Procedimiento de cada uno de los métodos de síntesis de catalizadores heterogéneos.

4. **Filtrado y lavado:**
 - Eliminar iones no deseados.
5. **Secado:**
 - 100-120 °C durante varias horas
6. **Calcinación:**
 - 400-600 °C para formar los óxidos catalíticos activos.

Ejemplo:

$\text{Cu/ZnO/Al}_2\text{O}_3$ para síntesis de metanol.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.1. Procedimiento de cada uno de los métodos de síntesis de catalizadores heterogéneos.

Sol-Gel

Usado para: Óxidos metálicos amorfos, híbridos orgánico-inorgánicos.

Procedimiento:

1. Preparación del sol

- Usar precursores metálicos (ej. tetraetoxisilano, TEOS) y disolver en solvente (alcohol).
- Agregar agua + catalizador ácido o básico para iniciar hidrólisis.

2. Hidrólisis y condensación:

- Se forman oligómeros e inicia la formación de red tridimensional (gelificación).

3. Gelificación:

- El sol se convierte en gel en minutos a horas.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.1. Procedimiento de cada uno de los métodos de síntesis de catalizadores heterogéneos.

4. Envejecimiento del gel:

- Mejora de la estructura interna.

5. Secado (xerogel):

- A temperatura ambiente o en horno suave (100-150 °C)

6. Calcinación:

- Para eliminar orgánicos y densificar la estructura (300-600 °C).

Ejemplo:

SiO_2 dopado con Ti para fotocatálisis.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.1. Procedimiento de cada uno de los métodos de síntesis de catalizadores heterogéneos.

Síntesis Hidrotermal (especial para zeolitas y materiales cristalinos)

Usado para: Zeolitas, materiales mesoporosos, óxidos cristalinos.

Procedimiento:

1. Preparación del gel precursor:
 - Mezclar fuentes de Si, Al, Na y agua en proporción específica
2. Cocción hidrotermal
 - Colocar en autoclave de acero inoxidable con recubrimiento de Teflón.
 - Calentar a 100-200 °C bajo presión (1-3 días).
3. Enfriamiento y lavado:
 - Separa los cristales y lava con agua desionizada.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.1. Procedimiento de cada uno de los métodos de síntesis de catalizadores heterogéneos.

4. Secado:

- A 100-120 °C.

5. Calcinado:

- A 500-600 °C para eliminar la plantilla orgánica (si se usó).

Ejemplo:

Zeolita ZSM-5 para craqueo catalítico.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.1. Procedimiento de cada uno de los métodos de síntesis de catalizadores heterogéneos.

Deposición Química de Vapor (CVD)

Usado para: Recubrimientos finos, nanotecnología, catalizadores selectivos.

Procedimiento:

1. Preparación del precursor volátil:
 - Ej. organometálicos (como $\text{Fe}(\text{CO})_5$, $\text{Pt}(\text{acac})_2$)
2. Transporte del precursor:
 - Por gas portador (N_2 , Ar) a una cámara de reacción.
3. Deposición térmica sobre el soporte:
 - A temperaturas de 300-800 °C, el precursor se descompone y forma una película delgada sobre la superficie.
4. Post-tratamiento (si aplica):
 - Oxidación, reducción, o dopaje.

Ejemplo:

Catalizadores de Pt en sensores o microchips.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento General de la Síntesis por Precipitación Selectiva

- ❖ La síntesis por precipitación selectiva es un método utilizado para **separar o sintetizar compuestos específicos en forma sólida** a partir de una solución que contiene múltiples iones metálicos, aprovechando la diferencia en sus **solubilidades**. Este proceso se basa en el **control cuidadoso del pH, temperatura y concentración** para que solo ciertos compuestos precipiten, dejando otros en solución.
- ❖ **Objetivo:** Formar un sólido (precipitado) de un metal específico mientras otros iones permanecen disueltos.
- ❖ **Materiales y Reactivos (ejemplo general):**
 - Sales metálicas solubles (ej. CuSO₄, FeCl₃, Zn(NO₃)₂)
 - Precipitante (ej. NaOH, NH₄OH, Na₂CO₃, H₂S)
 - Agua destilada
 - pH-metro o papel indicador
 - Agitador magnético
 - Embudo, papel de filtro, vaso de precipitados



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Pasos del Procedimiento:

1. Preparación de la solución metálica:
 - Disuelve una mezcla de sales metálicas en agua destilada (ej. mezcla de Cu^{2+} , Zn^{2+} y Fe^{3+}).
 - Agita para asegurar disolución completa.
2. Ajuste de condiciones específicas (pH, temperatura)
 - Ajusta cuidadosamente el pH de la solución con base (ej. NaOH) o ácido para crear condiciones que favorezcan la precipitación solo del ion deseado.
 - Ejemplo: a pH 5-6, Fe(OH)_3 precipita, pero Cu^{2+} permanece soluble.
 - Mantén la temperatura constante (usualmente 25-80 °C) si la solubilidad es sensible al calor.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Pasos del Procedimiento:

3. Adición del agente precipitante:
 - Agrega lentamente el agente precipitante bajo agitación constante.
 - Ejemplos:
 - NaOH o NH_4OH → forma hidróxidos metálicos.
 - Na_2CO_3 → forma carbonatos metálicos.
 - H_2S (en medio ácido o básico) → forma sulfuros metálicos (selectivo para algunos metales).
4. Formación del precipitado
 - Se forma un precipitado (por ejemplo, Fe(OH)_3) si se alcanza el producto de solubilidad (Kps).
 - Mantén agitación suave y temperatura constante durante varios minutos para permitir crecimiento de cristales.
5. Filtración
 - Separa el precipitado por filtración (vacío o gravedad).
 - Lava el sólido con agua destilada para eliminar impurezas solubles.



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Pasos del Procedimiento:

6. Secado
 - Seca el precipitado a 100-120 °C (si es estable) en estufa o a temperatura ambiente.
7. Caracterización (opcional)
 - Verifica la pureza por análisis gravimétrico, DRX, espectroscopía o microscopía.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Pasos del Procedimiento:

Ejemplo Específico: Separación de Cu^{2+} y Zn^{2+}

Objetivo: Precipitar Cu^{2+} como CuS usando H_2S en medio ácido.

1. Disolver CuSO_4 y ZnSO_4 en agua.
2. Acidificar con HCl a $\text{pH} \sim 1-2$.
3. Burbujea lentamente $\text{H}_2\text{S} \rightarrow \text{Cu}^{2+}$ precipita como CuS (negro).
4. Zn^{2+} permanece en solución (su sulfuro solo precipita a pH más básico).
5. Filtrar, lavar y secar CuS .

Consideraciones Importantes:

- Cada ion metálico tiene un producto de solubilidad (K_{ps}) distinto, lo que permite la selectividad.
- El orden de precipitación depende del pH , la presencia de agentes complejantes, y la constante K_{ps} .
- El exceso de precipitante puede redispersar el sólido o precipitar otros iones no deseados.



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento General de la Síntesis por Co-precipitación

- ❖ La síntesis por co-precipitación es una técnica ampliamente utilizada para obtener catalizadores heterogéneos (especialmente óxidos metálicos mixtos) con alta homogeneidad, buena dispersión de fases activas y control de composición. Se basa en la precipitación simultánea de varios iones metálicos desde una solución común mediante la adición de un agente precipitante.
- ❖ **Objetivo:** Obtener un sólido (precipitado) que contenga varios metales, distribuidos homogéneamente, como precursores de catalizadores (por ejemplo, Cu-Zn-Al, Ni-Fe, etc.).
- ❖ **Materiales y Reactivos (ejemplo general):**
 - Sales metálicas solubles (ej. $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$)
 - Agente precipitante: NaOH , NH_4OH , Na_2CO_3 o urea
 - Agua destilada
 - Agitador magnético
 - Placa calefactora
 - pH-metro o indicador
 - Filtros de papel o sistema de vacío



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Pasos del Procedimiento:

1. Preparación de la solución precursora:
 - Disuelve los iones metálicos (ej. Cu^{2+} , Zn^{2+} , Al^{3+}) en agua destilada en proporciones molares deseadas.
 - Mezcla homogéneamente la solución bajo agitación constante.
2. Preparación de la solución precipitante
 - Disuelve el agente precipitante (ej. NaOH o Na_2CO_3) en agua destilada por separado.
3. Co-precipitación
 - Agrega **simultáneamente** (o controladamente) la solución precipitante a la solución metálica **bajo agitación vigorosa**, manteniendo el pH constante (usualmente entre 7 y 10).
 - Controla la **temperatura** (60-80 °C típicamente) para mejorar la cinética de precipitación.
 - Se forma un precipitado amorfo o microcristalino de hidróxidos o carbonatos metálicos.



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Pasos del Procedimiento:

4. **Envejecimiento del precipitado:**
 - Se mantiene la suspensión agitada a temperatura constante durante un período (30 minutos a varias horas).
 - Mejora la cristalinidad y homogeneidad del precipitado.
5. **Filtración y lavado:**
 - Separa el sólido mediante filtración.
 - Lava con agua destilada varias veces para eliminar iones residuales (como Na^+ , NO_3^- , Cl^-).
6. **Secado**
 - Seca el sólido a 100-120 °C por 12-24 horas en estufa.
7. **Calcinación**
 - Calienta el sólido seco en horno a 400-600 °C (dependiendo del sistema) para:
 - Eliminar el agua y residuos orgánicos.
 - Descomponer los hidróxidos o carbonatos a óxidos activos.
 - Promover interacción entre fases metálicas.



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Pasos del Procedimiento:

Ejemplo: Síntesis de Cu/ZnO/Al₂O₃ para producción de metanol

1. Disolver Cu(NO₃)₂, Zn(NO₃)₂ y Al(NO₃)₃ en agua (relación molar típica: 6:3:1).
2. Preparar solución de Na₂CO₃ (como precipitante).
3. Agregar lentamente la solución de Na₂CO₃ al medio metálico a 70 °C, controlando el pH ~7.
4. Envejecer 1 hora.
5. Filtrar, lavar y secar a 120 °C.
6. Calcinación a 400 °C por 4 horas.

Ventajas de la Co-precipitación:

- Buena homogeneidad química.
- Control preciso de la estequiometría.
- Métodos relativamente sencillos y económicos.
- Alta superficie específica tras calcinación.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento General de la Síntesis por Impregnación

- ❖ **Objetivo:** Depositar una fase activa (generalmente metálica) sobre un **soporte sólido** (como alúmina, sílice o carbón activado), para obtener un catalizador con alta dispersión del metal activo.
- ❖ **Tipos de Impregnación:**
 1. **Impregnación Seca o Incipiente:**
 - Se utiliza un **volumen de solución igual al volumen de poro del soporte** (sin exceso de líquido).
 - Permite una **distribución más uniforme** y evita la migración del metal durante el secado.
 2. **Impregnación Húmeda:**
 - Se usa un **exceso de solución**.
 - El soporte se sumerge completamente.
 - Más simple, pero puede generar distribución menos uniforme.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

- ❖ **Materiales y Reactivos Comunes:**
 - Soporte sólido: Al_2O_3 , SiO_2 , TiO_2 , carbón activado, etc.
 - Sal metálica soluble: ej. $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$, H_2PtCl_6 , PdCl_2 , $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$.
 - Solvente: agua destilada o alcohol.
 - Materiales de laboratorio: vaso de precipitados, agitador magnético, balanza, estufa, horno.

Procedimiento paso a paso:

1. **Preparación del soporte:**
 - Si el soporte está en forma de polvo, puede ser pretratado (calcinado o lavado).
 - Medir su volumen de poro (si se usará impregnación incipiente).
2. **Preparación de la solución precursora:**
 - Disolver la sal metálica en el solvente (generalmente agua).
 - Ajustar concentración para que la cantidad total de metal corresponda a la carga deseada (% en peso).

Ejemplo: Para preparar 5% Ni/ Al_2O_3 , calcula la masa de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ necesaria y disuélvela en el volumen justo para el método elegido.



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

3. **Impregnación:**
 - ❖ **Para impregnación incipiente:**
 - Añadir **gota a gota** la solución sobre el soporte, mezclando lentamente hasta que se absorba todo el líquido sin dejar residuo.
 - ❖ **Para impregnación húmeda:**
 - Colocar el soporte en un vaso y verter la solución precursora en exceso.
 - Agitar suavemente (magnéticamente o manualmente) durante 30-60 minutos.
4. **Secado:**
 - Secar el sólido impregnado a **100-120 °C** durante varias horas (usualmente 12-24 h).
 - El objetivo es eliminar el solvente y fijar la sal en los poros del soporte.
5. **Calcinación:**
 - Calentar en horno (en aire o atmósfera controlada) a **300-600 °C** por 3-6 horas.



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

- Esto transforma la sal metálica en un **óxido activo** o prepara el sólido para una reducción posterior.
- 6. **Reducción (opcional)**
 - Si se necesita el metal en estado cero (por ejemplo, Ni^0 , Pt^0), se realiza una **reducción en atmósfera de H_2** a 300–600 °C.
 - ❖ **Ejemplo: Síntesis de $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ (5%) por impregnación incipiente**
 1. Pesar 10 g de Al_2O_3 (con porosidad conocida, ej. 0.5 mL/g → total 5 mL).
 2. Calcular y disolver la cantidad de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ necesaria para obtener 5% Ni (ej. 1.28 g de sal en 5 mL de agua).
 3. Añadir la solución gota a gota al soporte mezclando suavemente.
 4. Secar a 110 °C durante 12 horas.
 5. Calcinación a 500 °C por 4 horas en aire.
 6. (Opcional) Reducir en H_2 a 400 °C para formar Ni^0 activo.



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Ventajas del Método de Impregnación

- Simple y económico.
- Permite cargar múltiples metales (bimetálicos o multimetálicos).
- Adecuado para catalizadores industriales.

Desventajas

- Puede haber **no uniformidad** en la distribución del metal (especialmente en impregnación húmeda).
- Riesgo de migración del metal durante secado si no se controla.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento General de la Síntesis por Impregnación incipiente

- ❖ **Objetivo:** Depositar una cantidad precisa de una sal metálica sobre un **soporte sólido poroso**, utilizando un volumen de solución igual al **volumen de poro del soporte**, logrando así una **distribución uniforme** y evitando el uso de solvente en exceso.
- ❖ **Materiales y Reactivos Comunes:**
 - **Soporte sólido:** Alúmina (Al_2O_3), sílice (SiO_2), carbones activados, etc.
 - **Sal metálica soluble:** Ej. nitrato de níquel ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), cloroplatinato de hidrógeno (H_2PtCl_6), etc.
 - **Solvente:** Agua destilada (u otro si la sal no es soluble en agua).
 - Balanza, vaso de precipitados, pipeta o jeringa, agitador de vidrio o espátula.
 - Estufa y horno de mufla.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

1. Determinar el volumen de poro del soporte:
 - Obtener el dato de porosidad del soporte (de fabricante o mediante análisis BET).
 - Ejemplo: Si tienes 10 g de Al_2O_3 con volumen de poro de 0.5 mL/g, entonces:
 - Volumen de solución necesario = $10 \text{ g} \times 0.5 \text{ mL/g} = 5 \text{ mL}$
2. Preparación de la solución precursora:
 - Calcular la cantidad de sal metálica necesaria según el % en peso deseado del metal sobre el soporte.
 - Disolver la sal en exactamente el volumen de poro calculado (ej. 5 mL).

Ejemplo:

Para preparar 5% Ni/ Al_2O_3 .

- 10 g de soporte → necesitas 0.5 g de Ni metálico.
- Si usas $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ($M = 290.8 \text{ g/mol}$, 22% Ni):
 - $0.5 \text{ g Ni} \div 0.22 \approx 2.27 \text{ g de sal.}$
- Disolver 2.27 g de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en 5 mL de agua.



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

3. **Impregnación:**
 - Coloca el soporte en un vaso de precipitados o mortero.
 - Añade lentamente la solución **gota a gota** mientras mezclas con espátula o agitas manualmente.
 - Asegúrate de que el soporte **absorba completamente la solución** sin dejar líquido libre.
4. **Secado:**
 - Dejar reposar el sólido impregnado durante 1-2 h a temperatura ambiente.
 - Luego secar en estufa a **110-120 °C** durante **12-24 horas**.
5. **Calcinación:**
 - Colocar el sólido seco en un crisol.
 - Calentar en un horno de mufla a **400-600 °C** durante **3-6 horas**, en atmósfera de aire.
 - Esto transforma la sal metálica en el **óxido metálico activo**.



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

6. Reducción (opcional)

- Si se desea obtener el metal en estado cero (ej. Ni^0 , Pt^0), se realiza una reducción en atmósfera de H_2 (por flujo o tubo de cuarzo) a $300\text{--}500\text{ }^\circ\text{C}$ durante varias horas.

Ventajas de la Impregnación Incipiente

- Mejor control de la cantidad y distribución del metal activo.
- Evita redistribución del metal durante el secado.
- Bajo consumo de solvente.
- Muy útil para catalizadores monometálicos y bimetálicos.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento General de la Síntesis por el método Sol-Gel

Aquí se muestra el procedimiento detallado del método Sol-Gel, uno de los más versátiles y utilizados para la síntesis de catalizadores heterogéneos, especialmente óxidos metálicos, materiales mesoporosos y híbridos orgánico-inorgánicos.

- ❖ **Objetivo:** Obtener óxidos metálicos altamente homogéneos y con estructura porosa controlada, partiendo de una solución ("sol") que evoluciona hacia un gel, el cual se seca y calcina para obtener el catalizador final.
- ❖ **Materiales y Reactivos Comunes:**
 - **Precursores metálicos:** generalmente alcoóxidos metálicos como:
 - Tetraetoxisilano (TEOS) para SiO_2
 - Nitrato de titanio, zirconio, aluminio o mezclas (según catalizador)
 - **Solventes:** etanol, metanol, agua destilada
 - **Catalizador de hidrólisis:** ácido (HCl) o base (NH₄OH)
 - Agitador magnético, vasos de precipitados, estufa, horno

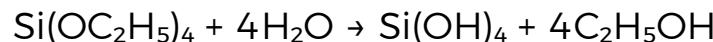
3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

1. Preparación del Sol:
 - Mezcla el **alcoxido metálico** (ej. TEOS) con **alcohol** (ej. etanol) y **agua** en proporción adecuada.
 - Añade un catalizador ácido o básico para iniciar la reacción de hidrólisis.

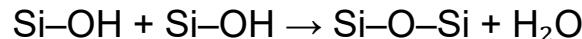
Reacción típica (para TEOS):



- Condiciones comunes:
 - R: molar TEOS : EtOH : H₂O ≈ 1 : 4 : 4
 - pH controlado: ácido (pH ~2) o básico (pH ~9) según el material deseado.

2. Preparación de la solución precursora:

- El silanol (Si-OH) formado comienza a condensarse:



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

- Aparece un aumento de viscosidad y eventualmente el **sol** se convierte en un **gel**.
 - Tiempo de gelación: minutos a horas, dependiendo de pH, temperatura y proporciones.
3. **Envejecimiento del gel:**
- Se deja el gel en reposo a temperatura ambiente o ligeramente elevada (25-60 °C) durante varias horas o días.
 - Esto permite:
 - Reorganización estructural
 - Eliminación de líquidos atrapados
 - Mejor red de poros
4. **Secado:**
- El gel envejecido se seca a 100-120 °C para formar un **xerogel**.
 - Se elimina el agua y solvente sin colapsar la red porosa.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

5. Calcinación:

- El xerogel seco se calcina en horno a 300–600 °C en aire.
- Objetivos:
 - Eliminar restos orgánicos (alcoxi, solventes)
 - Consolidar la estructura del óxido metálico
 - Generar la fase activa (óxidos cristalinos o amorfos según condiciones)

6. Impregnación o dopaje adicional (Opcional):

- El material obtenido puede luego impregnarse con otro metal (Pt, Ni, Cu) o funcionalizarse para crear catalizadores bifuncionales.

Ejemplo: Síntesis de SiO_2 por Sol-Gel (con TEOS)

1. Mezclar:

- 10 mL TEOS
- 40 mL EtOH
- 10 mL H_2O
- 2 gotas de HCl (0,1 M)



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

1. Agitar durante 1 hora a temperatura ambiente.
2. Dejar reposar hasta que se forme un gel.
3. Envejecer el gel 12 h a 50 °C.
4. Secar a 120 °C por 12 h.
5. Calcinación a 500 °C durante 5 h → obtención de SiO₂ poroso.

Ventajas del Método Sol-Gel

- Alta homogeneidad: Distribución uniforme de los metales
- Control estructural: Posibilidad de controlar tamaño de poro, área superficial, cristalinidad.
- Bajo consumo de energía: Temperaturas relativamente bajas.
- Multifuncionalidad: Permite preparar materiales dopados, híbridos, nanoestructurados.

Desventajas

- Tiempo de síntesis más largo.
- Sensibilidad a las condiciones de reacción (pH, humedad, temperatura).
- Posible retracción y agrietamiento durante secado



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento General de la Síntesis Hidrotermal

Aquí se presenta el **procedimiento general para la síntesis hidrotermal**, una técnica muy utilizada para obtener **materiales cristalinos** (como zeolitas, óxidos metálicos, materiales mesoporosos y nanomateriales), incluyendo **catalizadores heterogéneos** con alta pureza, morfología controlada y porosidad definida.

- ❖ **Objetivo:** Formar materiales sólidos cristalinos a partir de una solución acuosa bajo **alta temperatura y presión en un sistema cerrado (autoclave)**. Se favorece la nucleación y el crecimiento controlado de cristales.
- ❖ **Materiales y Reactivos Comunes:**
 - **Precursos metálicos** (sales o óxidos):
Ej. SiO_2 , TiCl_4 , $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$, ZrOCl_2 , etc.
 - **Fuente de álcalis o ácidos:** NaOH , NH_4OH , HCl
 - **Agentes estructurantes** (opcional): Plantillas orgánicas como CTAB, TEA, SDS
 - **Solvente:** Agua destilada



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

- Materiales de laboratorio:
 - Autoclave de teflón-acero
 - Agitador magnético
 - Estufa u horno de secado
 - Horno de calcinación
- 1. Preparación del gel precursor (mezcla reaccionante):
 - Mezcla las fuentes metálicas (por ejemplo, silicatos, aluminatos, etc.) en agua destilada.
 - Ajusta el pH con NaOH, HCl o NH₄OH según la síntesis deseada.
 - Si se usan plantillas orgánicas (para controlar forma o porosidad), agrégalas en este paso.
 - Agita bien hasta obtener una mezcla homogénea o gel viscoso.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

2. Transferencia al autoclave:
 - Vierte la mezcla en un **revestimiento de teflón** dentro del autoclave de acero inoxidable.
 - Llenado típico: entre 60% y 80% del volumen total.
 - Cierra herméticamente.
3. Tratamiento hidrotermal:
 - Coloca el autoclave en un horno a una temperatura de 100–250 °C, según el material.
 - El tiempo de reacción varía entre **6 horas y varios días**, dependiendo de la cristalización deseada.
 - Se desarrolla una presión autogenerada (debido al vapor de agua), que puede alcanzar de 2 a 30 atm.
4. Enfriamiento:
 - Deja enfriar el autoclave lentamente a temperatura ambiente.
 - Abre con precaución y extrae el producto sólido.



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

5. **Filtración y lavado:**
 - Filtra el sólido obtenido y lávalo varias veces con **agua destilada** y, si es necesario, **etanol**.
 - Elimina restos de sales, álcali o estructuras orgánicas no deseadas.
6. **Secado:**
 - Seca el material a **100–120 °C** durante varias horas (usualmente de 12 a 24 h).
6. **Calcinación (si se usó plantilla orgánica):**
 - Calcinación en aire o flujo de O₂ a **450–600 °C** durante 4–6 horas.
 - Esto elimina las plantillas o compuestos orgánicos residuales y define la estructura porosa final.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Ejemplo: Síntesis de Zeolita ZSM-5

1. Mezclar:
 - o SiO_2 , Al_2O_3 , NaOH y tetrapropilamonio (TPA^+) como plantilla
 - o Ajustar proporción molar: $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Na}_2\text{O}/\text{TPAOH}/\text{H}_2\text{O}$
2. Agitar hasta formar gel homogéneo.
3. Transferir a autoclave y calentar a 180°C durante 48-72 h.
4. Enfriar, filtrar y lavar.
5. Secar a 120°C por 12 h.
6. Calcinación a 550°C por 6 h → eliminación de la plantilla y activación de la zeolita.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Ventajas del Método Hidrotermal

- Alta pureza: Reacciones en medio cerrado, controlado.
- Cristalinidad: Favorece crecimiento ordenado de cristales.
- Control morfológico: Tamaño, forma y fases controlables.
- Versatilidad: Apto para óxidos, zeolitas, nanopartículas.

Consideraciones de Seguridad:

- Utiliza **autoclaves resistentes** y certificados.
- **No sobrellenar** el recipiente (>80%).
- Enfriar completamente antes de abrir.
- Usa protección térmica y gafas al abrir el sistema.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento General de la Síntesis de Zeolitas

Aquí se presenta el **procedimiento general para la síntesis de zeolitas**, uno de los materiales más importantes en **catálisis heterogénea** debido a su alta área superficial, acidez ajustable y estructura porosa selectiva.

- ❖ **Objetivo:** Obtener zeolitas cristalinas (ej. ZSM-5, Zeolita Y, Beta, etc.) mediante **reacciones hidrotermales controladas** a partir de precursores de sílice y alúmina en presencia de un agente estructurante orgánico o inorgánico.
- ❖ **Materiales y Reactivos Comunes:**
 - **Fuente de sílice:** TEOS (tetraetoxisilano), Ludox, sílice coloidal
 - **Fuente de alúmina:** $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, NaAlO_2
 - **Base:** NaOH o TPAOH (tetrapropilamonio hidróxido)
 - **Plantilla orgánica (si aplica):** TPAOH, TEAOH, SDA (agente direccionador)
 - **Solvente:** Agua destilada
 - Autoclave con revestimiento de teflón
 - Agitador magnético, horno, balanza, filtros



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

- 1. Preparación del gel precursor :**
 - Disolver NaOH (o TPAOH) en agua destilada.
 - Agregar la fuente de alúmina lentamente y agitar hasta disolver completamente.
 - Añadir la fuente de sílice y continuar agitando.
 - Ajustar la relación molar adecuada entre los componentes (ver más abajo).
 - Dejar agitando por 1-4 horas para formar un gel homogéneo.
- 2. Cristalización hidrotermal:**
 - Transferir el gel a un autoclave de acero inoxidable con recubrimiento de teflón.
 - Cerrar herméticamente.
 - Calentar en un horno a 100-200 °C durante 1-7 días, según la zeolita.
 - Agitación o reposo estático según el tipo de estructura deseada.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

3. Enfriamiento y recuperación del producto:
 - Enfriar el autoclave a temperatura ambiente.
 - Filtrar el sólido cristalino obtenido.
 - Lavar con abundante agua destilada hasta pH neutro.
 - Secar a 100-120 °C por 12-24 h.
4. Calcinación
 - Calcinación en horno a 500-600 °C durante 4-6 horas en aire.
 - Esto elimina la plantilla orgánica (SDA), dejando la estructura microporosa activa.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Ejemplo: Síntesis de Zeolita ZSM-5

Relación molar típica del gel: $\text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 : \text{TPAOH} : \text{Na}_2\text{O} : \text{H}_2\text{O} \approx 60 : 1 : 20 : 2 : 300$

Procedimiento:

1. Disolver NaOH y TPAOH en agua.
2. Añadir $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ y agitar hasta disolver.
3. Agregar TEOS lentamente bajo agitación.
4. Formar un gel y agitar 2 h.
5. Transferir a autoclave y calentar a 170°C por 72 h.
6. Enfriar, filtrar, lavar, secar y calentar a 550°C .

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Ventajas de las Zeolitas como Catalizadores

- Porosidad regular: Permite **selectividad molecular**.
- Alta acidez: Ideal para **craqueo, isomerización**.
- Estabilidad térmica: Funciona a **altas temperaturas**.
- Intercambio catiónico: Personalizable para **reacciones específicas**.

Notas importantes:

- Cada tipo de zeolita (Y, Beta, LTA, MFI) requiere **composición y condiciones distintas**.
- Las **plantillas orgánicas** son esenciales para dirigir la **estructura cristalina deseada**.
- La pureza y cristalinidad se pueden confirmar por **DRX (difracción de rayos X)**.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento General de la Síntesis de Catalizadores Aluminofosfatos (AlPOs)

Aquí se muestra el **procedimiento general** para la síntesis de catalizadores aluminofosfatos (AlPOs), materiales con estructura similar a las zeolitas, pero con una composición diferente: contienen **aluminio (Al)**, **fósforo (P)** y, a menudo, **un agente estructurante orgánico**.

Estos catalizadores son muy utilizados en **procesos petroquímicos**, como el craqueo catalítico y la isomerización, y pueden modificarse (por ejemplo, con metales o iones heteroatómicos) para mejorar su acidez o actividad.

- ❖ **Objetivo:** Obtener un aluminofosfato microporoso cristalino (como AlPO-5, AlPO-11, AlPO-18, etc.) con estructura específica y posible funcionalización para su uso como catalizador ácido o de soporte.
- ❖ **Materiales y Reactivos Comunes:**
 - **Fuente de aluminio:** pseudobohemita (AlOOH), Al(OH)_3 , o Al(iPrO)_3
 - **Fuente de fósforo:** H_3PO_4 (ácido fosfórico concentrado)
 - **Agente estructurante (plantilla orgánica):** aminas (ej. triisopropilamina, diisopropilamina, TEA, etc.)



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

- Solvente: agua destilada
- (Opcional) Fuente de heteroátomo: Si, Fe, Co, Zn, Mg (para SAPO, FeAlPO, etc.)
- Autoclave con recubrimiento de teflón
- Estufa, horno, filtros

Procedimiento paso a paso:

1. Preparación de la mezcla precursora (gel)

- Disolver la fuente de fósforo (H_3PO_4) en agua destilada.
- Añadir la fuente de aluminio bajo agitación constante.
- Agregar la plantilla orgánica (amine o alcohol).
- (Opcional) Incorporar dopantes metálicos si se desea una aluminofosfato funcionalizado.
- Ajustar el pH ligeramente ácido (~5-6) y continuar agitando hasta formar un gel homogéneo.
- Relación molar típica: $P_2O_5 : Al_2O_3 : \text{plantilla} : H_2O \approx 1 : 1 : 1-2 : 30-80$ (puede variar según la fase deseada)



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

2. **Cristalización hidrotermal**
 - Transferir el gel a un autoclave de teflón-acero inoxidable, llenando solo el 60-80%.
 - Calentar a 150-200 °C durante 12-96 h, según el tipo de aluminofosfato.
 - Dejar en reposo o bajo agitación moderada.
3. **Enfriamiento y recuperación del sólido**
 - Dejar enfriar el autoclave hasta temperatura ambiente.
 - Filtrar el producto cristalino.
 - Lavar con abundante agua destilada hasta alcanzar pH neutro.
 - Secar a 100-120 °C durante 12-24 h.
4. **Calcinación**
 - Calcinación en horno a 550-600 °C durante 4-6 horas.
 - Esto elimina la plantilla orgánica, abriendo la red microporosa del catalizador.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Ejemplo: Síntesis de AlPO-5

Procedimiento:

1. Mezclar:



2. Agitar hasta formar gel.

3. Transferir a autoclave y calentar a 180 °C por 48 h.

4. Filtrar, lavar y secar.

5. Calcinación a 550 °C por 5 h.

Obtención de AlPO-5, estructura AFI (tipo canal unidimensional).

Variantes:

- SAPO-n: Silicoaluminofosfatos (se añade Si a la mezcla).
- MeAPO-n: Aluminofosfatos dopados con metales (Fe, Zn, Co...).
- Estas versiones aumentan la acidez y/o actividad redox del material.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Ventajas de los Aluminofosfatos como Catalizadores

- Estructura microporosa: Selectividad molecular y difusión controlada.
- Estabilidad térmica: Uso en reacciones a alta temperatura.
- Posibilidad de dopaje: Control de acidez y funciones redox.
- Alta pureza estructural: Buen control de cristalinidad y forma.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento General de la Síntesis de Catalizadores Silicoaluminofosfatos (SAPOs)

Aquí se presenta el procedimiento general para la síntesis de SAPOs (Silicoaluminofosfatos), que son materiales microporosos cristalinos ampliamente utilizados como catalizadores ácidos sólidos en procesos como el craqueo catalítico o la conversión de metanol a olefinas (MTO). Al incorporar silicio (Si) en la red de un aluminofosfato (AlPO), se generan sitios ácidos Brønsted activos, lo que hace a los SAPOs catalíticamente funcionales.

- ❖ **Objetivo:** Obtener materiales SAPO (como SAPO-11, SAPO-34, SAPO-5, etc.) con estructura tipo zeolita y acidez modulada mediante incorporación de silicio en la red AlPO.
- ❖ **Reactivos Tipicos:**
 - **Fuente de Al:** Al(OH)_3 , pseudobohemita, Al(iPrO)_3 .
 - **Fuente de P:** H_3PO_4 (ácido fosfórico).
 - **Fuente de Si:** TEOS (tetraetoxisilano), sílice coloidal.
 - **Plantilla orgánica (SDA:** TEAOH, TPAOH, diisopropilamina, etc.
 - **Solvente:** Agua destilada.



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

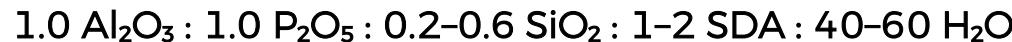
3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

1. Preparación del gel precursor:

- Disolver el ácido fosfórico (H_3PO_4) en agua destilada.
- Añadir la fuente de aluminio, agitando hasta disolver completamente.
- Agregar la fuente de silicio lentamente bajo agitación.
- Incorporar el agente estructurante (SDA).
- Agitar durante varias horas (2-6 h) hasta obtener un gel homogéneo.

Relación molar típica (para SAPO-34):



2. Cristalización hidrotermal:

- Transferir el gel al autoclave de teflón-acero inoxidable (llenado al 70-80%).
- Calentar a 150-200 °C durante 24-96 horas (según el tipo de SAPO y condiciones).
- Puede realizarse con o sin agitación.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

3. Enfriamiento y separación del sólido:
 - Enfriar el autoclave a temperatura ambiente.
 - Filtrar el sólido cristalizado.
 - Lavar repetidamente con agua destilada hasta pH neutro.
 - Secar a 100-120 °C por 12-24 h.
4. Calcinación:
 - Calcinación en horno a 550-600 °C durante 4-6 h (en flujo de aire).
 - Esto elimina el SDA, dejando el sistema microporoso activo.

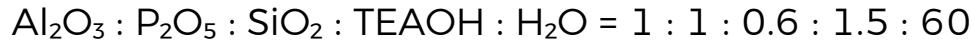
3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Ejemplo: Síntesis de SAPO-34

Procedimiento:

1. Mezclar los reactivos en agua siguiendo una proporción molar:



2. Agitar el gel 4 h.
3. Transferir a autoclave y calentar a 180 °C durante 48 h.
4. Enfriar, filtrar, lavar y secar.
5. Calcinación a 550 °C por 5 h.

Obtención de **SAPO-34**, estructura CHA (*Chabazita*), con acidez moderada y buena estabilidad térmica.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Ventajas de los SAPOs como Catalizadores

- Acidez ajustable: Actividad en reacciones ácidas.
- Microporosidad: Selectividad molecular.
- Estabilidad térmica: Resistencia a altas temperaturas.
- Estructura cristalina: Similar a zeolitas, bien definida.
- Bajo costo relativo: Uso de Al y P en lugar de Si puro

Variaciones:

- **SAPO-11**: estructura AEL → isomerización de alkanos
- **SAPO-5**: estructura AFI → menos ácido, mayor poro
- **SAPO-18, SAPO-35**: para reacciones de conversión de oxigenados

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento General de la Síntesis de Heteropolíácidos

Aquí muestra el procedimiento general para la síntesis de heteropolíácidos (HPAs), que son catalizadores ácidos sólidos con estructuras bien definidas a base de oxometalatos polinucleares. Estos compuestos presentan alta acidez de Brønsted, propiedades redox, y son muy utilizados en:

- Oxidaciones selectivas
- Esterificaciones
- Deshidrataciones
- Síntesis orgánica verde
- ❖ **Objetivo:** Preparar un heteropolíácido, típicamente de tipo Keggin o Dawson, como $H_3PW_{12}O_{40}$, $H_4SiW_{12}O_{40}$, $H_3PMo_{12}O_{40}$, etc., mediante acidificación y autoensamblaje en solución acuosa.
- ❖ **Reactivos Comunes:**
 - Fuente de metal oxoanión: $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$ (tungstato de sodio), $Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$
 - Fuente heteroátomo central: H_3PO_4 (ácido fosfórico), H_4SiO_4 (ácido silícico).



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

- Ácido fuerte: HCl, HNO₃ o H₂SO₄ (para acidificación).
- Agua destilada: Solvente principal

Procedimiento paso a paso:

1. **Disolución del oxoanión metálico**
 - Disolver el tungstato de sodio (Na₂WO₄·2H₂O) o molibdato de sodio (Na₂MoO₄·2H₂O) en agua destilada.
 - Calentar ligeramente (~50–70 °C) y agitar hasta disolver completamente.
2. **Adición del heteroátomo central**
 - Añadir ácido fosfórico (H₃PO₄) o ácido silícico lentamente con agitación.
 - Mantener la solución a pH alcalino a neutro inicialmente.
3. **Acidificación controlada**
 - Agregar lentamente ácido fuerte (como HCl concentrado) con agitación.
 - El pH debe ajustarse gradualmente hasta ≈ 1 o menor (según el HPA deseado).
 - Aparece una solución de color amarillo intenso (indicativo de formación del HPA tipo Keggin).



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

4. Cristalización del heteropolíácido
 - Dejar reposar la solución a temperatura ambiente o enfriar a 0-5 °C (refrigerador) durante 12-24 h.
 - Se formarán cristales amarillos o anaranjados del heteropolíácido.
5. Purificación
 - Filtrar los cristales.
 - Lavar con pequeñas cantidades de éter etílico o acetona fría para eliminar impurezas.
 - Secar al vacío o en estufa a 40-60 °C.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Ejemplo: $\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}$ (ácido fosfotungstico, tipo Keggin)

Reactivos:

- 50 mL de H_2O
- 33 g de $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- 2 mL de H_3PO_4 (85%)
- HCl concentrado

Procedimiento resumido:

1. Disolver Na_2WO_4 en agua caliente (60°C).
2. Añadir lentamente H_3PO_4 bajo agitación.
3. Agregar HCl gota a gota hasta $\text{pH} \sim 1 \rightarrow$ color amarillo aparece.
4. Dejar reposar o enfriar 12 h.
5. Filtrar y lavar con éter etílico.
6. Secar a $50^\circ\text{C} \rightarrow$ cristales de $\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40} \cdot x\text{H}_2\text{O}$.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Tipos de Estructura Comunes

- **Estructura Keggin:** $[XM_{12}O_{40}]^{n-}$ (X = P, Si; M = W, Mo). Muy estable, más común.
- **Estructura Dawson:** $[X_2M_{18}O_{62}]^{n-}$. Mayor tamaño, menor acidez.
- **Estructura Anderson, Lindqvist:** Otras variantes menos ácidas. Usos más específicos

Ventajas de los HPAs como Catalizadores

- Alta acidez de Brønsted: Muy efectivos en reacciones ácido-catalizadas.
- Propiedades redox: Ideales para oxidaciones selectivas.
- Solubilidad en agua: Útiles en medios homogéneos o soportados.
- Estructura definida: Buena reproducibilidad y análisis espectroscópico.

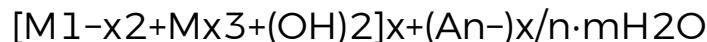
3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento General de la Síntesis de Hidrotalcita por Coprecipitación

Aquí se tiene el **procedimiento general** para la síntesis de hidrotalcita por **coprecipitación**, uno de los métodos más utilizados para obtener estos materiales laminares aniónicos, también conocidos como **compuestos tipo LDH** (Layered Double Hydroxides). La **hidrotalcita** es un catalizador básico que se puede modificar para distintas aplicaciones: transesterificación, adsorción, catálisis redox, entre otras.

- ❖ **Objetivo:** Preparar hidrotalcitas con fórmula general:



donde $M^{2+} = Mg^{2+}, Zn^{2+}, Ni^{2+}$, $M^{3+} = Al^{3+}, Fe^{3+}$, y An^- es un anión compensador (CO_3^{2-}, NO_3^-, Cl^- , etc.).

- ❖ **Reactivos Comunes:**

- **Fuente de M^{2+} :** Nitrato de magnesio ($Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$).
- **Fuente de M^{3+} :** Nitrato de aluminio ($Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$).
- **Base precipitante:** Solución de $NaOH$ y Na_2CO_3 .
- **Solvente:** Agua destilada.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

1. Preparación de soluciones
 - Solución metálica:
 - Disolver las sales de Mg^{2+} y Al^{3+} en agua destilada.
 - Relación molar típica $Mg/Al = 2:1$ o $3:1$.
 - Solución alcalina:
 - Preparar solución con $NaOH$ (2 M) y Na_2CO_3 (0.125–0.5 M).
 - Se usa para mantener el pH durante la precipitación y proveer el anión interlaminar (CO_3^{2-}).
2. Co-precipitación:
 - Bajo agitación constante y temperatura controlada (~25–65 °C), añadir simultáneamente las soluciones metálica y alcalina a un reactor que contiene agua o base diluida.
 - Mantener el pH constante entre 9 y 10 (con bureta automática o control manual).
 - Esto favorece la formación de capas brucíticas cargadas positivamente con aniones intercalados.



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

3. Aging (maduración)
 - Una vez completada la precipitación, dejar el sistema bajo agitación o reposo a temperatura constante (ej. 60-80 °C) durante **12-24 horas**.
 - Este paso mejora la **cristalinidad y orden laminar**.
4. Filtración y lavado
 - Filtrar el sólido obtenido.
 - Lavar con agua destilada hasta pH neutro (~7), eliminando sales residuales (Na^+ , NO_3^- , etc.).
5. Secado
 - Secar a 60-80 °C durante **12-24 horas** en estufa o al vacío.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento paso a paso:

6. (Opcional) Calcinación y rehidratación (memoria estructural)

- La hidrotalcita puede calcinarse a 400–500 °C para generar óxidos mixtos con alta dispersión.
- Al rehidratar en solución acuosa con aniones, se reconstituye la estructura original (efecto memoria), útil para modificar propiedades catalíticas.

Ejemplo: Hidrotalcita Mg/Al (2:1)

1. Solución metálica:

- 0,2 mol $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$
- 0,1 mol $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$
- Disueltos en 100 mL de agua

2. Solución básica:

- 0,3 mol NaOH
- 0,05 mol Na_2CO_3
- En 100 mL de agua



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

3. Agregar simultáneamente ambas soluciones en un reactor a 60 °C manteniendo pH 10.
4. Envejecer 18 h a 65 °C.
5. Filtrar, lavar y secar a 70 °C.

Ventajas de la hidrotalcita como catalizador:

Propiedad	Aplicación
Básico moderado	Transesterificación, condensaciones
Laminar y rehidratable	Adsorción, intercambio iónico
Ajuste de composición	Redox (Ni/Al, Co/Fe, etc.)
Estabilidad térmica	Formación de óxidos activos por calcinación

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento General de la Síntesis de óxidos mixtos

A continuación, se muestra el **procedimiento general para la síntesis de óxidos mixtos**, materiales muy utilizados como **catalizadores sólidos** en reacciones redox, ácido-base o multifuncionales. Estos óxidos se obtienen generalmente por calcinación de precursores bien mezclados (como sales metálicas o hidrotalcitas), y ofrecen **alta estabilidad térmica y sinergia entre los metales**.

- ❖ **Objetivo:** Obtener óxidos metálicos con dos o más cationes diferentes (por ejemplo, MgAlO_x , NiFe_2O_4 , CuZnO , CeZrO_2), con propiedades catalíticas mejoradas mediante **efectos sinérgicos** entre los metales.
- ❖ **Métodos Comunes de Preparación:**

Los óxidos mixtos pueden sintetizarse por diferentes rutas. A continuación, se describe el procedimiento general más común, usando **coprecipitación seguida de calcinación**.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento General (Vía Coprecipitación + Calcinación):

1. Selección de cationes y precursores
 - Elegir sales solubles de los metales deseados:
 - Ej: nitratos o acetatos de Mg^{2+} , Al^{3+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{3+} , Ce^{3+} , Zr^{4+} , etc.
 - Disolverlos en proporciones molares deseadas en agua destilada.
2. Coprecipitación
 - Preparar solución alcalina separada (usualmente $NaOH$ y/o Na_2CO_3).
 - Agregar simultáneamente la solución metálica y la base a un reactor bajo agitación constante, manteniendo:
 - $pH = 9-10$
 - Temperatura = 25–65 °C
 - Se forma un **precipitado hidróxido/carbonato** de los metales.
3. Envejecimiento (Aging)
 - Mantener el precipitado a 60–80 °C durante 12–24 horas para permitir mejor interacción entre cationes y orden estructural.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento General (Vía Coprecipitación + Calcinación):

4. **Filtración y lavado**
 - Filtrar el sólido precipitado.
 - Lavar varias veces con agua destilada hasta pH neutro.
5. **Secado**
 - Secar el sólido a 60-100 °C durante 12-24 h.
6. **Calcinación**
 - Calcinación en horno en atmósfera de aire o nitrógeno:
 - Temperatura: 400-700 °C
 - Tiempo: 3-6 horas
 - Durante este paso se eliminan aniones, agua y se forman los **óxidos metálicos bien mezclados** o fases tipo espinela o perovskita.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Ejemplo: Síntesis de MgAlO_x (óxido mixto a partir de hidrotalcita)

1. Sales metálicas: $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
2. Relación molar Mg:Al = 3:1
3. Co-precipitación con $\text{NaOH}/\text{Na}_2\text{CO}_3$ a pH 10
4. Envejecimiento 18 h a 65 °C
5. Lavado, secado y calcinación a 500 °C por 5 h
6. Resultado: sólido mixto MgAlO_x con sitios básicos activos

Ventajas de los óxidos mixtos como catalizadores

Propiedad	Beneficio catalítico
Estabilidad térmica	Soportan altas temperaturas
Redispersión metálica	Alta área superficial tras calcinación
Multifuncionalidad	Actividad ácido-base y redox combinadas
Efectos sinérgicos	Mejora de selectividad, conversión y vida útil

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Otros métodos alternativos:

- Sol-Gel
- Pechini (método citrato-nitrato)
- Combustión autocatalítica
- Impregnación y posterior calcinación

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento General de la Síntesis de MOFs por Método Solvotermal

Aquí se presenta el procedimiento general para la síntesis de MOFs (Metal-Organic Frameworks) por el método solvotermal, una de las rutas más empleadas para obtener estos **materiales altamente porosos** con aplicaciones en catálisis, almacenamiento de gases, separación, sensores, etc.

- ❖ **Objetivo:** Obtener un marco metal-orgánico (MOF) a partir de un **ión metálico** y un **ligando orgánico multidentado** (como un ácido carboxílico o imidazol), mediante una reacción lenta en un disolvente orgánico a temperatura elevada (usualmente en autoclave o reactor cerrado).
- ❖ **Componentes típicos:**
 - Metal (sal o complejo): $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, ZrCl_4 , FeCl_3
 - Ligando Orgánico: Ácido tereftálico (BDC), BTC, imidazol.
 - Solvente Orgánico: Dimetilformamida (DMF), DEF, etanol, metanol.
 - Modificadores (opcional): Ácido acético, HCl, bases, etc.



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento General Paso a Paso:

1. Preparación de la solución precursora
 - Disolver la **sal metálica** y el **ligando orgánico** en un solvente como **DMF**, **DEF**, o **etanol**.
 - Las concentraciones y proporciones metal:ligando se ajustan según el **MOF** deseado (típicamente 1:1 o 1:2).
 - Puede incluirse un **modulador** (ácido acético, ácido fórmico, etc.) para controlar tamaño y morfología.
2. Transferencia a reactor cerrado
 - Verter la solución en un **autoclave de acero inoxidable con revestimiento de Teflón (bombas de teflón)**.
 - Cerrar herméticamente para evitar evaporación del solvente.
3. Tratamiento térmico (**Solvotermal**)
 - Calentar el reactor en horno a una temperatura de **80-220 °C** por un período de **12-72 horas**, dependiendo del **MOF**.
 - Bajo estas condiciones, se forman lentamente los **cristales del MOF** mediante **autoensamblaje coordinativo**.



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Procedimiento General Paso a Paso:

4. Enfriamiento y recuperación del producto
 - Dejar enfriar el reactor a temperatura ambiente lentamente.
 - Abrir y recuperar los cristales del MOF mediante filtración o centrifugación.
5. Lavado del sólido
 - Lavar varias veces con solvente fresco (DMF, metanol, etanol) para remover residuos no coordinados.
 - En algunos casos, se realiza un intercambio de solvente (por ejemplo, DMF → etanol) durante varios días.
6. Activación (opcional pero importante)
 - Secar el MOF bajo vacío o al calor suave (60-150 °C) para eliminar solventes atrapados en los poros.
 - Este paso es crucial si se desea utilizar el MOF como material poroso activo (adsorción, catálisis, etc.).

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Ejemplo: Síntesis de MOF-5 ($\text{Zn}_4\text{O}(\text{BDC})_3$)

1. Disolver:
 - 2 mmol $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
 - 1 mmol ácido tereftálico (BDC)
 - en 20 mL de DMF
2. Agregar opcionalmente 1 mL de ácido acético como modulador.
3. Colocar en autoclave y calentar a **100 °C por 24 h**.
4. Enfriar, recuperar cristales, lavar con DMF y luego con etanol.
5. Activar al vacío a 120 °C por 12 h.

Ventajas del del Método Solvotermal

Ventaja	Detalle
Control de cristalinidad	Permite obtener cristales grandes y puros
Alta versatilidad	Aplicable a muchos metales y ligandos
Formación de estructuras 3D	Útil para generar redes extendidas
Modulación estructural	Posible mediante pH, temperatura y solvente



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

Además del **método solvotermal**, existen varios **métodos alternativos para la síntesis de MOFs (Metal–Organic Frameworks)**. Cada uno ofrece ventajas distintas en cuanto a velocidad, control de morfología, escalabilidad y condiciones ambientales.

Aquí se presentan los principales **métodos alternativos de síntesis de MOFs**, junto con una breve descripción y sus ventajas:

1. Método de Reflujo (Síntesis en solución convencional)

- **Descripción:** Similar al solvotermal, pero se realiza a **presión atmosférica** y con agitación en un matraz de reflujo.
- **Ventajas:** Más simple, no requiere autoclave.
- **Desventajas:** Menor control sobre la cristalinidad.
- **Aplicación:** ZIF-8, MIL-100, MOF-5.

2. Método Microondas

- **Descripción:** Usa radiación de microondas para calentar rápidamente la mezcla reactiva.
- **Ventajas:** Síntesis **muy rápida** (minutos), buena cristalinidad.



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

- **Desventajas:** Escalado limitado, requiere microondas especializados.
 - **Aplicación:** MOF-74, MIL-53, ZIF-8.
3. Método Ultrasónico (Sonoquímico)
- **Descripción:** Se aplica ultrasonido para promover la nucleación y crecimiento rápido de los cristales.
 - **Ventajas:** Cristales pequeños, rápido, sin calentamiento prolongado.
 - **Desventajas:** Difícil escalar uniformemente.
 - **Aplicación:** MOF-199 (HKUST-1), ZIFs.
4. Método a Temperatura Ambiente
- **Descripción:** Se mezcla el metal y el ligando en solución sin aplicar calor.
 - **Ventajas:** Ecológico, económico, fácil de escalar.
 - **Desventajas:** Cristales más pequeños o amorfos.
 - **Aplicación:** ZIF-8, UiO-66 (modificado), MOF-74.
5. Método de Intercambio de Disolvente
- **Descripción:** El MOF se sintetiza primero y luego se intercambian los solventes en los poros para mejorar la activación.
 - **Ventajas:** Mejora la accesibilidad porosa y estabilidad.



3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

- **Desventajas:** Proceso lento, requiere varios días.
 - **Aplicación:** Activación post-síntesis (no forma el MOF, pero mejora sus propiedades).
6. **Método Mecanoquímico (Molienda en seco o húmedo)**
- **Descripción:** Reacción entre metal y ligando por **molienda** en mortero o molino de bolas, con o sin solvente.
 - **Ventajas:** **Sin solventes**, rápido, verde, escalable.
 - **Desventajas:** Difícil controlar cristalinidad y pureza.
 - **Aplicación:** MOF-74, ZIF-8, HKUST-1.
7. **Método Electroquímico**
- **Descripción:** El metal se oxida desde el ánodo y reacciona con el ligando en solución.
 - **Ventajas:** Limpio, sin sales metálicas.
 - **Desventajas:** Control técnico más complejo.
 - **Aplicación:** HKUST-1, Cu-MOFs.

3.2. Síntesis de catalizadores heterogéneos

3.2.2. Procedimiento general de síntesis de catalizadores.

8. Método por Difusión en Gel o Capas (Slow Diffusion)

- **Descripción:** El metal y el ligando difunden lentamente a través de geles o capas líquidas.
- **Ventajas:** Control total del crecimiento, cristales grandes.
- **Desventajas:** Muy lento (días a semanas).
- **Aplicación:** Para obtener monocristales para análisis estructural.

Método	Tiempo	Tamaño de cristal	Solvente	Escalabilidad
Solvotermal	Lento	Medio-grande	Orgánico (DMF)	Media
Microondas	Muy rápido	Pequeño-medio	DMF, EtOH	Limitada
Mecanoquímico	Muy rápido	Pequeño	Ninguno o poco	Alta
Reflujo	Moderado	Medio	EtOH, H ₂ O	Alta
Temperatura ambiente	Lento	Pequeño	EtOH, H ₂ O	Alta
Ultrasónico	Rápido	Pequeño	EtOH, DMF	Media
Electroquímico	Variable	Medio	Acuoso/orgánico	Media



