



**UNIVERSIDAD JUÁREZ AUTÓNOMA DE TABASCO**

DIVISIÓN ACADÉMICA DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA



**Desarrollo de catalizadores de Pt/C para  
la adsorción de gases**

**TESIS**

Para obtener el grado de

**Maestro en Ciencias en Ingeniería**

**Presenta:**

Ing. Luis Alfredo Ramón Gómez

**Director:**

Dra. Ebelia del Ángel Meráz

Cunduacán, Tabasco, México.

Noviembre de 2017



**UNIVERSIDAD JUÁREZ  
AUTÓNOMA DE TABASCO**

"ESTUDIO EN LA DUDA. ACCIÓN EN LA FE"



**División  
Académica  
de Ingeniería  
y Arquitectura**

**DIRECCIÓN**

OFICIO: DAIA/DIR/2746/2017  
FECHA: 01 de Diciembre 2017  
ASUNTO: Autorización de impresión definitiva

**C. ING. LUIS ALFREDO RAMÓN GÓMEZ**  
PASANTE DE LA MAESTRÍA EN CIENCIAS EN INGENIERÍA  
PRESENTE.

En virtud de haber elaborado su trabajo de Tesis, para obtener el grado de Maestro en Ciencias en Ingeniería en el cual ha sido la Dra. Ebelia del Ángel Meraz Directora de Tesis denominado:

**"DESARROLLO DE CATALIZADORES DE Pt/C PARA LA ADSORCIÓN DE GASES"**

Tengo a bien autorizarle la **IMPRESIÓN DEFINITIVA** de dicho trabajo, continuando con los trámites correspondientes para su examen de obtención de grado.

Sin otro particular, le envío un afectuoso saludo.

ATENTAMENTE

*[Firma]*  
**DR. CANDELARIO BOLAINA TORRES**  
DIRECTOR

C.c.p. Archivo

DR CBT/Dr.JBF/apl\*\*\*

UNIVERSIDAD JUÁREZ  
AUTÓNOMA DE TABASCO  
DIV. ACADÉMICA DE ING. Y ARQ.

DIRECCIÓN

**Consortio de  
Universidades  
Mexicanas**  
UNA ALIADA DE CALIDAD PARA LA EDUCACIÓN SUPERIOR

Carretera Cunduacán-Jalpa de Méndez, Km. 1 Col. La Esmeralda, C.P. 86690  
Cunduacán, Tabasco  
Tel. 3-58-15-00 ext. 6752  
direccion.daia@ujat.mx



**UNIVERSIDAD JUÁREZ  
AUTÓNOMA DE TABASCO**

"ESTUDIO EN LA DUDA. ACCIÓN EN LA FE"



División  
Académica  
de Ingeniería  
y Arquitectura

**COORDINACIÓN DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO**

Cunduacán, Tabasco, a 23 de Noviembre de 2017

MEM/MCI/020/2017

**PARA:** DR. CANDELARIO BOLAINA TORRES  
DIRECTOR DE LA DAIA  
**DE:** COMISIÓN SINODAL  
**ASUNTO:** APROBACIÓN DE IMPRESIÓN TESIS DE MAESTRIA

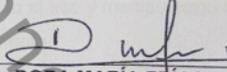
Una vez hecha la revisión detallada del Trabajo de Tesis denominado:

**"DESARROLLO DE CATALIZADORES DE P/C PARA LA ADSORCIÓN DE GASES"**

Desarrollado por el C. **ING. LUIS ALFREDO RAMÓN GÓMEZ** de la **Maestría en Ciencias en Ingeniería**, le comunicamos que aceptamos la impresión del trabajo, ya que el mismo ha cumplido con los requisitos necesarios.

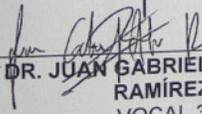
**COMISIÓN SINODAL**

  
DR. EDGAR VICENTE MACÍAS MELO  
PRESIDENTE

  
DRA. DORA MARÍA FRÍAS MÁRQUEZ  
SECRETARIA

  
DRA. EBELIA DEL ÁNGEL MERAZ  
VOCAL 1

  
DRA. KARLA MARÍA AGUILAR  
CASTRO  
VOCAL 2

  
DR. JUAN GABRIEL ÁLVAREZ  
RAMÍREZ  
VOCAL 3

c.c.p. Archivo

Consortio de  
Universidades  
Mexicanas  
UNA ALIANZA DE CALIDAD POR LA EDUCACIÓN SUPERIOR

Carretera Cunduacán-Jalpa de Méndez, Km. 1 Col. La Esmeralda, C.P. 86690  
Cunduacán, Tabasco.  
Tel. 3-58-15-00 ext. 6752  
direccion.daia@ujat.mx

#### CARTA AUTORIZACIÓN

El que suscribe, autoriza por medio del presente escrito a la Universidad Juárez Autónoma de Tabasco para que utilice tanto física como digitalmente la tesis de grado maestría denominada "**DESARROLLO DE CATALIZADORES DE P/C PARA LA ADSORCIÓN DE GASES**", de la cual soy autor y titular de los derechos de autor.

La finalidad del uso por parte de la Universidad Juárez Autónoma de Tabasco de la tesis antes mencionada, será única y exclusivamente para difusión, educación y sin fines de lucro; autorización que se hace de manera enunciativa mas no limitativa para subirla a la Red Abierta de Bibliotecas Digitales (RABID) y a cualquier otra red académica con las que la Universidad tenga relación institucional.

Por lo antes manifestado, libero a la Universidad Juárez Autónoma de Tabasco de cualquier reclamación legal que pudiera ejercer respecto al uso y manipulación de la tesis mencionada y para los fines estipulados en este documento.

Se firma la presente autorización en la ciudad de Cunduacán, Tabasco, a los 9 días del mes de diciembre del año 2017.

AUTORIZO

  
\_\_\_\_\_  
ING. LUIS ALFREDO RAMON GOMEZ

## AGRADECIMIENTO A CONACYT

*Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT), por haberme otorgado una beca económica para realizar de manera satisfactoria mis estudios de Maestría, así como los demás apoyos incluidos dentro del programa CONACYT-PNPC, lo cual fue de mucho valor pues el gran interés para que los jóvenes nos desarrollemos de manera profesional en nuestro país, da resultado al recibir este tipo de fomentos que hacen crecer a nuestro país.*

## AGRADECIMIENTOS

Primeramente doy gracias a mi Dios Jehová por darme el maravilloso regalo de la vida y conocer su santo nombre, por darme sabiduría en todos y cada uno de los pasos que doy en mi vida tomando en cuenta sus sabios consejos, guía y dirección y no confiar en mi propio entendimiento, hechos que me han llevado a desarrollarme sabiamente hasta el día de hoy. Doy gracias a Jehová por darme la oportunidad de servirle en hacer su voluntad y por permitirme también dar un paso más en mi desarrollo profesional.

*“Digno eres tú, Jehová, nuestro Dios mismo, de recibir la gloria y la honra y el poder, porque tú creaste todas las cosas y a causa de tu voluntad existieron y fueron creadas... Apocalipsis 4:11”*

**A mis padres,** Carlos Freddy y Yuridia

Siempre voy a dar gracias a Dios por permitir que ustedes sean mis padres y enseñarme muchas maneras de ver las cosas en la vida, porque soy un reflejo de lo que han sido ustedes y estos logros que yo obtengo, son suyos también, por sus esfuerzos, por sus regaños y ánimos, y porque sé que esperan de mí lo que me han enseñado, a ser quien soy, pero sea cual sea el camino que se ha formado, espero satisfacer las expectativas que tienen de mí. Los amo para siempre.

**A mis hermanos,** Omar, Catoño y Marisela

Omar, porque desde pequeño fuimos muy unidos pero los caminos deben separarse, y aunque hoy no estemos juntos el tiempo que quisiéramos, sabes que lo que hay en el corazón, no puede salir de ahí. Catoño y Marisela, siempre los veré como mis hermanitos pequeños, aunque me rebasen en altura, espero que puedan ver las cosas que yo hago, y que si yo he podido hacerlas, estoy seguro que ustedes también, porque ustedes tres son mejores que yo.

***A mi Abuelita, Berthita***

Mi amada Betita, más que alcanzar esta meta, me llena de alegría que estos logros sean para ti más valiosos que el oro por que desde pequeño te has sentido orgullosa de mí. Te amo abuelita, ¿Feliz o fea?

***A mi abuelito, Pablo***

Gracias abuelito por apoyarme las veces que lo he necesitado, por brindarme tu casa las veces que lo he necesitado y a tu manera, demostrar el cariño que me has demostrado desde que era pequeño.

***A mi Universidad***, por darme la oportunidad de pertenecer a esta máxima casa de estudios y egresar como profesional, por recibirme nuevamente para cumplir con esta meta de dar un paso más en mi desarrollo profesional al concluir el posgrado.

***A mis profesores***, Porque la escuela no hace al alumno, sino el alumno hace a la escuela y es un reflejo de sus profesores. Doy muchas gracias a todos y cada uno de ellos, quienes me brindaron y compartieron sus conocimientos profesionales durante el posgrado para que yo pudiera mejorar realizar mi proyecto. Doy especial gracias a la Dra. Laura Díaz, por enseñarme una valiosa enseñanza de vida que se que me servirá para siempre.

A la Dra. Ebelia del Ángel Meráz, mi ***Directora de Tesis***, por su apoyo desde la licenciatura, por darme los ánimos para concluir este proyecto, por ser consciente de las cosas que han pasado y por continuar confiando en mí en todo momento.

***A mis amigos***, A mi queridas Zulita y Hermana Ana, quienes me apoyaron de diferentes maneras a en buenos momentos pero sobre todo en los malos momentos, siendo más que hermanas nacidas para cuando ha existido angustia (**Proverbios 17:17**). A mi amigo y hermano Saúl, por apoyarme

siempre en sentido espiritual y en otras cuestiones. A mis hermanos espirituales, quienes han sido gran apoyo para mí en todos y cada uno de los momentos en mi vida. Cupil, Oscar, que me apoyaron mientras desarrollaba esta investigación mientras estuve de visita en la UNAM,

**A la M. en C. Viridiana Maturano Rojas**, quien me apoyo durante mi estancia de investigación en el Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico "CECADET", de la Universidad Nacional Autónoma de México

**Al Dr. Rodolfo ZanellaSpecia**, Director del CECADET, quien me abrió sus puertas para poder realizar mi estancia de investigación en sus instalaciones, aprovechando su infraestructura en la culminación de mí proyecto.

**A mis amigos de posgrado: Paco, Karen, Enrique, Juan Carlos**, por compartir muchas cosas a lo largo de 2 años en los que convivimos intercambiando conocimientos, pero sobre todo compañerismo. Gracias por todo, compañeros.

Agradecimiento al centro de investigación en ciencia y tecnología aplicada de tabasco, UJAT-DAIA, (Proyecto 225962, CONACYT\_INFRA 2014), por realizar los análisis de HRTEM de esta investigación.

### DEDICATORIA

*"Todos mis pasos te los dedico oh! Jehová, de igual manera, dedico mis esfuerzos, logros y metas cumplidas a todos y cada una de las personas que me han enseñado a través de sus consejos, ejemplos y palabras, que los limites no existen si uno confía en Dios"*

Luis Alfredo Ramón Gómez

## RESUMEN

En este estudio se describe la elaboración de carbones activados a partir de cáscara de coco para ser utilizados como soporte catalítico de platino (Pt). Se estudia la síntesis y caracterización de los catalizadores de Pt soportados en carbón activado, así como el efecto que tienen estos materiales catalíticos en la oxidación del monóxido de carbono (CO). Con la finalidad de reducir el proceso de obtención del carbón activado, se redujeron variables del proceso de activación y síntesis del catalizador, respecto al tiempo de calcinación y la cantidad de platino depositado al soporte (1 hora de calcinación para cada una de las temperaturas de calcinación, 500° C, 600°C y 700° C, y 1% de Pt respecto a la masa total del catalizador). La deposición del platino para la síntesis del catalizador fue mediante goteo lento simple sin uso de algún dispersante. Debido al método de obtención, la técnica de Rayos X mostro carbones activados con estructura cristalina turbostratica (alto desorden en su estructura). Debido a esto, los catalizadores que mostraron áreas superficiales adecuadas en el rango de 363.300 - 777.66 m<sup>2</sup>/g, según los resultados de la técnica BET, son altamente microporosos, pero no afecta su capacidad como soporte adsorbente del catalizador. El análisis elemental de los catalizadores no detectó Pt debido a que el porcentaje depositado en el soporte fue muy bajo. Al ser evaluados mediante un sistema de reacción de flujo continuo, los catalizadores de Pt/C tuvieron porcentajes de conversión de 99.99% de monóxido de carbono a temperaturas bajas a las reportadas. Estos resultados indican que los catalizadores de Pt/C elaborados en esta investigación tienen actividad catalítica aceptable para la adsorción de gases contaminantes en la atmósfera, como es el CO.

## ABSTRACT

This study describes the production of coals activated from coconut shell to be used as catalytic support of platinum (Pt). The synthesis and characterization of Pt catalysts supported in activated carbon is studied, as well as the effect that these catalytic materials have on the oxidation of carbon monoxide (CO). In order to reduce the process of obtaining the activated carbon, variables of the activation and synthesis process of the catalyst were reduced, with respect to the calcination time and the amount of platinum deposited to the support (1 hour of calcination for each of the temperatures of calcination, 500° C, 600° C and 700° C, and 1% of Pt with respect to the total mass of the catalyst). Platinum deposition for catalyst synthesis was by simple slow dripping without the use of any dispersant. Due to the obtaining method, the X-ray technique showed activated carbon with turbostratic crystalline structure (high disorder in its structure). Because of this, the catalysts that showed adequate surface areas in the range of 363,300 - 777.66 m<sup>2</sup>/g, according to the results of the BET technique, are highly microporous, but do not affect their capacity as an adsorbent catalyst support. The elemental analysis of the catalysts did not detect Pt because the percentage deposited in the support was very low. When evaluated by means of a continuous flow reaction system, the Pt/C catalysts had conversion ratios of 99.99% carbon monoxide at low temperatures to those reported. These results indicate that the Pt/C catalysts elaborated in this investigation have acceptable catalytic activity for the adsorption of polluting gases in the atmosphere, such as CO.

## INDICE

LISTA DE FIGURAS .....	13
LISTA DE TABLAS .....	14
NOMENCLATURA.....	15
CAPITULO I. INTRODUCCIÓN .....	17
1.3. Objetivo general.....	20
1.3.1 Objetivos específicos .....	21
CAPITULO II. MARCO TEÓRICO.....	22
2.1 Cáscara de coco .....	22
2.2 Carbón activado .....	23
2.3 Obtención y activación del carbón activado .....	25
2.3.1 Activación química.....	25
2.4 Adsorción .....	27
2.4.1 Adsorción química (quimisorción).....	28
2.4.2 Isotermas de adsorción.....	28
2.5 Platino como fase activa .....	30
2.6 Estructura turbostratica.....	30
2.7. Técnicas de caracterización.....	31
2.7.1. Adsorción física de gases .....	31
2.7.2 Método BET.....	32
2.7.3 Difracción de Rayos X .....	33
2.7.4 Microscopia electrónica de barrido .....	34
2.7.5 Espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)....	34
2.7.6 Microcopia Electrónica de Trasmisión de Alta Resolución (HRTEM) 35	
2.7.7 Actividad catalítica .....	35
CAPITULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL .....	36
3.1 Activación del carbón activado.....	36
3.2 Activación Química .....	36

3.3	Calcinación de cáscara de coco .....	38
3.4	. Caracterización de los carbones activados .....	39
3.4.1	Difracción de Rayos X .....	39
3.4.2	Microscopia electrónica de barrido .....	40
3.4.3	Adsorción física de N <sub>2</sub> .....	41
3.4.4	Espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)....	43
3.4.5	Microscopia Electrónica de Transmisión de Alta Resolución(HRTEM)	43
3.5	Síntesis del catalizador .....	43
3.6	Calcinación de reducción del catalizador Pt/C .....	46
3.7	Evaluación de la actividad catalítica del material .....	48
CAPITULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....		51
4.1	Rendimiento de calcinación.....	51
4.2	Difracción de Rayos X.....	53
4.3	Microscopia electrónica de barrido (SEM) .....	56
4.4	EspectroscopiadeEnergíaDispersada.....	61
4.5	Microscopia Electrónica de Transmisión de Alta Resolución HRTEM .	71
4.6	Análisis de BrhaumerEmmer y Teller (BET) .....	74
4.6.1	Distribución de volumen de poros de CA.....	77
4.6.2	Área superficial de catalizadores de Pt/C.....	78
4.6.3	Distribución de volumen de poros de Pt/C.....	80
4.7	Infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR) .....	81
4.8	% Eficiencia de los catalizadores de Pt/C.....	83
CAPITULO V. CONCLUSIONES .....		87
CAPITULO VI. RECOMENDACIONES Y PERSPECTIVAS .....		89
REFERENCIAS.....		90
ANEXOS .....		96
	ANEXO A.Tabla FTIR .....	96
	Propiedades del Pt.....	98
	Características del carbón activado .....	99

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Mecanismo de adsorción .....	27
Figura 2. Tipos de Isotermas I a la V .....	29
Figura 3. Proceso de adsorción física de gases.....	31
Figura 4. Difracción de rayos X.....	33
Figura 5 Impregnación de cáscara de coco con $H_3OP_4$ .....	37
Figura 6. Carbón activado fabricado a diferentes temperaturas. a) 500° C, b) 600° C y c) 700° C.....	38
Figura 7. Equipo de Rayos X, Difracción SolutionsD8Advance.....	40
Figura 8. Equipo de análisis SEM ubicado en UJAT-DAIA .....	40
Figura 9. Equipo Autosorb-1, ubicado en Lab. 2,CECADET, UNAM.....	41
Figura 10. Diagrama de síntesis del catalizador de Pt/C.....	45
Figura 11. Reactor de flujo continuo enchaquetado, para la evaluación catalítica de las muestras, ubicado en Lab. 2, CECADET, UNAM.....	46
Figura 12. Reactor de cuarzo con muestra de catalizador de Pt/C.....	47
Figura 13. CromatógrafoAgilent Technologies, modelo 7820.....	49
Figura 14. Difractogramas de muestras de Pt/CA.....	53
Figura 15 SEM de cáscara de coco a a) 500x, b) 1000x, c) 2000x y d) 5000x.....	56
Figura 16. Muestra CA <sub>1</sub> activada a 500° C/24h, a) 500x, b) 1000x, c) 2000x y d) 5000x.....	57
Figura 17. Muestra CA <sub>3</sub> activada a 700° C/24h, a) 500x, b) 1000x, c) 2000x y d) 5000x.....	58
Figura 18. Muestra CA <sub>4</sub> activada a 500° C/48h, a) 500x, b) 1000x, c) 2000x y d) 5000x. ....	59
Figura 19. CA <sub>6</sub> activada a 700° C/48h, a) 500x, b) 1000x, c) 2000x y d) 5000x.....	60
Figura 20. Mapeo de cáscara de coco.....	62
Figura 21 EDS cáscara de coco.....	62
Figura 22. Mapeo muestra M <sub>1</sub> .....	64
Figura 23 EDS muestra M <sub>1</sub> .....	64
Figura 24. Mapeo muestra M <sub>2</sub> .....	65
Figura 25 EDS muestra M <sub>2</sub> .....	65
Figura 26 Mapeo muestra M <sub>3</sub> .....	66

Figura 27 EDS muestra M <sub>3</sub> .....	66
Figura 28 EDS muestra M <sub>4</sub> .....	68
Figura 29 EDS muestra M <sub>4</sub> .....	68
Figura 30 EDS muestra M <sub>5</sub> .....	69
Figura 31 EDS muestra M <sub>5</sub> .....	69
Figura 32 Mapeo muestra M <sub>6</sub> .....	70
Figura 33 EDS muestra M <sub>5</sub> .....	70
Figura 34. Difracción HRTEM Pt/C, muestra M <sub>4</sub> .....	72
Figura 35. Diámetro de Pt y distribución de partícula M <sub>4</sub> .....	73
Figura 36. Patrón de difracción de electrones .....	74
Figura 37. Isotherma tipo I a) muestra CA <sub>3</sub> , b) muestra CA <sub>6</sub> .....	76
Figura 38. Distribuciones de poros a) CA <sub>3</sub> , b) CA <sub>6</sub> .....	77
Figura 39. Isothermas de adsorción-desorción Tipo I, a) M <sub>1</sub> , b) M <sub>3</sub> , c) M <sub>4</sub> y d) M <sub>6</sub> .....	78
Figura 40. Distribución de volumen de poro de a) M <sub>1</sub> , b) M <sub>3</sub> , c) M <sub>4</sub> , d) M <sub>6</sub> .....	81
Figura 41. FTIR de las muestras a) CA <sub>1</sub> , b) CA <sub>2</sub> , c) CA <sub>3</sub> y d) cáscara de coco .....	82
Figura 42. Oxidación del CO respecto a la temperatura .....	84

#### LISTA DE TABLAS

Tabla 1 Datos estadísticos de la producción de copra del año 2006 .....	22
Tabla 2 Clasificación de tamaño de poro según la IUPAC .....	25
Tabla 3. Datos de diferentes estudios de producción de carbón activado utilizando diferentes impregnantes .....	26
Tabla 4. Datos del ácido fosfórico de la estructura, fórmula química y peso molecular del H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> .....	26
Tabla 5. Diseño de control experimental para producir el carbón activado .....	37
Tabla 6- Peso real de las muestras para medir en el equipo de Adsorción física de N <sub>2</sub> .....	42
Tabla 7. Flujo de H <sub>2</sub> para reducir el Pt mediante calcinación .....	48
Tabla 8. Mezcla de flujos para la evaluación catalítica de las muestras .....	49
Tabla 9. Rendimiento de calcinación .....	52
Tabla 10. Tamaño de poros de las muestras de CA .....	61

Tabla 11. % Composición elemental cáscara de coco.....	63
Tabla 12. % de masa y mol de los elementos presentes en las muestras de Pt/C.....	67
Tabla 13. % de masa y mol de los elementos presentes en las muestras de Pt/C.....	71
Tabla 14. Análisis de las propiedades Texturales del Carbón activado (BET). ....	75
Tabla 15. Análisis de las propiedades Texturales del Carbón activado (BET). ....	79
Tabla A1. Grupos funcionales en las muestras a) CA <sub>1</sub> , b) CA <sub>2</sub> , c) CA <sub>3</sub> .....	83
Tabla B1 Tablas para la interpretación básica de espectros en la región FTIR.....	96

## NOMENCLATURA

CA<sub>1</sub>: Carbón activado a 500° C y 24 horas de reposo

CA<sub>2</sub>: Carbón activado a 600° C y 24 horas de reposo

CA<sub>3</sub>: Carbón activado a 700° C y 24 horas de reposo

CA<sub>4</sub>: Carbón activado a 500° C y 48 horas de reposo

CA<sub>5</sub>: Carbón activado a 600° C y 48 horas de reposo

CA<sub>6</sub>: Carbón activado a 700° C y 48 horas de reposo

M<sub>1</sub>: Catalizador de Pt soportado sobre carbón activado CA<sub>1</sub>

M<sub>2</sub>: Catalizador de Pt soportado sobre carbón activado CA<sub>2</sub>

M<sub>3</sub>: Catalizador de Pt soportado sobre carbón activado CA<sub>3</sub>

M<sub>4</sub>: Catalizador de Pt soportado sobre carbón activado CA<sub>4</sub>

M<sub>5</sub>: Catalizador de Pt soportado sobre carbón activado CA<sub>5</sub>

M<sub>6</sub>: Catalizador de Pt soportado sobre carbón activado CA<sub>6</sub>

Pt/C: catalizador de Platino soportado en carbón activado

$P/P^{\circ}$  = presión relativa de equilibrio

$n_a$  = número de moles de gas adsorbido en 1 gramo de adsorbente (mol/g)

$N_m$  = capacidad específica de monocapa de adsorbato: cantidad de adsorbato necesaria para cubrir la superficie con una monocapa completa de moléculas de (mol/g)

$C$  = parámetro considerado como  $C = e^{((q_1 - q_L)/RT)}$

Donde

$q_1$ : calor de la monocapa (J)

qL: calor de licuefacción del adsorativo (J)

q1-qL: calor neto de adsorción (J)

R: CTE de los gases= 8.314 J/mol K

T: temperatura absoluta en K

SBET: Área superficial (m<sup>2</sup>/g)

VT: Volumen total de poros (cm<sup>3</sup>/g)

Vmeso: Volumen de mesoporo (cm<sup>3</sup>/g)

Vmicro: Volumen de microporo (cm<sup>3</sup>/g)

Dp: Diametro de poro (Å)

## CAPITULO I. INTRODUCCIÓN

### 1.1 ANTECEDENTES

En la actualidad, los procesos industriales son los principales emisores de gases contaminantes en todo el mundo, los cuales, causan un impacto ambiental significativo en la atmósfera [1]. El monóxido de carbono (CO) es un gas contaminante producido por la combustión incompleta de combustibles fósiles. Este gas inodoro e incoloro se encuentra en grandes concentraciones en la atmósfera, afectando la capa de ozono. La exposición a este gas, produce enfermedades de pulmón y corazón, pues el CO sustituye a la hemoglobina ya que es 220 veces más afín que el oxígeno para nuestro organismo [2].

Existen materiales cuya actividad depende de los sitios activos que posee, lo que beneficia la remoción de moléculas contaminantes suspendidas en el aire, al tener contacto con sus sitios activos. Según las investigaciones, el carbón activado posee propiedades que lo hace un buen material adsorbente de componentes volátiles orgánicos, debido a su eficiente capacidad de adsorción [3]. Debido a estas propiedades, puede remover el CO de la atmósfera, ya que la interacción de adsorción entre éste material y el CO es buena [4].

La estructura porosa del carbón activado es la principal característica de este tipo de material y se puede medir su rendimiento a partir de esta cualidad física del material. Existen estructuras llamadas *turbostraticas*, donde el plano hexagonal de los átomos de carbono se encuentra en el plano hexagonal característico del grafito cristalino. Esta estructura se da en aquellos materiales cuya fase de transición está en desorden, compuesta mayormente de carbono tipo no grafitico. Esto se debe a que el tratamiento térmico a los que se expone en su elaboración es corto y no termina de definirse sus fases, dejando un estado de transición intermedio [5].

La actividad de los catalizadores soportados depende mucho del tipo de soporte de la fase activa del catalizador. Para tener una buena dispersión de la fase activa, se requiere un soporte con áreas superficiales que beneficien la actividad del material.

En México, el 85% de la industria química utiliza carbón activado de importación, por lo que es un material de alto costo, siendo los principales países abastecedores: Estados Unidos, Holanda, Inglaterra, Alemania, Canadá y Francia. Hay que destacar que el costo del carbón activado, además de ser afectado por su importación en el extranjero, la pureza y disponibilidad en el mercado juegan un papel importante [6].

La cáscara de coco, es un material biomásico con alto contenido de carbono, y se utiliza como materia prima para la elaboración de carbón activado, debido a su dureza, volatilidad y bajo contenido de cenizas, así como una buena área superficial de sitios activos. El platino "Pt" es un metal que posee propiedades que favorecen la oxidación de CO, donde en estudios anteriores[7], se demostró que el Pt soportado en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reporta una actividad de oxidación del 100% a temperaturas de 100°C y 200°C siendo viable su uso para sintetizar un catalizador soportado en carbón activado, ya que la oxidación de CO sin catálisis se lleva a cabo a temperaturas de 700°C. La cáscara de coco ha sido utilizada como precursora para la obtención de materiales adsorbentes, tal como el carbón activado, para varias aplicaciones por su alta área superficial y porosidad [8,9]. Los cultivos comerciales del cocotero en nuestro país tienen más de cien años, convirtiéndose en un importante motor de la economía de las regiones costeras. El <sup>10</sup> Corporativo Copreros de Tabasco cuenta con seis asociaciones agrícolas locales o municipales de productores de coco, tales como la Asociación de Sánchez Magallanes (establecida en 1932), la Asociación de Paraíso (1944), la Asociación de Centla (1945), la Asociación de

Comalcalco (1952), la Asociación de Nacajuca (1965) y la Asociación de Jalpa de Méndez (1966). Las cuales se agrupan en torno al Consejo Estatal de Productores de Tabasco, A.C. (fundado en 2002). Las empresas asociadas son: La Unión Regional de Productores de Coco y sus Derivados en el Estado de Tabasco (1952), la Empresa de Copreros Unidos por Tabasco S.P.R. de R.L. (1999) y la Industria Coprera de Tabasco, S.A. de C.V. (INCOTABSA restablecida en 2003). En nuestro país la producción coprera se destina en mayor medida al mercado interno [10]. Por otro lado la cáscara de coco es una materia prima poco utilizada en el estado de Tabasco, la cual se tira al medio ambiente y ocasiona contaminación del aire, debido a la quema de la cáscara ya que se considera basura.

Por lo antes descrito este trabajo está orientado a la preparación de carbón activado a partir de este material, con el fin de darle aplicaciones para la catálisis. En México, la cascara de coco es usado como desperdicio por lo que no se le da un uso benéfico. Este estudio consiste en analizar la actividad catalítica al sintetizar Platino soportado en carbón activado y medir la eficiencia de oxidación de los catalizadores, ya que se busca aprovechar al máximo la cantidad de fase activa que presenta el carbón activado y se desea que cada átomo de la fase activa se utilice como sitio activo.

Para lograr los objetivos establecidos en la presente investigación, en el Capítulo I, se presenta la introducción del tema de investigación, describiendo la problemática por la cual este tema de investigación se ha realizado, la importancia hoy día de materiales que adsorben contaminantes en el aire, así del uso de alternativas para elaborar carbones activados, donde, como en este caso, se utilizan precursores de carbono como lo es la cascara de coco, la cual, aporta características adsorptivas al ser tratadas mediante métodos físicos o químicos para ser activados. También, se explica porque es importante reducir las concentraciones de CO en el aire, pues tienen efectos adversos tanto a la salud de la humanidad como a la atmósfera. Se determinó utilizar cascara de coco como precursor de carbón debido a su alto contenido de carbono y que en

la región costera de Tabasco, la presencia de este fruto es abundante. En el Capítulo II, se explica el marco teórico, la metodología de preparación de los soportes para activar los carbones activados, el método de síntesis de los catalizadores y las técnicas de caracterización para analizar la estructura de los materiales, áreas superficiales, morfología, elementos presentes y capacidad de oxidación. Los métodos utilizados fueron difracción de rayos X XDR, FTIR, microscopia electrónica de barrido (SEM), adsorción física de N<sub>2</sub> (BET), HRTEM. En el Capítulo III, se describen los pasos realizados durante la preparación, elaboración, medición de los materiales utilizados para la activación de la cascara de coco para obtener carbones activados, así como la síntesis de los catalizadores de Pt soportados en carbón activado y la preparación para ser caracterizados según las técnicas de análisis. Los resultados y la discusión se describen en el Capítulo IV, donde se analizan los resultados obtenidos, describiendo las conclusiones definidas a partir de los análisis realizados por cada técnica de caracterización y los objetivos propuestos al inicio de esta investigación y lo que reportan las investigaciones anteriores, citadas en el Capítulo II. En el Capítulo V se exponen las conclusiones tomadas a partir de los resultados obtenidos y finalmente, en el Capítulo VI se especifican recomendaciones y perspectivas de este tema de investigación, para futuros estudios sobre este tema.

### **1.3. Objetivo general**

Desarrollar, caracterizar y evaluar un catalizador de platino soportados en carbón activado (Pt/C), a partir de la a cáscara de coco, utilizando para su activación el método químico, para la adsorción de gases contaminantes, como el monóxido de carbono.

### 1.3.1 Objetivos específicos

- Elaborar carbón activado a partir de cáscara de coco por el Método Químico a diferentes tiempos de reposo de la solución impregnante ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) y diferentes temperaturas de calcinación ( $500^\circ\text{C}$ ,  $600^\circ\text{C}$  y  $700^\circ\text{C}$ ).
- Sintetizar el catalizador de Pt/C por impregnación de ácido cloroplátinico  $\text{H}_2\text{PtCl}_6$ .
- Caracterizar el catalizador de Pt/C por difracción de Rayos X, EDS, adsorción física de  $\text{N}_2$  (BET), SEM-EDS, FTIR, HRTEM.
- Evaluar la actividad de oxidación de CO en el catalizador utilizando un reactor catalítico de flujo continuo con una mezcla de 60 ml  $\text{N}_2$ , 20 ml de CO y 20 ml de  $\text{O}_2$ , conectado a un cromatógrafo de gases.

## CAPITULO II. MARCO TEÓRICO

La revisión bibliográfica está clasificada en dos secciones enfocadas a la obtención del carbón activado para su uso como soporte del catalizador y las técnicas de caracterización del catalizador.

### 2.1 Cáscara de coco

El coco es un cultivo utilizado comúnmente con fines industriales para su comercialización, ya que se elaboran jabones, fibras, para consumo alimenticio. En México, la producción de coco como alimento aumento 9.2% entre los años 2013 y 2016 según la SAGARPA[11]. En el 2016, la producción de coco alcanzó las 221 mil toneladas. A nivel global, México ocupa el octavo lugar en producción de coco, el cual es producido en una superficie de 124.3 mil hectáreas distribuidas en nueve entidades del país, donde destaca el estado de Tabasco, donde se producen 10 mil 955 toneladas de coco al año.

En la Tabla 1 se muestran los datos estadísticos de la producción de copra del año 2006, obtenidos del anuario de producción agrícola de la INEGI [12], donde se destaca que Tabasco es de los principales productores de copra, por debajo de estados como Guerrero y Jalisco.

Tabla 1 Datos estadísticos de la producción de copra del año 2006

Estado	Distrito	Sup. Sembrada (Ha)	Sup. Cosechada (Ha)	Producción (Ton)	Rendimiento (Ton/Ha)	PMR (\$/Ton)	Valor Producción (Miles de Pesos)
Campeche	Escárcega	1,501.00	0	0	0	0	0
Chiapas	Tapachula	905	905	963.3	1.06	5,000.00	4,816.50
Colima	Colima	246.3	246.3	223.87	0.91	3,264.89	730.91
Colima	Tecomán	19,744.00	19,592.00	31,461.00	1.61	5,475.00	172,248.98
Guerrero	Atoyac	54,686.00	54,686.00	94,866.70	1.74	5,939.95	563,503.02
Guerrero	Las Vigas	28,834.00	28,834.00	52,128.82	1.81	4,363.71	227,474.93
Jalisco	Tomatlán	1,814.50	1,794.50	2,202.43	1.23	4,074.54	8,973.89
Michoacán	Coahuayana	2,332.00	2,332.00	1,596.60	0.68	4,750.00	7,583.85
Michoacán	Huacana	40	40	80	2	5,000.00	400
Michoacán	Lázaro Cárdenas	1,182.00	1,182.00	932	0.79	4,929.66	4,594.44
Oaxaca	Costa	10,070.00	10,070.00	8,848.50	0.88	3,000.00	26,545.50
Tabasco	Cárdenas	8,781.00	8,781.00	7,564.00	0.86	4,345.01	32,865.65
Tabasco	Villahermosa	3,177.34	2,367.34	2,273.00	0.96	4,332.80	9,848.45
Veracruz	Choapas	2,000.00	2,000.00	1,225.00	0.61	3,150.00	3,858.75
		<b>135,313.14</b>	<b>132,830.14</b>	<b>204,365.22</b>	<b>1.54</b>	<b>5,203.65</b>	<b>1,063,444.87</b>

Referencia: Anuario de producción agrícola de la INEGI

## 2.2 Carbón activado

La cáscara de coco se usa como materia prima para la obtención de carbón activado [13]. El carbón activado es utilizado para el proceso de adsorción de gases debido a las propiedades que posee. Estudios recientes han demostrado que estas propiedades como el área de superficie porosa y gran volumen poroso son aceptables en el proceso de adsorción [14]. El buen desempeño del carbón activado depende del tipo de activación al que sea sometida, ya que esto contribuye en el aumento de la capacidad de adsorción, según el pretratamiento aplicado [15]. La materia biomásica con alto contenido de carbono tal como la cáscara de coco es utilizada para la elaboración de carbón activado mesoporoso, óptima para la adsorción [16]. Según los estudios, la obtención de carbón activado a partir de materiales orgánicos ha demostrado tener el mismo desempeño que los de uso comercial. Generalmente, las características y eficiencia de adsorción se determinan con los modelos de Freundlich y Langmuir, cuyos resultados indican la capacidad de adsorción, distribución del área específica ( $S_{BET}$ ), diámetro de poro ( $D_P$ ) y volumen de poro ( $V_P$ ) [17]. Es por eso que el área de superficie porosa, el volumen de poros y sitios activos son de suma importancia en la preparación del catalizador como adsorbente de gases contaminantes en el aire [18].

El carbón activado es un material con alto contenido de carbono y que posee propiedades que lo hacen versátil en el uso que se requiera, esto debido al gran campo de aplicación que tiene, uno de ellos es el de utilizarlo como soporte de catalizadores debido al área superficial que posee, lo que lo hace un material adsorbente. Se puede preparar utilizando precursores con alto contenido de carbono, materias orgánicas como cáscara de coco, cáscara de nuez, bagazo de caña y otras materias primas baratas que se encuentran en la naturaleza [13]. El carbón activado es utilizado en la industria para la remoción de componentes orgánicos e inorgánicos volátiles que se encuentran suspendidos ya sea en el agua o en el aire. La superficie de los carbones activados

obtenidos a partir de precursores orgánicos como los antes mencionados, aportan beneficios al uso de estos como soportes en la elaboración de materiales adsorbentes como catalizadores metálicos soportados en carbón activado [19]. Debido a sus diferentes usos, la producción de carbón activado se ha extendido para el uso en la elaboración de rellenos de elastómeros, plásticos, cauchos, pinturas. También, es utilizado para modificar propiedades físicas de ciertos materiales. Otra aplicación que se le da es en las baterías, ya que es usado en los electrodos de las celdas fotovoltaicas, condensadores eléctricos y debido a su alta superficie, como soportes de catalizadores [20].

De acuerdo con la terminología de la IUPAC, los poros cuyo tamaño no excede de 2 nm son llamados microporos, que son donde ocurre el fenómeno de adsorción en mayor medida, los que exceden de 50 nm son llamados macroporos, éstos juegan un papel importante en el transporte del adsorbato a través de los mesoporos hasta los microporos, los mesoporos son de tamaño intermedio a los valores mencionados entre 2 y 50 nm [21].

Los sólidos porosos poseen altas áreas de superficie específica, por lo que generalmente se les da aplicación como materiales adsorbentes, ya sea como catalizadores o como soportes para sintetizar catalizadores. La IUPAC estandariza los poros en 3 tipos [22]:

- Microporos
- Mesoporos
- Macroporos

Los cuales son clasificados según el diámetro el poro, tal como lo muestra la Tabla 2 de acuerdo con la IUPAC:

Tabla 2 Clasificación de tamaño de poro según la IUPAC

Definición	Tamaño de poro
Microporo	$d < 2\text{nm}$
Mesoporo	$2\text{ nm} < d < 50\text{ nm}$
Macroporo	$d > 50\text{ nm}$

### 2.3 Obtención y activación del carbón activado

1

Se produce a partir de materiales como: cortezas de almendras, cáscara de coco, turba, petróleo, brea y polímeros, nueces, palmeras u otras maderas, y carbón mineral [13, 19]. Este proceso se puede dividir en dos tipos, Activación Física (térmica) y Activación Química. En esta investigación se optó por usar el método de activación química, ya que el agente químico al ser impregnado sobre el precursor, permite que la activación se lleve a cabo a temperaturas relativamente bajas y en rampas térmicas menores a las utilizadas por la activación física. Es por eso que el enfoque de esta investigación para la activación de los carbones, es mediante el método de activación química.

#### 2.3.1 Activación química

1

El material se impregna con un agente químico y se calienta en un horno a temperaturas dentro del rango térmico  $500\text{-}1000^\circ\text{C}$ . Los agentes químicos reducen la formación de material volátil y alquitranes, aumentando el rendimiento del carbón. Sus principales características son el área superficial, tamaño de partícula, diámetro de poro, dureza, densidad [23]. El agente de activación química cumple un papel fundamental en el aumento de las características superficiales del precursor. La producción de carbón activado puede llevarse a cabo a través de una activación química por impregnación del precursor con un agente químico a temperaturas moderadas. Según las investigaciones, se han evaluaron diversos agentes de activación química para determinar el rendimiento de estos al promover las características superficiales del material precursor, siendo el  $\text{H}_3\text{PO}_4$  el agente activador que presentó

valores de área superficial específica ( $S_{BET}$ ) de 1262  $m^2/g$  [24]. Estos resultados son en comparación a otros agentes activos como el  $H_2SO_4$ ,  $HNO_3$ ,  $HCl$  y  $ZnCl_2$ , como se demuestra en la Tabla 3.

**Tabla 3. Datos de diferentes estudios de producción de carbón activado utilizando diferentes impregnantes.**

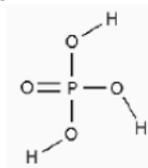
Tipo de Materia prima	Agente activante	$S_{BET}$ ( $m^2/g$ )	$V_T$ ( $cm^3/g$ )	$V_{MESO}$ ( $cm^3/g$ )	$V_{MICRO}$ ( $cm^3/g$ )	Dp Å
Algarrobo	$ZnCl_2$	968	0.544	0.282	0.262	25.02
	$H_3PO_4$	1262	1.158	1.113	0.044	36.70
	$H_2SO_4$	179	0.104	0.044	0.060	23.10
	$HCl$	88	0.051	0.02	0.031	-
	CAC	794	1.016	0.942	0.074	51.20

*Estudio de diferentes activantes químicos en la obtención de carbón activado a partir de la cáscara de Hymenaeacourbaril L. para la remoción de cadmio (II). Revista Técnica de la Facultad de Ingeniería Universidad del Zulia, (2010).*

Una ventaja de usar el ácido fosfórico ( $H_3PO_4$ ), es que es muy útil en el laboratorio debido a su resistencia a la oxidación, a la reducción y a la evaporación. El ácido fosfórico es un ácido triprótico debido a su estructura (Tabla 4). Esto significa que puede disociarse hasta tres veces en soluciones acuosas, liberando cada vez un protón al agua.

**Tabla 4. Datos del ácido fosfórico de la estructura, fórmula química y peso molecular del  $H_3PO_4$ .**

Estructura química:



Fórmula química:  $H_3PO_4$

Peso molecular: 98.00

El  $H_3PO_4$  estimula la activación del carbón activado, proporcionando la generación de altas capacidades para adsorber compuestos orgánicos volátiles, como el monóxido de carbono, propiedades que son superiores en comparación con otros agentes activantes, como se demuestra en la Tabla 3 [25].

## 2.4 Adsorción

La adsorción es un proceso mediante el cual una sustancia se concentra en la superficie o se adsorbe, llamada "adsorbato" y la fase adsorbente se llama "adsorbente". El proceso de adsorción incluye tres pasos necesarios:

Paso 1.- El fluido entra en contacto con el adsorbente (donde se establece un equilibrio entre el fluido adsorbido y el fluido que permanece en la fase fluida) para que el compuesto para adsorber que adsorba en forma preferencial o selectiva sobre la adsorbente (Figura 1).

Paso 2.- El fluido no adsorbido debe separarse de la mezcla adsorbente – adsorbato.

Paso 3. El adsorbente debe regenerarse, mediante la eliminación del adsorbato, o bien, desecharse el adsorbente utilizado y reemplazarse por material nuevo [26].

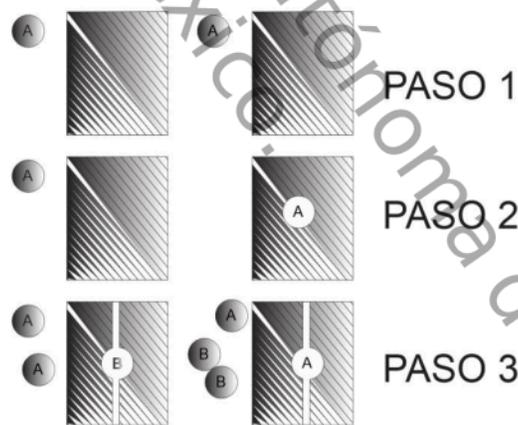


Figura 1. Mecanismo de adsorción

Desde un punto de vista microscópico, las superficies sólidas lo suficientemente pulidas no son completamente lisas ya que poseen poros en la superficie. Los átomos superficiales del sólido pueden atraer a otros átomos o moléculas de la

fase gaseosa o líquida circundante [27]. La mayoría de los materiales adsorbentes son altamente porosos por lo que la adsorción tiene lugar en el interior de las partículas sobre las paredes de los poros. Los poros en general son muy pequeños. El área de superficie interna es varios órdenes de magnitud superior al área externa y puede alcanzar valores muy elevados como 2000 m<sup>2</sup>/g. También, se utiliza la adsorción sobre carbón para separar contaminantes tales como H<sub>2</sub>S, CS<sub>2</sub>, CO y otros compuestos que existen en el aire que circula en sistemas de ventilación, y en una gran mayoría de los nuevos automóviles se colocan cartuchos de carbón para evitar el paso de los vapores de gasolina al aire [28].

#### 2.4.1 Adsorción química (quimisorción)

Es el resultado de la interacción química entre el sólido y la sustancia adsorbida. La fuerza de la unión química puede variar considerablemente y puede suceder que no se formen compuestos químicos en el sentido usual; la fuerza de adhesión es generalmente mucho mayor que la observada en la adsorción física. El calor liberado durante la quimisorción es grande, es parecido al calor de una reacción química. Es un proceso irreversible; se descubre que la sustancia original ha sufrido un cambio químico [29].

#### 2.4.2 Isotermas de adsorción

La relación entre la cantidad de sustancia adsorbida por un adsorbente y la presión o concentración de equilibrio a una temperatura constante se denomina isoterma de adsorción. Se han observado cinco tipos de isotermas en la adsorción de gases en sólidos (Figura 2). En los casos de la quimisorción se observan solo del tipo I, mientras que en la física tienen lugar los cinco casos. En las isotermas del tipo I, la cantidad de gas adsorbido para una cantidad dada de adsorbente se incrementa con relativa rapidez con la presión y después más

lentamente cuando las moléculas del gas empiezan a cubrir la superficie del sólido.

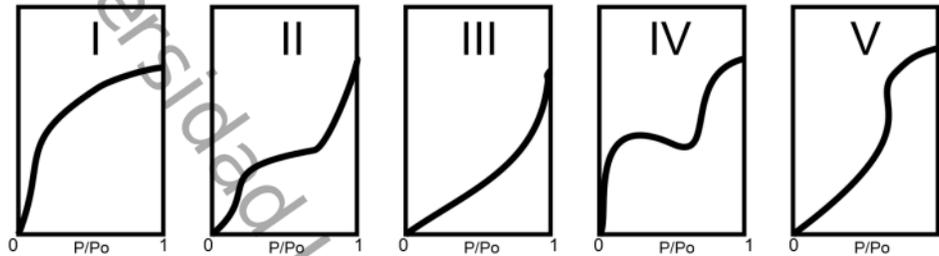


Figura 2. Tipos de Isothermas I a la V

Para representar la variación de la cantidad de adsorción por unidad de área o de masa con la presión, se propuso la **ecuación de Freundlich** (Ec. 1)

$$y = kP^{\frac{1}{n}} \quad (1)$$

Donde “ $y$ ” es el peso o volumen del gas adsorbido por unidad de área o masa del adsorbente, “ $P$ ” es la presión de equilibrio, y “ $k$ ” y “ $n$ ” son constantes empíricas que dependen de la naturaleza del gas y el sólido empleado, y de la temperatura. Por otra parte, existe una ecuación mucho más exacta para las isothermas del tipo I, propuesta por **Langmuir** (Ec. 2). Para ello, postulo que los gases al ser adsorbidos por la superficie del sólido forman únicamente una capa de espesor mono molecular, debido a que por el equilibrio adsorción-desorción, no hay formación de mono capas.

$$W = \frac{bc}{(1+Kc)} \quad (2)$$

Donde “ $W$ ” es la carga de adsorbato, “ $c$ ” es la concentración en el fluido y “ $b$ ” y “ $K$ ” son constantes. La explicación propuesta a los tipos de isothermas II y III es que la adsorción es en capa multi molecular, es decir, lleva apareada la formación de muchas capas moleculares sobre la superficie en lugar de ser una sola. Para explicar los tipos de isothermas IV y V se ha sugerido que las sustancias que presentan esta conducta llevan a cabo no sólo una adsorción de muchas capas moleculares sino también la condensación del gas en los poros capilares del adsorbente [28].

### 2.5 Platino como fase activa

El platino es un metal noble cuya dispersión en un soporte catalítico, ya sea mayor o menor, influye en gran manera en su actividad como catalizador en las reacciones de combustión. Para las reacciones de hidrocarburos, la baja dispersión de platino en el soporte, aumenta su actividad catalítica, y esto se debe a que es favorecida la reacción cuando las partículas de Pt se encuentran relativamente cerca, como si fuera una sola partícula de Pt [30, 31]. Los catalizadores de platino comúnmente son utilizados en las reacciones de combustión de hidrocarburos ya que es de los metales más activos para la oxidación [32]. Algunos estudios reportan que el platino soportado sobre alúmina, genera buen desempeño de oxidación de aquellos compuestos volátiles orgánicos que se generan en las reacciones de combustión, tal como es el caso del monóxido de carbono [33]. Por lo que es considerado en esta investigación sintetizar catalizadores de platino soportados en carbón activado para la oxidación de CO.

### 2.6 Estructura turbostratica

Existen estructuras llamadas *turbostraticas*, donde el plano hexagonal de los átomos de carbono se encuentra en el plano hexagonal característico del grafito cristalino. Esta estructura se da en aquellos materiales cuya fase de transición

está en desorden, compuesta mayormente de carbono tipo no grafitico. Esto se debe a que el tratamiento térmico a los que se expone en su elaboración es corto y no termina de definirse sus fases, dejando un estado de transición intermedio [34]. La estructura del carbón turbostrático presenta cierto grado de apilamientos diferentes, amorfos, los cuales se deben a la rotación aleatoria de las capas de grafito, por lo que existe un desorden en la fase de transición. Tanto el grafito como el carbón turbostrático se apilan por capas tipo grafeno, por lo que el carbón turbostrático es considerado como una variante del grafito. El desorden en la estructura puede significar la modificación en las fases activas del carbón activado, pues de eso dependerá en gran parte el paso de los gases hasta el interior de los poros internos y tener buen rendimiento de adsorción, ya que la estructura de este material, se encuentra entre fase de carbono amorfo y grafito cristalino, lo que lo hace una estructura estable, a pesar del desorden de sus capas [35].

## 2.7. Técnicas de caracterización

### 2.7.1. Adsorción física de gases

2 Cuando se tienen dos fases,  $\alpha$  y  $\beta$ , en contacto, aparece espontáneamente una región, cuyo espesor (S) suele ser del orden de varios diámetros de la molécula del gas que se adsorbe, y en la que no existe homogeneidad respecto a las fases  $\alpha$  y  $\beta$  (Figura 3).

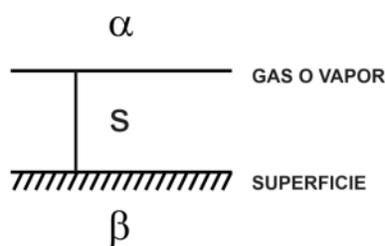


Figura 3. Proceso de adsorción física de gases

El proceso de adsorción a temperatura constante (T) puede seguirse por la medida del descenso de la presión (y/o volumen) de gas o el aumento del peso del adsorbente. Tras un tiempo dado, la presión se hace constante y el peso del sólido deja de aumentar. La cantidad adsorbida de gas dependerá de la presión, la temperatura, la superficie específica y porosidad del adsorbente, y de la naturaleza del sistema gas-sólido. Para un gas adsorbido en un sólido dado, a temperatura constante, se tendrá la Ec. 3:

$$x = f\left(\frac{P}{P_0}\right) T \quad (3)$$

2 Donde  $x$  es la cantidad adsorbida y  $P/P_0$  la presión relativa del adsorbato ( $P_0$  es la presión de saturación del adsorbato a la temperatura de adsorción T). La representación gráfica de  $x$  frente a  $P/P_0$  constituye una isoterma de adsorción [36].

### 2.7.2 Método BET

La técnica de fisisorción de gases es la más usual en la determinación de áreas superficiales y distribución de tamaños de poros de catalizadores. Los datos obtenidos a partir de esta técnica son fiables sólo si cumplen ciertas condiciones. 3 La teoría BET está basada en la desarrollada por Langmuir extendida a la formación de multicapas y presupone que el calor de adsorción de la mono capa es distinto al de las otras capas, pero todas las siguientes capas presentan el mismo calor de adsorción [37]. En este método se obtienen los valores del área superficial de adsorción del material y el volumen de gas adsorbido por el material (Ec.4). 9 Las consideraciones generales de la teoría BET son:

- No existen sitios preferenciales de adsorción (es decir, todos los sitios tienen la misma energía superficial).
- No existen interacciones laterales entre moléculas adsorbidas.
- Las fuerzas de condensación son activas en la adsorción.

$$\frac{P/P^{\circ}}{na(1-P/P^{\circ})} = \frac{1}{NmC} + \frac{c-1}{nmC} * P/P^{\circ} \quad (4)$$

### 2.7.3 Difracción de Rayos X

Los Rayos X son la radiación electromagnética, invisible, capaz de atravesar cuerpos opacos. Su longitud de onda se encuentra entre los 10 a 10.1 nm. La información que proporciona el patrón de difracción de Rayos X, se puede ver como dos aspectos diferentes pero complementarios: Por un lado, la geometría de las direcciones de difracción (condicionadas por el tamaño y forma de la celdilla elemental del cristal) nos ofrecen información sobre el sistema cristalino [38]. Y por otro lado la intensidad de los rayos difractados, están íntimamente relacionados con los átomos y las posiciones que ocupan en la red, tal que su medida constituye la información tridimensional necesaria para conocer la estructura interna del cristal Figura4.

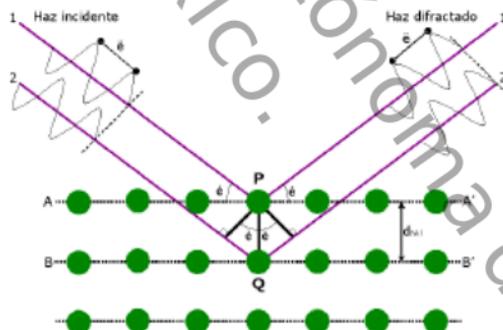


Figura 4. Difracción de rayos X

#### 2.7.4 Microscopia electrónica de barrido

El fundamento del SEM radica en que los electrones emitidos por un cátodo de tungsteno pasan a través de una columna en la que se ha hecho un vacío de alrededor de  $10^{-7}$  Torr. En ella, el haz inicial es concentrado por una serie de lentes electromagnéticas (condensador, objetivo) su diámetro va disminuyendo hasta hacerse casi puntual. Al mismo tiempo, la intensidad de corriente se disminuye. Esta disminución en la intensidad implica una menor cantidad de electrones primarios ya que la intensidad inicial y supone una emisión de 1015 e<sup>-</sup>/s, mientras que en la definitiva, es de 6.106 e<sup>-</sup>/s. Esta técnica permite observar, además de la topografía, cambios en la densidad y composición superficial de la muestra hasta profundidades máximas del orden de 1  $\mu\text{m}$  [39].

#### 2.7.5 Espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)

Parte esencial de los materiales adsorbentes, es conocer los grupos funcionales que estos poseen en su superficie activa, ya que, según su metodología de preparación, el medio de activación y temperaturas de calcinación, permiten que los materiales varíen en sus propiedades de adsorción, tal como lo es el carbón activado. Esta técnica está relacionada a detectar espectros infrarrojos originados a partir de transiciones de los niveles vibracionales de las moléculas presentes en la muestra en un estado electrónicamente básico. Estos se pueden observar como espectros de adsorción en la región del infrarrojo. Para poder identificar los grupos funcionales en las muestras, se utilizaron tablas de espectros de absorción. Los grupos funcionales pueden ser identificados por tres clases, ácidos, básicos o neutros. En nuestro caso, la superficie ácida de nuestro material, asociada así debido a que la activación se llevó a cabo en medio ácido, puede asociarse con los grupos carboxílicos, anhídrido, lactano, hidroxilo fenólico, así como grupos de alcoholes y enlaces carbón-hidrógeno [40]. La presencia de grupos funcionales con oxígeno e hidrógeno es importante pues su presencia afecta la capacidad de adsorción del carbón activado, donde estos grupos funcionales localizados en los sitios con moléculas polarizadas af

ser adsorbidas. La cantidad de grupos funcionales se obtendrá mediante el tipo de precursor y las condiciones de activación.

#### **2.7.6 Microscopía Electrónica de Trasmisión de Alta Resolución (HRTEM)**

Con esta técnica de caracterización se determina la presencia de Pt en los catalizadores, así como el tamaño de partícula y la distribución del metal sobre el soporte. Esto, mediante la obtención de una imagen de alta resolución de estructuras cristalográficas creadas a partir del paso de un haz luminoso para crear una imagen objetiva de la muestra analizada [41]. Esta técnica es ampliamente utilizada para conocer las nanoestructuras de materiales cristalinos y metálicos. Debido a la potencia del equipo para realizar esta técnica, se pueden observar las partículas de Pt presentes en los materiales.

#### **2.7.7 Actividad catalítica**

La actividad catalítica es importante para evaluar la eficiencia de materiales catalíticos que tienen contacto con sustancias que deben ser removidas, ya sea en fase líquida o gas. Esta propiedad varía en el tipo de material y depende de diversos factores como lo son el área superficial, fases activas, distribución de poros y estructura, así como los grupos funcionales en la superficie activa de los materiales.

## CAPITULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL

### 3.1 Activación del carbón activado

La cáscara de coco (*cocos nucifera*) se seleccionó como precursor de carbono para activarla mediante el método químico, debido a sus propiedades características de materiales adsorbentes. El alto contenido de carbono, dureza, bajo contenido de cenizas y su gran cantidad de poros en su estructura, hacen de la cáscara de coco un buen precursor de carbón activado con fines adsorbentes. Es por ello que el carbón activado se usa regularmente para la remoción de componentes volátiles orgánicos en el aire [42], tal como lo es el CO.

La producción de carbón activado se llevó a cabo a través de la activación química por impregnación del precursor con un agente químico (en este caso fue el ácido fosfórico  $H_3PO_4$ ). Se ha reportado que el  $H_3PO_4$  tiene mejor rendimiento de activación a temperaturas relativamente bajas, como lo son 500° C, 600° C y 700°C [24].

La cáscara de coco se obtuvo del municipio de Paraíso, Tabasco, este se ubica en la zona costera, la presencia de palmas productoras de coco es abundante. Se secaron las muestras exponiéndolas al sol en un periodo de cuatro días. Después de secar la muestra, se procedió a separar el huesillo de la cáscara para tritarlo hasta que el material tuviera aproximadamente tamaños entre 1 a 2 cm, para así ser sometida a activación.

### 3.2 Activación Química

La activación química del material modificará la superficie y el área superficial para obtener carbón activado efectivo para los fines idealizados en esta investigación. La obtención de la muestra se llevó a cabo mediante impregnación, carbonización, lavado y secado de la cáscara de coco. Este proceso se dividió en dos etapas, la activación y la calcinación. Para la

activación química, se preparó la solución de ácido fosfórico ( $H_3PO_4$ ) al 18% v/v. La solución se preparó en un matraz aforado de 1 litro, agregando como soluto 180 ml de ácido fosfórico y como solvente agua destilada aforando a 1 litro de solución (Figura 5). Se pesaron 45 g de cáscara de coco y se colocaron en matraces para posteriormente ser impregnadas con la solución de ácido fosfórico.



Figura 5 Impregnación de cáscara de coco con  $H_3PO_4$

Se colocaron 300 ml de solución de  $H_3PO_4$ , a cada muestra de cáscara de coco y se dejaron reposar a 24 y 48 horas (Tabla 5):

Tabla 5. Diseño de control experimental para producir el carbón activado

Tiempo de impregnación con $H_3PO_4$ (horas)	Temperatura 1 (°C)	Temperatura 2 (°C)	Temperatura 3 (°C)
24	500	600	700
48	500	600	700

### 3.3 Calcinación de cáscara de coco

Una vez impregnadas las muestras, se procedió a la calcinación a diferentes temperaturas (500° C, 600° C y 700° C) a diferente tiempo de impregnación con  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (Tabla 5, Figura 6). Posteriormente las muestras se lavaron con una solución de  $\text{NaOH}$  (1 M), para neutralizar cada muestra hasta alcanzar un pH de 6.5 o 7. El motivo de neutralizar el carbón activado es para evitar la corrosión en el agente activo del catalizador, en este caso de platino. Todas las muestras fueron secadas en una mufla cerrada a la temperatura de 100° C durante 8 horas para eliminar la humedad y ser depositadas en sus recipientes y colocadas en el desecador para evitar la humedad en las muestras.

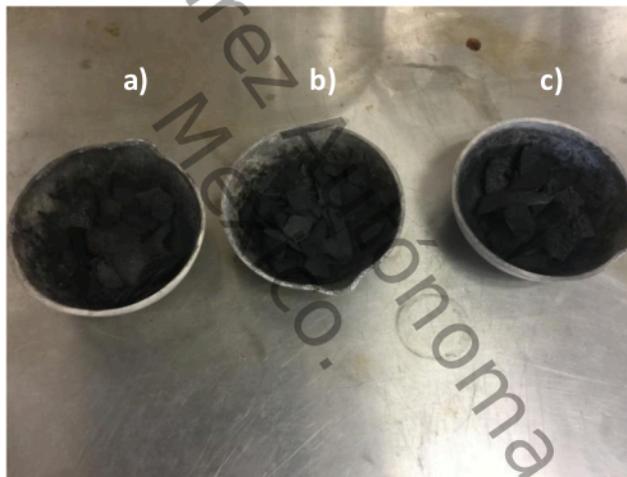


Figura 6. Carbón activado fabricado a diferentes temperaturas. a) 500° C, b) 600° C y c) 700° C

Una vez preparada la síntesis del carbón activado, se realizó la caracterización de las primeras muestras a 24 y 48 horas de impregnación a las temperaturas de 500, 600 y 700° C, con el fin de conocer la estructura, morfología, composición química del material, rendimiento de pirolisis y el % de ceniza según la norma **ASTME 1755 [43]** para comparar cambios significativos en la síntesis, utilizando los equipos de Rayos X, y SEM-EDS, adsorción física de  $\text{N}_2$ , y FTIR.

La caracterización de los carbones activados es esencial por lo que se evaluaron con las diferentes técnicas de caracterización y con ello se eligieron los carbones activados con área superficial y tamaño de poro adecuados para su uso como soportes de catalizadores de platino. Las propiedades a evaluar fueron el área superficial, la distribución de poros, la estructura cristalina del material, la cantidad de elementos en el material así como los grupos funcionales presentes.

### **3.4. Caracterización de los carbones activados**

#### **3.4.1 Difracción de Rayos X**

El difractograma de Rayos X se realizó utilizando un difractómetro para analizar muestras policristalinas en polvo (polvo fino), donde la radiación a la que se analizaron las muestras fueron con  $\text{CuK}\alpha$  con una longitud de onda de  $1.5 \mu\text{\AA}$ . Se configuró el equipo Brack-Brentano utilizando 35kV, 20 mA a un tamaño de paso de  $0.02^\circ$ . El tiempo de paso fue de un segundo cuyo intervalo de medición fue de  $2\theta$ , con un rango de  $5^\circ$  a  $90^\circ$ . Los datos obtenidos para graficar el DRX fueron de  $5$  a  $90^\circ$  de medición de  $\theta$  y datos de  $100$  a  $1000$  en la intensidad de difracción. Para la composición y las fases cristalinas que se formaron durante el proceso de activación de las muestras de carbón activado se utilizó la técnica de Difracción de Rayos X, con el equipo "Difracción SolutionsD8Advance" (Figura 7). La muestra se tamizó en un mortero de porcelana previo al análisis. La caracterización se realizó directamente en la superficie de especímenes de carbón activado.



Figura 7. Equipo de Rayos X, Difracción SolutionsD8Advance

### 3.4.2 Microscopía electrónica de barrido

Las micrografías del carbón activado se determinaron usando el equipo "AnalyticalScanningElectronMicroscope, marca JEOLJSM-6010LA" (Figura 8).



Figura 8. Equipo de análisis SEM ubicado en UJAT-DAIA

Con el equipo de la Figura 8 se observó la morfología de los carbones activados (CA). Para utilizar este equipo y analizar los carbones activados (CA), fue necesario seguir los siguientes pasos:

- El equipo se debe operar al vacío por lo que se debe ventilar al momento de encender
- Se enciende el alto voltaje y esperar 5 min. para abrir la cámara,
- En el porta muestra se adhiere la muestra con una cinta conductora de carbono (grafito), se coloca en la platina y se cierra la cámara del microscopio para empezar a realizar las micrografías, y
- El control se realiza desde la PC con el software del equipo.

En este equipo se analizaron las micrografías de los carbones activados así como la difracción de análisis elemental en las muestras (EDS).

### 3.4.3 Adsorción física de N<sub>2</sub>

En el caso de la determinación de área superficial y distribución de poro, se utilizó el equipo modelo Autosorb-1, de la marca Quantachrome Instruments (Figura 9).



Figura 9. Equipo Autosorb-1, ubicado en Lab. 2,CECADET, UNAM

Se pesaron cuidadosamente las muestras y se sometieron a vacío para obtener la materia necesaria que requiere el equipo. Para el análisis se utilizó N<sub>2</sub> fase gas. Mediante esta técnica se determinaron características texturales de sólidos

como la superficie específica (SBET, en m<sup>2</sup>/g) el volumen específico total de poros y la distribución del diámetro de poro.

Para la medición, se preparó la muestra de la siguiente manera para la lectura en el equipo: Primero se pesó la celda vacía, para después, agregar la muestra a la celda y ser pesada nuevamente. Enseguida se colocó la celda con la muestra a desgasificar en la estación de vacío en el equipo. En este paso, la muestra en la celda pierde peso, así que después de desgasificar, se volvió a pesar la celda con la muestra. El peso final se le restó al peso de la celda vacía y el resultado fue el peso de la muestra real. Una vez finalizado el vacío a la muestra, se colocó en la estación de adsorción del equipo, donde comenzó la medición de adsorción del flujo de N<sub>2</sub> por la muestra.

- Las variables de medición fueron de 77 K, con una salida de gas a 20°C y 4 horas.
- La presión relativa de la medición es de cero.

Las muestras que se midieron en esta técnica, fueron CA<sub>3</sub>, CA<sub>6</sub>, M<sub>1</sub>, M<sub>3</sub>, M<sub>4</sub> y M<sub>6</sub>, ya que las muestras M<sub>2</sub> y M<sub>5</sub>, no tuvieron buen rendimiento en peso al ser activadas químicamente, por lo que no fueron consideradas. Los pesos de las muestras medidas se pueden ver en la Tabla 6:

**Tabla 6- Peso real de las muestras para medir en el equipo de Adsorción física de N<sub>2</sub>**

Muestra	peso real (después de su desgasificación) (g)
CA <sub>3</sub>	0.0688
CA <sub>6</sub>	0.0397
M <sub>1</sub>	0.0293
M <sub>3</sub>	0.0288
M <sub>4</sub>	0.0648
M <sub>6</sub>	0.0698

Con estas variables, se hicieron las mediciones para determinar el área específica (S<sub>BET</sub>) de los carbones activados, la cual se evaluó a partir de la Isoterma de adsorción-desorción de N<sub>2</sub>, utilizando el método de Langmuir.

Además se evaluó la distribución del tamaño, el volumen y el diámetro de poro con el método (BET).

#### **3.4.4 Espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)**

Las muestras de carbón activado (CA) se caracterizaron estructuralmente mediante espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR). Las muestras se mezclaron con KBr (Sigma Aldrich grado FTIR) a una concentración de 10% p/p y se prensaron para la obtención de pastillas. Posteriormente se analizaron en un espectrómetro FT-IR Shimadzu Mod. IRAFfinity-1, en un rango de 340-4700  $\text{cm}^{-1}$ , a una resolución de 2  $\text{cm}^{-1}$  y 40 escaneos. Los datos fueron procesados en el Software IR solution<sup>TM</sup>.

#### **3.4.5 Microscopia Electrónica de Transmisión de Alta Resolución (HRTEM)**

Para esta técnica, se eligió la muestra M<sub>4</sub>, pues el objetivo fue determinar la presencia de Pt en los catalizadores, así como el tamaño de poro. Se seleccionó una pequeña cantidad de la muestra M<sub>4</sub> de Pt/C y se colocó en un tubo de 10 ml, diluyendo la muestra con alcohol isopropílico. Posteriormente se sometió a vibración ultrasónica para limpieza y dispersar la muestra en la solución. Se tomó una rejilla de medición y se impregnó la solución de ácido isopropílico con el Pt/C y se dejó secar un día entero, hasta que la rejilla secase y el catalizador quedara impregnado y pudiera tomarse lectura de ella.

#### **3.5 Síntesis del catalizador**

La síntesis del catalizador de platino sobre carbón activado (Pt/C) se llevó a cabo usando el método de deposición simple. Se prepararon catalizadores de Pt soportados en CA al 1% p/p de Pt. La metodología a seguir fue la siguiente: La relación entre el platino y el soporte es de 0.02 g de Pt con 1.98 g de carbón activado

$$1\% \text{Pt} = 0.02 \text{g Pt respecto a los 2g de soporte (1.98g de CA)}$$

1. Se calculó el 1% de Pt contenido en el  $\text{H}_2\text{PtCl}_6$  mediante la relación de sus masas molares:

$$0.02 \text{ g Pt} \rightarrow 195.084 \text{ g/mol}$$

$$X \text{ g H}_2\text{PtCl}_6 \rightarrow 517.81 \text{ g/mol}$$

$$X = 0.05308 \text{ g H}_2\text{PtCl}_6 \text{ (Para 2g de soporte).}$$

Para las 6 muestras se requieren 0.31848 g  $\text{H}_2\text{PtCl}_6$

En la Figura 10 se describen los pasos realizados de la metodología utilizada para la síntesis del catalizador de Pt soportado en carbón activado. El método de impregnación fue por goteo lento. Esta metodología se realizó individualmente para cada una de las muestras a sintetizar.

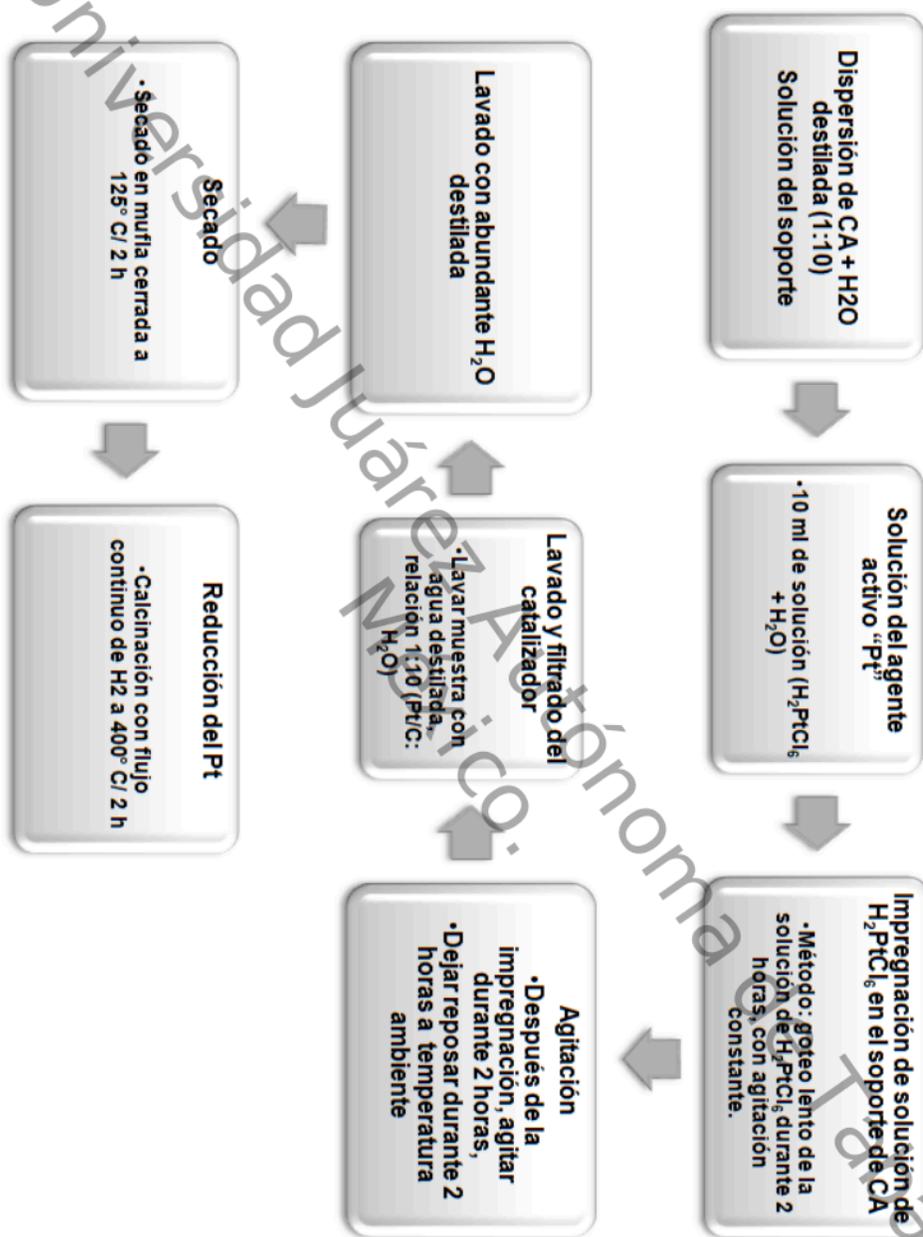


Figura 10. Diagrama de síntesis del catalizador de Pt/C

### 3.6 Calcinación de reducción del catalizador Pt/C

La calcinación se llevó a cabo mediante un reactor de flujo continuo (Figura 11) adaptado a un software para su calibración y control. Para iniciar la calcinación, se calibró el equipo mediante el software "RunningFlowProgram". El reactor cuenta con 4 entradas, donde la primera corresponde al Carrier, la cual es únicamente para flujo de  $N_2$ .



Figura 11. Reactor de flujo continuo encaquetado, para la evaluación catalítica de las muestras, ubicado en Lab. 2, CECADET, UNAM.

El reactor está conectado a tres líneas, pasan las mezclas designadas según la operación que se realiza. En este caso, solo se utilizó la línea llamada Carrier, para alimentar el reactor con flujo de  $N_2$  a  $100 \text{ cm}^3/\text{min}$  y se hizo la calcinación de la siguiente manera:

Se pesaron 40 mg de muestra, se tomó seda de cuarzo para hacer un filtro y colocarlo en el interior del tubo del reactor. Posteriormente, se agregaron 40 mg de muestra al tubo de cuarzo y se colocaron con sus empaques en el equipo (Figura 12). La relación fue de 1:1 para el tratamiento (1ml de flujo con 1 mg de muestra). Se colocó un flujo de 100 cm<sup>3</sup> de N<sub>2</sub>(Carrier) en 10 min. Sobre la muestra para purgar el tubo y se verificó que no hubiera fuga y se colocó la chaqueta térmica y se conectó al equipo.



Figura 12. Reactor de cuarzo con muestra de catalizador de Pt/C

Para la programación de rampa de temperatura de reducción, se programó el sistema de reacción desde la computadora, donde se asignaron los parámetros de operación. Se colocaron 40 cm<sup>3</sup> de flujo H<sub>2</sub>(Tabla 7) y 440 min. (200 min. para llegar a 400°C +120 min. estando a 400°C + 120 min. de enfriamiento).

**Tabla 7. Flujo de H<sub>2</sub> para reducir el Pt mediante calcinación.**

Línea	Flujo	Concentración (cm <sup>3</sup> )
Carrier	-	0
1	H <sub>2</sub>	40
2	-	0
3	-	0

Después de que el equipo terminó la calcinación, se inició la evaluación de la actividad catalítica de los catalizadores y los soportes seleccionados.

### **3.7 Evaluación de la actividad catalítica del material**

En esta investigación se estableció un sistema de reacción en el cual mediante un reactor tubular donde se coloca el catalizador elaborado, se hace pasar una mezcla de flujo de CO y O<sub>2</sub>, para medir la eficiencia del material al oxidar el CO en CO<sub>2</sub>. Las lecturas se realizaron mediante un cromatógrafo de gases, el cual, con base a la temperatura arroja valores estadísticos que permiten identificar la eficacia de los catalizadores de Pt/C para oxidar el CO.

Una vez terminada la calcinación de reducción de las muestras, se utilizó un Cromatógrafo de gases marca Agilent Technologies, modelo 7820 A (GCSysyem), el cual es monitoreado mediante el software GC 7820 A RemoteController (Figura 13).



Figura 13. Cromatógrafo Agilent Technologies, modelo 7820.

Para iniciar la medición, se calibró el cromatógrafo desde el software de operación, donde se agregaron las variables de medición al sistema de control (fichero de CO y CO<sub>2</sub> para registrar las lecturas correspondientes) para que el equipo midiera con los parámetros correctos la reacción. Una vez calibrado el cromatógrafo, se inicia la purga del reactor para comenzar la evaluación:

- Se purgó el reactor con 100 ml de N<sub>2</sub> a 10 min (cambiar el sentido del venteo, esto es para que se arrastre la atmósfera de aire que hay en el reactor y no se mezcle con el flujo de CO al que se va a evaluar el material), creando una rampa de temperatura desde los 22° C hasta los 400° C durante 3:09 horas.

Ya colocadas las rampas de temperatura para la evaluación, se colocaron los flujos (Tabla 8):

Tabla 8. Mezcla de flujos para la evaluación catalítica de las muestras.

Línea	Flujo	Concentración (cm <sup>3</sup> )
Carrier	N <sub>2</sub>	60
1	H <sub>2</sub>	0
2	O <sub>2</sub> -N <sub>2</sub> *	20
3	CO-N <sub>2</sub> *	20

\* Las concentraciones de O<sub>2</sub> y CO están al 5% respecto a la mezcla 2 y 3 respectivamente.

Después de 5 minutos de que el flujo esté pasando por el saturador del equipo, se comienza la lectura en el cromatógrafo.

Se comparan las mediciones hasta que el área de lectura de cada flujo sea constante y así apagar el saturador para que el flujo a medir pase por el reactor. La lectura que se tiene en el cromatógrafo cuando pasa por el saturador, es para tener un conocimiento de cuanta concentración de flujo de la mezcla tenemos a la entrada y así poder compararla con la salida al terminar la reacción y evaluar la eficiencia del catalizador.

Una vez que el flujo comienza a pasar por el reactor, para cada inyección de flujo, se tomó la temperatura de lectura y el área de cada flujo. A partir de que el flujo pasó por el reactor, se toma la temperatura de la primera inyección y esta fue la lectura correspondiente a esa temperatura.

Se sacó el promedio de las primeras 4 inyecciones de flujo de entrada que fueron constantes y se utilizó la Ecuación 5 para conocer los datos de reacción.

$$\% \text{Oxidacion de CO} = \frac{(\text{Prom.inyeccion}) - \text{inyeccion}}{(\text{Prom.inyeccion})} \times 100 \quad (5)$$

Con estos porcentajes, se hicieron las gráficas correspondientes de temperatura/% oxidación de CO y así evaluar la actividad catalítica de los materiales.

## CAPITULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este Capítulo se discuten los resultados obtenidos en las caracterizaciones de los catalizadores de Pt/C y de soportes de carbón activado seleccionados. El motivo por el cual se analizó primero cada uno de los soportes fue para ir delimitando las muestras y utilizar aquellos carbones que tuvieran las mejores características y rendimiento tanto en su preparación como en la aplicación del mismo. La segunda sección de la discusión de resultados corresponde a los catalizadores de Pt soportados sobre los carbones activados (Pt/C). El carbón activado se preparó utilizando cáscara de coco como precursor de carbono y se analizó su estructura cristalina para asegurar que se obtuvo el material deseado. Se preparó el carbón activado mediante el método químico de activación, y para la síntesis del catalizador, se usó el método de deposición simple de Pt.

Los catalizadores de Pt soportado sobre carbón activado, fueron caracterizados de la siguiente manera:

- Adsorción física de N<sub>2</sub>.
- Microscopia electrónica de barrido (SEM).
- Espectroscopia de energía dispersa (EDS).
- Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR).
- Microscopia Electrónica de Transmisión de Alta Resolución (HRTEM).
- Evaluación de la actividad catalítica de oxidación.

Esto se llevó a cabo para conocer las propiedades del material realizado en esta investigación y evaluar su capacidad para oxidar el monóxido de carbono.

### 4.1 Rendimiento de calcinación

En la Tabla 9, se muestra el rendimiento del material en la calcinación previamente impregnado por ácido fosfórico, ya que la capacidad poliprótica del ácido actuó sobre los componentes de la cáscara de coco permitiendo

romper sus fibras texturales, formando moléculas volátiles que fueron eliminados al ser calcinadas.

Tabla 9. Rendimiento de calcinación.

Muestra	Temperatura (°C)	Peso muestra de entrada (g)	Peso muestra de salida (g)	% Rendimiento
CA <sub>1</sub>	500	45	33.57	74.60
CA <sub>2</sub>	600	45	32.89	73.08
CA <sub>3</sub>	700	45	31.42	69.82
CA <sub>4</sub>	500	45	32.40	72.00
CA <sub>5</sub>	600	45	32.04	71.20
CA <sub>6</sub>	700	45	31.76	70.05
			<b>PROMEDIO</b>	71.79

El rendimiento de calcinación promedio de las muestras es de 71.79%, es decir, poco más de la cuarta parte del material corresponde a la cenizas y materia volátil formada por la impregnación del ácido fosfórico, lo que demuestra que el precursor utilizado sometido a calcinación a temperaturas relativamente altas, no pierde mucha materia respecto a su peso, atribuyéndose el resto de materia calcinada al carbón libre de cenizas, según lo establece la norma **ASTM E 1755** [43]. La impregnación se llevó a cabo durante una hora a temperatura máxima constante, y que no hubo variación significativa en el porcentaje de rendimiento de las muestras que se dejaron en reposo a 24 horas, respecto a las que se dejaron por 48 horas. Por lo que las muestras CA<sub>2</sub> y CA<sub>5</sub>, no fueron analizadas en algunos métodos de caracterización.

## 4.2 Difracción de Rayos X

Para analizar la composición y las fases cristalinas de los soportes de carbón activado de los catalizadores de Pt, se utilizó la técnica de Difracción de Rayos X, con el equipo "Difracción Solutions D8 Advance". La muestra se tamizó en un mortero de porcelana previo al análisis. En la Figura 14, se observa el espectro de la Difracción de Rayos X realizado a la muestra de los catalizadores de Pt/C ( $M_1$ ,  $M_2$  y  $M_3$  a 24 horas de reposo y  $M_4$ ,  $M_5$  y  $M_6$  a 48 horas) respectivamente.

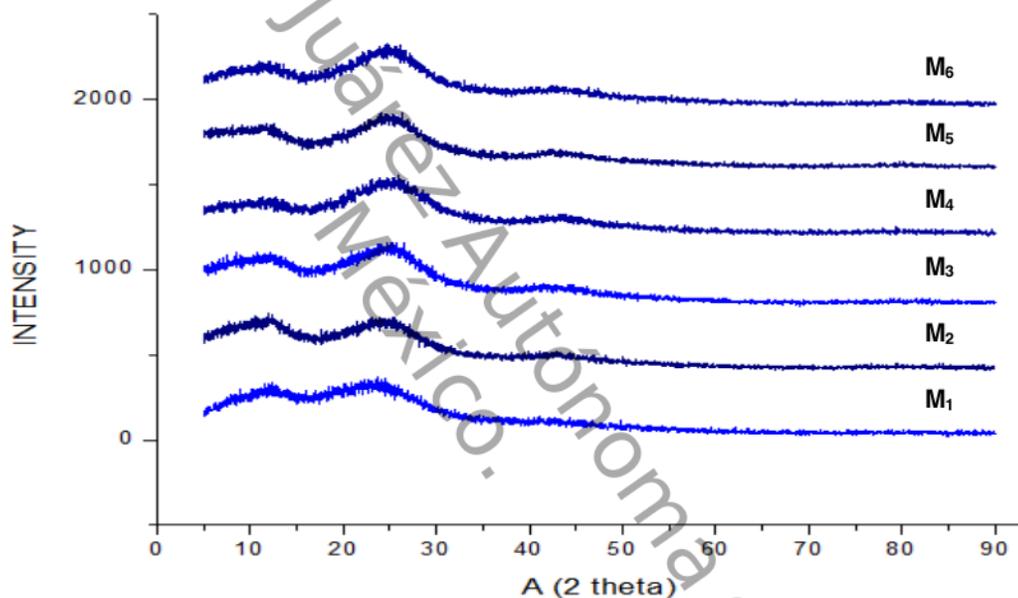


Figura 14. Difractogramas de muestras de Pt/CA.

El difractograma muestra los siguientes resultados:

- Según los reportes, [13,23] entre el rango  $2\theta$  de 20 y 30 se encuentran los picos de grafito, los cuales se aprecian en los tres difractogramas, por lo que podemos asegurar la presencia de grafito en nuestras muestras a las 3 temperaturas de activación.

- El grafito turbostrático contiene enlaces C-C ligeramente diferentes al grafito cristalino, el cual muestra una fase de transición relacionada, es decir, el acomodo molecular de su estructura es altamente desordenado, [34] a la variación de la estructura electrónica de los átomos de carbono del plano basal, lo que refleja ligeras inclinaciones de pico en el rango de entre  $10$  y  $20 \theta$ .
- El índice de plano de los picos representativos de la estructura cristalina que se tienen en la reflexión del plano  $(2\ 0\ 0)$  y  $(1\ 0\ 0)$  [44].
- En la Figura 14 observamos que todas las muestras tienen picos representativos dentro del rango de  $20$  y  $30\ 2\theta$ , lo que indica que la estructura de los materiales están formados por microcristalitas que son similares a grafito, las cuales consisten en capas paralelas de átomos de carbono dispuestos hexagonal que se encuentra en el rango de  $20$  y  $30\ 2\theta$  en dos planos, lo que confirma que nuestros soportes de carbón activado son grafiticos.
- Vemos que los picos correspondientes a grafito y carbón observados la imagen corresponden a los observados en los DRX del 1 a 6, además de tener el mismo comportamiento. Se aprecia la estructura cristalina de las muestras a partir de la información de los picos representativos de  $2\theta$ .
- Se aprecia que en todos los difractograma existe un desplazamiento posterior en los ángulos de difracción dentro de los rangos de entre  $20$  y  $30\ 2\theta$ , es decir, fuera del rango en el que debe estar el pico de grafito. Dicho pico indica que la estructura de los carbones es amorfa, y se atribuye a que el tiempo de calcinación fue relativamente corto por lo que no alcanzó a formarse su fase cristalina, sin embargo, eso no influyó en los fines deseados para esta investigación.
- Se puede observar que en ningún difractograma se encuentra algún pico representativo de Pt, lo que nos indica que la presencia del Pt en cada una

de las muestras, al ser muy poca respecto al soporte (1% p/p de Pt respecto al 99% de carbón activado), no influye en su estructura, por lo que no presentan alguna variación significativa en cada una de las estructuras de las muestras de carbón activado.

- Al no encontrarse muestras de platino en los difractogramas (Figura 14), pero si variaciones en los desplazamientos de los picos, se deduce que aunque a muy bajas concentraciones, el Pt se encuentra presente en el material. Debido a que se impregno el Pt mediante deposición simple, y la dispersión el metal no fue homogénea, sino que la distribución de las moléculas están relativamente cercanas. Además se atribuye a que el metal se encuentra en las cavidades interiores de la estructura, en el rango de los mesoporos, esto se comprobó con el análisis BET, al determinar el volumen de poro que predomina en el carbón activado.

### 4.3 Microscopia electrónica de barrido (SEM)

En la Figura 15 se presentan las micrografías de la cáscara de coco natural activación química. Se puede apreciar en esta micrografía que la superficie del material es amorfa y no posee cavidades o poros que son necesarios en el material deseado, por lo que después de ser activado químicamente mediante impregnación de  $H_3PO_4$ , agente químico de activación, la estructura topográfica de la muestra cambia, modificando la estructura en la superficie al formarse poros en la estructura interna como externa del material, así como la modificación química en la superficie del mismo.

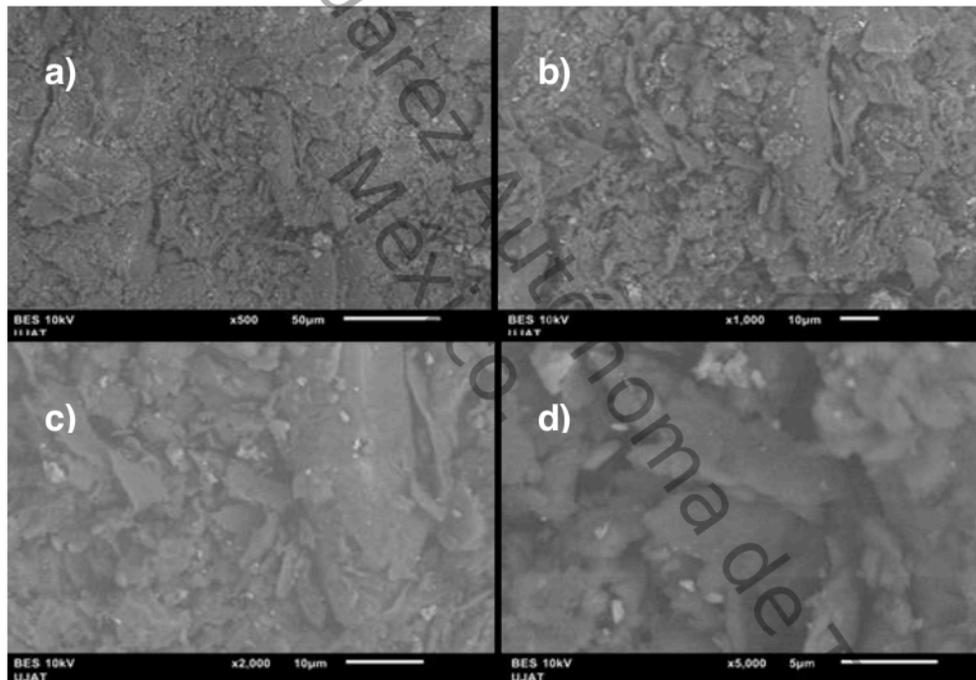


Figura 15. SEM de cáscara de coco a a) 500x, b) 1000x, c) 2000x y d) 5000x

En las siguientes micrografías se pueden apreciar las propiedades cualitativas de los materiales elaborados en esta investigación, tales como la estructura de los soportes, los tipos de poros que se encuentran en la superficie debido a la

remoción de los componentes volátiles en la cáscara de coco al ser impregnados con el  $H_3PO_4$ . De manera general se observan estructuras amorfas y con cavidades o poros, propios de los carbones activados en todas las muestras que se prepararon en esta investigación, dando paso a los sitios activos. Como se puede observar, se aprecian diferencias notables en las muestras preparadas a diferentes tiempos de impregnación. Las muestras CA<sub>1</sub>, CA<sub>3</sub>, (Figuras 16 y 17 respectivamente) que fueron activadas con un tiempo de impregnación de 24 horas, poseen estructura tipo panal, con poros en la superficie que corresponden al rango de los macroporos (diámetro de poro mayores a 50 nm).

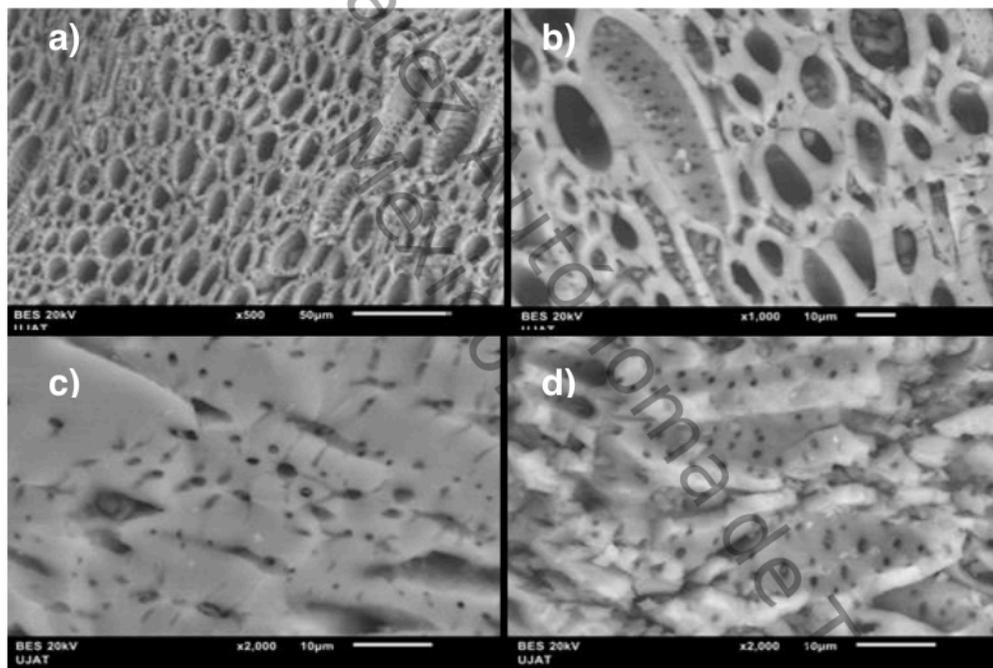


Figura 16. Muestra CA<sub>1</sub> activada a 500°C/24h, a) 500x, b) 1000x, c) 2000x y d) 5000x

En la Figura 16 y 17 podemos ver en la magnificación de 500x, que ambas muestras poseen poros distribuidos casi homogéneamente, con geometría tipo panal, lo cual corresponde a la estructura de carbón activado químicamente, así

como también poros abiertos, los cuales poseen canales continuos de comunicación con la superficie externa del material y favorecen el flujo de fluidos y adsorción de gases, lo cual, es una propiedad de los carbones activados y que beneficia el fin de esta investigación.

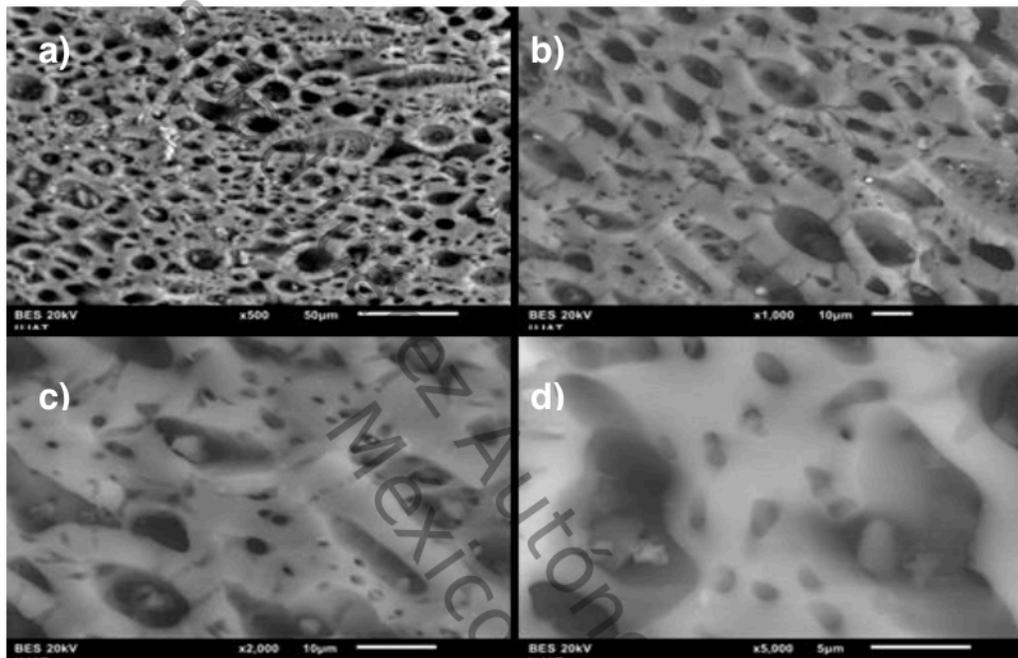


Figura 17. Muestra CA<sub>3</sub> activada a 700°C/24h, a) 500x, b) 1000x, c) 2000x y d) 5000x.

A diferencia de las muestras anteriores, las muestras CA<sub>4</sub> y CA<sub>6</sub>, que fueron impregnadas con 48 horas de reposo, estas poseen estructuras superficiales en forma de panal amorfo para CA<sub>4</sub> (Figura 18) y de rendija o hendidura para CA<sub>6</sub> (Figura 19).

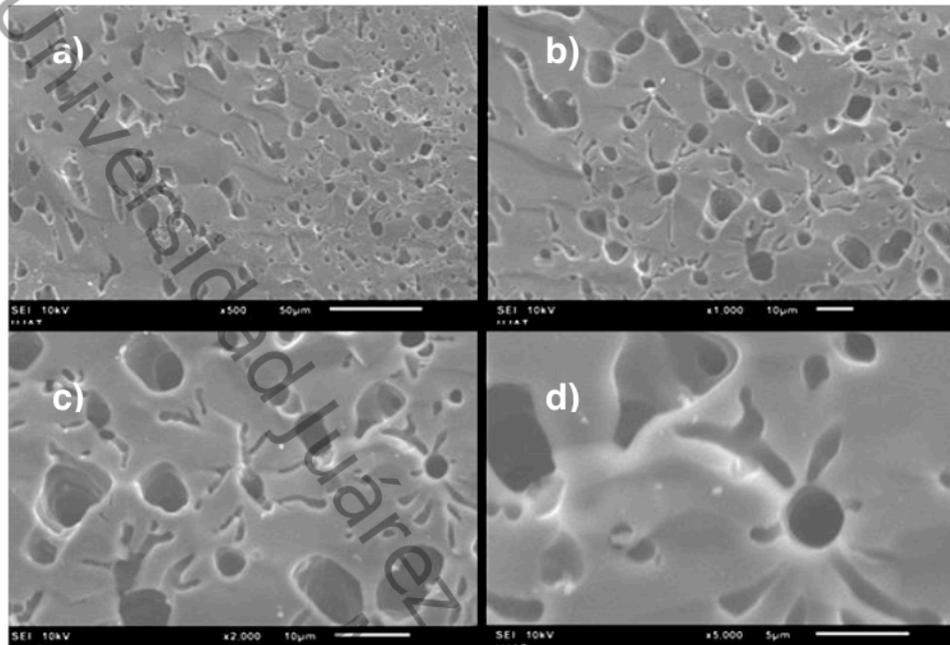


Figura 18. Muestra CA<sub>4</sub> activada a 500°C/48h, a) 500x, b) 1000x, c) 2000x y d) 5000x.

El tipo de morfología que se aprecia en la muestra CA<sub>6</sub>(Figura 19), que es parecida a una inter fase de formación de nanotubos, se atribuye al tiempo de impregnación del agente químico y el tratamiento térmico de activación que fue de 700°C, ya que el tiempo de calcinación fue relativamente pequeño (rampa de 1 hora a temperatura constante de 700°C), por lo que se deduce que no se terminaron de formar los nanotubos.

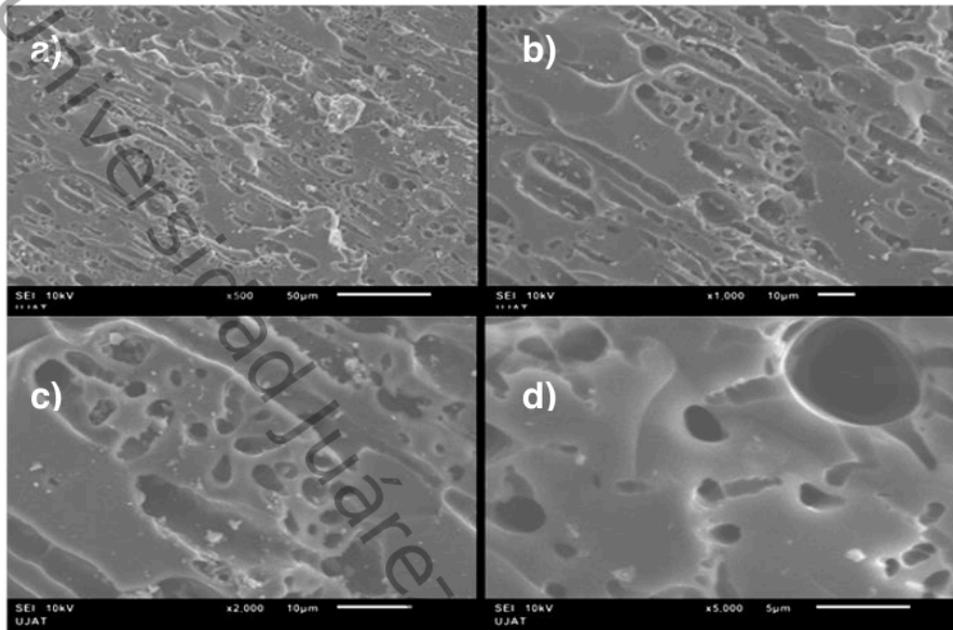


Figura 19. CA<sub>6</sub> activada a 700°C/48h, a) 500x, b) 1000x, c) 2000x y d) 5000x.

Para cada una de las muestras, se hicieron acercamientos a 500x, 1000x, 2000x y 5000x, donde se pudo observar la estructura superficial del material y verificar los tamaños de poros que se encuentran en la superficie. Se observó que todos los materiales poseen meso y macro poros en su superficie, lo cual beneficia al libre tránsito del flujo de fluidos o adsorción de gases, tal como lo es el CO<sub>2</sub>.

Al comparar las micrografías de la cáscara de coco sin tratamiento químico con respecto a las muestras CA<sub>1</sub>, CA<sub>3</sub>, CA<sub>4</sub> y CA<sub>6</sub>, podemos apreciar el cambio significativo en su estructura, pues el agente químico de activación benefició en la remoción de componentes volátiles en el material y al ser sometidos a calcinación, estos fueron volatilizados dando paso a los poros que se aprecian en cada una de las micrografías, lo que nos confirma el efecto positivo del H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> como agente químico de activación. Al usar las escalas de cada una de las tomas, se midieron utilizando las escalas de las micrografías, algunos de los

poros observados, encontrando tamaños de poros que se describen en la Tabla 10:

**Tabla 10. Tamaño de poros de las muestras de CA.**

Muestra	Microporo ( $\mu\text{m}$ )	Mesoporo ( $\mu\text{m}$ )	Macroporo ( $\mu\text{m}$ )
CA <sub>1</sub>	1.34, 0.21	12.041, 5.27	73.08
CA <sub>2</sub>	0.645, 1.98	6.248, 15.69	64.1
CA <sub>4</sub>	1.1, 0.74	42.5, 8.07	-
CA <sub>6</sub>	1.06, 0.68	7.64, 2.951	-

Se observan poros pequeños en las paredes interiores y exteriores al material, correspondientes a los mesoporos y microporos. En los acercamientos a 2000x de las Figuras 16, 17, 18 y 19, se observa a simple vista poros con diámetro inferior a los 2  $\mu\text{m}$  y gran cantidad de pequeños poros, lo cual nos asegura que la activación química fue eficiente para la obtención de poros tanto superficialmente como internamente en el material, ya sea en las paredes del carbón activado como en su superficie interna. Esto es buen indicador que beneficia al flujo de fluido y tener mejor contacto con el área superficial del material, lo cual es adecuado para los fines a los que serán evaluados los carbones activados. Esto nos indica que el material es aceptable para su uso como adsorbente pues la cantidad y el tamaño de poro es el esperado.

#### 4.4 Espectroscopía de Energía Dispersada EDS

Se realizaron los análisis elementales de cada una de las muestras de carbón activado, así como de la cáscara de coco. Dicha identificación se realizó al observar los electrones de valencia presentes mediante la energía emitida por los Rayos X. En la Figura 20 y 21, se puede observar que la cáscara de coco utilizada para obtener el carbón activado posee 10 elementos de los cuales, el carbón es el componente que predomina con 58.95% en masa de este elemento, lo que benefició la activación de este material al utilizarlo como precursor de carbono. También posee 38.22% de O<sub>2</sub>, y el resto de elementos con concentraciones menores de 1%, las cuales fueron volatilizadas al impregnar la cáscara de coco con el H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>.

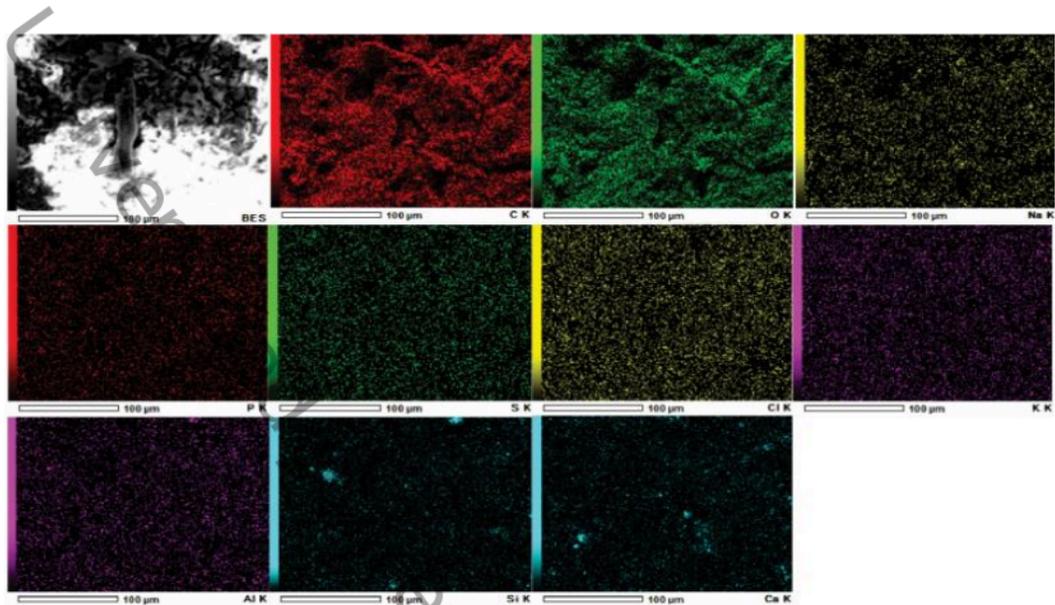


Figura 20. Mapeo decáscara de coco.

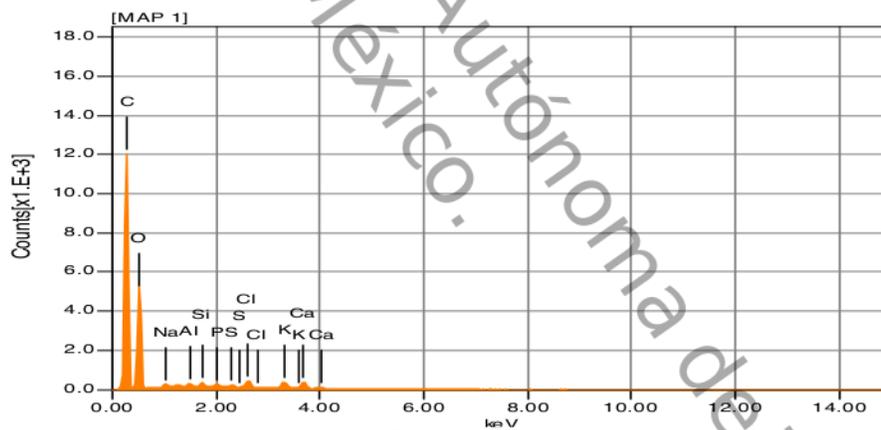


Figura 21 EDS cáscara de coco.

En la tabla 11 se encuentran los porcentajes en masa y mol de cada uno de los elementos presentes en la cáscara de coco.

Tabla 11. % Composición elemental cáscara de coco.

Chemical Formula	ms%	mol%
C	58.95	66.47
O	38.23	32.37
Na	0.33	0.2
Al	0.18	0.09
Si	0.24	0.11
P	0.23	0.1
S	0.15	0.06
Cl	0.52	0.2
K	0.58	0.2
Ca	0.59	0.2
Total	100	100

A continuación se describen los componentes químicos presentes en cada una de las muestras activadas químicamente y donde se aprecian los cambios que sufrió la materia al ser calcinada. Como se pueden observar en todas y cada una de los catalizadores, podemos distinguir claramente la distribución de los elementos dominantes en el soporte, es decir, del carbón activado. Se puede apreciar que existen elementos que no se encuentran en el análisis ya que fueron eliminados al llevarse a cabo la calcinación de activación de la cáscara de coco.

En el análisis EDS de M<sub>1</sub>, M<sub>2</sub> y M<sub>3</sub> encontramos que los elementos presentes son el carbono en su mayor proporción respecto a los demás elementos, que son oxígeno y en proporciones muy pequeñas P, además de Na, elemento presente en el precursor y que no fue totalmente removido (Figura 22 y 23 para M<sub>1</sub>).

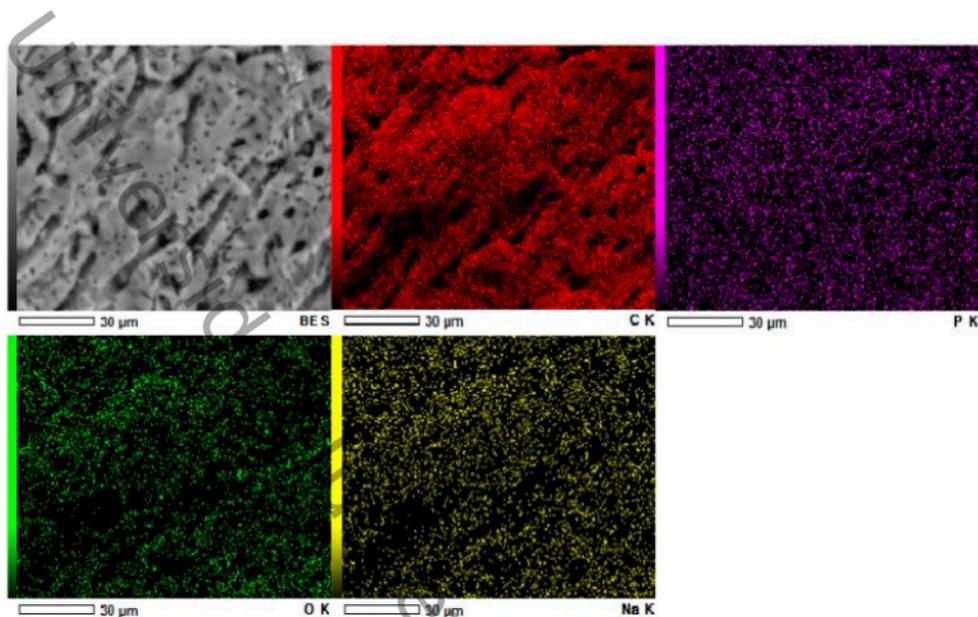


Figura 22. Mapeo muestra M<sub>1</sub>.

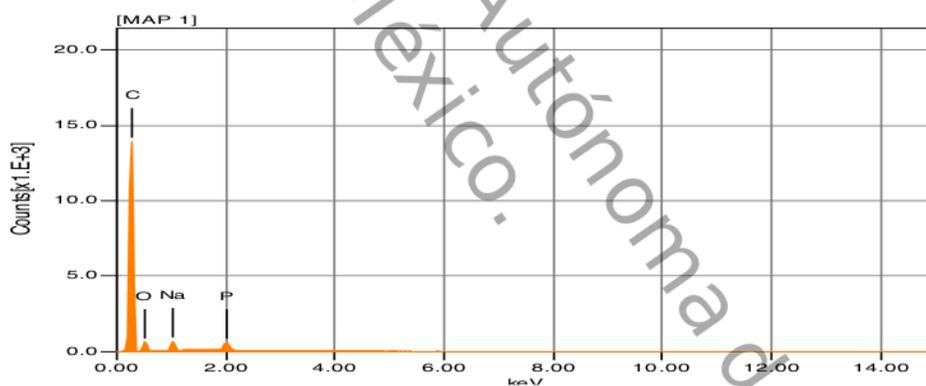


Figura 23 EDS muestra M<sub>1</sub>.

Estos elementos están presentes en los soportes a partir de realizar la activación química con  $H_3PO_4$  y la neutralización con la solución de  $KOH$ . Las muestras M<sub>1</sub>, así como se observa en M<sub>2</sub> y M<sub>3</sub>, poseen pequeñas cantidades másicas de, Na y P, lo cual indica que en la calcinación y lavado de las muestras, no se eliminaron completamente los residuos encontrados.

En la muestra M<sub>2</sub> observamos que solo existe C, O<sub>2</sub> y P, indicando así un mejor lavado y remoción de elementos volátiles en las muestras (Figura 24 y 25). Los soportes de estas 3 muestras fueron impregnadas en un tiempo de 24 horas de reposo.

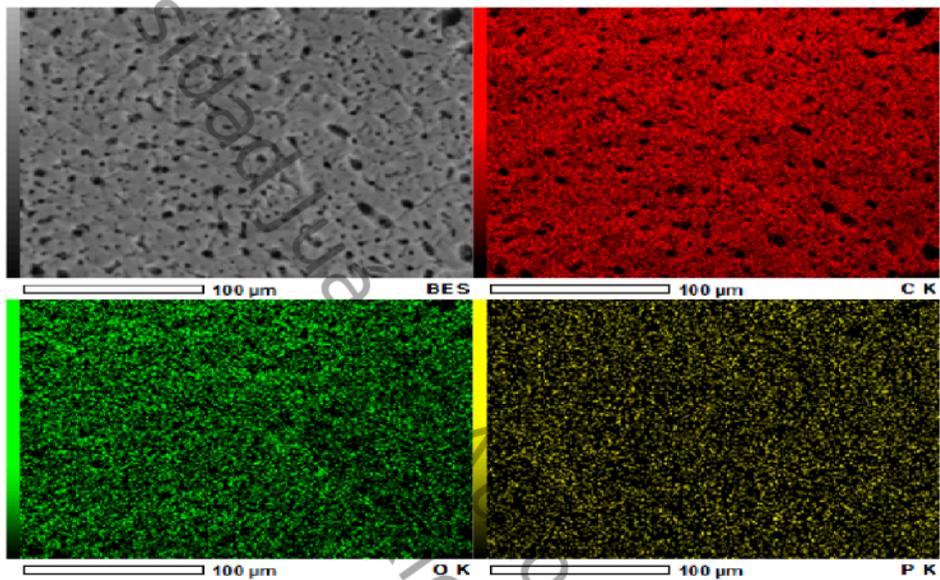


Figura 24. Mapeo muestra M<sub>2</sub>.

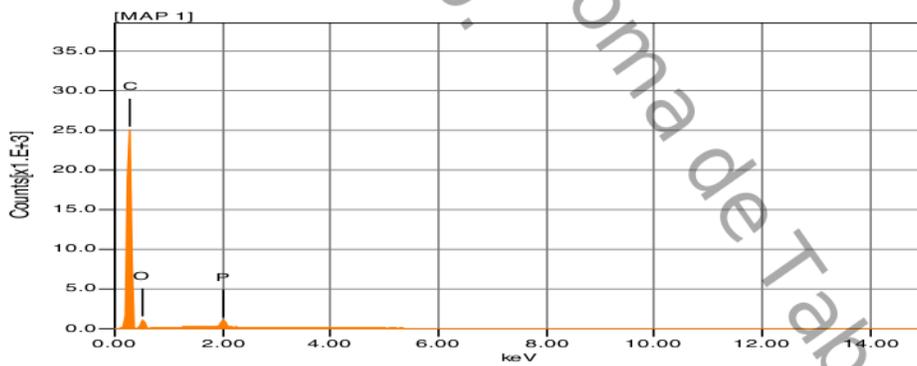


Figura 25 EDS muestra M<sub>2</sub>.

En la muestra M<sub>3</sub>(Figuras 26 y 27), al igual que M<sub>1</sub> y M<sub>2</sub> se puede apreciar la presencia de Na y K, que como ya se mencionó anteriormente, se atribuyen a los residuos que no fueron eliminados en el lavado de las muestras.

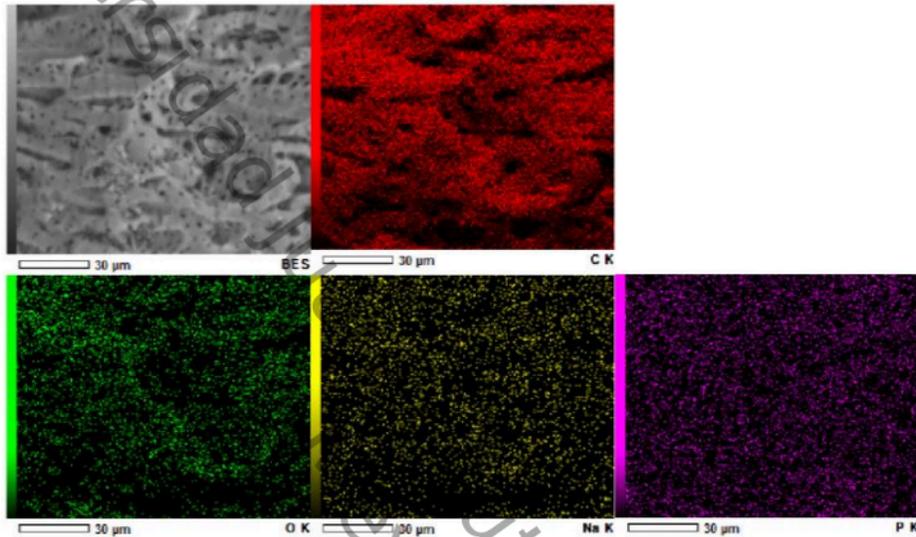


Figura 26 Mapeo muestra M<sub>3</sub>.

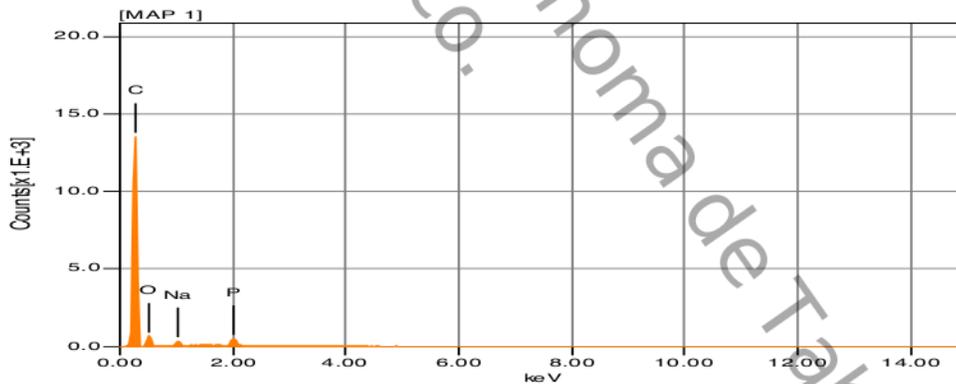


Figura 27 EDS muestra M<sub>3</sub>.

En este tiempo, el agente químico de activación logró asociarse con los elementos volátiles del precursor para ser removidos en la calcinación. La Tabla 12 muestra los elementos presentes en cada una de ellas, así como las cantidades en porcentaje de masa y mol.

Tabla 12. % de masa y mol de los elementos presentes en las muestras de Pt/C.

Muestra	C		O <sub>2</sub>		Na		P		TOTAL
	ms%	%mol	ms%	%mol	ms%	%mol	ms%	%mol	
M1	86.14	89.95	11.15	8.74	1.51	0.82	1.20	0.49	100
M2	82.90	86.70	16.75	13.15	-	-	0.35	0.14	100
M3	85.19	88.96	12.98	10.18	0.83	0.45	1	0.41	100

Apreciamos en la Tabla 12 que la presencia de carbono en los soportes es mayoritaria respecto a los demás elementos presentes, ya que el precursor utilizado en esta investigación provee grandes cantidades de carbono, lo que representa un porcentaje por encima del 80% de masa del total de cada muestra, así como la presencia de oxígeno, que corresponde a óxidos que reaccionan al ser calcinada la muestra, así como al ser impregnada las muestras con el agente de activación química. Podemos notar que el poco porcentaje de elementos como Na y P se debe a que es el residuo de la solución de lavado utilizada así como los rastros de la ceniza que no fue completamente lavada en la muestra.

De la misma manera en que se analizaron las muestras activadas a 24 horas de reposo, las muestras M<sub>4</sub>, M<sub>5</sub> y M<sub>6</sub> activadas a 48 horas de reposo con H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, observamos que en cada una de ellas se encontraron porcentajes de masa y mol de C, O<sub>2</sub> y P. El hecho de que en estas muestras no se haya encontrado trazas mínimas de Na se atribuye a que debido el tiempo de reposo en que el H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> estuvo en contacto con la cascara de coco fue mayor que las primeras 3 muestras, por lo que al disociarse el H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> en este tiempo, se formaron más componentes volátiles, fáciles de eliminar en la calcinación y lavado.

Podemos ver que la distribución de elementos en la superficie analizada de la muestra M<sub>4</sub> es homogéneamente dispersa (Figuras 28 y 29) y que los elementos de carbono esta en toda la lectura, debido a que representa la mayor parte de la muestra.

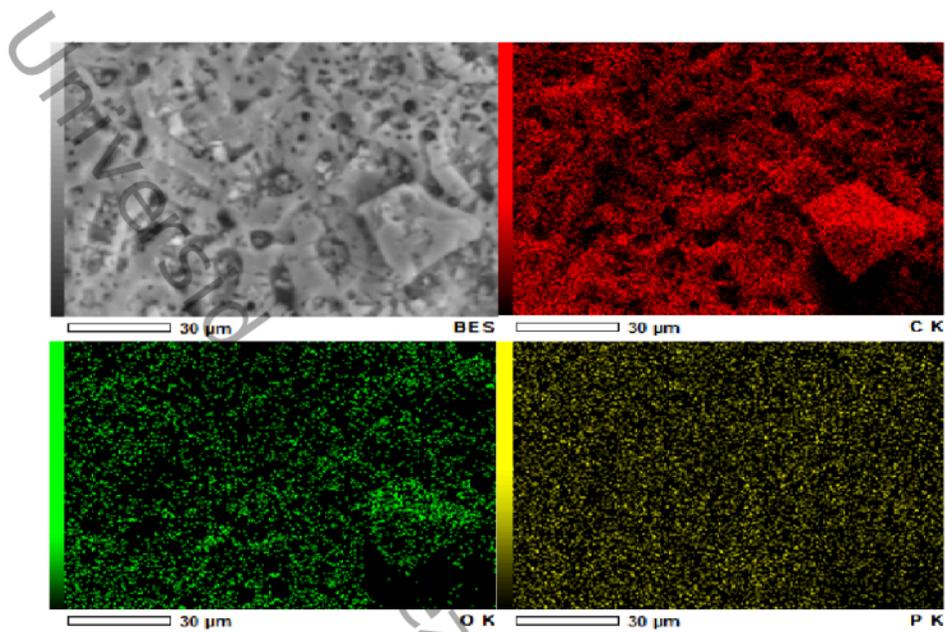


Figura 28EDS muestra M4.

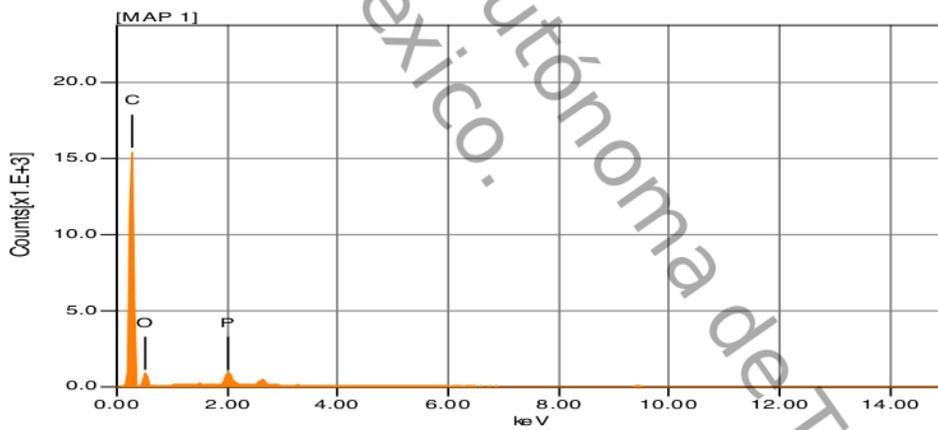


Figura 29EDS muestra M4.

Las cantidades de O<sub>2</sub> y P en estas muestras son similares (Figuras30 y 31 para M<sub>5</sub> y 32 y 33 para M<sub>6</sub>). Como ya se comentó, la distribución elemental en toda la superficie analizada es homogénea encontrando la mayor cantidad de carbono en el análisis. Esto beneficia al propio catalizador, pues el soporte mayormente compuesto de carbono, lo hace una superficie sólida y resistente a las temperaturas de operación y reacción.

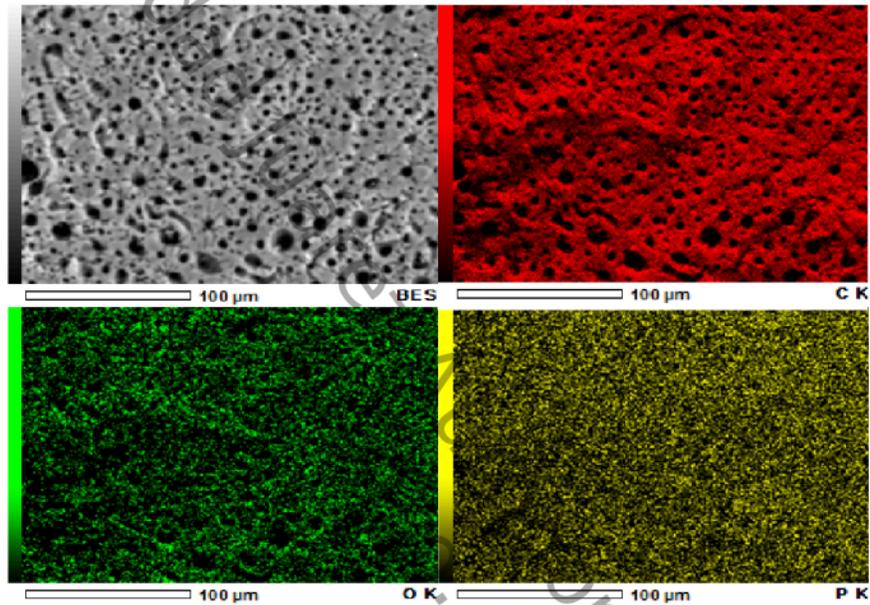


Figura 30 EDS muestra M5

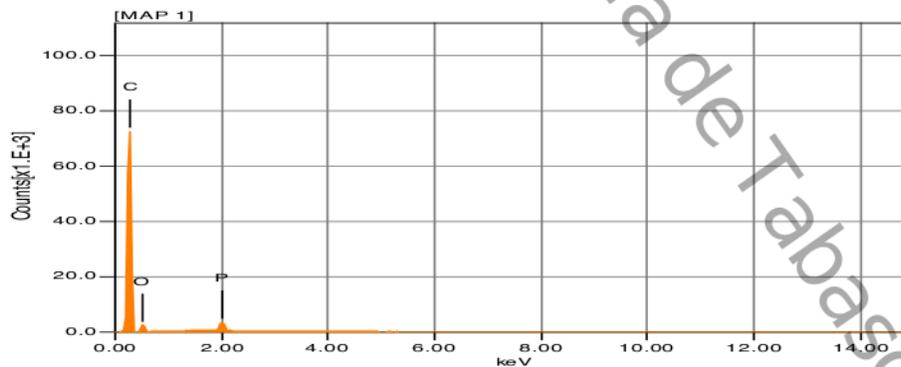


Figura 31 EDS muestra M5.

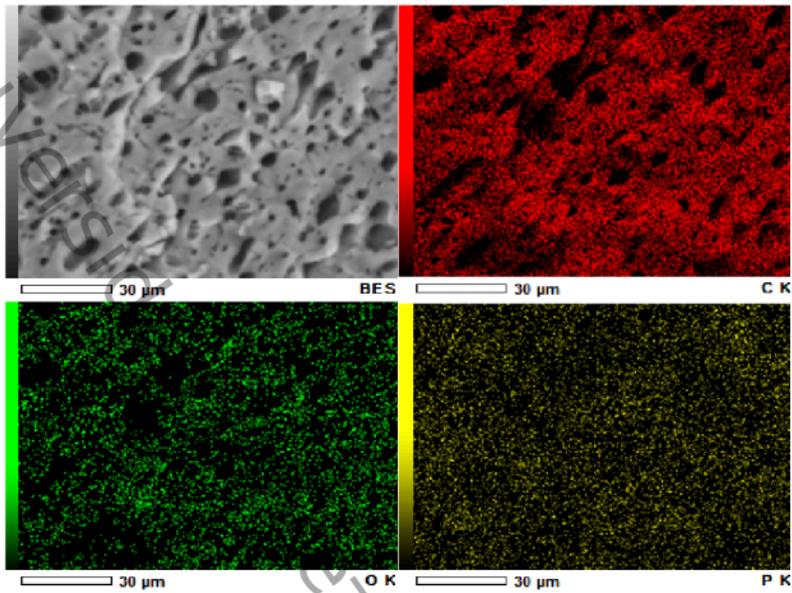


Figura 32 Mapeo muestra M<sub>6</sub>

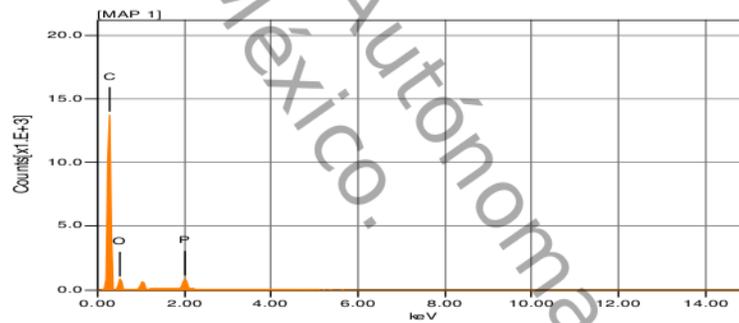


Figura 33EDS muestra M<sub>5</sub>.

A continuación en la Tabla 13 se presentan las cantidades en porcentaje de masa y mol de los elementos presente en estas 3 muestras. De igual modo, las cantidades dominantes de elementos presentes es en primer instancia, la del carbono, con porcentajes mayores al 80%, correspondientes a materiales elaborados con precursores de carbono como lo es la cascara de coco.

Tabla 13. % de masa y mol de los elementos presentes en las muestras de Pt/C.

Muestra	C		O <sub>2</sub>		Na		P		TOTAL
	ms%	%mol	ms%	%mol	ms%	%mol	ms%	%mol	
M <sub>4</sub>	84.58	88.39	14.13	11.09	-	-	1.29	0.52	100
M <sub>5</sub>	88.71	91.76	9.90	7.69	-	-	1.39	0.56	100
M <sub>6</sub>	83.89	87.95	14.44	11.37	-	-	1.67	0.68	100

Determinamos que las 6 muestras contienen las proporciones elementales necesarias para los fines de esta investigación, por lo que los soportes realizados benefician al agente activo del catalizador, es decir, al Pt. Respecto al Pt, no se encuentra en ninguno de los análisis realizados a cada uno de los catalizadores, lo que indica que la presencia de este material no es a nivel superficial, sino interna, además de que las cantidades impregnadas fueron del 1% respecto al 100% del soporte. Para corroborar la presencia de platino en el material, se seleccionó la muestra M<sub>4</sub>, la cual se analizó mediante la técnica HRTEM y corroborar la presencia de platino.

#### 4.5 Microscopia Electrónica de Transmisión de Alta Resolución HRTEM

Con esta técnica de caracterización determinamos la presencia de Pt en los catalizadores, así como el tamaño de partícula y la distribución del metal sobre el soporte. En la Figura 34 podemos observar nanopartículas de Pt, dispersas en el soporte de carbón activado. Se aprecia que el tamaño de partícula de Pt es similar en todas las partículas, cuyas formas esféricas o elípticas se encuentran dispersas homogéneamente al fondo del soporte. De esta manera estamos comprobando la existencia de Pt en los catalizadores. Con esto aseguramos el argumento descrito en el análisis XDR, SEM y EDS, donde la ausencia de partículas de Pt mediante estas técnicas, se atribuye a las bajas concentraciones de Pt utilizado al sintetizar los catalizadores, además de que las partículas de Pt son nanométricas y están dispersas al interior del soporte de carbón activado.

Universidad Juárez  
México Autónoma de Tabasco.

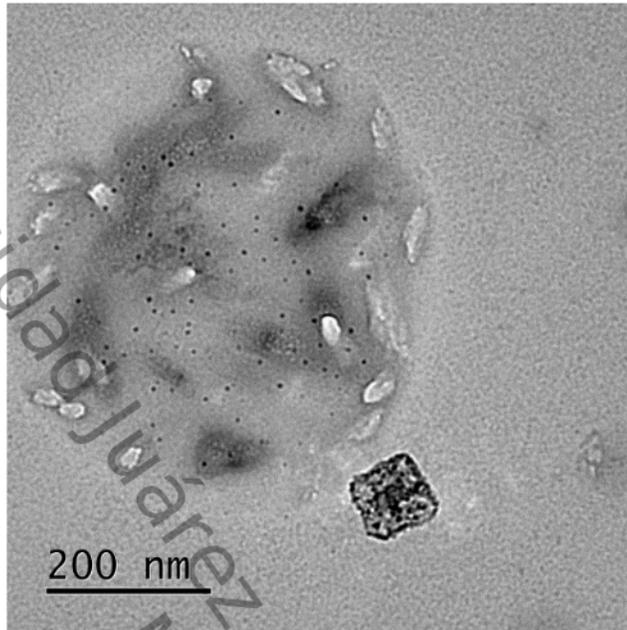


Figura 34. Difracción HRTEM Pt/C, muestra M4.

Se observaron los diámetros de partícula del Pt, las cuales están dentro del rango de 0.2 a 0.25 nm. En la Figura 35, el patrón de difracción con transformada rápida de Fourier, se ven partículas de Pt con diámetro de 0.196 (2 0 0) y 0.226 (1 1 1) nm, las cuales, están rodeadas de partículas de carbón activado. Claramente podemos decir que el Pt está soportado sobre el carbón activado y que las nano partículas de Pt están alojadas en el rango microporoso del soporte. Esto lo deducimos debido a los tamaños de partículas encontrados en este material mediante este análisis.

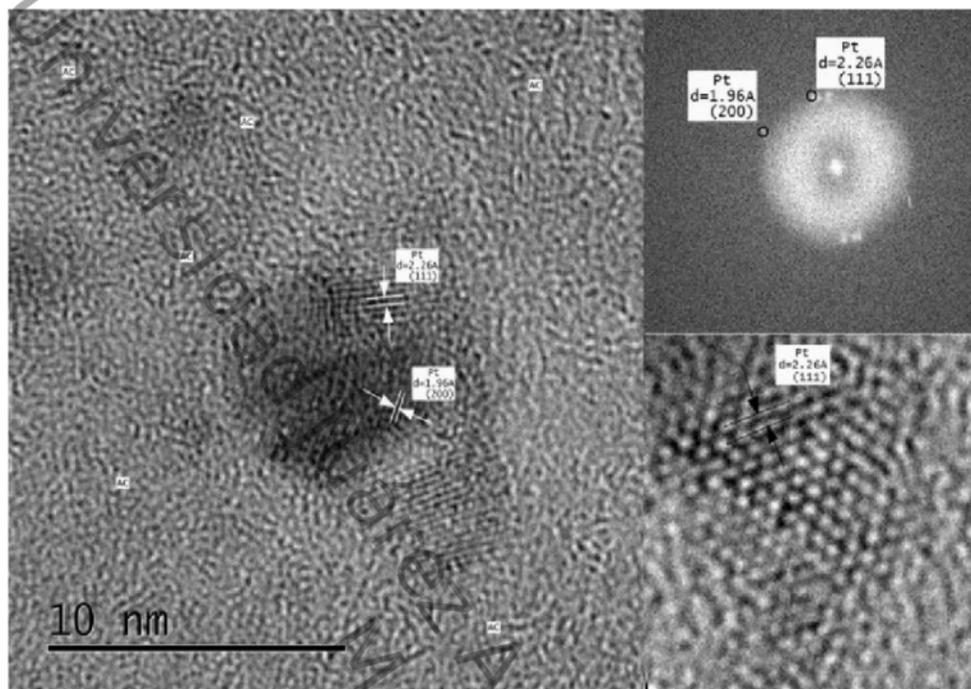


Figura 35. Diámetro de Pt y distribución de partícula M4.

Los arreglos moleculares del carbón están sobrepuestos a las partículas de Pt, lo que indica que el Pt se encuentra en las cavidades internas de los microporos del carbón activado. En la micrografía HRTEM se observa que el diámetro de partícula del Pt varía según el espaciamiento de red. Cabe destacar que la interacción de las partículas de Pt con el soporte de carbón activado favorecen al estudio de este catalizador, ya que la fase activa del soporte, induce el libre flujo del fluido a través de sus cavernas internas hasta llegar a su fase selectiva, es decir, el Pt, el cual debido a sus propiedades, reacciona y oxida las moléculas de CO, dando como resultado la conversión de CO<sub>2</sub>. Con esta técnica pudimos confirmar la existencia de Pt en los catalizadores. Los análisis realizados con las otras diferente técnicas de caracterización no arrojaron resultados con la presencia de Pt, esto debido a dos factores, uno, que las cantidades de Pt depositadas en los soportes es muy pequeña, y que los tamaños de diámetros nanométricos y forma esférica o elíptica de las partículas

de Pt están depositadas internamente en el soporte. La segunda razón, es que el rango visible de los equipos utilizados para analizar las muestras es limitado y no permitió ver más allá de los rangos de medición establecidos por sus respectivas metodologías de análisis. Lo anterior debido a que las partículas manométricas, como se observa en el patrón de difracción de electrones (Figura 29) se encuentran ocupando sitios activos en el área microporosa del carbono, es decir, en la superficie interna del soporte. Esto se confirma al evaluar la actividad catalítica de los catalizadores respecto a la de los soportes de carbón activado.

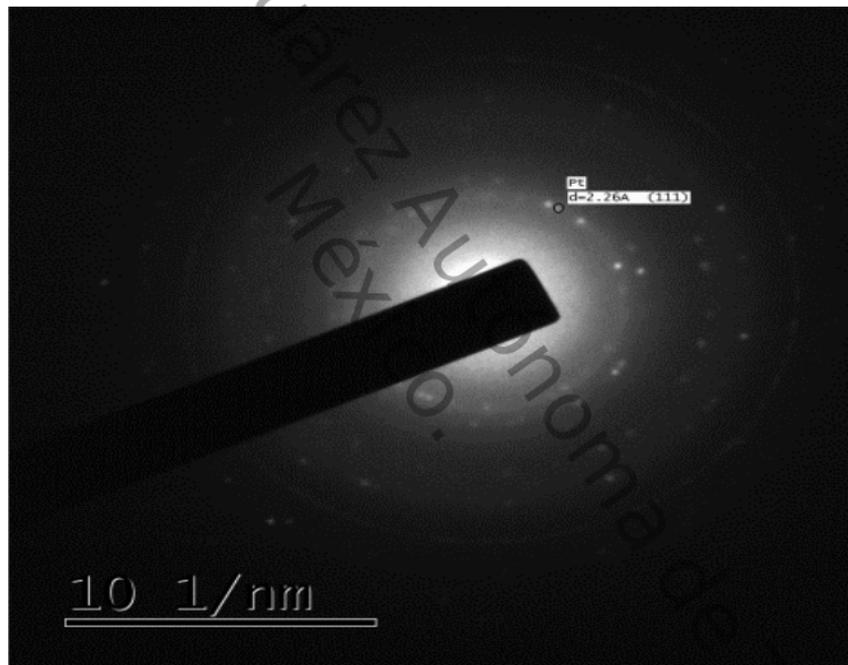


Figura 36. Patrón de difracción de electrones.

#### 4.6 Análisis de BrhaumerEmmer y Teller (BET)

Las características del área superficial del material, los poros así como el volumen total de poros dentro del mismo y a que clasificación según la

IUPAC[22] pertenecen, se discuten en esta sección. El análisis se realizó primero, a los soportes (carbón activado) para obtener el área superficial del material, el volumen total de poros, con este dato se relaciona la concentración de Pt que se va a impregnar y tener un mejor control del metal sobre el soporte. Fue importante conocer la relación que existe entre el volumen de poros en el material respecto a la cantidad de metal que se va a impregnar, esto permite determinar cuánto metal es posible impregnar en el carbón activado sin saturarlo o de lo contrario, no impregnar suficiente Pt respecto al volumen del carbón. Se caracterizaron los soportes en los cuales, varió mucho el área superficial y tamaño de poro según la preparación de los mismos. Los carbones con áreas dentro del rango establecido por investigaciones anteriores datan de los 500, 930 y 1200 m<sup>2</sup>/g [13, 45, 46].

El análisis BET permite determinar las propiedades texturales, de los carbones activados CA<sub>3</sub> y CA<sub>6</sub>, que fueron preparadas a diferentes tiempos de impregnación del agente químico activo (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>). Se seleccionaron estas dos muestras de carbón activado para realizar este análisis y compararlos con los que se realizaron a los catalizadores de Pt/C. El área específica (S<sub>BET</sub>) de los carbones activados se evaluó a partir de la Isoterma de adsorción-desorción de N<sub>2</sub>, utilizando el método de Langmuir. Además se evaluó la distribución del tamaño, el volumen y diámetro de poro con el método (BET). Estos resultados se muestran en la Tabla 14:

**Tabla 14. Análisis de las propiedades Texturales del Carbón activado (BET).**

Muestra	S <sub>BET</sub> (m <sup>2</sup> /g)	D <sub>p</sub> (Å)	V <sub>T</sub> (cm <sup>3</sup> /g)	V <sub>Micro</sub> (cm <sup>3</sup> /g)
CA <sub>3</sub>	389.7	6.388	0.2357	0.07202
CA <sub>6</sub>	585.1	6.39	0.3269	0.1193

La adsorción física de N<sub>2</sub> a 77 K para cada una de las muestras de carbón activado, se representa en la Figura 37, que corresponden a las muestras de a) CA<sub>3</sub> y b) CA<sub>6</sub> respectivamente, donde se pueden apreciar las Isotermas de

adsorción, las cuales corresponden a las Isotermas de Langmuir, Isotermas Tipo I (Figura 2), denominado isoterma de Langmuir, definida para materiales en donde la adsorción ocurre en una sola capa (monocapa). La cantidad adsorbida aumenta con P hasta alcanzar un valor límite correspondiente al recubrimiento de la superficie por una monocapa. Es la isoterma característica de un proceso únicamente de quimisorción. Este tipo de isotermas corresponden a aquellos materiales cuya adsorción se lleva cabo a presiones muy bajas, relativamente cercanas al 0.1. Esto indica que la adsorción se lleva a cabo en la primera capa, también llamada monocapa, lo que atribuye que este tipo de isotermas corresponden a materiales que son capaces de adsorber una sola molécula del gas analizado por cada poro, en este caso el  $N_2$ [46],

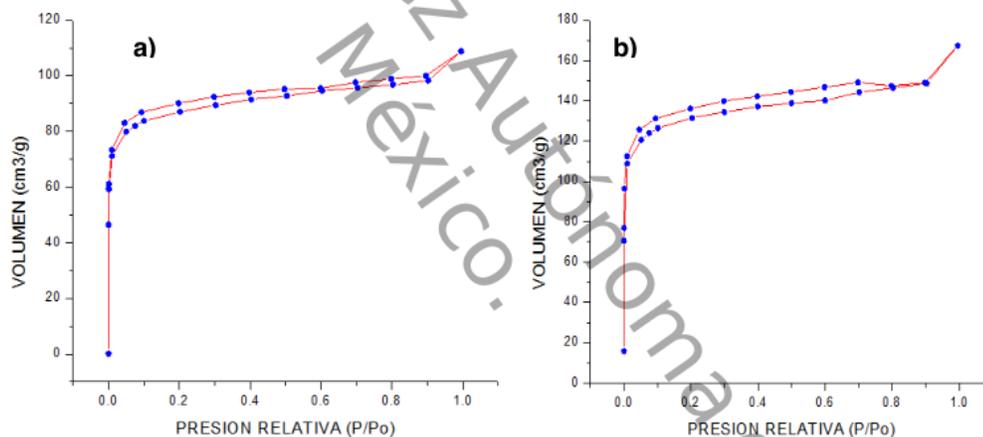


Figura 37. Isoterma tipo I a) muestra CA<sub>3</sub>, b) muestra CA<sub>6</sub>.

A continuación, se describen las propiedades encontradas en los análisis de las dos muestras: El área superficial ( $S_{BET}$ ) de CA<sub>3</sub> fue de 389.7 m<sup>2</sup>/g, a diferencia del área superficial de CA<sub>6</sub>, que fue de 585.1 m<sup>2</sup>/g, lo que indica un aumento de casi el doble del área superficial del CA<sub>6</sub>. Esto se infiere al tiempo de impregnación del H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> en el precursor, pues en el CA<sub>3</sub> se dejó un tiempo de reposo de 24h y en el CA<sub>6</sub>, el tiempo de reposo fue de 48h, lo que indica que el

área aumenta con el tiempo de reposo del agente químico de activación. El volumen total de poros es en el rango de 0.2357 y 0.3269 (cm<sup>3</sup>/g) para CA<sub>3</sub> y CA<sub>6</sub> respectivamente, esta variación, fue influenciada por el tiempo de calcinación de las muestras para su activación fue de 1 hora, a temperatura de 700°C. Esto influye ya que entre mayor es el tiempo de contacto del H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> con la cáscara de coco, mayor es la impregnación del agente químico activo con los componentes volátiles que posee la propia cáscara de coco. En otras palabras, se deduce que entre mayor es la impregnación, mayor es la cantidad de materia volatilizada en las muestras, dando espacio a los poros dentro del material.

#### 4.6.1 Distribución de volumen de poros de CA

La Figura 38, nos ayuda a identificar que los carbones activados obtenidos con esta metodología son microporosos, debido a que según la lectura del grafito, la adsorción de N<sub>2</sub> en los materiales fue mayor en poros cuyos diámetros son menores a los 20 Å (2 nm), donde, según la nomenclatura de la IUPAC, pertenecen a los microporos. Los datos obtenidos para cada material con el método de desorción BET fueron de 0.07202 y 0.1193 cm<sup>3</sup>/g para CA<sub>3</sub> y CA<sub>6</sub> respectivamente, indicando que los materiales, aunque su estructura es desordenada, posee gran cantidad de microporos internos que favorecen a la adsorción del monóxido de carbono.

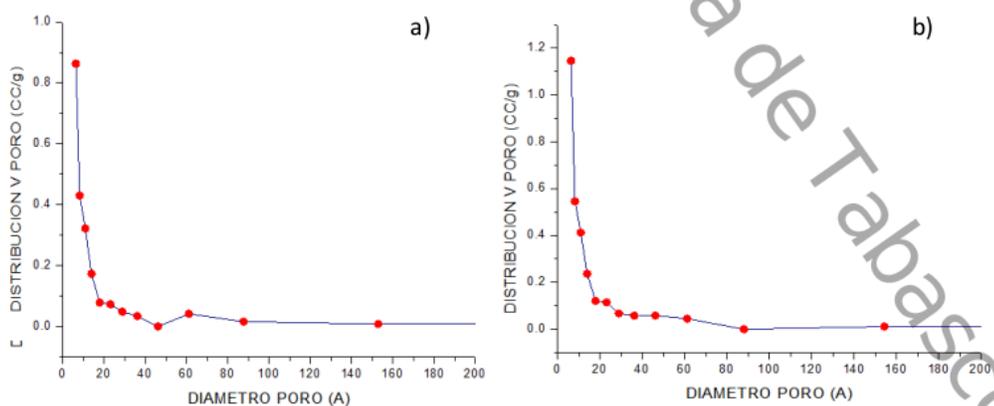


Figura 38. Distribuciones de poros a) CA<sub>3</sub>, b) CA<sub>6</sub>.

Con este método de caracterización se determinaron las isothermas de adsorción de  $N_2$  para los soportes  $CA_3$  y  $CA_6$ , cuyas isothermas son del TIPO I. Los carbonos activados determinados como  $CA_3$  y  $CA_6$ , fueron los que mayor área superficial poseen.

#### 4.6.2 Área superficial de catalizadores de Pt/C.

El área específica ( $S_{BET}$ ) de los catalizadores de Pt/C se evaluó a partir de la Isotherma de adsorción-desorción de  $N_2$ , utilizando el método de Langmuir. El método Langmuir aplicado a cada catalizador, determinó que la tendencia de isothermas es Tipo I (Figura 39), es decir, la adsorción se lleva a cabo a presiones cercanas a cero, muy bajas.

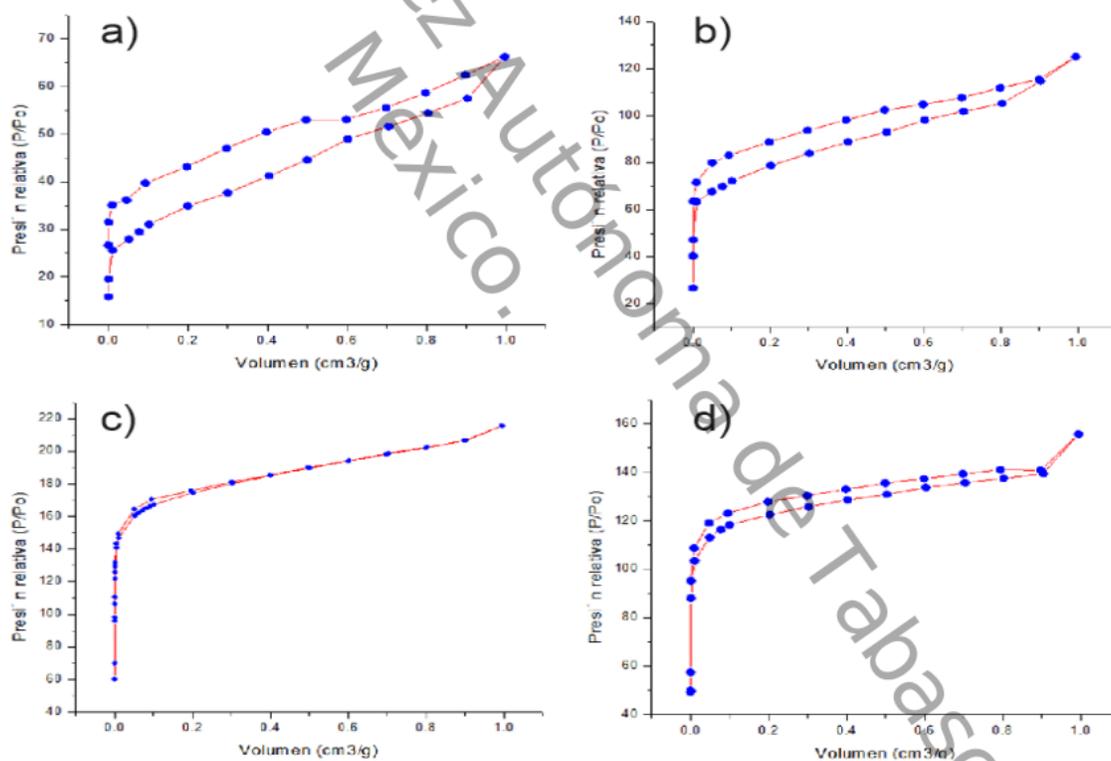


Figura 39. Isothermas de adsorción-desorción Tipo I, a)  $M_1$ , b)  $M_3$ , c)  $M_4$  y d)  $M_6$ .

De igual manera, evaluó la distribución del tamaño, el volumen y diámetro de poro con el método (BET) tal y como se hizo con los soportes de carbón activado. Estos resultados se muestran en la Tabla 15:

**Tabla 15. Análisis de las propiedades Texturales del Carbón activado (BET).**

Muestra	$S_{BET}$ (m <sup>2</sup> /g)	$D_p$ (Å)	$V_T$ (cm <sup>3</sup> /g)	$V_{Micro}$ (cm <sup>3</sup> /g)
M <sub>1</sub>	163.200	6.391	0.108	0.041
M <sub>3</sub>	363.300	8.135	0.155	0.098
M <sub>4</sub>	777.600	5.578	0.416	0.159
M <sub>6</sub>	547.000	8.170	0.186	0.147

Los catalizadores M<sub>3</sub> y M<sub>6</sub> tienen propiedades similares a pesar de tener diferentes tamaños de área específica (363.3 m<sup>2</sup>/g para M<sub>3</sub> y 547 m<sup>2</sup>/g para M<sub>6</sub>). Los valores de diámetro de poro de ambos está entre 8.135 y 8.17 Å, volumen total de poros de 0.1553 y 0.1862 cm<sup>3</sup>/g respectivamente y el volumen de microporos para estos dos catalizadores son de 0.09857 cm<sup>3</sup>/g y 0.1477 cm<sup>3</sup>/g. El catalizador M<sub>1</sub> tiene un área superficial por debajo de lo normal para materiales carbonosos y M<sub>4</sub>, posee mayor área que las otras muestras, las propiedades internas de los poros son menores a los demás catalizadores, lo que atribuye que es la muestra con mayor cantidad de microporos y que favorece la reacción, ya que en cada uno de los micro poros, se alojan moléculas de Pt. Comparando los resultados obtenidos entre los soportes CA<sub>3</sub> y CA<sub>6</sub> respecto a los catalizadores M<sub>3</sub> y M<sub>6</sub>, podemos ver como existe una disminución en las áreas de cada uno, respectivamente. Esto se atribuye a la presencia de Pt en los sitios activos del material, ya que las moléculas de Pt ocupan un sitio activo, disminuyendo así el área superficial de la materia. Por lo tanto, el diámetro de poros también disminuye pues el Pt reduce esta propiedad al estar físicamente impregnado al material, lo que conlleva a que también exista una disminución en el volumen total de poros y de microporos. Esto soporta el argumento descrito en la Figura 28, en el análisis de HRTEM al

encontrar el tamaño del diámetro de la partícula de Pt en el material. Cabe mencionar que los compuestos oxigenados menos estables, presentes en la estructura del material, son calcinados en el tratamiento térmico, lo que permite el libre acomodo de las moléculas de Pt en los sitios activos del soporte pero manteniendo una cercanía molecular del Pt, es decir, que las moléculas de Pt están depositadas en sitios activos, aglomerados, actuando como si fueran una sola molécula de Pt de mayor diámetro.

#### **4.6.3 Distribución de volumen de poros de Pt/C**

La distribución de volumen de poro según su diámetro se aprecia en la Figura 40, el cual muestra que los cuatro catalizadores tienen el mayor volumen de diámetro de poro en el rango de 20 Å (2 nm), lo que nos indica que los soportes ya impregnados de Pt, son altamente micro porosos en su estructura interna. En esta región micro porosa de las muestras se encuentran las partículas de Pt depositadas sobre los sitios activos nanométricos, esto con base a el análisis de las muestras en HRTEM, donde el tamaño de partícula del Pt está por debajo de los 20 Å. En comparación con los resultados observados en los soportes, vemos que los catalizadores Pt/C tienen una disminución de volumen de poros y diámetros de los mismos, donde se aprecia el mayor cambio en el rango menor a los 20 Å, debido a que el Pt ocupa sitios activos en este rango, disminuyendo el diámetro de microporos y por lo tanto, disminuye el volumen de estos en todo el soporte de carbón activado, respecto al soporte sin Pt.

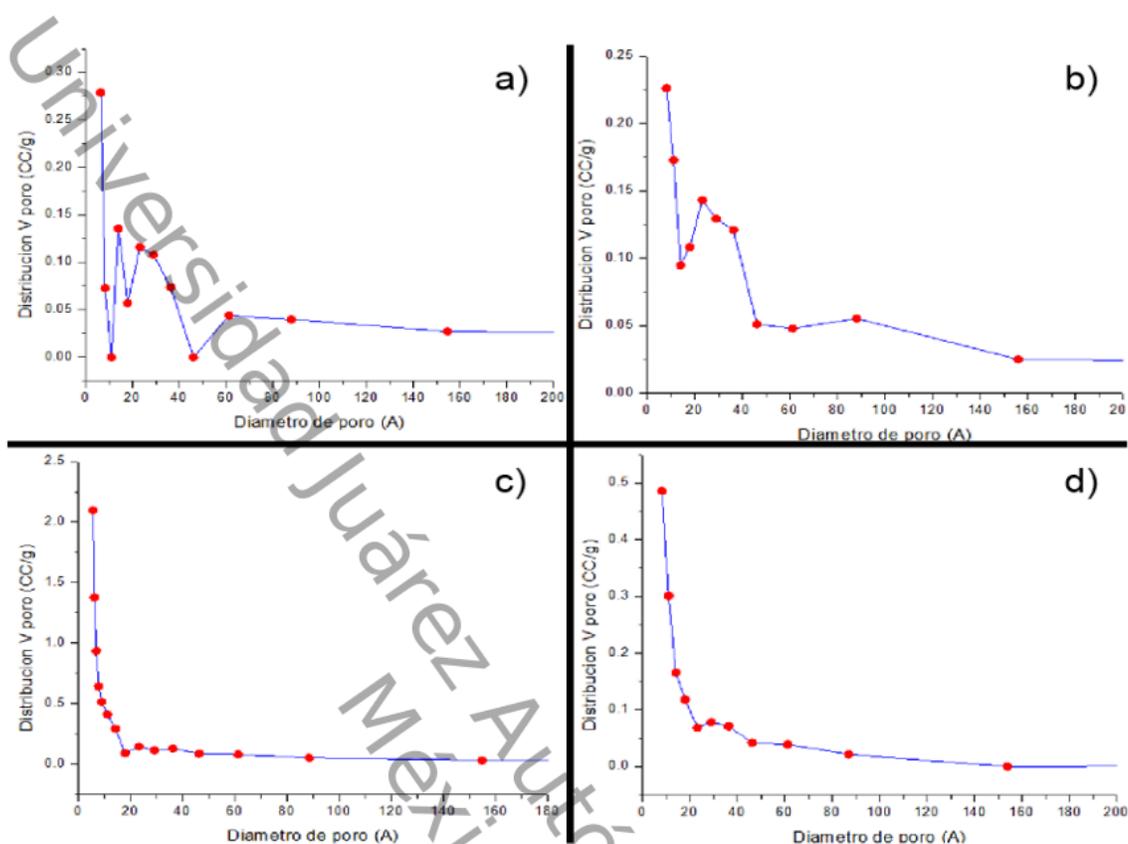


Figura 40. Distribución de volumen de poro de a) M<sub>1</sub>, b) M<sub>3</sub>, c) M<sub>4</sub>, d) M<sub>6</sub>.

#### 4.7 Infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)

La técnica IR, nos permitió conocer los grupos funcionales presentes en los catalizadores de Pt/C. La función de estos grupos es la de aportar propiedades que ayudan al soporte en sus capacidades de adsorción. Esta técnica está relacionada a detectar espectros infrarrojos originados a partir de transiciones de los niveles vibracionales de las moléculas presentes en la muestra en un estado electrónicamente básico. Estos se pueden observar como espectros de absorción en la región del infrarrojo. Para poder identificar los grupos funcionales en las muestras, se utilizaron tablas de espectros de absorción (Anexo A), las cuales, nos dieron los siguientes grupos funcionales correspondientes a CA<sub>1</sub>, CA<sub>2</sub>, CA<sub>3</sub> y cáscara de coco (Figura 41).

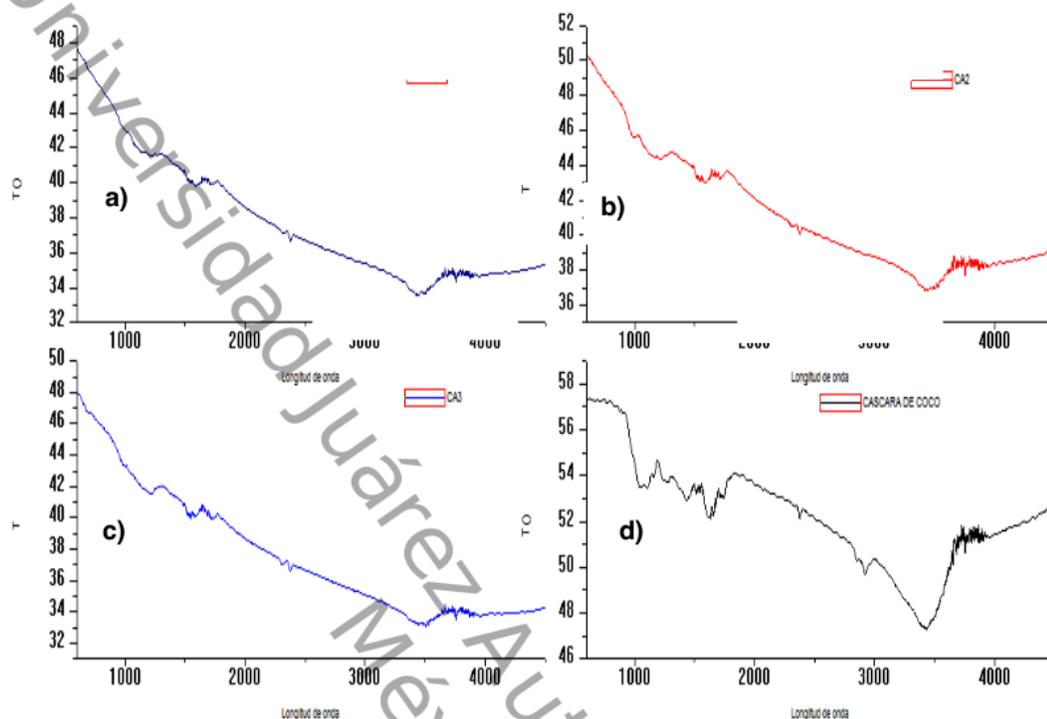


Figura 41. FTIR de las muestras a) CA<sub>1</sub>, b) CA<sub>2</sub>, c) CA<sub>3</sub> y d) cáscara de coco.

El rango en el que se evaluaron los picos fue de  $4000.500\text{ cm}^{-1}$  lo cual corresponde a las frecuencias de infrarrojo medio. Valores del número de onda a  $500^\circ\text{C}$  fueron de (3500-3000) 3400 alcoholes, enlaces H, (2500-2000) 2400 Ácidos Carboxílicos O-H, 1550, 1600, 1700, (N-H aminas y amidas primarias y secundarias, flexión, alquenos y aromáticos C=C, ácido carboxílico C=C), 1200 alcoholes, éteres, esterés ácidos carboxílicos, anhídridos C-C (f). Las bandas obtenidas en  $1000\text{ cm}^{-1}$  corresponden a enlaces tipo P=O, correspondientes a la presencia de fósforo, atribuidos al agente químico de activación, así como de enlaces S=O correspondientes a alguna impureza en el material. Las bandas relacionadas debajo del 600 de número de onda corresponden a enlaces C-X, enlaces de halogenuros que están presentes en el material. Como podemos observar, los grupos funcionales que contiene cada muestra, son similares, y favorecen al contacto del carbón activado con otros elementos con los que va a

interactuar al llevar a cabo su aplicación, en este caso, como soporte catalítico [47]. Los grupos funcionales pueden ser identificados por tres clases, ácidos, básicos o neutros. En nuestro caso, la superficie ácida de nuestro material, asociada así debido a que la activación se llevó a cabo en medio ácido, puede asociarse con los grupos carboxílicos, anhídrido, lactano, hidroxilo, fenólico, así como grupos de alcoholes y enlaces carbón-hidrógeno [40]. En la Tabla 16 están los grupos funcionales presentes en las muestras de carbón activado.

**Tabla 16. Grupos funcionales en las muestras a) CA<sub>1</sub>, b) CA<sub>2</sub>, c) CA<sub>3</sub>.**

a)	CA <sub>1</sub>											
PICOS	3400	2400	1550	1600	1700	1250	1200	1000				
ENLACES	H	O-H	N-H	C=C	C=C	C-C	S=O	P=O				
b)	CA <sub>2</sub>											
PICOS	3500	2400	1550	1700	1650	970	1250	1200	1000			
ENLACES	H	O-H	N-H	C=C	C=C	C-H	C-C	S=O	P=O			
c)	CA <sub>3</sub>											
PICOS	3500	3400	2400	2300	1550	1700	1650	1600	1250	1200	1000	
ENLACES	H	H, O-H	O-H	P=O	N-H	C=C	C=C	C=C	C-C	S=O	P=O	

La presencia de grupos funcionales con oxígeno e hidrógeno es importante pues su presencia afecta la capacidad de adsorción del carbón activado, donde estos grupos funcionales localizados en los sitios con moléculas polarizadas al ser adsorbidas. El oxígeno contenido debe ser entre el 1% y 20%, lo que nuestro análisis elemental [40] y la presencia de las vibraciones del FTIR de cada muestra nos aseguran que el contenido de oxígeno en las muestras es el adecuado para beneficio de las propiedades adsorptivas de nuestro material.

#### 4.8 % Eficiencia de los catalizadores de Pt/C

La finalidad de esta investigación es la de evaluar los catalizadores preparados con Pt, fase selectiva del material, y carbón activado fabricado a partir de cáscara de coco, para conocer la actividad catalítica del material en la oxidación. Los catalizadores se sometieron a temperaturas de entre 20° C a 400°C con flujo de CO en un reactor tubular, conectado a un cromatógrafo de gases, con el cual se determinó el % de oxidación de CO respecto a la

temperatura. En la Figura 42, se muestra un comparativo entre la actividad catalítica de las muestras de Pt/C M<sub>1</sub>, M<sub>3</sub>, M<sub>4</sub> y M<sub>6</sub>, y de los soportes de carbón activado CA<sub>3</sub> y CA<sub>6</sub>.

Como se observa (Figura 42), los carbones activados CA<sub>3</sub> y CA<sub>6</sub> comienzan su actividad de oxidación del CO a temperaturas de entre 130° C a 140° C, pero dicha conversión es por debajo del 10% respecto a la mezcla de O<sub>2</sub> y CO. El incremento de conversión de estas dos muestras llega a un punto máximo de casi 20% de conversión, a temperaturas de 270° C y 280° C y el decaimiento de conversión, indica que estos soportes son activos, ya que al interactuar los grupos funcionales, se asocia el CO con los grupos carboxílicos, anhídrido, lactano, hidroxilo fenólico, así como grupos de alcoholes y enlaces carbón-hidrógeno (Tabla 16) favoreciendo la oxidación, pero no liberando las moléculas de CO<sub>2</sub> formadas, evitando que las muestras continúen con su ciclo de oxidación.

De igual manera, las muestras M<sub>1</sub>, M<sub>3</sub>, M<sub>4</sub> y M<sub>6</sub> tienen la misma tendencia de comenzar la oxidación de CO a las mismas temperaturas de los soportes, pero el grado de conversión en estos cuatro catalizadores son diferentes.

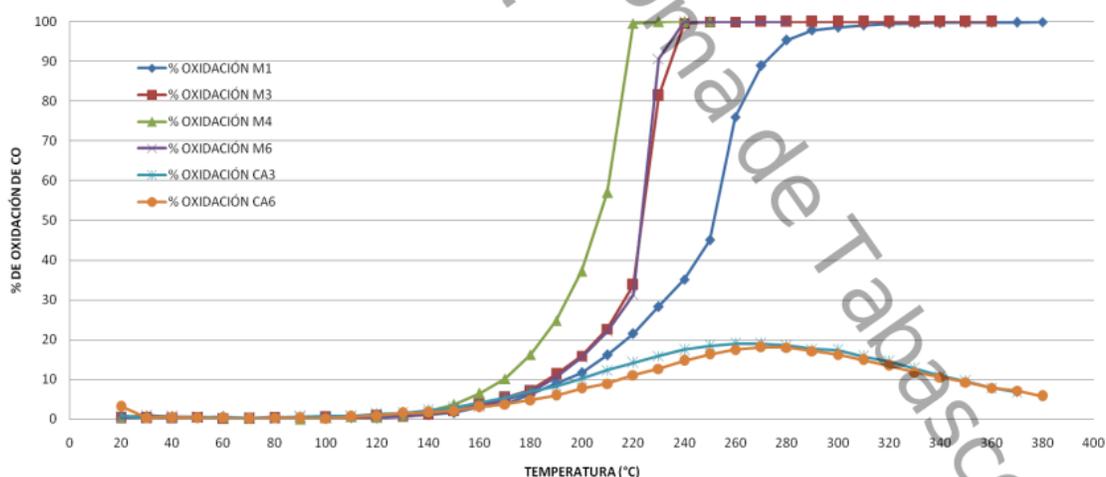


Figura 42. Oxidación del CO respecto a la temperatura.

- La muestra M<sub>4</sub> es la que tiene mejor actividad de conversión respecto a las demás muestras (Figura 42), arriba de 140°C, comienza el proceso de oxidación del CO de manera gradual, teniendo un porcentaje de oxidación de casi 60% a los 212 °C y a los 219°C alcanza el máximo rendimiento de la oxidación de CO en un 99.989 %.
- La muestra M<sub>6</sub> fue la que tuvo mejor actividad de oxidación, después de M<sub>4</sub>, logra avanzar en un 90% la oxidación del CO, a la temperatura de 220°C, la mayor conversión fue del 99.98% a 240°C.
- La muestra M<sub>3</sub> muestra un comportamiento parecido a la M<sub>6</sub>, pero esta, al llegar a los 210°C y con un 80% de oxidación, llega a su máxima oxidación (99.98%) a la temperatura de 240°C.
- La muestra M<sub>1</sub> logro su máxima oxidación de 99.82%, a temperaturas mayores que las demás muestras (300°C).
- Los soportes CA<sub>3</sub> y CA<sub>6</sub> alcanzaron la máxima oxidación de 19.01 y 18.12 % respectivamente, cuyas temperaturas máximas fueron de entre 270° C y 280°C.

Esta comparación demuestra la diferencia en la actividad catalítica entre el soporte con y sin Pt. Nuestros catalizadores de Pt/C alcanzaron la máxima oxidación a temperaturas relativamente bajas respecto a la que de manera natural se oxida el CO en CO<sub>2</sub>(el CO se oxida a temperaturas mayores de los 700°C). El Pt favorece la oxidación del CO en esta reacción, ya que por sus propiedades, oxida el CO y lo libera del soporte, dando paso a la oxidación continua del flujo hasta alcanzar el mayor porcentaje de oxidación, como se aprecia en la Figura 42. Como se explicó antes, los soportes se saturan a determinado grado de oxidación, pero el Pt favorece a la oxidación y liberación del CO<sub>2</sub> retenido por el propio soporte. En los convertidores catalíticos de automóviles, el CO comienza a aparecer a temperaturas de 140°C, por lo que estos materiales, como M<sub>3</sub>, pueden ser aplicados como convertidores catalíticos de automóviles, pues su grado de oxidación es eficiente respecto a la

temperatura y los materiales con los que se realizaron los catalizadores. En comparación con investigaciones anteriores, se ha reportado que el Pt sintetizado en diferentes soportes presenta diversos comportamientos al evaluar la actividad y selectividad de estos catalizadores monometálicos. La alúmina ( $\text{Pt}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ) usada como soporte de Pt, se ha reportado tiene buena actividad como catalizadores de oxidación selectiva, al igual que los materiales realizados en este proyecto [48]. En otras investigaciones, usando como soporte zeolita, se ha reportado que aumenta la selectividad del Pt en la oxidación de CO, pero requiere de un exceso de  $\text{O}_2$  en la reacción [49]. Estas investigaciones concuerdan con lo que se reporta de los catalizadores realizados en esta investigación, como se aprecia en la Figura 35, donde la actividad de los catalizadores comienza a temperaturas de entre  $120^\circ\text{C}$  a  $140^\circ\text{C}$ , y la selectividad del catalizador aportada por el Pt permite la oxidación de CO a temperatura por debajo de los  $200^\circ\text{C}$ . Este análisis también permite observar la baja actividad del Pt a temperaturas por debajo de los  $100^\circ\text{C}$  [50].

## CAPITULO V. CONCLUSIONES

- Los catalizadores poseen áreas superficiales adecuadas al propósito de esta investigación. El método de Langmuir define que son materiales de Tipo I, es decir, microporosos y la adsorción se lleva a cabo en la monocapa a presiones relativamente bajas. Esto favorece a la reacción de oxidación del CO debido a que las molécula de Pt se encuentran depositadas en cada sitio activo del material, dentro de los microporos, lo que permite el contacto con el flujo de CO, permitiendo la oxidación de CO debido a su selectividad como agente oxidante.
- La estructura cristalina de los soportes es amorfa, cuyo desorden en sus capas interplanares forman una estructura turbostrática. Pero al ser evaluado el rendimiento de los catalizadores, se observó que este desorden estructural no afecta la capacidad de catalítica del material Pt/C.
- El catalizador que presentó mejores resultados fue el M<sub>4</sub>, cuya área superficial BET fue de 777.600m<sup>2</sup>/g, microporoso, lo cual benefició la oxidación del CO ya que cada Microporo es un sitio activo donde se encuentran las moléculas de Pt de tamaño nanométrico.
- El XDR indica que la estructura de grafito es tipo Turbostrática, cuyo desorden en la estructura no afecta al carbón activado, ya que los microporos se encuentran de manera interna en la estructura y no en la superficie. Esto va soportado por el tipo I de isoterma de Langmuir, donde la adsorción se lleva a cabo en la monocapa, atribuido a materiales cuya estructura es microporosa.
- Los catalizadores de Pt/C tienen una eficiencia de oxidación del 99.99% de CO a temperaturas de 220°C, que es una temperatura baja respecto a los 700°C a los que se oxida el CO sin catálisis., ideal para su uso como catalizador en automóviles.

- La impregnación de Pt en los soportes disminuyó el volumen de los microporos, y por ser materiales que adsorben en la monocapa, reduce su área superficial. Esto se debe a que el Pt reduce el volumen del sitio activo donde se deposita.
- No se encontraron muestras de Pt en las técnicas de caracterización empleadas a excepción del HRTEM, y eso es debido a la muy baja concentración de Pt utilizado en cada catalizador (1% de Pt respecto a la masa total de catalizador). El análisis por HRTEM demostró la presencia de Pt y el tamaño de partícula manométrica que se encuentran en los catalizadores, además, en la evaluación catalítica de los materiales, se observa la diferencia en la actividad de los soportes respecto a los catalizadores.
- La dispersión del Pt en el soporte mediante agitación simple favoreció al material, pues el Pt se distribuyó homogéneamente en el rango de los micro poros, favorecen la actividad y selectividad catalítica. No se utilizó urea como dispersante, ya que la dispersión homogénea de Pt en los rangos porosos no favorece la reacción.

## CAPITULO VI. RECOMENDACIONES Y PERSPECTIVAS

Es recomendable dispersar el Pt mediante agitación simple, ya que para este tipo de aplicación, adsorción de gases, como lo es el CO, para ser oxidado en CO<sub>2</sub>, la presencia de Pt y la distribución de este metal en el rango de los microporos es esencial, pues la distancia molecular de los sitios activos donde se encuentran las moléculas de Pt, deben estar en el mismo rango de poro, en este caso, microporos. Se espera que se apliquen otras técnicas de caracterización a las muestras para conocer al detalle otros parámetros que aporten valor a los catalizadores y pueda optimizarse la metodología al elaborar los materiales, tales como quimisorción, análisis termo gravimétrico, para conocer el comportamiento o variación de la masa del material a diferentes temperaturas. Estos materiales son activos para convertir CO, disminuyendo la cantidad de CO dispersa en la atmósfera. Se recomienda utilizar H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> como agente químico de activación, pues su capacidad poliprótica le permite disociarse tres veces al tener contacto con el precursor, lo que forma compuestos volátiles que son fáciles de eliminar del precursor al ser calcinados y lavados.

Se propone modificar el catalizador monometálico por bimetálico, es decir, adicionar un metal de transición al Pt que aporte sus propiedades REDOX al material y mejore la actividad y selectividad de los ya elaborados en esta investigación. Pt soportado como catalizador, presenta baja actividad a temperaturas inferiores a 100° C.

## REFERENCIAS

1. Hunter P., Oyama S. T. (2000), *Control of Volatile Organic Compound Emissions*, Ed. Wiley Interscience.
2. Teitelbaum Daniel T. (2009). 59 *Introducción a la toxicología ocupacional y ambiental*. En *Farmacobiología básica y clínica (987-998)*. Estados Unidos: McGraw-Hill.
3. Rovani, S., Rodrigues, A., Medeiros, L., Cataluña, R, Lima, É., & Fernandes A. (2016). *Synthesis and characterisation of activated carbon from agroindustrial waste—Preliminary study of 17 $\beta$ -estradiol removal from aqueous solution*. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 4, 2128–2137.
4. Mohamad, A. B., Iyuke, S. E., Daud, W. R. W., Kadhum, A. A. H., Faisal, Z., Al-Khatib, M. F., & Shariff, A. M. (2000). *Adsorption of carbon monoxide on activated carbon–tin ligand*. *Journal of Molecular Structure*, 550(1-3), 511-519.
5. GAO Zhong-min, JIN Hong-zheng, LI Xiang-shan, HUA Zhong. *Phase Transformation Mechanism of Graphite-Turbostratic Graphite in the Course of Mechanical Grinding*[J] *Chemical research at Chinese Universities*, 2003, V19(2): 216-218.
6. Luna Donaciano, González Armando, (2007), *Obtención De Carbón Activado A Partir De La Cáscara De Coco*, UAM–Azcapotzalco, Depto. De Química, Área Termofluidos, D.F., México.
7. Oh, S.H. & Sinkevitch, R.M. (1993). *Carbon Monoxide Removal from Hydrogen-Rich Fuel Cell Feedstreams by Selective Catalytic Oxidation*. *Journal of Catalysis*, 1, 254-262.
8. Jain A., Balasubramanian R., Srinivasan M.P. (2015). *Production of high surface area mesoporous activated carbons from waste biomass using hydrogen peroxide-mediated hydrothermal treatment for adsorption applications*. *Chemical Engineering Journal*, 273, 622-629.

9. Li P., Ailijiang N., Cao X., Lei T., Liang P., Zhang X., Huang X., Teng J. (2015, Mayo 16). Pretreatment of coal gasification wastewater by adsorption using activated carbons and activated coke. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 482, 177-183.
10. González R. (2005). Prospectiva del mercado del coco. 2015, noviembre 25, de [www.conacoco.com](http://www.conacoco.com) Sitio web: <https://es.scribd.com/doc/53007922/adsorcion-quimica>
11. Secretaria de agricultura, ganadería, desarrollo rural, pesca y alimentación. (2017). Aumenta 9.2 por ciento producciones de copra en México. BCS/163/2017. Comunicado de prensa <http://www.sagarpa.gob.mx/Delegaciones/bajacaliforniasur/boletines/2017/mayo/Documents/2017BS163.pdf>
12. Altintig, E. & Kirkil, S. (2016). Preparation and properties of Ag-coated activated carbon nanocomposites produced from wild chestnut shell by ZnCl<sub>2</sub> activation. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 63, 180-188. 2017.
13. Jain A., Balasubramanian R., Srinivasan M.P. (2015). Production of high surface area mesoporous activated carbons from waste biomass using hydrogen peroxide-mediated hydrothermal treatment for adsorption applications. *Chemical Engineering Journal*, 273, 622-629. 2015.
14. Jain A., Xu C., Jayaraman S., Balasubramanian R., Lee J. Y., Srinivasan M.P. (2015). Mesoporous activated carbons with enhanced porosity by optimal hydrothermal pre-treatment of biomass for supercapacitor applications. *Microporous and Mesoporous Materials*, 218, 55-61. 2015.
15. Acevedo B., Barriocanal C., Lupul I., Gryglewicz G. (2015). Properties and performance of mesoporous activated carbons from scrap tyres, bituminous wastes and coal. *Fuel*, 151, 83-90.
16. Lou Y., Wang L., Zhao Z., Zhang Y., Zhang Zhi., Lu G., Guo Y., Guo Ya. (2013). Low-temperature CO oxidation over Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-based catalysts:

- Significant promoting effect of  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  on  $\text{Co}_3\text{O}_4$  catalyst. *Applied Catalysis B: Environmental*, 146, 43-49.
17. Berezovska I., Fettaka H., Salmon T., Toye D., Lodewyckx P. (2015). Redistribution of a mixture of organic vapours inside an activated carbon filter. *Chemical Engineering Journal*, 280, 677-681. 2015.
  18. Hyasi, J., Horikawa, T., Takeda, I., Muroyama, K. & Nasir, F. (2001). Preparing activated carbon from various nutshells by chemical activation with  $\text{K}_2\text{CO}_3$ . *Carbon*, 40, 2381-2386.
  19. Li, L., Zhu, Z., Lu, G., Yan, Z., & De Marco, R. (2006). Synthesis and characterization of turbostratic carbons prepared by catalytic chemical vapour decomposition of acetylene. *Applied Catalysis*, 309, 201-209.
  20. McNaught, A. & Wilkinson, A. (1997). *Compendium of Chemical Terminology*. Oxford: Blackwell Scientific Publications.
  21. IUPAC Manual of Symbols and Terminology, (1972) Appendix 2, Pt. 1, Colloid and Surface Chemistry. *Pure Appl. Chem.* 31, 578.
  22. Wenxia Wang, Kajium Xiao, Tinglin He, Liang Zhu. (2015). Synthesis and characterization of Ag nanoparticles decorated mesoporous activated carbon with antibacterial properties. *Journal of Alloys and compounds*, 647, 1007-1012.
  23. Poleo, Nelson, Oliveros, Solaida, Colina, Marinela, Rincón, Nancy, Mesa, Johan, & Colina, Gilberto. (2010). Estudio de diferentes activantes químicos en la obtención de carbón activado a partir de la cáscara de *Hymenaeacourbaril* L. para la remoción de cadmio (II). *Revista Técnica de la Facultad de Ingeniería Universidad del Zulia*, 33(1), 29-38.
  24. Kim KJ, Kang CS, You YJ, Chung MC, Woo MW, Jeong WJ, et al. (2006) Adsorption-desorption characteristics of VOCs over impregnated activated carbons. *Catalysis Today*; 111:223.
  25. Tello O. J. (2011), Adsorción química, abril 14, [www.scribd.com](http://www.scribd.com) Sitio web: <https://es.scribd.com/doc/53007922/adsorcion-quimica>).

26. Smith J. M. (1991) *Ingeniería de la cinética química*, 4ta edición, McGraw-Hill.
27. Warren L McCabe, Julian C. Smith, Peter Harriott (1991), *Operaciones Básicas De Ingeniería Química*, 4ª Ed., McGraw-Hill.
28. Robert E. Treybal (1998), *Operaciones De Transferencia De Masa*, 2ª Ed., McGraw-Hill.
29. Garetto, T.F. & Apesteguiac.R. (2000). Oxidative catalytic removal of hydrocarbons over Pt/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalysts. *Catalysis today*, 62, 189-199.
30. Garetto, T.F. & Apesteguiac, C.R. (2001). Structure sensitivity and in situ activation of benzene combustion on Pt/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalysts. *Applied Catalysis B: Environmental*, 32, 83-94.
31. Hicks, R., Qi, H., Young, M., & Lee, R. (2004). Structure sensitivity of methane oxidation over platinum and palladium. *Journal of catalysis*, 122, 280-294.
32. J. & Vigneron, S. (1993). Catalytic incineration for odour abatement and VOC destruction. *CATALYSISTODAY*, 17, 349-358.
33. GAO Zhong-min, JIN Hong-zheng, LI Xiang-shan, HUA Zhong. (2003) Phase Transformation Mechanism of Graphite-Turbostratic Graphite in the Course of Mechanical Grinding[J] *Chemical research at Chinese Universities*, V19(2): 216-218.
34. Ruz, P., Banerjee, S., Pandey, M., Sudarsan, V., Sastry, P., & Kshirsagar, R. (2016). Structural evolution of turbostratic carbon: Implications in H<sub>2</sub> storage. *Solid State Sciences*, 62, 105- 111.
35. Martín Martínez J. M. (1990). *Adsorción física de gases y vapores por carbones*. Alicante, España: Universidad de Alicante.
36. Nicasio C. L. A. (2012). *Método de difracción de rayos X*. de Instituto de física de la Universidad de Guanajuato Sitio web: [http://aida.cio.mx/clases2008/estado\\_solido/Los%20rayos%20X.pdf](http://aida.cio.mx/clases2008/estado_solido/Los%20rayos%20X.pdf)

37. Renau-Piqueras J., Faura M. (1994). *Principios básicos del Microscopio Electrónico de Barrido*. 2015, noviembre 25, de Universidad de Coruña  
Sitio web: [http://ruc.udc.es/bitstream/2183/9313/1/CC-011\\_art\\_5.pdf](http://ruc.udc.es/bitstream/2183/9313/1/CC-011_art_5.pdf)
38. Alabdi A., Razzaque S., Yang Yuwan., Chen S., Tan B. (2015, Julio 6). *Highly porous activated carbon materials from carbonized biomass with high CO<sub>2</sub> capturing capacity*. *Chemical Engineering Journal*, 281, 606-612.
39. Nasir M.A., Al-Lagtah, Ala'a H. Al-Muhtaseb, Mohammad N.M. Ahmad, Yousef Salameh. (2016). *Chemical and physical characteristics of optimal synthesised activated carbons from grass-derived sulfonated lignin versus commercial activated carbons*. *Microporous and mesoporous materials*, 225, 504-514.
40. Lozano, V., Morales, A. & Yañez, M. "Principios y práctica de la Microscopía Electrónica" ISBN: 978-987-43-4752-7.
41. Ioannidou, O. & Zabaniotou, A. (2007. diciembre). *Agricultural residues as precursors for activated carbon production—A review*. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 11, Issue 9.
42. ASTM E1755(2015), *Standard Test Method for Ash in Biomass*, ASTM International, West Conshohocken, PA.
43. Girgis, B., Temerek, Y., Gadelrab, M., & Abdullah, D. (2007). *X-ray Diffraction Patterns of Activated Carbons Prepared under Various Conditions*. *Carbon Science*, 8, 95-100. 2017.
44. Wang, L., Zhang, Y., Lou, Y., Guo, Y., Lu, G., & Guo, Y. (2014). *Pd catalyst supported on activated carbon honeycomb monolith for CO oxidation and the application in air purification of vehicular tunnel*. *Fuel Processing Technology*, 122, 23-29. 2016.
45. Bastida, M., Buelvas, L., Márquez, M., & Rodríguez, K. (2009). *Producción de Carbón Activado a partir de Precursores Carbonosos del Departamento del Cesar, Colombia*. 2016, julio 21, de Universidad Popular del Cesar, Centro de investigación y desarrollo tecnológico del carbón, Grupo de Energías Alternativas y Biomasa, Bloque A.

46. Reyes Gordillo Mercedes, Collado Galmiche Hector Manuel. (2015). *Supercondensador electroquímico con carbón activado elaborado con cáscara de coco*, Universidad Juárez Autónoma de Tabasco (Tesis)
47. Sánchez, J. Mateo (2011), *Preparación De Carbón Activado A Partir Del Bagazo De Caña De Azúcar*. Trabajo recepcional bajo la modalidad de tesis. Universidad Juárez Autónoma de Tabasco, Cunduacán, Tabasco.
48. Anuario de producción agrícola de la INEGI [http://infosiap.siap.gob.mx/aagricola\\_siap\\_gb/icultivo/index.jsp](http://infosiap.siap.gob.mx/aagricola_siap_gb/icultivo/index.jsp)
49. Wood, M., Gawade, P., Tan B., & Ozkan, U. (2010). *Preferential oxidation of carbon monoxide on Co/CeO<sub>2</sub> nanoparticles*. *Applied Catalysis B: Environmental*, 97, 28-35.
50. Li, H., Yu, X., Tu, S., Yan, J. & Wang, Z. (2010). *Catalytic performance and characterization of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-supported Pt-Co catalyst coatings for preferential CO oxidation in a micro-reactor*. *Applied Catalysis A: General*, 378, 215-223.
51. Komatsu, T. & Tamura, A. (2008, agosto 8). *Pt<sub>3</sub>Co and PtCu intermetallic compounds: Promising catalysts for preferential oxidation of CO in excess hydrogen*. *Journal of Catalysis*, 258, 306-314.

## ANEXOS

### ANEXO A.Tabla FTIR

Tabla 17 Tablas para la interpretación básica de espectros en la región FTIR

Enlace	Tipo de enlace	Tipo específico de enlace	Número de onda e intensidad de absorción	Enlace	Tipo de enlace	Tipo específico de enlace	Número de onda e intensidad de absorción
O-H	alcoholes, fenoles		v 3650-3200 cm <sup>-1</sup> banda ancha por polimerización δ 1500-1300 cm <sup>-1</sup> y 650 cm <sup>-1</sup>	alquilo	metilo		v 2850, 2960 cm <sup>-1</sup> (ambos, de fuerte a medio) δ 1460 cm <sup>-1</sup> (fuerte), 1380 cm <sup>-1</sup> (débil)
			v 3000-2500 cm <sup>-1</sup> δ <sub>OH</sub> 1420 cm <sup>-1</sup> δ <sub>COOH</sub> 1300-1200 cm <sup>-1</sup>				v 2850, 2925 cm <sup>-1</sup> (ambos, de fuerte a medio) δ 1470 cm <sup>-1</sup> (fuerte) v 2990 cm <sup>-1</sup> (débil)
N-H	aminas	R-NH <sub>2</sub>	v 3500 cm <sup>-1</sup> (2 bandas fuertes en aminas primarias, 1 banda de medio a débil en aminas secundarias)	vinilo	C=CH		v 2975, 3080 cm <sup>-1</sup> (medio) δ 990 y 910 cm <sup>-1</sup> (fuerte)
		Ar-NH <sub>2</sub>	v 3400 cm <sup>-1</sup> (2 bandas fuertes en aminas primarias, 1 banda de medio a débil en aminas secundarias) δ 1560-1640 cm <sup>-1</sup> (fuerte)				v 3200-3100 cm <sup>-1</sup> (medio) δ 900, 990 cm <sup>-1</sup> (ambos fuertes)
		-NH <sub>2</sub>	δ en el plano 1560-1640 cm <sup>-1</sup> (fuerte) δ fuera del plano 900-950 cm <sup>-1</sup> se ensancha con múltiples picos entre 2400-3200 cm <sup>-1</sup>		alqueno cis-disustituido		δ 670-700 cm <sup>-1</sup> (fuerte) δ 965 cm <sup>-1</sup> (fuerte)
	iones amonio				alqueno trans-disustituido		δ 800-840 cm <sup>-1</sup> (fuerte a medio)
C=C	C=C acíclico	Vinilo, metileno terminal, cis, trans	v 1640-1680 cm <sup>-1</sup> (medio)	aromático	benceno/benceno sustituido		v 3150-3050 cm <sup>-1</sup> (débil) δ fuera del plano 950-650 cm <sup>-1</sup> , dependiendo de la sustitución:
		alqueno tri y tetrasustituido	v 1670 cm <sup>-1</sup> (débil)				770-730 cm <sup>-1</sup> (fuerte) y 700±10 cm <sup>-1</sup> (fuerte)
C≡C	C=C conjugado	Dienos, polienos con alquilo de benceno con C=O	v 1600-1650 cm <sup>-1</sup> (fuerte) v 1625 cm <sup>-1</sup> (fuerte) v 1600 cm <sup>-1</sup> (fuerte)		benceno orto-disustituido		770-735 cm <sup>-1</sup> (fuerte)
		C≡C aromático	v 1450, 1500, 1580, 1600 cm <sup>-1</sup> (fuerte a débil) - siempre los 4 v 2100-2140 cm <sup>-1</sup> (débil)		benceno meta-disustituido		810-750 cm <sup>-1</sup> (fuerte) y 710-690 cm <sup>-1</sup> (fuerte)
	C≡C	alquino terminal	v 2190-2260 cm <sup>-1</sup> (muy débil, a veces no visible)		benceno para-disustituido		840-790 cm <sup>-1</sup> (fuerte) v 3325-3250 cm <sup>-1</sup> (medio) δ 750-650 cm <sup>-1</sup>
		alquino disustituido		alquilo			Resonancia de Fermi 2720, 2820 cm <sup>-1</sup> (medio)

Enlace	Tipo de enlace	Tipo específico de enlace	Número de onda e intensidad de absorción	
C=O	cetona/aldehído	alifáticos saturados/ciclos de 6 miembros	v 1720 cm <sup>-1</sup>	
		α,β-insaturado	v 1685 cm <sup>-1</sup> (también va para cetonas aromáticas)	
		ciclo de 5 miembros	v 1750 cm <sup>-1</sup>	
		ciclo de 4 miembros	v 1775 cm <sup>-1</sup>	
C=O	aldehído	aldehído	v 1725 cm <sup>-1</sup> (influencia de la conjugación como en las cetonas)	
		ácido carboxílico saturado	v 1725-1700 cm <sup>-1</sup>	
	derivados de ácido carboxílico	ácido carboxílico insaturado/aromático	v 1680-1690 cm <sup>-1</sup>	
		ésteres y lactonas	v 1750-1735 cm <sup>-1</sup> (influencia de la conjugación y el tamaño del anillo como en las cetonas)	
	C-N	nitrilos (enlace triple C-N)	anilídridos	v 1760 (sim) y 1820 (asim) cm <sup>-1</sup> (grupos)
			halogenuros	v 1800 cm <sup>-1</sup>
			amidas	v 1670-1640 cm <sup>-1</sup> (amidas asociadas)
			sales de carboxilatos para zwitteriones serina/cálcicos)	v 1550-1630 cm <sup>-1</sup> (también va para zwitteriones serina/cálcicos)
	C-N	amino	alcoholes	v 1050±10 cm <sup>-1</sup>
			secundarios	v alrededor de 1100 cm <sup>-1</sup>
terciarios			v 1150-1200 cm <sup>-1</sup>	
fenoles			v 1200 cm <sup>-1</sup>	
éteres			v 1150-1070 cm <sup>-1</sup>	
ácidos carboxílicos			1275-1200 cm <sup>-1</sup>	
ésteres			6 1250-1300 cm <sup>-1</sup>	
			v simétrico y asimétrico. Dos bandas entre 1300-1050 cm <sup>-1</sup>	
			Banda de mayor intensidad: 1180 cm <sup>-1</sup> formiato	
			1240 cm <sup>-1</sup> acetato	
	1190 cm <sup>-1</sup> alquil éster			
	1165 cm <sup>-1</sup> metil éster			

Enlace	Tipo de enlace	Tipo específico de enlace	Número de onda e intensidad de absorción
C-N	aminas alifáticas		v 1020-1220 cm <sup>-1</sup> (frecuentemente sobrepuestas)
		Grupo nitro	v 870 cm <sup>-1</sup>
		C=N	v 1615-1700 cm <sup>-1</sup> (efectos de conjugación similares a C=O)
		C≡C	v 2210-2260 cm <sup>-1</sup> (no conjugado 2250, conjugado 2230 cm <sup>-1</sup> )
C-N	nitrilos (enlace triple C-N)		v 2165-2110 cm <sup>-1</sup> (2140 - 1990 cm <sup>-1</sup> para R-N=C=S)
		ordinarios	v 1000-1100 cm <sup>-1</sup>
C-X (X=F, Cl, Br, I)	fluoroalcanos	ordinarios	v 1000-1100 cm <sup>-1</sup>
		trifluorometilo	v dos fuertes, se ensancha entre 1100-1200 cm <sup>-1</sup>
C-X	cloroalcanos		v 540-760 cm <sup>-1</sup> (medio to débil)
		bromoalcanos	v abajo de 600 cm <sup>-1</sup>
C-X	yodoalcanos		v abajo de 600 cm <sup>-1</sup>
		compuestos nitro alifático	v 1550 cm <sup>-1</sup> (asim) (más fuerte) y 1370 cm <sup>-1</sup> (sim) (más débil) - Siempre ambas.
N-O	aromático		v 1520 (asim), 1350 cm <sup>-1</sup> (sim) (la conjugación usualmente baja el número de onda)

## Anexo B. ASTM E (1755) Standard Test Method for Ash in Biomass

Es un proceso de combustión que transforma la materia orgánica de los residuos en materiales inertes (cenizas) y gases. La ceniza es el residuo obtenido después de la incineración de la materia orgánica hasta que queda libre de carbón, y representa el contenido de material mineral presente en esa materia.

Procedimiento: Aproximadamente 2 g de muestra con humedad conocida se pesan en un crisol previamente calcinado a 800°C y pesado. La muestra se calcina inicialmente a 300°C por una hora y por más de dos horas a 800°C. Después de la calcinación, el crisol se enfría y pesa.

Tabla B1 % de cenizas de dos muestras de CA

Muestra	Temperatura (°C)	Crisol vacío (g)	Crisol con cenizas (g)	% cenizas
1	300	35.136	36.29	16.35
2	300	26.826	27.151	16.25
<b>PROMEDIO</b>				16.3

### Propiedades del Pt

Es un metal noble blanco, blando y dúctil. Los metales del grupo del platino (platino, paladio, iridio, rodio, osmio y rutenio) se encuentran ampliamente distribuidos sobre la tierra, pero su dilución extrema imposibilita su recuperación, excepto en circunstancias especiales. Los metales del grupo del platino se utilizan mucho en el campo de la química a causa de su actividad catalítica y de su baja reactividad. Como catalizador, el platino se emplea en las reacciones de hidrogenación, deshidrogenación, isomerización, ciclización, deshidratación, deshalogenación y oxidación.



Nombre	Platino
Número atómico	78
Valencia	2,4
Estado de oxidación	2
Electronegatividad	2,2
Radio covalente (Å)	1,28
Radio iónico (Å)	0,52
Radio atómico (Å)	1,38
Configuración electrónica	[Xe]4f <sup>14</sup> 5d <sup>9</sup> 6s <sup>1</sup>
Primer potencial de ionización (eV)	9,03
Masa atómica (g/mol)	195,09
Densidad (g/ml)	21,4

### **Características del carbón activado**

El carbón activado tiene una estructura microcristalina que deriva de la del grafito [51]. Se puede definir como un arreglo irregular de capas de grafeno, las cuales no están perfectamente orientadas respecto a su eje principal y se solapan de manera irregular.

La química superficial del material se determina por la composición química de su superficie. En el caso de los carbones activados, las perturbaciones en la estructura elemental microcristalina debido a la presencia de imperfecciones, da origen a una variación en el arreglo de las nubes electrónicas del esqueleto de los carbonos, lo que crea electrones desapareados y valencias parcialmente saturadas. Estas características son las que definen las propiedades de adsorción del carbón activado, especialmente por tener compuestos polares y polarizables.

Los grupos superficiales más importantes en el carbón son los oxigenados. En principio, cada agente activante y las reacciones químicas que se producen en el interior del material (reacciones de oxidación, condensación entre otros), introducen distintos grupos oxigenados superficiales y en cantidades diferentes, lo que permite diseñar la química superficial del carbón partiendo de su aplicación [51].

# Desarrollo de catalizadores de Pt/C para la adsorción de gases

---

ORIGINALITY REPORT

---

8%

SIMILARITY INDEX

---

## PRIMARY SOURCES

---

1	<a href="http://www.clubensayos.com">www.clubensayos.com</a> Internet	529 words — 4%
2	<a href="http://tesis.ipn.mx">tesis.ipn.mx</a> Internet	93 words — 1%
3	<a href="http://hdl.handle.net">hdl.handle.net</a> Internet	74 words — 1%
4	<a href="http://www.scribd.com">www.scribd.com</a> Internet	64 words — < 1%
5	<a href="http://vsip.info">vsip.info</a> Internet	63 words — < 1%
6	<a href="http://pdfcookie.com">pdfcookie.com</a> Internet	59 words — < 1%
7	<a href="http://ri.ujat.mx">ri.ujat.mx</a> Internet	45 words — < 1%
8	<a href="http://www.slideshare.net">www.slideshare.net</a> Internet	43 words — < 1%
9	<a href="http://inis.iaea.org">inis.iaea.org</a> Internet	42 words — < 1%

10	<a href="https://docslide.us">docslide.us</a> Internet	37 words — < 1%
11	<a href="https://documents.mx">documents.mx</a> Internet	32 words — < 1%
12	<a href="https://www.coursehero.com">www.coursehero.com</a> Internet	28 words — < 1%
13	<a href="https://www.tdx.cat">www.tdx.cat</a> Internet	26 words — < 1%
14	<a href="https://es.wikipedia.org">es.wikipedia.org</a> Internet	24 words — < 1%
15	<a href="https://repositorioinstitucional.uabc.mx">repositorioinstitucional.uabc.mx</a> Internet	20 words — < 1%
16	<a href="https://dspace.esPOCH.edu.ec">dspace.esPOCH.edu.ec</a> Internet	19 words — < 1%
17	Ramos Munoz, Jorge Alexis. "Estudio de la adsorción de dimetilamina utilizando composites a base de un armazón metal orgánico soportado en carbono activado funcionalizado.", Pontificia Universidad Católica del Perú - CENTRUM Católica (Peru), 2020 ProQuest	15 words — < 1%

EXCLUDE QUOTES ON  
EXCLUDE BIBLIOGRAPHY ON

EXCLUDE SOURCES OFF  
EXCLUDE MATCHES < 15 WORDS