



**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**  
**FACULTAD DE CIENCIAS**  
**CARRERA QUÍMICA**

**SINTERIZACIÓN DE CATALIZADORES MONOMETÁLICOS Y  
BIMETÁLICOS EN ALÚMINA PARA SU APLICACIÓN EN  
PIRÓLISIS DE PLÁSTICOS**

**Trabajo de Integración Curricular**

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

**QUÍMICA**

**AUTORAS:** RINA SORAYA BERMEO ALEMÁN

KATTY PAMELA JEREZ MASAQUIZA

**DIRECTOR:** Ing. CARLOS ALCIBAR MEDINA SERRANO MSc.

Riobamba-Ecuador

2023

**©2023, Rina Soraya Bermeo Alemán & Katty Pamela Jerez Masaquiza**

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho de Autor.

Nosotros, Rina Soraya Bermeo Alemán & Katty Pamela Jerez Masaquiza declaramos que el presente Trabajo de Integración Curricular es de nuestra autoría y los resultados de este son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autores asumimos la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este Trabajo de Integración Curricular; el patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 15 de diciembre de 2023



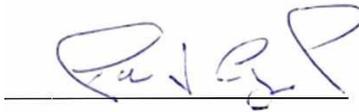
**Rina Soraya Bermeo Alemán**  
**060436628-6**



**Katty Pamela Jerez Masaquiza**  
**185091282-3**

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**  
**FACULTAD DE CIENCIAS**  
**CARRERA QUÍMICA**

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: El Trabajo de Integración Curricular; Tipo: Proyecto de Investigación, **SINTERIZACIÓN DE CATALIZADORES MONOMETÁLICOS Y BIMETÁLICOS EN ALÚMINA PARA SU APLICACIÓN EN PIRÓLISIS DE PLÁSTICOS**, realizado por las señoritas **RINA SORAYA BERMEO ALEMÁN** y **KATTY PAMELA JEREZ MASAQUIZA**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal autoriza su presentación.

|   | <b>FIRMA</b>   | <b>FECHA</b> |
|---|--|--------------|
| Dr. Robert Alcides Cazar Ramirez<br><b>PRESIDENTE DEL TRIBUNAL</b>                          |   | 2023-12-15   |
| Ing. Carlos Alcibar Medina Serrano<br><b>DIRECTOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR</b> |  | 2023-12-15   |
| Ing. Paul Gustavo Palmay Paredes<br><b>ASESOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR</b>     |  | 2023-12-15   |

## DEDICATORIA

Primero, quiero destacar la presencia de Dios en mi corazón, por brindarme salud y ser guía y fortaleza en cada etapa de mi vida. Por permitirme vivir esta inmensa alegría de convertirme en profesional. A mis padres, Washington e Irma, quienes han sembrado en mí principios y valores, por apoyarme y aconsejarme. Gracias a sus esfuerzos, me encuentro culminando este gran paso. Por tal razón, y con orgullo, puedo decir que este logro está dedicado hacia ellos, ya que son las personas más importantes de mi vida y a quienes amo demasiado. A mis abuelitos, de manera especial a mi abuelito José, por su ayuda incondicional y por motivarme a crecer siempre de manera profesional y personal. A mi abuelita Gladis, por brindarme su cariño, sus consejos y por incluirme en sus oraciones. A mi hermano Jordy, por incentivarme a que puedo lograr lo que me proponga con esfuerzo y dedicación. A mis amigas Sara, Gabriela y Gisella, por darme ánimos y apoyo para culminar cada semestre. Por ser confidentes y cómplices. Por lo que puedo decir que he encontrado tesoros invaluable. A mis tías Elena, Narcisa y María, por impulsarme a seguir adelante siempre. A mis sobrinos Jans y Angie, que son mis pequeños angelitos que me alegran todos los días al contemplar sus sonrisas y travesuras. A Pablo, por ser mi amigo verdadero, por ser la luz que iluminó mi camino académico. Por su generosidad, tiempo, apoyo y amabilidad. Me ha demostrado el verdadero significado de la amistad. A Katty, por ese vínculo que se construyó poco a poco este último semestre y por demostrar que es una gran amiga y compañera, presentando compromiso para culminar este trabajo de titulación. Y para finalizar, a mi fiel y querida perrita, Sassie, por hacer mis días felices al ver sus ojitos llenos de afecto y lamidas llenas de cariño.

Rina

Este logro se lo dedico principalmente a mis padres Susana y Lorenzo, quienes me han apoyado incondicionalmente en cada etapa de mi vida, brindándome su amor, cariño, comprensión y también regaños que fueron parte de mi crecimiento personal y profesional. A mis hermanas Jessica y Vanessa, quienes con sus consejos me ayudaron a no rendirme y culminar esta etapa maravillosa como estudiante universitaria. A mi hermano Joel que a pesar de su corta edad supo aconsejarme y guiarme por un buen camino. A mi cuñado Daniel quien a pesar de no tener un lazo sanguíneo conmigo, siempre estuvo dispuesto a apoyarme en mis estudios. A mis sobrinas Dasha y Tamia, quienes con sus locuras me animaban en cada momento. A mi compañera de tesis Soraya, quien no solo me ayudo en la elaboración del presente trabajo de investigación, sino también compartió su tiempo, alegría y su amistad conmigo. Así también, me gustaría mencionar a dos personas muy importantes que han sido de gran apoyo para mi superación personal y emocional, Corayma y Viviana; primero por haberme hecho la chica más afortunada por tener amigas sinceras y leales, por las risas y lágrimas que muchas veces compartimos, por ser aquellas en las que puedo confiar y contar en las buenas y en las malas, me siento bendecida que sean mis amigas casi hermanas. Y finalmente, esto también es para ti Laika, mi más fiel amiga y compañera de cuatro patas, que llenaste mi vida de alegría desde el primer día que llegaste a mi vida.

Katty

## **AGRADECIMIENTO**

Nuestro más sincero agradecimiento a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, por acogernos en las aulas de clase y por proveernos de docentes capacitados en la materia que nos formaron no solo como profesionales sino también como personas.

Al Ing. Carlos Medina, director de nuestro Trabajo de Integración Curricular y al Ing. Paúl Palmay como asesor, por compartirnos sus conocimientos y brindarnos sus consejos, para culminar con éxito la presente investigación.

También queremos agradecer a nuestros familiares y amigos por todo el apoyo proporcionado durante todos los años de estudio, por creer y confiar en nosotras y en nuestras capacidades. Principalmente agradecemos a nuestros padres por habernos enseñado que una foto no muestra la verdad, que debemos de dejar de compararnos con extraños porque nadie es tan perfecto en realidad y ver que no todo está mal, queremos agradecerles por habernos obsequiado la gran fortuna de vivir una experiencia única, como es la vida universitaria, ya que si bien pasamos por momentos felices y duros durante nuestra estadía en la gran Politécnica, como es el logro de pasar al siguiente semestre o la pena de arrastra una o dos materias, nunca más volveremos a tener 24 y nos estaremos graduando de una gran universidad, por esta y por muchas más razones, extendemos nuestra gratitud inmensa a nuestros padres y a esta prestigiosa Universidad que nos vio crecer y que hoy forma dos profesionales comprometidas con sus conocimientos y sus raíces.

Rina & Katty

## ÍNDICE DE CONTENIDO

|                              |      |
|------------------------------|------|
| ÍNDICE DE TABLAS.....        | xii  |
| ÍNDICE DE ILUSTRACIONES..... | xiii |
| ÍNDICE DE ANEXOS.....        | xiv  |
| ÍNDICE DE ECUACIONES.....    | xv   |
| RESUMEN.....                 | xvi  |
| ABSTRACT.....                | xvii |
| INTRODUCCIÓN.....            | 1    |

### CAPÍTULO I

|  |   |
|--|---|
| 1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN.....                | 3 |
| 1.1. Planteamiento del problema.....             | 3 |
| 1.2. Limitaciones y delimitaciones.....          | 4 |
| 1.3. Problema general de investigación.....      | 4 |
| 1.4. Problemas específicos de investigación..... | 4 |
| 1.5. Objetivos.....                              | 5 |
| 1.5.1. <i>Objetivo general</i> .....             | 5 |
| 1.5.2. <i>Objetivos específicos</i> .....        | 5 |
| 1.6. Justificación.....                          | 5 |
| 1.6.1. <i>Justificación teórica</i> .....        | 5 |
| 1.6.2. <i>Justificación metodológica</i> .....   | 6 |
| 1.6.3. <i>Justificación práctica</i> .....       | 6 |
| 1.7. Hipótesis.....                              | 7 |

### CAPITULO II

|   |   |
|---|---|
| 2. MARCO TEÓRICO.....                       | 8 |
| 2.1. Antecedentes.....                      | 8 |
| 2.2. Bases teóricas.....                    | 8 |
| 2.2.1. <i>Cinética química</i> .....        | 8 |
| 2.2.2. <i>Catálisis</i> .....               | 9 |
| 2.2.2.1. <i>Catálisis homogénea</i> .....   | 9 |
| 2.2.2.2. <i>Catálisis heterogénea</i> ..... | 9 |
| 2.2.3. <i>Tipos de catalizadores</i> .....  | 9 |

|           |  |    |
|-----------|--|----|
| 2.2.4.    | <i>Características de los catalizadores</i> .....                                  | 10 |
| 2.2.5.    | <i>Función de los catalizadores</i> .....  | 10 |
| 2.2.6.    | <i>Composición de los catalizadores</i> .....                                      | 10 |
| 2.2.6.1.  | <i>Soportes</i> .....  | 11 |
| 2.2.6.2.  | <i>Agentes catalíticos activos</i> .....   | 11 |
| 2.2.6.3.  | <i>Promotores</i> .....  | 12 |
| 2.2.6.4.  | <i>Inhibidores</i> .....   | 12 |
| 2.2.7.    | <i>Ciclo de un catalizador</i> .....   | 12 |
| 2.2.8.    | <i>Mecanismo de un catalizador</i> .....   | 12 |
| 2.2.8.1.  | <i>Envenenamiento</i> .....  | 13 |
| 2.2.8.2.  | <i>Contaminación</i> .....   | 13 |
| 2.2.8.3.  | <i>Degradación térmica</i> .....   | 13 |
| 2.2.8.4.  | <i>Desactivación mecánica</i> .....  | 14 |
| 2.2.8.5.  | <i>Corrosión/dispersión</i> .....  | 14 |
| 2.2.9.    | <i>Métodos de síntesis de un catalizador</i> .....                                 | 14 |
| 2.2.9.1.  | <i>Catalizador másico</i> .....  | 15 |
| 2.2.9.2.  | <i>Catalizador soportado</i> .....   | 15 |
| 2.2.10.   | <i>Métodos especializados</i> .....  | 15 |
| 2.2.10.1. | <i>Método sol-gel</i> .....  | 15 |
| 2.2.10.2. | <i>Método Pechini</i> .....  | 16 |
| 2.2.10.3. | <i>Método de Autocombustión</i> .....  | 16 |
| 2.2.10.4. | <i>Método Hidrotermal</i> .....  | 16 |
| 2.2.10.5. | <i>Combustión con urea (MCU)</i> .....   | 16 |
| 2.2.10.6. | <i>Impregnación por mojado convencional</i> .....                                  | 16 |
| 2.2.10.7. | <i>Intercambio iónico</i> .....  | 17 |
| 2.2.11.   | <i>Variables que influyen en la preparación de un catalizador</i> .....            | 17 |
| 2.2.12.   | <i>Acidez de un catalizador</i> .....  | 17 |
| 2.2.13.   | <i>Craqueo catalítico</i> .....  | 17 |
| 2.2.14.   | <i>Hidrogenación catalítica</i> .....  | 17 |
| 2.2.15.   | <i>Alúminas modificadas</i> .....  | 18 |
| 2.2.16.   | <i>Metales de transición en catalizadores</i> .....                                | 18 |
| 2.2.17.   | <i>Reacciones del polímero sobre los centros ácidos de los catalizadores</i> ..... | 18 |
| 2.2.18.   | <i>Tipos de pirolisis</i> .....  | 18 |
| 2.2.18.1. | <i>Pirólisis térmica</i> .....   | 18 |
| 2.2.18.2. | <i>Pirólisis catalítica</i> .....  | 18 |
| 2.2.19.   | <i>Productos que se originan en la pirolisis</i> .....                             | 19 |
| 2.2.20.   | <i>Factores que influyen en las reacciones de pirolisis</i> .....                  | 19 |

|           |   |    |
|-----------|---|----|
| 2.2.21.   | <i>Alúmina</i> .....  | 20 |
| 2.2.22.   | <i>Pirólisis</i> .....  | 20 |
| 2.2.23.   | <b>Catalizadores</b> .....  | 21 |
| 2.2.24.   | <i>Caracterización de catalizadores</i> .....                             | 21 |
| 2.2.24.1. | <i>Microscopio electrónico de barrido (SEM)</i> .....                     | 21 |
| 2.2.24.2. | <i>Espectroscopia infrarroja</i> .....                                    | 21 |
| 2.2.24.3. | <i>Área superficial (BET)</i> .....                                       | 21 |
| 2.2.24.4. | <i>Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR)</i> ..... | 22 |
| 2.2.24.5. | <i>Análisis termogravimétrico (TGA)</i> .....                             | 22 |
| 2.2.24.6. | <i>Desorción de NH<sub>3</sub> a temperatura programada (TPD)</i> .....   | 22 |
| 2.2.24.7. | <i>Reducción a temperatura programada (TPR)</i> .....                     | 23 |

### CAPÍTULO III

|        |  |    |
|--------|--|----|
| 3.     | <b>MARCO METODOLÓGICO</b> .....  | 24 |
| 3.1.   | <b>Enfoque de la investigación</b> .....   | 24 |
| 3.2.   | <b>Nivel de investigación</b> .....  | 24 |
| 3.3.   | <b>Diseño de investigación</b> .....   | 24 |
| 3.3.1. | <i>Según la manipulación o no de la variable independiente</i> .....                 | 24 |
| 3.3.2. | <i>Según las intervenciones en el trabajo de campo</i> .....                         | 26 |
| 3.4.   | <b>Tipo de estudio</b> .....   | 26 |
| 3.5.   | <b>Población y planificación, selección y cálculo del tamaño de la muestra</b> ..... | 26 |
| 3.6.   | <b>Métodos, técnicas e instrumentos de investigación</b> .....                       | 27 |

### CAPITULO IV

|      |  |    |
|------|--|----|
| 4.   | <b>MARCO DE ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS</b> .....                                | 32 |
| 4.1. | <b>Caracterización por microscopía de barrido electrónico de los catalizadores</b> ....      | 32 |
| 4.2. | <b>Caracterización FTIR de los catalizadores</b> .....                                       | 35 |
| 4.3. | <b>Caracterización del área superficial por la técnica BET de los catalizadores</b> .....    | 37 |
| 4.4. | <b>Desorción a temperatura programada de amoníaco de los catalizadores</b> .....             | 39 |
| 4.5. | <b>Desorción de hidrógeno a temperatura programada de los catalizadores</b> .....            | 41 |
| 4.6. | <b>Dispersión metálica y pulsos de quimisorción H<sub>2</sub> de los catalizadores</b> ..... | 45 |
| 4.7. | <b>Reducción a temperatura programada de los catalizadores</b> .....                         | 49 |
| 4.8. | <b>Análisis Termogravimétrico de los catalizadores (TGA)</b> .....                           | 51 |
| 4.9. | <b>Análisis de propiedades fisicoquímicas de los catalizadores</b> .....                     | 53 |

|                |  |           |
|----------------|--|-----------|
| <b>4.10.</b>   | <b>Análisis y discusión del diseño experimental de la investigación.....</b> | <b>53</b> |
| <b>4.10.1.</b> | <b><i>Área superficial</i> .....</b>   | <b>53</b> |
| <b>4.10.2.</b> | <b><i>Acidez</i>.....</b>  | <b>55</b> |

## **CAPÍTULO V**

|             |                               |           |
|-------------|-------------------------------|-----------|
| <b>5.</b>   | <b>MARCO PROPOSITIVO.....</b> | <b>58</b> |
| <b>5.1.</b> | <b>Propuesta.....</b>         | <b>58</b> |
|             | <b>CONCLUSIONES.....</b>      | <b>59</b> |
|             | <b>RECOMENDACIONES.....</b>   | <b>61</b> |
|             | <b>GLOSARIO</b>               |           |
|             | <b>BIBLIOGRAFÍA</b>           |           |
|             | <b>ANEXOS</b>                 |           |

## ÍNDICE DE TABLAS

|                    |  |    |
|--------------------|--|----|
| <b>Tabla 1-3:</b>  | Tabla ANOVA para el diseño completamente al azar.....  | 25 |
| <b>Tabla 2-4:</b>  | Composición química de los catalizadores Ni/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> y Ni-Zn/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> por EDS .....        | 32 |
| <b>Tabla 3-4:</b>  | Datos de longitud de onda y % de transmitancia de los catalizadores y alúmina...   | 37 |
| <b>Tabla 4-4:</b>  | Área superficial y tamaño de poro de los catalizadores por análisis BET.....   | 38 |
| <b>Tabla 5-4:</b>  | Resultados del TPD-NH <sub>3</sub> de los catalizadores Ni/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> y Ni-Zn/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ..... | 41 |
| <b>Tabla 6-4:</b>  | Resultados de TPD-H <sub>2</sub> de los catalizadores Ni/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> y Ni-Zn/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....   | 43 |
| <b>Tabla 7-4:</b>  | Resultados de quimisorción de H <sub>2</sub> , dispersión metálica y pulsos de quimisorción  | 48 |
| <b>Tabla 8-4:</b>  | Resultados del TPR-H <sub>2</sub> de los catalizadores Ni/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> y Ni-Zn/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....  | 50 |
| <b>Tabla 9-4:</b>  | Resultados del análisis exploratorio en base al área superficial .....   | 54 |
| <b>Tabla 10-4:</b> | Análisis de varianza ANOVA del área superficial para los catalizadores.....  | 54 |
| <b>Tabla 11-4:</b> | Resultados del análisis exploratorio en base a la acidez de los catalizadores .....  | 55 |
| <b>Tabla 12-4:</b> | Análisis de varianza ANOVA de la acidez para los catalizadores .....   | 56 |

## ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

|                        |  |    |
|------------------------|--|----|
| <b>Ilustración 1:</b>  | Espectro EDS del catalizador Ni/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....   | 33 |
| <b>Ilustración 2:</b>  | Espectro EDS del catalizador Ni-Zn/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....  | 34 |
| <b>Ilustración 3:</b>  | Micrografía de los catalizadores Ni/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> y Ni-Zn/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> por SEM.....                     | 35 |
| <b>Ilustración 4:</b>  | Espectro infrarrojo de los catalizadores Ni/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Ni-Zn/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> y $\gamma$ -alúmina ...  | 35 |
| <b>Ilustración 5:</b>  | Perfiles BET de señal TCD vs Tiempo de los catalizadores .....   | 37 |
| <b>Ilustración 6:</b>  | Perfiles BET de Temperatura vs Tiempo de los catalizadores .....   | 38 |
| <b>Ilustración 7:</b>  | TPD-NH <sub>3</sub> de los catalizadores Ni/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> y Ni-Zn/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> respecto al tiempo. .... | 40 |
| <b>Ilustración 8:</b>  | TPD-NH <sub>3</sub> de los catalizadores con respecto a la temperatura.....  | 40 |
| <b>Ilustración 9:</b>  | TPD-H <sub>2</sub> reducción de los catalizadores Ni/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> y Ni-Zn/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....           | 42 |
| <b>Ilustración 10:</b> | TPD-H <sub>2</sub> saturación de los catalizadores Ni/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> y Ni-Zn/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....          | 42 |
| <b>Ilustración 11:</b> | TPD-H <sub>2</sub> desorción de los catalizadores Ni/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> y Ni-Zn/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....           | 43 |
| <b>Ilustración 12:</b> | Pulsos de reducción de Quimisorción H <sub>2</sub> de los catalizadores.....   | 45 |
| <b>Ilustración 13:</b> | Pulsos de saturación de Quimisorción H <sub>2</sub> de los catalizadores .....   | 45 |
| <b>Ilustración 14:</b> | Pulsos de desorción de Quimisorción H <sub>2</sub> de los catalizadores .....  | 46 |
| <b>Ilustración 15:</b> | Pulsos de reducción de Quimisorción H <sub>2</sub> de los catalizadores.....   | 46 |
| <b>Ilustración 16:</b> | Pulsos de saturación de Quimisorción H <sub>2</sub> de los catalizadores .....   | 47 |
| <b>Ilustración 17:</b> | Pulsos de desorción de Quimisorción H <sub>2</sub> de los catalizadores .....  | 47 |
| <b>Ilustración 18:</b> | TPR-H <sub>2</sub> reducción de los catalizadores Ni/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> y Ni-Zn/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....           | 49 |
| <b>Ilustración 19:</b> | Curvas de Termogravimetría del catalizador monometálico por TGA.....   | 51 |
| <b>Ilustración 20:</b> | Curvas de Termogravimetría del catalizador bimetálico por TGA.....   | 51 |
| <b>Ilustración 21:</b> | Diagramas TGA-DTG del soporte Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....   | 52 |

## **ÍNDICE DE ANEXOS**

**ANEXO A:** CÁLCULOS PARA LA SÍNTESIS DE CATALIZADORES

**ANEXO B:** REACTIVOS EMPLEADOS PARA LA SÍNTESIS DE CATALIZADORES

**ANEXO C:** SÍNTESIS DEL CATALIZADOR MONOMETÁLICO (Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

**ANEXO D:** SÍNTESIS DEL CATALIZADOR BIMETÁLICO (Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

## ÍNDICE DE ECUACIONES

|  |    |
|--|----|
| <b>Ecuación 1-3:</b> Hipótesis de los tratamientos ..... | 25 |
| <b>Ecuación 2-3:</b> Área superficial BET .....          | 29 |
| <b>Ecuación 3-4:</b> Modelo estadístico .....            | 53 |
| <b>Ecuación 3-4:</b> Modelo estadístico .....            | 55 |

## RESUMEN

En la presente investigación se sintetizaron catalizadores modificados, con la incorporación de los metales níquel y zinc, a partir de sales hexahidratadas de  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  y  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ . El catalizador monometálico se sintetizó por el método de impregnación de Ni y el catalizador bimetálico por co-impregnación de Ni-Zn. El soporte catalítico empleado fue la  $\gamma$ -alúmina con una composición de aluminio-oxígeno y una estructura cristalina amorfa. Para llevar a cabo la síntesis del catalizador monometálico ( $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ) primero se realizó una calcinación del soporte, luego en un rotavapor se añadió la  $\gamma$ -alúmina calcinada con  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  durante una hora. Al producto obtenido se agregó  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  para impregnar el Ni, proceso que se realizó en el mismo rotavapor. Por otro lado, para el catalizador bimetálico ( $\text{Ni-Zn}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ), el proceso fue el mismo, con la diferencia de que se realizó una co-impregnación agregando primero la solución de  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  en el rotavapor durante una hora. Posteriormente, se añadió la solución de  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  para impregnar el Zn. Los sólidos resultantes de ambos procesos fueron filtrados al vacío, se dejaron secar y se calcinaron. Finalmente, al producto obtenido fue caracterizado por las técnicas, FTIR, BET, SEM, TGA, TPR y TPD, utilizadas para analizar las propiedades fisicoquímicas de los catalizadores sintetizados determinando así la eficiencia de estos. Con el análisis de las caracterizaciones se concluyó que se obtuvo mejores resultados en el catalizador monometálico. No obstante, tanto el catalizador monometálico como el bimetálico son eficientes en cuanto a actividad catalítica se refiere.

**Palabras clave:** <CATALIZADOR>, < $\Gamma$ -ALÚMINA>, <MONOMETÁLICO>, <BIMETÁLICO>, <IMPREGNACIÓN>, <PIRÓLISIS CATALÍTICA>.

0011-DBRA-UPT-2024



## ABSTRACT

In the present research, modified catalysts, with the incorporation of the metals nickel and zinc, were synthesized from hexahydrate salts of  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  and  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ . The Ni impregnation method synthesized the monometallic and bimetallic catalyst by Ni-Zn co-impregnation. The catalytic support was  $\gamma$ -alumina with an aluminum-oxygen composition and an amorphous crystal structure. To synthesize the monometallic catalyst ( $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ), the support was first calcined, and then the  $\gamma$ -alumina calcined with  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  was added in a rotary vapor for one hour.  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  was added to the product obtained to impregnate the Ni, a process carried out in the same rotary steamer. On the other hand, for the bimetallic catalyst ( $\text{Ni-Zn}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ), the process was the same, with the difference that a co-impregnation was performed by first adding the  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  solution to the rotary vapor for one hour. Subsequently,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  solution is added to impregnate the Zn. The solids resulting from both processes were vacuum filtered, allowed to dry, and calcined. Finally, the product obtained was characterized by the techniques FTIR, BET, SEM, TGA, TPR, and TPD, which were used to analyze the physicochemical properties of the synthesized catalysts, thus determining their efficiency. The analysis of the characterizations concluded that better results were obtained with the monometallic catalyst. However, both monometallic and bimetallic catalysts are efficient in catalytic activity.

**Keywords:** <CATALYST>, < $\Gamma$ -ALUMINA>, <MONOMETALLIC>, <BIMETALLIC>, <IMPREGNATION>, <CATALYTIC PYRO>.



---

Lic. Edison Renato Ruiz López  
CI: 0603957044

## INTRODUCCIÓN

Los catalizadores son sustancias útiles en diversos campos, tales como; la industria alimenticia, automotriz, farmacéutica, medicinal, química, entre otros. Esencialmente nos enfocaremos en la importancia de los catalizadores en la industria química específicamente en el tema de su aplicación en la pirólisis de plásticos, con el propósito de mejorar su proceso y la selectividad en la composición de los hidrocarburos líquidos resultantes. Entre los catalizadores más utilizados se pueden encontrar sólidos porosos como; la alúmina, la sílica y materiales mesoporosos como la zeolita. Asimismo, existen varias formas de fabricación de dichos catalizadores, entre los cuales podemos mencionar los métodos; sol-gel, pechini, autocombustión, hidrotermal, combustión con urea, impregnación por mojado convencional e intercambio iónico (Morón, 2021).

En la presente investigación nos enfocaremos en los catalizadores soportados en alúmina y sintetizados por los métodos de impregnación y co-impregnación. Esto debido, a que la alúmina posee una alta estabilidad térmica, resistencia química y superficie porosa. Su capacidad para soportar temperaturas elevadas sin descomponerse la hace ideal para reacciones catalíticas a altas temperaturas. Su estructura porosa proporciona una gran área superficial que aumenta la adsorción de reactantes y, por lo tanto, la eficacia catalítica al brindar más sitios activos (Di Prinzio & Lee, 2008).

El primer polímero sintético o comercialmente denominado plástico se originó como resultado de un concurso realizado en 1860 en los Estados Unidos, cuando se ofrecieron 10.000 dólares a quien produjera un sustituto del marfil para la fabricación de bolas de billar, dicho concurso lo ganó John Hyatt, quien inventó un tipo de plástico al que llamó celuloide (Flores, 2009, p.52). Es en este punto donde se asentaron las bases para el desarrollo de nuevos y mejorados polímeros sintéticos, hasta llegar al polietileno sintetizado en 1953 por el alemán Karl Ziegler y al polipropileno desarrollado un año más tarde por el italiano Giulio Natta, que son los dos plásticos más utilizados en la actualidad (García, 2009, p.77).

Pues bien, desde una perspectiva general se puede decir que la aparición de los plásticos a significado una gran evolución para el mundo, ya que este material se ha visto inmerso en todos los campos existentes, esto debido a sus múltiples características, entre las cuales se destacan; su versatilidad, resistencia a ciertas condiciones y principalmente a su bajo costo, lo que ha hecho que este material sea considerado como irremplazable. Sin embargo, la creciente demanda por parte de una sociedad cada vez más consumista ha hecho que este "beneficioso material" sea responsable en gran parte de los residuos contaminantes que se acumulan en el planeta, puesto que su problemática se basa principalmente en dos cuestiones: su lenta degradación y la

composición química de la que están fabricados. Y es que, según datos aportados por la Fundación Aquae: una bolsa de plástico tarda en degradarse 150 años y una botella más de 1.000 años.

La Organización Mundial de las Naciones Unidas (ONU) menciona que en el mundo se generan alrededor de 300 millones de toneladas de residuos plásticos anualmente y dentro de esta cifra se encuentra que al menos 13 millones de toneladas de residuos plásticos son arrojados a los océanos, factor crítico que afecta la biodiversidad, la economía y salud de las personas y otros seres vivos (Academia Mexicana de Ciencias, 2022, p.9).

Es bajo este contexto y sumado al aumento del precio de algunos combustibles, que surge la necesidad de abrir paso hacia el estudio e implementación de nuevos métodos para reciclar químicamente los polímeros sintéticos, y en este camino se encuentra la pirólisis como un método para dar solución a las dificultades anteriormente descritas, dicho proceso químico puede darse de dos maneras: la pirólisis térmica, la cual requiere de elevadas temperaturas y la catalítica, en la que se emplean catalizadores. Cabe recalcar que este proceso ya sea térmico o catalítico, a más de ser de ayuda para reciclar los desechos plásticos, también contribuye a producir productos de mayor valor agregado, que sirven como fuentes de combustibles. Sin embargo, a pesar de que ambos procedimientos dan origen a un producto ya utilizable, no es recomendable la aplicación de la pirólisis térmica, esto debido a su alto consumo energético y la variada distribución de productos que se obtiene (Hernández, 2007, p.38-42).

Es por ello que en el presente trabajo de titulación se busca estudiar el proceso de pirólisis catalítica como la opción más viable dentro del reciclaje químico, esto debido a que permite mayor selectividad en los productos de degradación, utilizando los catalizadores monometálicos y bimetálicos que se sintetizarán mediante un proceso de impregnación y co-impregnación, respectivamente, de metales en el soporte de la  $\gamma$ -alúmina, mismos que serán capaces de disminuir la cantidad de energía de activación requerida por el proceso, y a la vez son capaces de realizar reacciones de craqueo y de deshidrogenación. Así también es importante mencionar que esta tecnología ambiental se puede llevar a cabo con o sin la presencia de un catalizador, no obstante, el uso de diferentes tipos de catalizadores ha mejorado el proceso de pirólisis de los residuos plásticos y la eficiencia del proceso.

Para comprobar la eficacia de los catalizadores a sintetizar se realizará un análisis de los mismos, mediante técnicas como: SEM, FTIR, TGA, BET, TPR y TPD, en donde nos centraremos preferentemente en el análisis termogravimétrico para determinar el porcentaje de pérdida de peso, los cambios de energía y la cantidad de calor involucrados en las diferentes reacciones de descomposición con el fin de disminuir la energía de activación y con ello aumentar su velocidad de reacción.

## CAPÍTULO I

### 1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

#### 1.1. Planteamiento del problema

Muchos de los materiales que utilizamos y desecharnos de manera cotidiana son plásticos, pertenecientes a la clase de los polímeros sintéticos. Las excelentes propiedades que presentan junto con su bajo precio hacen que muestren un vertiginoso desarrollo, encontrando varias aplicaciones en distintas ramas que van desde la ciencia hasta las más comunes como en nuestra vida diaria. El polietilenterftalato más conocido como PET es uno de los materiales plásticos que se ocupa para envasado por lo que ha sido de gran utilidad para distintas prácticas. Debido a esta disipación, su uso se ha disparado de manera exponencial, generando un número considerable de desechos post consumo, los cuales a pesar de no causar daños al medio ambiente, incrementan notablemente la fracción de residuos sólidos urbanos, además de que, a los aditivos del plástico y botellas PET por ser de la familia de los ftalatos se les atribuye problemas de fertilidad en hombres y mujeres, asma, cáncer, abortos, hiperactividad corporal, entre otros (Luque, 2019, p.277).

Hoy en día se manejan distintos métodos, en los que se pueden reciclar o reutilizar los plásticos como son: el reciclaje mecánico, químico y la recuperación de energía. El primero consiste en fundir los desechos plásticos los mismos que son mezclados con polímeros vírgenes para ser procesados en agregado para generar un nuevo producto plástico, este método presenta una desventaja y es que a medida que el plástico es procesado nuevamente, va perdiendo propiedades físicas, lo que reduce su calidad. En cuanto a la recuperación de la energía es esencialmente la utilización de los desechos plásticos como combustible, aprovechando su poder calorífico a través de la combustión, la desventaja de este método es que se producen compuestos contaminantes que al ser liberados a la atmósfera resultan dañinos para la salud. Otra opción de reciclaje es el químico, o también llamado reciclaje terciario, en este camino el polímero es dividido en moléculas de menor tamaño para que luego mediante otras reacciones forme hidrocarburos de gran valor agregado, que pueden ser utilizados como productos químicos y/o combustibles, dentro de este proceso se encuentra la pirólisis que consiste en la degradación térmica de los desechos en ausencia de oxígeno, o en atmósferas donde su concentración es reducida, siendo aplicable para mezclas de plásticos sin mayores tratamientos (Hernández, 2007, p.35-40).

El problema de este método es su alto consumo energético para lograr las condiciones de operación y también la variada distribución de productos que se obtiene, no centrando su producción en aquellos de mayor valor agregado. Es por tal motivo que se ha desarrollado la pirólisis catalítica, que permite mayor selectividad en los productos de degradación y además

disminuye la temperatura necesaria para que ocurra la reacción. Por lo tanto, el desarrollo de catalizadores para el proceso de pirólisis ha sido de gran interés durante el último tiempo para disminuir la cantidad de energía requerida por el proceso, mejorando las características y además obtener productos de menor peso molecular que puedan ser utilizados como combustibles o como materia prima de otros procesos (Poblete, 2013, p.3-15).

## **1.2. Limitaciones y delimitaciones**

En el desarrollo de esta investigación, un condicionante fue la cantidad de soporte catalítico la  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , cuyo precio es un poco elevado, de igual manera las caracterizaciones fisicoquímicas llevadas a cabo en laboratorios ajenos a la institución, lo cual significó una inversión adicional. Es esencial, tener en cuenta que, durante la síntesis de los catalizadores modificados, más específicamente en el proceso de la última calcinación se debe observar atentamente el proceso para evitar la combustión y contaminación del producto. Así también, otro limitante importante durante este estudio es la carencia de información, ya que no se han realizado muchas investigaciones sobre síntesis de catalizadores soportados de Ni y Zn en alúmina. En cuanto a las delimitaciones podemos mencionar que en relación con este análisis estaba confinado por el tipo de soporte catalítico, los metales a impregnar y la aplicación a la cual va dirigida.

## **1.3. Problema general de investigación**

¿Se podrá sintetizar catalizadores monometálicos de Ni y bimetálicos de Ni-Zn, por el método de impregnación y co-impregnación usando como soporte catalítico la  $\gamma$ -alúmina, para su uso en pirólisis de polímeros sintéticos?

## **1.4. Problemas específicos de investigación**

Los catalizadores sintetizados ¿Podrán aumentar la velocidad de la reacción química reduciendo la energía del estado de transición y así disminuir la energía de activación logrando aumentar la selectividad de los productos?

¿Se logrará impregnar cantidades sustanciales de los metales Ni y Zn en la composición química de los catalizadores?

## **1.5. Objetivos**

### ***1.5.1. Objetivo general***

Sintetizar catalizadores monometálicos de Níquel (Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) y bimetálicos de Níquel-Zinc (Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) usando como soporte catalítico la  $\gamma$ -alúmina para su aplicación en pirólisis de polímeros.

### ***1.5.2. Objetivos específicos***

- Obtener catalizadores por el método de impregnación y co-impregnación de níquel y níquel-zinc en base de  $\gamma$ -alúmina para obtener catalizadores soportados que nos servirán para la aplicación en pirólisis catalítica.
- Caracterizar mediante técnicas SEM, FTIR, BET, TPR y TPD los catalizadores sintetizados para conocer sus diferentes propiedades químicas y físicas.
- Comprobar la acción catalítica de los catalizadores monometálicos y bimetálicos obtenidos mediante el análisis específico de la técnica TGA.

## **1.6. Justificación**

### ***1.6.1. Justificación teórica***

La era del plástico surge como una manera de facilitar la vida de las personas, pues su aparición implicó que esté ligado a todos los campos posibles, pero a pesar de los múltiples beneficios que representa este polímero sintético, como todo lo manipulado por el hombre llega a tener sus consecuencias, el consumo y abuso de este "importante" material cobra factura al medio ambiente, y eso no es lo peor, lo más difícil de razonar es que no hacemos nada por cambiar tal alto precio que estamos pagando por el uso del plástico, en algunos casos por desconocimiento, y en otros casos porque el negocio de la producción del plástico genera altas ganancias que hace que presentemos un quemeimportismo de la grave situación.

La continua demanda de plásticos ha causado grandes acumulaciones de residuos, contribuyendo a problemas ambientales y de salud pública, del mismo modo la variedad de métodos utilizados para la degradación de plásticos como en el caso de la pirólisis térmica afecta severamente debido a su valorización energética, por tal razón la pirólisis catalítica se ha ocupado como camino para reciclar polímeros sintéticos aumentando la selectividad de los productos, reduciendo la

temperatura de pirólisis y tiempo de residencia mejorando así el producto final. Del mismo modo el uso de un catalizador ayuda a la transferencia de hidrógeno, es decir favorece a la adición electrofílica para la ruptura de los enlaces moleculares de los polímeros para dar lugar a moléculas de menor tamaño (Navarro, 2007, p.60-73).

Por otra parte, los catalizadores en base de alúmina en su fase cristalina gamma forman una estructura de poros arreglados permitiendo tener propiedades catalíticas, de manera específica en las reacciones de craqueo, en donde la localización de los centros de Bronsted puede influir determinantemente en la actividad y selectividad de las alúminas. Al utilizar metales de transición soportados en alúmina presentan la capacidad de prestar o tomar fácilmente electrones de otras moléculas, lo que los convierte en excelentes catalizadores presentando una alta área superficial específica, un tamaño de partícula pequeño y actividad catalítica en su superficie (Cevallos, 2016, p.5-9).

### ***1.6.2. Justificación metodológica***

Para el presente proyecto de investigación nos centraremos en un proceso químico eficiente de síntesis basándonos en los métodos de impregnación y co-impregnación. En el primero se emplearán las sales de nitrato de amonio y nitrato de níquel hexahidratado para impregnar el níquel en el soporte de gamma alúmina, obteniendo el catalizador monometálico. En el segundo proceso se ocuparán las mismas sales más la adición del nitrato de zinc hexahidratado para co-impregnar el segundo metal (Zn), adquiriendo el catalizador bimetalico. Es importante mencionar, que en dichos procesos de síntesis el soporte catalítico empleado actuará como dispersante en la fase activa y los metales absorbidos en el soporte son más resistentes a oxidaciones, y esto ayudará a conseguir catalizadores con diferentes funcionalidades tales como; suficiente resistencia mecánica, alta selectividad y reductor de temperatura para lograr disminuir la energía de activación.

### ***1.6.3. Justificación práctica***

Para la ejecución de este estudio se emplearán métodos de caracterización como: técnicas BET, TGA, TPR y TPD para comprobar la eficacia del catalizador, los mismos que serán realizados en los laboratorios de la facultad de ingeniería química de la Universidad Central del Ecuador para su posterior análisis. En cuanto a los análisis referentes al SEM- EDS y el FTIR se llevarán a cabo en los laboratorios de la Facultad de Ciencias y Mecánica de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo por ende se cuenta con el apoyo de la misma.

## **1.7. Hipótesis**

Síntesis de catalizadores soportados por el método de impregnación Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y co-impregnación Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, con un soporte catalítico de tipo  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, los mismos que indicarán o no efectos significativos en las caracterizaciones fisicoquímicas de acidez y análisis BET.

## CAPITULO II

### 2. MARCO TEÓRICO

#### 2.1. Antecedentes

Ante la generación de residuos poliméricos, surge la necesidad de considerar nuevas formas de reutilizar dichos residuos, es así como tomando como base la investigación y el desarrollo tecnológico se ha dado paso a múltiples trabajos investigativos cuyos fines son la reducción de la contaminación por plásticos y su reutilización en la obtención de productos con mayor valor agregado.

El desarrollo investigativo ha dado pie a la síntesis de catalizadores impregnados de diferentes metales en soportes porosos, cómo es el caso de la investigación titulada " Pirólisis catalítica de desechos plásticos mediante zeolitas modificadas con cobre", realizada por (Poblete, 2013), en la cual describe el proceso de modificación del soporte catalítico y su posterior aplicación en el campo del reciclaje químico. Así también, estudios tales como: el "Análisis del proceso de la pirólisis catalítica de polietileno y producción catalítica de hidrógeno residual", realizada por (Contreras, 2014). Otro ejemplo es el estudio efectuado por (Zambrano, 2022) denominado "Reciclaje químico de plástico mediante pirólisis catalítica usando un catalizador regenerado". Estos y otros previos estudios han dado paso al presente trabajo de titulación, cuyo objetivo es similar al de trabajos anteriormente realizados, como es el de presentar al reciclaje químico cómo una nueva y mejor manera de tratar los desechos poliméricos.

De igual manera, ponemos en manifiesto que se espera que nuestra investigación habrá camino a posteriores estudios que mejoren los métodos y por ende los resultados que se buscan obtener con la modificación de soportes catalíticos, independientemente de la aplicación que más adelante se les pueda asignar.

#### 2.2. Bases teóricas

##### 2.2.1. *Cinética química*

La cinética química es el estudio de la velocidad y del mecanismo por medio del cual una especie química se transforma en otra. La velocidad de una reacción se define como el cambio del número de moles de un reactante o un producto, por unidad de tiempo y unidad de volumen de la mezcla reaccionante. En la mayoría de las reacciones, la velocidad de transformación es proporcional a la concentración de reactivos elevados a una potencia, donde, los exponentes de los términos de

concentración que aparecen en cada componente se denominan orden parcial de la reacción y la suma de éstos, el orden total (Aguilar, 2018, p.4).

### **2.2.2. Catálisis**

Es el proceso por el cual se aumenta la velocidad de una reacción química debido al uso de un agente químico llamado catalizador. Para su estudio, la catálisis se ha dividido en varias ramas de acuerdo con las distintas fases con las que interactúa el catalizador y el medio reaccionante, en base a esto se clasifica de la siguiente manera (Aguilar, 2018, p.5).

#### **2.2.2.1. Catálisis homogénea**

Se debe a cuando los reactivos y el catalizador se encuentran en una misma fase ya sea líquida o gaseosa. Esta catálisis tiene un mecanismo de reacción más fácil y por consecuencia puede dominarse mejor el sistema catalítico y evitar los efectos de envenenamientos (Aguilar, 2018, p.6).

#### **2.2.2.2. Catálisis heterogénea**

Este tipo de catálisis sucede cuando los reactantes y el catalizador se encuentran en diferentes fases. En catálisis heterogénea, el fenómeno catalítico está relacionado con las propiedades químicas de la superficie del catalizador y no involucra el interior del sólido (Aguilar, 2018, p.7).

### **2.2.3. Tipos de catalizadores**

Se ha empleado una extensa gama de catalizadores en los procesos de pirólisis de plásticos, pero los que se utilizan con más frecuencia son ZSM-5, zeolita Y, FCC, sílica-alúmina y MCM-41 (Miandad et al., 2019, p.2). Los catalizadores de zeolita microporosa han sido una opción multitudinaria para la pirólisis de biomasa y la mejora de bioaceite durante mucho tiempo debido a su costo relativamente bajo y al amplio conocimiento adquirido durante décadas a partir de sus aplicaciones generalizadas en las industrias químicas y del petróleo. Además de las zeolitas, los aluminosilicatos mesoporosos, especialmente los materiales MCM-41, han sido utilizados considerablemente por muchos investigadores en la pirólisis catalítica debido a sus tamaños de poro uniformes bien definidos y su leve acidez superficial (Cheah et al., 2022).

#### **2.2.4. Características de los catalizadores**

El catalizador favorece la formación de un determinado producto. Lo que implica que en la reacción química se arreglen las estructuras electrónicas de las moléculas reaccionantes con el catalizador. Las características químicas del catalizador corresponden a los fenómenos de la quimisorción, que es un arreglo de electrones entre la molécula reactante y la superficie del sólido que es un intercambio de electrones entre el catalizador y la molécula adsorbida. Para cuantificar este fenómeno existen las medidas de adsorción, las isothermas de adsorción, los calores de adsorción y el área superficial activa, además de la acidez superficial muy relacionada con la actividad catalítica que determina el poder adsorbente de los centros ácidos y su distribución o densidad superficial. Las características físicas del catalizador son: la adsorción física asociada con las fuerzas de Van der Waals, que son fuerzas físicas electrostáticas más débiles que los enlaces de la quimisorción: la densidad de empaque que es el peso por unidad del volumen del lecho catalítico y la densidad del sólido, necesarios para determinar la caída de presión a través del lecho: el área superficial total, el tamaño del poro y la distribución del tamaño del poro importantes en la predicción del comportamiento del catalizador (Inglezakis & Pouloupoulos, 2006).

#### **2.2.5. Función de los catalizadores**

- Alta actividad catalítica lo que permite aumentar la velocidad de la reacción química al reducir la energía del estado de transición por lo que disminuye la energía de activación cambiando el mecanismo de la reacción.
- Gran estabilidad para que permanezca inalterable por un largo tiempo por lo que debe ser resistente al envenenamiento y al cambio de estructura química.
- Valores altos de selectividad permite que no exista pérdidas elevadas de materia prima, problemas de eliminación de los productos indeseables y mayor costo de operación (Carballo, 2002, p.6-7).

#### **2.2.6. Composición de los catalizadores**

Pueden estar formados por diversas sustancias: cada una aporta características especiales al conjunto de diferentes componentes.

### 2.2.6.1. Soportes

Sirven de base sobre el que se deposita el agente catalítico; sustancias de resistencia mecánica adecuada, pero sin efecto catalítico; aportan al conjunto:

- Alta porosidad, aumentando así la superficie efectiva al extenderse el agente activo en una capa delgada.
- Alta estabilidad, manteniendo las partículas catalíticas suficientemente separadas como para impedir su unión por cohesión y fusión por efecto de la presión y la temperatura (“sinterización”).
- Facilita la transferencia de calor en las reacciones fuertemente exotérmicas (oxidaciones), evitando así la acumulación de calor y elevación de la temperatura en el interior de las pastillas porosas que ponen en peligro la estabilidad del catalizador.
- Reducción de la sensibilidad a los inhibidores por aumento de la superficie activa.
- Mejora de las propiedades del agente catalítico por interacción química.

Los soportes utilizados usados en catálisis poseen en el interior de las partículas unitarias, cavidades que reciben el nombre de poros, estos se clasifican de acuerdo con tres grandes grupos:

- Poros de diámetros mayores a 50nm que son denominados macroporos.
- Poros de diámetro inferior a 2nm denominados microporos.
- Poros de diámetro intermedio o mesoporos (Carballo, 2002, p.4-5).

### 2.2.6.2. Agentes catalíticos activos

Es propiamente la sustancia catalítica y la que produce la aceleración en la reacción química, algunos ejemplos son: conductores metálicos, aislantes, y semiconductores.

Los agentes activos depositados sobre la superficie de un soporte son por lo general metales y semiconductores, mientras que los catalizadores no conductores son comúnmente no soportados. Los catalizadores no metálicos son principalmente metales que pueden formar óxidos, los cuales son factibles de reducir. Estos catalizadores funcionan con gran efectividad en reacciones de hidrogenación y oxidación.

Los aislantes (óxidos metálicos no conductores), que actúan con un mecanismo muy diferente al de conductores o semiconductores, debido a su falta de conductividad, se caracterizan por su acidez y son efectivos para catalizar reacciones de craqueo, polimerización, alquilación, isomerización y deshidratación-hidratación. En general, los aislantes son irreductibles.

Los semiconductores presentan variación proporcional en su conductividad eléctrica de acuerdo con la temperatura; catalizan efectivamente reacciones similares a las catalizadas por metales nobles o de transición (Carballo, 2002, p.4).

### 2.2.6.3. *Promotores*

Aditivos que mejoran las propiedades catalíticas; pueden ejercer diferentes acciones:

- Aumenta significativamente su actividad, selectividad o resistencia a la desactivación.
- Estabiliza características estructurales del sólido.
- Favorece transferencia de electrones entre reactantes y catalizador.
- Evitar la pérdida de superficie durante el uso del catalizador.
- Acelerar una etapa lenta o inhibir una reacción desfavorable.

Los aditivos que se utilizan para mantener la integridad física del soporte o del agente catalítico depositado se denominan promotores físicos, por otro lado, cuando el aditivo aumenta la actividad intrínseca del agente catalítico se denomina promotor químico (Carballo, 2002, p.5).

### 2.2.6.4. *Inhibidores*

Aditivos que reducen la actividad del catalizador bloqueando los centros activos; se utilizan cuando se desea que el catalizador actúe sobre la selectividad de la reacción. Pueden producirse de forma indeseable durante el transcurso de la reacción, provocando la desactivación del catalizador (Carballo, 2002, p.5-16).

### 2.2.7. *Ciclo de un catalizador*

Los requisitos primordiales para una catálisis eficiente pueden expresarse simplemente mediante un diagrama del ciclo catalítico. El estado actual de la comprensión de cómo proceden las reacciones catalizadas se debe al desarrollo y uso de técnicas distintas de las simples mediciones de velocidad. En el ciclo catalítico, la velocidad general estará controlada por el paso que sea más lento. Para hacer el mejor uso del catalizador, generalmente es deseable que el transporte de reactivos a la superficie no limite la velocidad, de lo contrario, el catalizador estará inactivo (desactivación del catalizador) las cuales bloquean los sitios activos o compiten con los reactantes para ocupar dichos sitios. (Studies in Surface Science and Catalysis, 1995, p.247-297).

### 2.2.8. *Mecanismo de un catalizador*

La desactivación es un fenómeno complejo que puede estar causado por procesos a escala nanométrica (en los microporos de la alúmina), a escala micrométrica (en los macroporos de la alúmina), a escala micrométrica-milimétrica (partículas de alúmina) o incluso a escala métrica (reactor) (Conesa, 2008, p.44-46).

### *2.2.8.1. Envenenamiento*

Habitualmente en este paso hace referencia a la desactivación del catalizador por la adsorción fuerte de impurezas procedentes de la alimentación, aunque, del mismo modo los reactivos y los productos pueden ser adsorbidos en la superficie del catalizador. De esta forma, los adsorbatos débiles no podrán acceder a los centros activos envenenados por moléculas más afines. La recuperación de la actividad se designa reactivación. Si la adsorción es reversible puede que sea suficiente un cambio de las condiciones de operación para que el catalizador se reactive. Si la adsorción no es reversible, se tiene un envenenamiento permanente. Esto puede requerir un tratamiento químico de la superficie o la sustitución total del catalizador gastado. La desactivación puede ser también uniforme (en todos los centros activos) o puede ser selectiva, en cuyo caso los centros más activos, los que proporcionan la mayor parte de la actividad del catalizador, son atacados y desactivados preferentemente.

Este modo de desactivación puede ser ventajoso en los casos en los que la adición de un veneno pueda mejorar la selectividad, aunque normalmente esto ocurre a expensas de la actividad catalítica. También es posible encontrar especies, que incorporadas a la fase activa o al soporte del catalizador en pequeñas proporciones, permiten mejorar las características iniciales de un catalizador en cualquiera de sus funciones de actividad, selectividad o estabilidad (promotores) (Tellez et al., 2021, p.4-5).

### *2.2.8.2. Contaminación*

Hace referencia a todos los fenómenos donde una superficie es cubierta por un depósito (residuos carbonosos que quedan retenidos fuertemente en la superficie del catalizador, bloqueando parte de los centros activos). Su origen no está siempre relacionado con los procesos de catálisis. A menudo el propio catalizador es responsable de la contaminación por subproductos no deseados que conducen a la formación de estos depósitos (Tellez et al., 2021, p.8-10).

### *2.2.8.3. Degradación térmica*

Es un proceso físico que provoca la desactivación del catalizador por fenómenos de sinterización (reconstrucción térmica de la superficie con disminución del área activa), transformaciones químicas, evaporación, etc. La degradación térmica puede ocurrir en todas las etapas del ciclo de uso del catalizador. Podría tener lugar por un calentamiento local durante la preparación (calcinación), reducción (catalizador virgen o pasivo), reacción (distribución heterogénea, puntos calientes) o regeneración (combustión del coque) (Tellez et al., 2021, p.11-12).

#### *2.2.8.4. Desactivación mecánica*

La resistencia mecánica del catalizador es importante para evitar la atrición, por ejemplo, durante el transporte y carga del catalizador en el reactor. Las partículas de catalizador en el lecho fijo de un reactor están sometidas a fuertes tensiones como consecuencia de las expansiones y contracciones térmicas de la pared del reactor durante el proceso de calentamiento y enfriamiento, respectivamente. En cambio, el desgaste es mayor en reactores de lecho fluidizado, ya que las partículas, además de colisionar entre ellas y con la pared del reactor, están sometidas a fuerzas de cizalla creadas a altas velocidades de fluidización. Por tanto, en este caso la erosión del catalizador puede estar causada por tensiones mecánicas, térmicas y/ o químicas. Por otra parte, en la resistencia mecánica del catalizador influyen otros factores como la porosidad y la forma de las partículas del catalizador, siendo en este último caso la forma esférica la más favorable (Tellez et al., 2021, p.13-14).

#### *2.2.8.5. Corrosión/dispersión*

El medio de reacción del catalizador puede provocar fenómenos de desactivación debidos a la corrosión y la dispersión de la estructura. Este punto es muy importante en el campo de la catálisis en fase líquida.

Según el desarrollo de un modelo de desactivación, ésta puede ser de tres tipos:

- Selectiva: se produce un ataque preferente sobre los centros más activos; se da generalmente en los casos de envenenamiento.
- Uniforme: se produce un ataque homogéneo de todos los centros activos; se da generalmente en los casos de contaminación.
- Independiente: no hay ataque sobre los centros activos, ya que no hay sustancias atacantes; se da generalmente en los casos de envejecimiento (Tellez et al., 2021, p.12-13).

#### *2.2.9. Métodos de síntesis de un catalizador*

Los métodos de síntesis del catalizador se pueden realizar por su morfología de partículas, por lo que se distingue por el método de preparación, como los catalizadores másicos que son aquellos en los que la fase activa constituye el conjunto del catalizador y los catalizadores soportados son catalizadores heterogéneos en los cuales pequeñas cantidades de material catalíticamente activo, sobre todo metales, se depositan en la superficie de otro material, normalmente un sólido inerte poroso, llamado soporte (Yauli, 2019, p.17).

### 2.2.9.1. *Catalizador másico*

- Precipitación: añadir un agente precipitante a disoluciones acuosas de los componentes deseados para obtener un precipitado poroso; el precipitado se lava, se seca y se activa (Yauli, 2019, p.17).
- Gelificación: formar un precipitado coloidal que se gelifique, siendo un caso especial de la precipitación ordinaria y siguiéndose análogos procedimientos (Yauli, 2019, p.18).
- Mezcla húmeda: mezclar los componentes, molidos al tamaño deseado, con agua, secarlos y calcinarlos (Yauli, 2019, p.18).

### 2.2.9.2. *Catalizador soportado*

- Impregnación: sumergir el portador en una disolución de agente catalítico que se deposita sobre la superficie del portador, seguido de secado y activación (Yauli, 2019, p.18).
- Precipitación: sumergir el portador en una disolución de agente catalítico, empleando un agente químico que lo precipite sobre la superficie del portador (Yauli, 2019, p.18).
- Co-precipitación: precipitar el soporte y el agente catalítico a partir de una disolución de ambos, seguido de conformado y secado (Yauli, 2019, p.18).
- Pulverización: rociar la superficie externa del soporte con el agente catalítico, cuando aquél no es poroso (Yauli, 2019, p.18).

### 2.2.10. *Métodos especializados*

Los métodos especializados son metodologías que combinan técnicas gravimétricas y auxiliares para promover mejores propiedades químicas y mecánicas.

#### 2.2.10.1. *Método sol-gel*

Los sólidos preparados por este método son de gran interés puesto que es eficaz en la producción de materiales porosos, además de las bajas temperaturas del proceso para obtener materiales amorfos y policristalinos. Los alcóxidos son los precursores más utilizados en la preparación de óxidos por sol-gel debido a que reaccionan fácilmente por el agua.

Es el resultado de una combinación de tipo sol, que es una suspensión estable de partículas sólidas coloidales en un medio líquido, y tipo gel, es una red tridimensional (porosa) formada por la interconexión de partículas sólidas en una fase líquida (Aguilar, 2018, p.11).

#### 2.2.10.2. *Método Pechini*

Es un método en vía húmeda, se basa en la mezcla de iones positivos en una solución, transformación controlada de la solución en un gel polimérico, eliminación de la matriz polimérica y desarrollo de un precursor de óxido con un alto grado de homogeneidad. Durante el proceso de síntesis, se introducen sales metálicas o alcóxidos en una solución de ácido cítrico con etilenglicol (Yauli, 2019, p.19-20).

#### 2.2.10.3. *Método de Autocombustión*

El método de autocombustión se basa en la preparación de una solución utilizando nitratos de las sales de los metales al que se le adiciona un agente promotor de la ignición, formando un gel o resina (Yauli, 2019, p.20).

#### 2.2.10.4. *Método Hidrotermal*

Se puede definir como un método de síntesis de monocristales que depende de la solubilidad de los minerales en agua a alta presión en un recipiente cerrado para crear un entorno de reacción de alta temperatura y presión calentando el sistema de reacción y presurizándolo. El proceso disuelve y recristaliza una sustancia que es poco soluble en condiciones normales (Yang & Park, 2019, p.2-18).

#### 2.2.10.5. *Combustión con urea (MCU)*

Es una variación de la anterior técnica, consiste con la impregnación a partir de las sales de nitrato de los distintos metales de transición, en conjunto con urea y agua (Yang & Park 2019, p.10).

#### 2.2.10.6. *Impregnación por mojado convencional*

El término impregnación se refiere al método de interacción débil entre soporte y precursor. Cuando se utiliza este tipo de interacción precursor-soporte, el tamaño y distribución de los pequeños cristales del metal tienen una fuerte dependencia de las propiedades físicas del soporte. Che y Bonneviot describen el proceso de impregnación en términos de los siguientes pasos:

- Difusión por capilaridad de la sal metálica en solución a través de los poros del soporte.
- Deposición del precursor del metal sobre la superficie de los poros.
- Secado a una temperatura aproximada de 100°C.
- Calcinación para la descomposición del metal (Aguilar, 2018, p.13-14).

#### **2.2.10.7. Intercambio iónico**

Se basa en una reacción entre el sólido y la sal impregnante. Una solución que contiene una sal simple o compleja capaz de disociarse generando un anión o un catión, se pone en contacto con el material que ha de servirse como soporte y con el cuál el ion liberado en solución establece un enlace químico iónico entre la sal impregnada y la superficie del soporte (Aguilar, 2018, p.11).

#### **2.2.11. Variables que influyen en la preparación de un catalizador**

Las principales variables que intervienen durante la síntesis de catalizadores son:

- Naturaleza de la materia prima.
- Condiciones de impregnación o precipitación.
- Condiciones de tratamiento térmico (Aguilar, 2018, p.14).

#### **2.2.12. Acidez de un catalizador**

Este efecto ocurre por intercambio iónico, en donde a medida que la acidez del catalizador aumenta, la temperatura de degradación disminuye por lo que reduce la energía de activación. El uso de catalizadores ácidos ayuda a la transferencia de H, por lo que ayuda a la adición electrofílica para la ruptura de los enlaces moleculares (Aguilar, 2018, p.31-32).

#### **2.2.13. Craqueo catalítico**

Tiene lugar en los centros ácidos del catalizador. Cuando un hidrocarburo reacciona en la superficie de estos catalizadores ácidos, ocurre una serie de reacciones donde intervienen carbocationes y cuya velocidad depende de la naturaleza del carbocatión y la del centro ácido. Por lo que se puede definir como un proceso de refinación que descompone las moléculas de hidrocarburo más grandes y complejas en moléculas más livianas y sencillas (Muñoz, 2008, p.18-20).

#### **2.2.14. Hidrogenación catalítica**

Es uno de los métodos más utilizados en la cual los hidrocarburos insaturados rompen sus dobles o triples enlaces, transformándolos en hidrocarburos saturados. En este proceso, la transformación de los residuos sucede en presencia de zeolitas, aluminosilicatos o catalizadores súper-ácidos, dando como productos fracciones de hidrocarburos de diferente composición (Ipiates, 2018, p.20-21).

### **2.2.15. Alúminas modificadas**

Las alúminas de transición se emplean en muchas aplicaciones industriales tales como adsorbentes, catalizadores o soportes catalíticos, debido a que ellas presentan una alta área superficial específica, un tamaño de partícula pequeño y actividad catalítica en su superficie (Di Prinzi & Lee, 2008).

### **2.2.16. Metales de transición en catalizadores**

Los metales de transición tienen la capacidad de prestar o tomar fácilmente electrones de otras moléculas, lo que los convierte en excelentes catalizadores (Di Prinzi & Lee 2008).

### **2.2.17. Reacciones del polímero sobre los centros ácidos de los catalizadores**

Las reacciones de pirólisis catalíticas se realizan en los centros activos de los catalizadores, cuya velocidad de reacción depende de la naturaleza del polímero y de la naturaleza del catalizador (Ipiates, 2018, p.25).

### **2.2.18. Tipos de pirólisis**

#### **2.2.18.1. Pirólisis térmica**

La pirólisis térmica o también llamada cracking térmico, es un proceso de transformación térmica de residuos orgánicos que se lleva a cabo a temperaturas elevadas entre 400-800 °C. A estas temperaturas los residuos sólidos (plásticos) se desintegran en gases ligeros (syngas), líquidos (hidrocarburos) y sólidos (cenizas de coque). La pirólisis térmica se trata de una alternativa para el reciclado, eliminando las limitaciones del reciclado mecánico, en el que se necesitan grandes cantidades de residuos plásticos limpios y homogéneos para poder realizarlo con éxito, jugando un papel muy importante en la gestión de residuos plásticos (Ipiates, 2018, p.22-23).

#### **2.2.18.2. Pirólisis catalítica**

La pirólisis catalítica o también llamada cracking catalítico, es un proceso de descomposición térmica, en la cual se diferencia de la pirólisis térmica en la utilización de un catalizador zeolítico o en base de alúmina. El uso de un catalizador evita la utilización de temperaturas elevadas,

controlar tanto el rendimiento del producto y la distribución de productos de degradación del polímero conduciendo a un proceso más barato con productos más valiosos.

De acuerdo con Aguado y Serrano (1999), el craqueo catalítico presenta las siguientes ventajas:

- La rotura de las cadenas de polímero comienza a temperaturas considerablemente menores que en la descomposición térmica.
- Cuando se comparan el craqueo térmico y el craqueo catalítico llevados a cabo a la misma temperatura, el craqueo catalítico transcurre con mayor rapidez, es decir, con menor energía de activación.
- Los productos obtenidos en el craqueo catalítico de plásticos son de mayor calidad que los obtenidos en la descomposición térmica. Así, la presencia de una elevada proporción de estructuras ramificadas, cíclicas y aromáticas en los líquidos producidos les confiere propiedades muy similares a las de las gasolinas comerciales. Además, la distribución de productos puede modificarse mediante la selección del catalizador adecuado o mediante la modificación de sus propiedades (Muñoz, 2008, p.18-19).

Algunas dificultades de este proceso abarcan los fenómenos de dispersión en el catalizador, polímeros donde podrían existir ciertas limitaciones de transferencia de masa que son característicos de la catálisis heterogénea, del mismo modo la desventaja principal está relacionada con el deterioro del rendimiento del catalizador con el tiempo. Por lo tanto, se debe tener en cuenta la vida útil del catalizador y la regeneración en el proceso para maximizar el valor económico (Ipiates, 2018, p.24-25).

### ***2.2.19. Productos que se originan en la pirolisis***

Precisar con exactitud las reacciones químicas que ocurren durante la pirólisis es dificultosa, ya que en esta intervienen variables como: la temperatura, la tasa de calentamiento, la biomasa, el tiempo de pirólisis y el equipo utilizado, cuya composición permite una amplia categoría de productos y relaciones estequiométricas. En términos generales los productos de la pirólisis son gases como el CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> líquidos como ácidos carboxílicos, cetonas, compuestos fenólicos, compuestos alquitranados y agua, y el producto sólido es la char que puede tener aplicaciones como combustible o materia prima del carbón activado (Carranza, 2015, p.12-13).

### ***2.2.20. Factores que influyen las reacciones de pirolisis***

La intervención de algunos factores afecta a la distribución del producto final de pirólisis, dando como resultado productos no deseados, o tóxicos como furanos y dioxinas; algunos de ellos son:

- Temperatura: es una de las variables más importantes en el proceso de pirólisis ya que, a mayor temperatura de reacción, mayor será los productos deseados como fracciones gaseosas, líquidas y menor la cantidad de cenizas o coque producidas, en si este factor influye en el rompimiento de enlaces químicos de las moléculas debido a que las fuerzas de Van der Waals colapsan debido al aumento vibracional, lo que resulta en el rompimiento del enlace C-C (Ipiates, 2018, p.26).
- Tiempo de estadía del polímero: cuanto mayor sea el tiempo de residencia en el reactor mayor será la fracción gaseosa, mientras que la fracción líquida se da en menor proporción y la sólida se produce en trazas afectando a los productos finales (Ipiates, 2018, p.28).
- Catalizador: Los catalizadores ácidos tienen una mayor eficiencia en la pirólisis de materiales plásticos debido a que los centros activos de estos catalizadores permiten la ruptura del enlace covalente C-C y facilitan la transferencia de moléculas de hidrógeno (Ipiates, 2018, p.30).
- Tamaño de la partícula del catalizador: mientras más pequeño es el catalizador mayor es la interacción del polímero con sus centros activos (Ipiates, 2018, p.31-32).

### **2.2.21. Alúmina**

Es un importante material que puede ser preparado a partir de bauxita o caolín en varias fases como son: la Alfa ( $\alpha$ ), Beta ( $\beta$ ) y gamma ( $\gamma$ ) alúmina, siendo la primera su forma más estable, casi no tiene actividad catalítica y es empleado como material cerámico. La  $\beta$  alúmina tiene una estructura laminar, con una alta conductividad iónica y pequeña transferencia electrónica, lo cual lo hace idóneo para ser utilizado como electrolito. Y finalmente la  $\gamma$ -alúmina es la fase más activa que tiene la alúmina, pues es ampliamente utilizado como soporte catalítico, catalizadores o adsorbentes, ya que tiene una gran área superficial y porosidad (Paranjpe & Kiran, 2017, p.1-3).

### **2.2.22. Pirólisis**

Es la degradación térmica de la biomasa y todo tipo de materiales excepto metales y vidrios, en ausencia de O en una atmósfera inerte, típicamente de Ar, He o N. Esta ocurre de manera irreversible e involucra cambios químicos y físicos (Arabena, 2016, p.16-17). Dependiendo del tiempo de detención, tasa de calentamiento, y temperatura, podemos mencionar 4 tipos de pirólisis: la lenta o carbonización convencional, es mediante el cual se produce en su mayoría carbón y que puede tardar en llevarse a cabo, ya que ocurre a condiciones bajas de temperatura (400°C), tasas de calentamiento y tiempo, la rápida nos permite obtener productos líquidos y ocurre a tasas del orden de 10 °C/min, y la ultrarrápida y flash, son reacciones que suceden en pocos minutos y segundos, produciendo en su mayoría gases (Alvarez et al., 2019, p.10-12).

### **2.2.23. Catalizadores**

Los catalizadores son sustancias químicas que aumenta la velocidad de una reacción que se dirige hacia el equilibrio, sin ser consumidos en el proceso y también tiene la capacidad de inhibir reacciones no deseadas. Es importante destacar que un catalizador no puede cambiar la conversión del equilibrio, ya que viene determinada por la termodinámica química (Carballo, 2002, p.3-4).

### **2.2.24. Caracterización de catalizadores**

#### **2.2.24.1. Microscopio electrónico de barrido (SEM)**

Es una técnica versátil utilizada para analizar aspectos topográficos, morfológicos, de composición química, de cristalografía, de dinámica de reacciones (experimentos in situ) y composición de diversas muestras, la cual ha sido considerablemente usada en el estudio de: semiconductores, nanopartículas, modificación de productos comerciales, catálisis heterogénea, películas delgadas, física de nano composiciones y fotoelectroquímica. Estas capacidades analíticas se deben a la notable resolución, ampliación y variedad de configuraciones de equipos SEM. Dicho de manera general, un equipo de SEM es capaz de generar una “imagen” de la muestra al incidir sobre ella con un haz de electrones de alta energía, llamados electrones primarios. La interacción de estos electrones con la muestra produce una serie de señales que son registradas por detectores específicos del equipo, en donde cada una proporciona información acerca de la topografía, composición y conductividad eléctrica de la muestra (Clavijo, 2013, p.134).

#### **2.2.24.2. Espectroscopia infrarroja**

Es el método por el cual se analiza la absorción o emisión de energía radiante que surge de la interacción entre la radiación electromagnética y el material en estudio. La base de la espectroscopia IR radica en la capacidad de las moléculas para rotar y vibrar a distintas frecuencias, conocidas como modos normales vibracionales. (Piqué & Vázquez, 2012, p.2).

#### **2.2.24.3. Área superficial (BET)**

Proporciona el valor del área superficial calculado por el método desarrollado por Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmett, y Edward Teller. La información obtenida a partir del volumen adsorbido nos permite conocer el área, el tamaño, la distribución, y el volumen de poros en la

muestra. Además, nos proporciona datos sobre la cantidad de gas absorbido, la dispersión de la fase activa (Aguilar, 2018, p.42).

#### 2.2.24.4. *Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR)*

Es una técnica que ofrece selectividad y especificidad. Se basa en el estudio de la radiación absorbida por las moléculas de los materiales, para la cual se estudian los enlaces químicos y sus vibraciones características dentro del intervalo de radiación infrarroja. Cuando la radiación infrarroja incide sobre el material esta puede ser reflejado, absorbida, transmitida o difractada. Esta radiación es la causante de los espectros infrarrojos característicos de cada material que reflejan las vibraciones moleculares y se muestran como picos en el espectro (Aizpirarte, 2017, p.46).

#### 2.2.24.5. *Análisis termogravimétrico (TGA)*

Según la ICTAC (International Confederation for Thermal Analysis and Calorimetry) esta técnica implica la medición continua de la masa de una sustancia en relación con la temperatura, bajo una atmosfera, temperatura y una tasa de calentamiento definidas. Debido a que la muestra puede reaccionar con el O presente en el entorno es recomendable trabajar con atmosferas inertes como N<sub>2</sub>, He o Ar. Sin embargo, en ocasiones, se puede agregar oxígeno a una cierta temperatura para observar el fenómeno de combustión de la muestra. Los equipos utilizados para estas pruebas son calorímetros o termobalanzas equipados con hornos capaces de alcanzar temperaturas de hasta 1600 °C, y tasas de calentamiento que varían desde fracciones de grado hasta 100°C/min, se utilizan crisoles de diferentes materiales dependiendo de la atmosfera, la transferencia de calor y el límite de temperatura. A través de la curva TGA es posible determinar las propiedades físicas y químicas de las muestras en función de la temperatura. (Pérez, 2011, p.20-21).

#### 2.2.24.6. *Desorción de NH<sub>3</sub> a temperatura programada (TPD)*

Es utilizado con frecuencia para evaluar los centros ácidos presentes en los catalizadores. Se llevan a cabo mediante quimisorción de una mezcla gaseosa de NH<sub>3</sub>/He y se pueden realizar a diferentes temperaturas de adsorción, siendo las más usuales 60, 120 y 180 °C. Mediante este tipo de análisis, se obtiene información sobre la fortaleza ácida, la acidez superficial y distribución de la fuerza de los centros activos (Labte, 2021).

#### 2.2.24.7. *Reducción a temperatura programada (TPR)*

Es usado para la caracterización de óxidos metálicos, óxidos mixtos metálicos y óxidos metálicos dispersados en un soporte. Se llevan a cabo mediante reducción con una mezcla gaseosa de H<sub>2</sub>/Ar y se pueden realizar a distintos intervalos de temperatura en función de la temperatura de reducción del metal a analizar. Este tipo de análisis permite obtener información sobre el número y tipo de especies reducibles presentes en el catalizador, la temperatura de reducción de las mismas, obtención de cinéticas de reducción e interacciones metal-soporte (Labte, 2021).

## CAPÍTULO III

### 3. MARCO METODOLÓGICO

#### 3.1. Enfoque de la investigación

La presente investigación es de tipo cuantitativa, ya que está basado en el positivismo lógico que intenta encontrar leyes que expliquen la realidad con la ayuda de datos medibles y cuantificables. La presente investigación estará sujeta a este método, debido a que se analizarán datos cuantitativos que se obtendrán del proceso de manipulación de variables durante la síntesis de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> efectuadas en el laboratorio, en donde los datos obtenidos serán analizados estadísticamente para poder aprobar o no la hipótesis de investigación.

#### 3.2. Nivel de investigación

Centrándonos en nuestra investigación, el nivel es de tipo Explicativa ya que pretende explicar la razón de estudio, estableciendo las relaciones causa-efecto; es decir busca entender el problema de manera eficiente para dar razones por la cual se lleva a cabo la síntesis de catalizadores y el motivo del posterior uso que se le puede dar en la pirolisis catalítica.

#### 3.3. Diseño de investigación

##### 3.3.1. *Según la manipulación o no de la variable independiente*

Este estudio se realiza mediante un diseño experimental de tipo completamente al azar con una repetición, con el propósito de realizar comparaciones entre dos enfoques de tratamiento. En esta instancia, los tratamientos en cuestión involucran dos catalizadores que han sido sintetizados a través de dos métodos diferentes: impregnación y co-impregnación.

VARIABLES DEPENDIENTES:

- Área superficial (BET)
- Acidez

VARIABLES INDEPENDIENTES:

- Concentración
- Tipo de impregnación (impregnación y co-impregnación)

**Hipótesis de las variables:**

- Variable de respuesta: área superficial

$H_0$ : El promedio del área superficial del catalizador monometálico es igual al del catalizador bimetálico.

$H_1$ : El promedio del área superficial del catalizador monometálico es diferente al promedio del catalizador bimetálico.

- Variable de respuesta: acidez

$H_0$ : El promedio de la acidez del catalizador monometálico es igual al promedio del catalizador bimetálico.

$H_1$ : El promedio de la acidez del catalizador monometálico es diferente al promedio del catalizador bimetálico.

Para este enfoque experimental conocido como diseño completamente al azar, las ejecuciones se desarrollarán de manera aleatoria. Para este tipo de diseño se emplea un análisis de ANOVA, que se refiere a un análisis de varianza. La meta de este análisis en la investigación consiste en determinar si existe o no efectos en los tratamientos, examinando las variabilidades atribuibles a los tratamientos y a los errores.

Para establecer un efecto en el tratamiento, es necesario que la variabilidad causada por los tratamientos sea mayor que la variabilidad del error, concluyendo que hay efecto en el tratamiento. Se pretende demostrar la hipótesis de los tratamientos con respecto a la variable de respuesta como se evidencia en la ecuación 1-3 (Gutiérrez & Salazar, 2016, p.62-82).

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 \quad \mu_k = \mu$$

$$H_A: \mu_i \neq \mu_j \text{ Para algún } i \neq j$$

Ecuación 1-3

**Tabla 1-3:** Tabla ANOVA para el diseño completamente al azar

| Fuente de variabilidad | Suma de cuadrados (SC)   | Grados de libertad | Cuadrado medio (CM)                   | Estadístico de prueba    | Significancia observada |
|------------------------|--|--------------------|---------------------------------------|--------------------------|-------------------------|
| Tratamientos           | $SC_{TRAT} = \sum_{i=1}^K \frac{Y_i^2}{n_i} - \frac{Y_{..}^2}{N}$    | $K - 1$            | $CM_{TRAT} = \frac{SC_{TRAT}}{K - 1}$ | $\frac{CM_{TRAT}}{CM_E}$ | $P(F > F_0)$            |
| Error                  | $SC_E = SC_T - SC_{TRAT}$  | $N - K$            | $CM_E = \frac{SC_E}{N - K}$           |                          |                         |
| Total                  | $SC_T = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} Y_{ij}^2 - \frac{Y_{..}^2}{N}$ | $N - 1$            |                                       |                          |                         |

Fuente: (Gutiérrez & Salazar, 2016, p.62-82).

Realizado por: Jerez, Katty., Bermeo, Soraya., 2023

### **3.3.2. Según las intervenciones en el trabajo de campo**

La síntesis de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fueron realizados a nivel de laboratorio mediante los métodos de impregnación y co-impregnación, respectivamente, para las cuales se efectuó una comparativa entre los tratamientos. En este proceso, cada catalizador se considera como una variable independiente. El objetivo es evaluar que catalizador entre los dos sintetizados exhibe mejores características cuando se introducen metales, específicamente níquel en el caso del catalizador monometálico y níquel y zinc en el bimetálico. Además, se realizarán caracterizaciones fisicoquímicas, como la superficie específica BET y la acidez, las cuales actúan como variables dependientes, mismas con las que se evaluará el impacto de los catalizadores. No obstante, se aplicarán técnicas adicionales de caracterización para reforzar y validar los resultados obtenidos.

### **3.4. Tipo de estudio**

La metodología de investigación que se está utilizando es de enfoque cuantitativo, ya que se analizarán datos numéricos de manera estadística mediante la manipulación de variables. El objeto de estudio es la sinterización de catalizadores monometálicos y bimetálicos de níquel y zinc en un soporte catalítico de alúmina. Además, se trata de una investigación de tipo explicativa, puesto que se busca comprobar la efectividad del método de impregnación Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y co-impregnación Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. La manipulación de las variables es experimental, ya que se manejarán las variables independientes con respecto a la variable de respuesta para determinar que los catalizadores posean las mejores características tanto químicas como físicas. El estudio se realizará en un laboratorio, utilizando el equipo y los reactivos adecuados para sintetizar los catalizadores y a la vez se controlarán las condiciones del proceso. En cuanto al tipo de inferencia, se utiliza el método deductivo ya que se busca comprobar la premisa de la obtención de los catalizadores monometálicos Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y bimetálicos Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Por último, se trata de una investigación transversal, ya que pretende observar y analizar los datos de las variables recogidas a lo largo del tiempo en una población y muestra concretas.

### **3.5. Población y planificación, selección y cálculo del tamaño de la muestra**

La población de estudio de la investigación es el soporte catalítico empleado para la síntesis de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> que es la alúmina. La sinterización de los catalizadores se llevará a cabo en la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, ubicado en la Panamericana Sur km 1 1/2, Riobamba – Ecuador, 1°39'29"S 78°40'35"O, exactamente en los laboratorios de

la facultad de Ciencias. Para las caracterizaciones fisicoquímicas BET y acidez serán analizadas en la Universidad Central en Quito-Ecuador.

El tamaño de la muestra es finito, usando 15 g de alúmina tanto para el catalizador monometálico como para el bimetálico. La recolección de datos será mediante la observación y análisis de las caracterizaciones espectroscópica de los catalizadores que serán necesarios en la investigación.

### **3.6. Métodos, técnicas e instrumentos de investigación**

Para el desarrollo experimental de esta investigación, se lo realiza por el método de impregnación y co-impregnación de metales Ni-Zn en un soporte catalítico de tipo  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , sintetizando así dos catalizadores Ni/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  (método de impregnación) y Ni-Zn/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  (método de co-impregnación).

El presente Trabajo de Investigación se desarrolló en tres fases, las cuales consisten en:

**Fase 1:** Síntesis del catalizador monometálico (Ni/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) por impregnación.

- Colocar 15g de alúmina (soporte catalítico) en un crisol y calcinar en la mufla a una temperatura de  $600^\circ\text{C}$  durante 6 horas. Dejar enfriar en un desecador.
- Preparar las soluciones:
  - Nitrato de amonio pesando 2,4495 g  $\text{NH}_4(\text{NO}_3)$  y aforar en 100 ml con agua destilada.
  - Nitrato de níquel pesando 5.6025 g  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  y aforar en 100 ml con agua destilada.
- Incorporar la solución de nitrato de amonio al soporte catalítico con la ayuda del rotavapor durante una hora a una temperatura de  $58^\circ\text{C}$  con una velocidad de 80 rpm.
- Agregar la solución de nitrato de níquel a la mezcla en suspensión y agitar nuevamente durante una hora a las mismas condiciones.
- Terminada la impregnación filtrar al vacío toda la solución obtenida realizando varios lavados con agua destilada.
- El sólido resultante se debe colocar en un crisol y secar en la estufa a una temperatura de  $150^\circ\text{C}$  durante seis horas.
- Después calcinar en la mufla a una temperatura de  $500^\circ\text{C}$  por siete horas.

**Fase 2:** Síntesis del catalizador bimetálicos (Ni-Zn/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) por co-impregnación

- Colocar 15g de alúmina (soporte catalítico) en un crisol y calcinar en la mufla a una temperatura de  $600^\circ\text{C}$  durante 6 horas. Dejar enfriar en un desecador.
- Preparar las soluciones:

Nitrato de amonio pesando 2,4495 g  $\text{NH}_4(\text{NO}_3)$  y aforar en 100 ml con agua destilada.  
Nitrato de níquel pesando 5.6025 g  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  y aforar en 100 ml con agua destilada.

Nitrato de zinc pesando 5.6025 g  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  y aforar en 100 ml con agua destilada.

- Incorporar la solución de nitrato de amonio al soporte catalítico con la ayuda del rotavapor durante una hora a una temperatura de  $58^\circ\text{C}$  con una velocidad de 80 rpm.
- Agregar la solución de nitrato de níquel a la mezcla en suspensión y agitar nuevamente durante una hora a las mismas especificaciones.
- Adicionar la solución de nitrato de zinc a la mezcla obtenida y agitar durante una hora más en el rotavapor a iguales condiciones.
- Terminada la impregnación filtrar al vacío toda la solución obtenida realizando varios lavados con agua destilada.
- El sólido resultante se debe transvasar en un crisol y secar en la estufa a una temperatura de  $150^\circ\text{C}$  durante seis horas.
- Después calcinar en la mufla a una temperatura de  $500^\circ\text{C}$  por siete horas.

**Fase 3:** Caracterización fisicoquímica de los catalizadores monometálicos y bimetálicos sintetizados.

- Caracterización BET
- Caracterización SEM
- Caracterización FTIR
- Caracterización TGA
- Análisis de acidez (TPR-TPD)

### **Área Superficial BET**

Este método establece la correlación entre el área total del catalizador y la masa de la muestra medida, es decir, el área que es cubierta por un gramo de catalizador. El método de análisis BET se basa en el principio de adsorción física de un gas inerte generalmente nitrógeno. Este análisis es muy empleado debido a que, permite diferenciar entre la adsorción en una sola capa (monocapa) y la adsorción en multicapas y está fundamentado en la adsorción de gases en el sólido en multicapas a una temperatura cercana a la del punto de ebullición del gas, donde se define la cantidad de volumen de gas adsorbido de la monocapa (Escudero, 2017, p.19-20). Para esta caracterización se inicia con un secado a la muestra con un flujo de helio, después se coloca una corriente de 30% de nitrógeno en helio con un flujo de 20 ml/min, posteriormente se coloca la muestra en un baño de nitrógeno líquido con el objetivo de generar la absorción del nitrógeno,

una vez alcanzado el objetivo se procede a retirar para colocar en un baño de agua a temperatura ambiente, con la finalidad de generar la desorción de nitrógeno absorbido.

Finalmente, la ecuación BET permite el cálculo de la monocapa superficial que se forma sobre la partícula analizada por la adsorción de N<sub>2</sub>. Dicho esto, se ingresa el valor de la desorción de nitrógeno a la curva de calibración y mediante la ecuación de BET se calcula el área superficial y volumen de poro (Galarza, 2020, p.38).

$$S = \frac{V_m \times AN}{M}$$

Ecuación 2-3

Donde:

A= Número de avogadro

M= Volumen molar del gas

N= Área ocupada por cada molécula de Nitrógeno adsorbida (0,162 nm<sup>2</sup>)

V<sub>m</sub>= Volumen del gas adsorbido en la monocapa

### **Microscopia de barrido electrónico SEM**

Previo al análisis de la muestra en el microscopio electrónico de barrido (SEM), se llevó a cabo la metalización de los catalizadores utilizando un pulverizador catódico Desk-V. En este proceso, se aplicó una fina capa de oro sobre los catalizadores. En este pulverizador, los iones se aceleraron hacia el catalizador, lo que resultó en la expulsión de átomos que se depositaron en la superficie de la muestra, convirtiéndola en conductora y lista para su análisis en el SEM. Una vez preparada la muestra, se colocó en un porta muestras tipo disco junto con los pellets de los catalizadores, que fueron preparados utilizando una cinta conductora de carbono. Luego, se introdujo en el cañón de electrones ubicado en la parte superior de la columna del microscopio, donde se generaron electrones libres mediante emisión termoiónica. Las imágenes se formaron mediante el paso del haz de electrones a través de la muestra utilizando bobinas de desviación dentro de la lente del objetivo, con una resolución seleccionada de 5 μm. Posteriormente, se realizó la espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDS) para determinar de manera semicuantitativa el porcentaje de composición elemental de los catalizadores sintetizados. Para este análisis se utilizó un equipo de SEM modelo JEOL JSM-IT100 (Cheney, 2012, p.3-6).

### **Espectroscopia infrarroja IR**

Esta caracterización fue llevada a cabo utilizando un espectrofotómetro infrarrojo de marca JASCO modelo FT/IR-100, análisis para el cual se necesitaba que la muestra se encontrara en polvo, por tal razón, primero se procedió a triturar los catalizadores que se encontraban en pellets,

para luego situar una pequeña cantidad de la muestra obtenida sobre el portamuestra. Una vez colocada la muestra en el equipo, un haz de luz infrarroja va a incidir sobre la misma, dando como resultado un barrido a una longitud de onda de  $4000\text{ cm}^{-1}$ , para luego pasar por un detector y finalmente a un CPU, en donde se ilustra el espectro IR. Este procedimiento se repite con el catalizador bimetálico (Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

### **Desorción de H<sub>2</sub> a temperatura programada TPD**

El método TPD se fundamenta en la adsorción química de un gas en un material sólido, seguida de su desorción mediante un incremento gradual de la temperatura. Los experimentos de desorción a temperatura programada se llevaron a cabo utilizando un equipo Micromeritics modelo AutoChem II, equipado con un detector de conductividad térmica. Las muestras de Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/ Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se prepararon secando su superficie con una corriente de helio a un flujo de 10-20 mL/min durante un período de treinta minutos. Posteriormente, se inyectó argón para determinar la cantidad de hidrógeno liberado a una temperatura de 500-600°C, utilizando una velocidad de calentamiento de 10°C/min. Durante estos experimentos, se obtuvieron datos relacionados con la saturación, desorción y reducción a distintas temperaturas (Rosales et al. 2018, p.30).

### **Desorción de NH<sub>3</sub> a temperatura programada TPD**

Con el propósito de determinar la cantidad y la distribución de fuerzas de los sitios ácidos en los catalizadores, se empleó la técnica de desorción a temperatura programada de amoníaco. La acidez total de los catalizadores se evaluó utilizando un sistema automatizado Micromeritic Autochem II 2920. Los resultados muestran los perfiles de desorción de amoníaco en una corriente de helio de 60 mL/min y con una velocidad de calentamiento de 10°C/min. Para determinar la presencia de amoníaco, se cuantificó el área bajo el pico correspondiente, tal como se observa en las gráficas obtenidas (Vignatti, 2010, p.99-100).

### **Reducción a temperatura programada TPR**

La técnica de reducción a temperatura programada (TPR, por sus siglas en inglés) se utiliza para la caracterización de óxidos y permite obtener señales de H<sub>2</sub> en función de la temperatura. Estas señales corresponden a las especies reducidas, es decir, los óxidos. En este estudio, se llevó a cabo la reducción utilizando una mezcla gaseosa de H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> a una temperatura de 500-600°C, con una tasa de calentamiento de 10°C/min para eliminar la humedad en un equipo de quimisorción Micromeritics Autochem II 2920. Este análisis nos proporcionó información sobre el número y

tipo de especies reducibles presentes en el catalizador, así como la temperatura de reducción de dichas especies (Fetsis, 2017, p.1-2).

### **Equipos, Materiales y Reactivos de la experimentación.**

#### **Equipos:**

Los equipos utilizados en la síntesis de los catalizadores monometálicos Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y bimetálicos Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> son; mufla, desecador, estufa de secado, rotavapor de marca BIOBASE modelo GM-1.0P, bomba al vacío de marca ROCKER modelo 420, balanza analítica RADWAG modelo A3 220.R2. Para la caracterización de los catalizadores se utilizó un espectrofotómetro infrarrojo JASCO modelo FT/IR-100 y un microscopio de barrido electrónico de marca JEOL modelo JSM-IT100.

#### **Materiales:**

Crisoles, kitasato, embudo buchner, pinzas, varillas de agitación, vasos de precipitación, vidrio reloj, espátula, balones de aforo y papel filtro.

#### **Reactivos:**

Gamma alúmina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), Nitrato de Amonio (NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>), Nitrato de Níquel Hexahidratado (II) (Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O), Nitrato de Zinc Hexahidratado (II) (Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O) y Agua destilada.

## CAPITULO IV

### 4. MARCO DE ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

#### 4.1. Caracterización por microscopía de barrido electrónico (SEM-EDS) de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

A continuación, se presentarán los resultados obtenidos a partir de la caracterización por microscopia electrónica de barrido SEM-EDS de los catalizadores monometálicos (Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) y bimetalicos (Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), sintetizados por el método de impregnación y co-impregnación respectivamente. Cabe recalcar que dicha caracterización nos permite constatar la presencia de los metales seleccionados en los catalizadores sintetizados, gracias a la emisión de un barrido de haz de electrones sobre la muestra a analizar, los cuales interaccionan con la misma produciendo diferentes tipos de señales que son recogidas por detectores. Finalmente, la información obtenida en los detectores es transformada para dar lugar a una imagen de alta definición de la topografía de la superficie de nuestra muestra. Con estos datos somos capaces de obtener información superficial de textura, composición, forma y topografía (Clavijo, 2013, p.134-136).

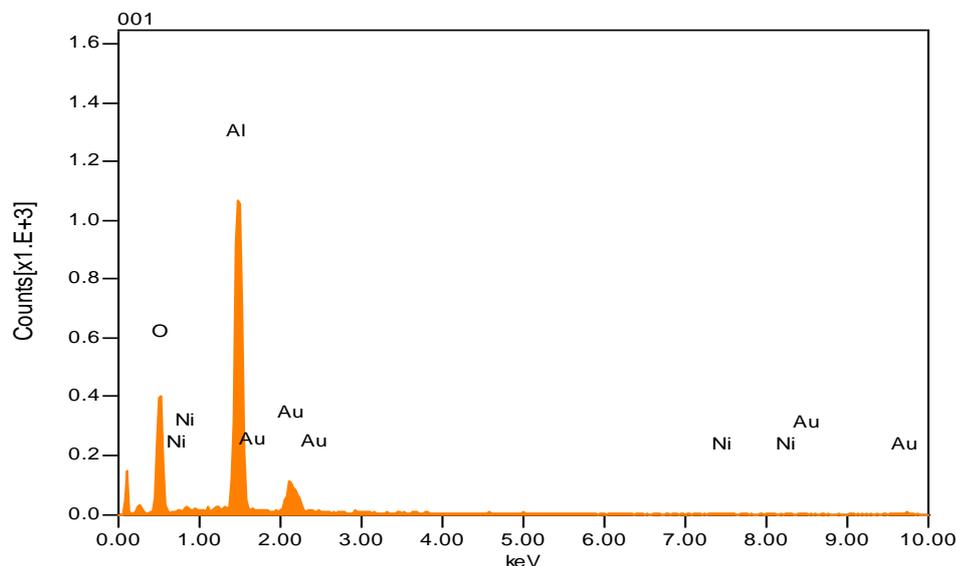
Para esta caracterización las muestras se hicieron conductoras realizando una metalización de su superficie con Au.

**Tabla 2-4:** Composición química de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> por EDS

| Catalizador                          | %C    | %O    | %Al   | %Ni  | %Zn  | %Au  | Al/O  |
|--------------------------------------|-------|-------|-------|------|------|------|-------|
| Ni/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>    | 11.45 | 67    | 61.21 | 2.51 | -    | 0.95 | 0.914 |
| Ni-Zn/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 11.03 | 66.11 | 59.36 | 1.28 | 1.46 | 0.91 | 0.898 |

Fuente: ESPOCH, 2023.

Realizado por: Bermeo, Rina & Jerez, Katty., 2023

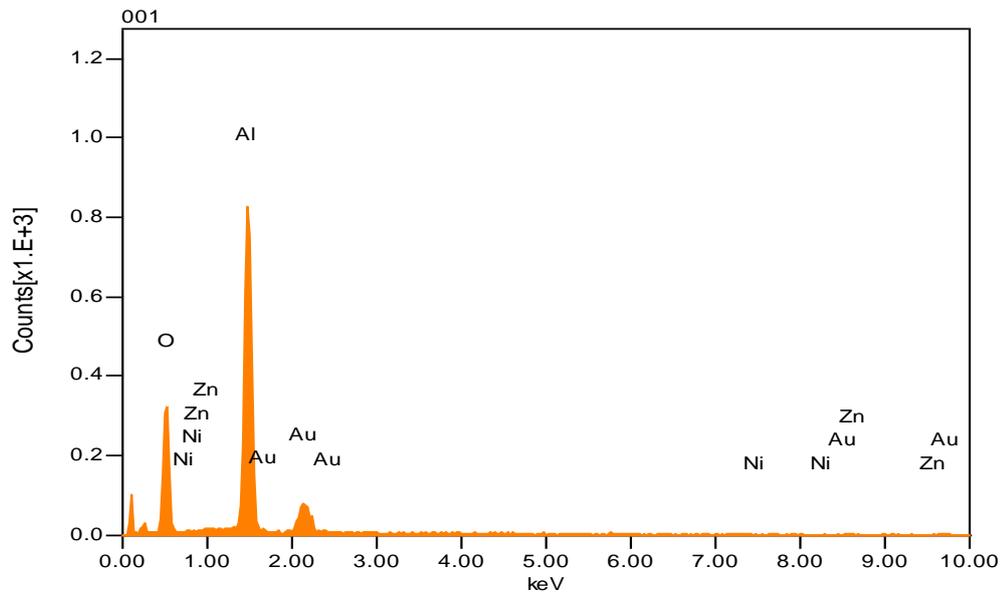


**Ilustración 1:** Espectro EDS del catalizador Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; voltaje de 15.00 kV con una magnificación de x80 a 200 um.

**Realizado por:** Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023

En la ilustración 1 podemos apreciar el espectro EDS del catalizador monometálico (Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) en el cual nos indica la presencia de O, Al, Ni y Au. Es importante destacar que la cantidad de metal (Ni) presente en el catalizador es ínfima, esto puede deberse a varios factores, como por ejemplo: la naturaleza del soporte, la concentración del soluto, que vendría a ser una sal del metal que se busca impregnar, que en este caso se utilizó el nitrato de níquel, el efecto de la solución impregnante, que vendría a ser el nitrato de amonio, el cual aparentemente se adsorbe más fuertemente que el soluto sobre la superficie del soporte lo que posibilita una distribución uniforme del metal y el tiempo de contacto entre estas y el soporte poroso (Clavijo, 2013, p.138-140). Así también con los datos porcentuales, se pudo determinar la relación aluminio/oxígeno en el catalizador monometálico, dándonos como resultado el valor de 0.914%.

En la tabla 2-4, se muestran los datos porcentuales de la composición química de los catalizadores monometálicos y bimetálicos sintetizados durante la investigación. Como se puede constatar en dicha tabla, la cantidad de níquel impregnada en el catalizador bimetálico es menor a la cantidad que se impregno en el catalizador monometálico, esto puede deberse a diversas interacciones químicas y propiedades de los metales, así como a las condiciones experimentales utilizadas en el proceso de impregnación. También puede deberse a la presencia del segundo metal (Zn) lo que significaría que existen lugares ocupados por el metal zinc, impidiendo así que el níquel se impregne en mayor cantidad.



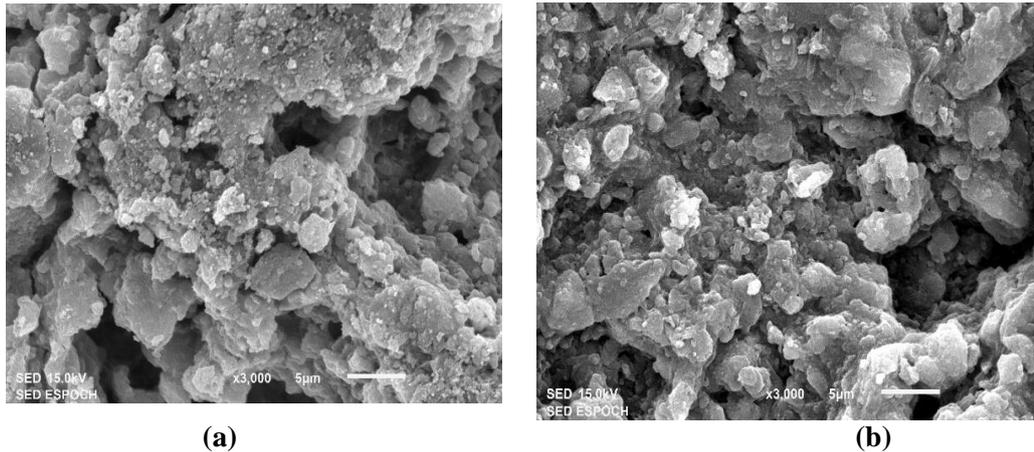
**Ilustración 2:** Espectro EDS del catalizador Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; voltaje de 15.00 kV con una magnificación de x100 a 100 um.

**Realizado por:** Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023

En la ilustración 2, podemos apreciar el espectro EDS del catalizador bimetalico (Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) en el cual se aprecia la presencia de O, Al, Au, Ni y Zn. Con los datos porcentuales, se pudo determinar una relación Aluminio/Oxígeno de 0.898%.

Como podemos observar en la tabla 2-4, la impregnación del Zn es más eficiente ya que se encuentra con un porcentaje ligeramente mayor en comparación con el Ni, esto se debe a que según un estudio publicado por (Murali & Sarma, 2014, p.128-131), el zinc posee una alta energía de adsorción en la superficie de la alúmina. Además, la alúmina tiene una estructura cristalina que puede alojar iones zinc en sus cavidades, lo que permite que se impregne mejor en la alúmina.

Por otro lado, el níquel no tiene gran afinidad a la alúmina en comparación con el zinc, debido a su baja electronegatividad y tamaños atómicos diferentes, pues el zinc posee un radio atómico de 139 picómetros (pm), mientras que el níquel tiene un radio atómico de 163 pm. Así también, es importante recalcar que en términos de compacidad de la estructura cristalina, el zinc es más compacto que el níquel (Cotton et al. 1999).

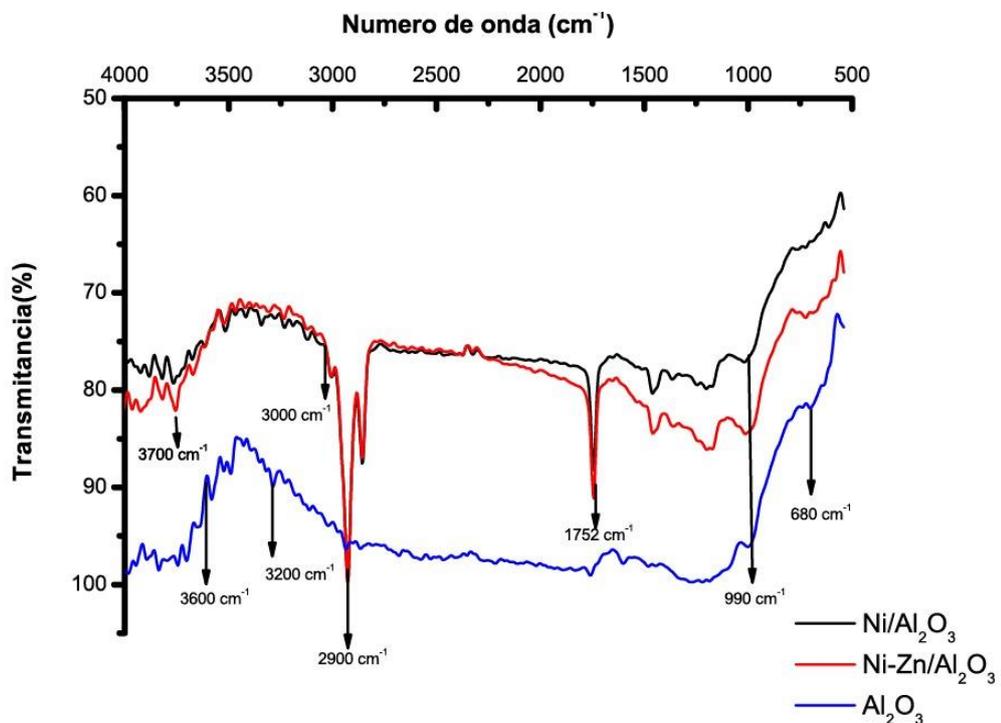


**Ilustración 3:** Micrografía de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> por SEM.

**Realizado por:** Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023

En la ilustración 3, se aprecian las micrografías de los catalizadores monometálico Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y bimetálico Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, se analizaron tres zonas donde se pudo detectar la composición porcentual química en la superficie de los catalizadores que se encuentran descritas en la tabla 2-4. También se puede observar en la ilustración 3 (b) una mayor distribución de los metales sobre la superficie porosa.

#### 4.2. Caracterización FTIR del catalizador monometálico Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y bimetálico Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



**Ilustración 4:** Espectro infrarrojo de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y  $\gamma$ -alúmina

**Realizado por:** Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023

El análisis FTIR nos proporciona información sobre los grupos funcionales superficiales y los enlaces químicos asociados a las partículas metálicas y al material de soporte, lo que ayuda a comprender las propiedades superficiales y el comportamiento catalítico de los catalizadores (Huang et al., 2022).

Los picos prominentes de 3700 a 3000  $\text{cm}^{-1}$  se producen debido al enlace de hidrógeno entre los diversos grupos hidroxilo del producto, con un valor de transmitancia de alrededor del 55-65%. Por otro lado, los picos en el rango de 550 a 1100  $\text{cm}^{-1}$  confirmaron la formación de la fase  $\gamma$  de la alúmina (M-O) con un valor de transmitancia de alrededor del 60-80%. Del mismo modo se puede observar picos en cercano a 550  $\text{cm}^{-1}$  y 990  $\text{cm}^{-1}$  para Ni/  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , en cuanto al catalizador Ni-Zn/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  se nota picos adicionales o cambios en las intensidades de los picos, lo que indica la presencia de partículas metálicas de níquel y zinc en la superficie del catalizador (Hosseini et al., 2011).

Los picos de 880, 795 y 630  $\text{cm}^{-1}$  se atribuyen a las vibraciones de estiramiento asimétrico, estiramiento simétrico y flexión de los enlaces Al-O-Al, respectivamente. El pico de 680  $\text{cm}^{-1}$  confirmó la disposición hexagonal de  $\text{Al}^{3+}$ . Los otros picos en la región pueden deberse a impurezas presentes en la muestra o por la acción de ruido en la espectroscopía (Hosseini et al., 2011).

En la ilustración 4, se muestra los respectivos espectros FT-IR de los catalizadores sintetizados en la cual se identifica la presencia de ciertas bandas de absorción que van desde 4003,497  $\text{cm}^{-1}$  hasta 539,970  $\text{cm}^{-1}$ . Al comparar ambos catalizadores se puede identificar la diferencia en la química superficial, en donde se observa la presencia nuevos picos o cambios en las intensidades en el catalizador bimetálico, la aparición de estos picos proporciona información sobre la naturaleza y la fuerza de las interacciones metal-metal, los cuales pueden afectar al rendimiento catalítico del catalizador. La presencia de los metales (Ni y Zn) puede perturbar la estructura ordenada de la alúmina y crear diferentes tipos de interacciones, como enlaces metal-soporte y metal-metal. Estas interacciones pueden llevar a una ampliación de los picos en el espectro FTIR, ya que hay contribuciones adicionales a las vibraciones moleculares. Al contrastar dichos picos con la gamma alúmina de manera específica en el pico de los enlaces O-H tiene un numero de onda más pequeño debido a que la gamma alúmina tiende a tener una mayor cristalinidad y una estructura más homogénea, lo que reduce la cantidad de interacciones en el espectro FTIR esto resulta que los picos sean más estrechos y definidos en el espectro. Por otro lado, se nota que la transmitancia es mayor en la  $\gamma$  alúmina puesto que los catalizadores sintetizados poseen en su superficie especies adsorbidas estas interactúan con la radiación infrarroja lo que afecta su transmitancia (Huang et al. 2022).

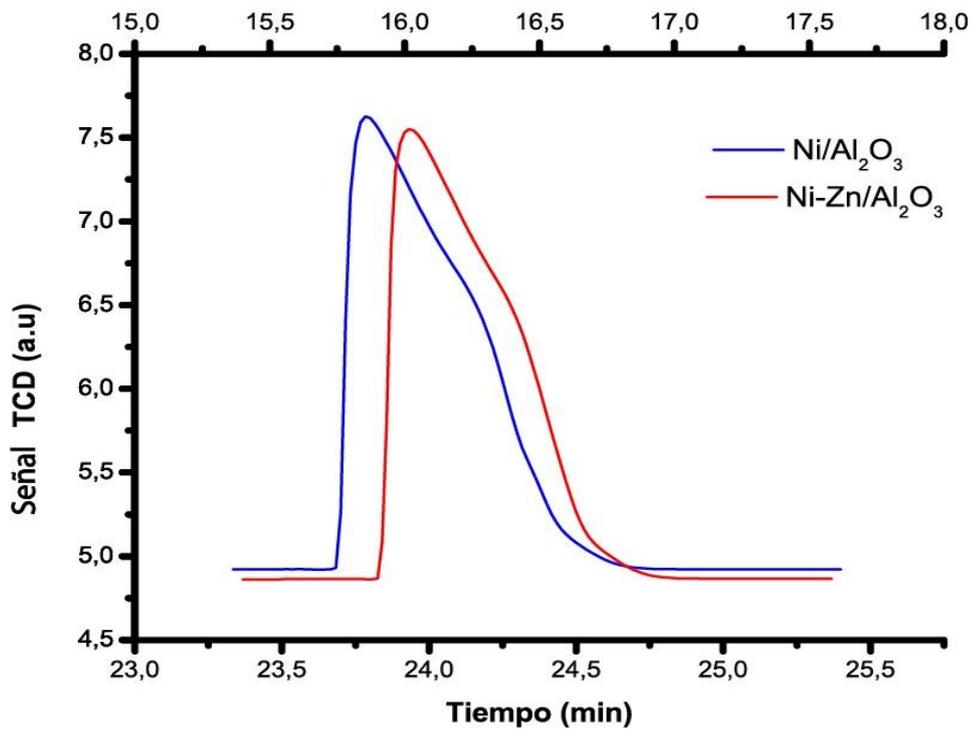
**Tabla 3-4:** Datos de longitud de onda y % de transmitancia de los catalizadores monometálico Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, bimetálico Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y  $\gamma$ -alúmina.

| Número de onda cm <sup>-1</sup> | % Transmitancia del catalizador monometálico | % Transmitancia del catalizador bimetálico | % Transmitancia de la alúmina |
|---------------------------------|--|--|-------------------------------|
| 3999.640                        | 77.329                                       | 81.484                                     | 98,177                        |
| 2973.696                        | 80.313                                       | 79.753                                     | 94,1475                       |
| 1643.053                        | 76.516                                       | 78.838                                     | 96,395                        |
| 539.970                         | 61.404                                       | 67.927                                     | 73,185                        |

Fuente: ESPOCH, 2023.

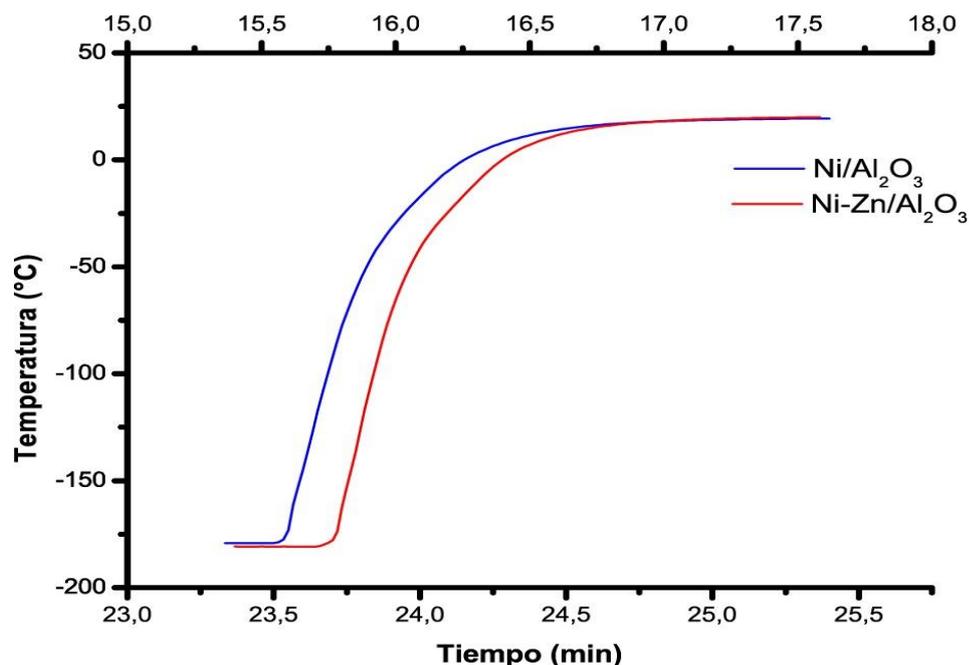
Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023

#### 4.3. Caracterización del área superficial por la técnica BET de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



**Ilustración 5:** Perfiles BET de señal TCD vs Tiempo de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 202



**Ilustración 6:** Perfiles BET de Temperatura vs Tiempo de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023

**Tabla 4-4:** Área superficial y tamaño de poro de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> por análisis BET

| Catalizador                          | Área Superficial (m <sup>2</sup> /g) | Tamaño del poro (m <sup>3</sup> /g) |
|--------------------------------------|--------------------------------------|-------------------------------------|
| Ni/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>    | 197.4558                             | 0.0991                              |
| Ni-Zn/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 212.7404                             | 0.1068                              |

Fuente: ESPOCH, 2023

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023

Como se observa en la tabla 4-4, se muestran los valores del área superficial y el tamaño del poro en donde los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> evidencian áreas superficiales específicas elevadas debido a la presencia de las nanopartículas metálicas en la superficie del material de soporte. Según (Tamayo & Cortón, 1990), el área superficial para una alúmina activada toma valores de 175-200 m<sup>2</sup>/g con un volumen de poro aproximadamente de 0.39 cm<sup>3</sup>/g. En el caso de los catalizadores monometálicos de níquel sobre alúmina, se ha reportado un rango de área superficial de alrededor de 100-200 m<sup>2</sup>/g. Sin embargo, un estudio realizado por (Ali & Asaoka, 2009, p.14), reportó un rango de alrededor de 200-360 m<sup>2</sup>/g para el catalizador bimetalico de alúmina preparado por co-impregnación.

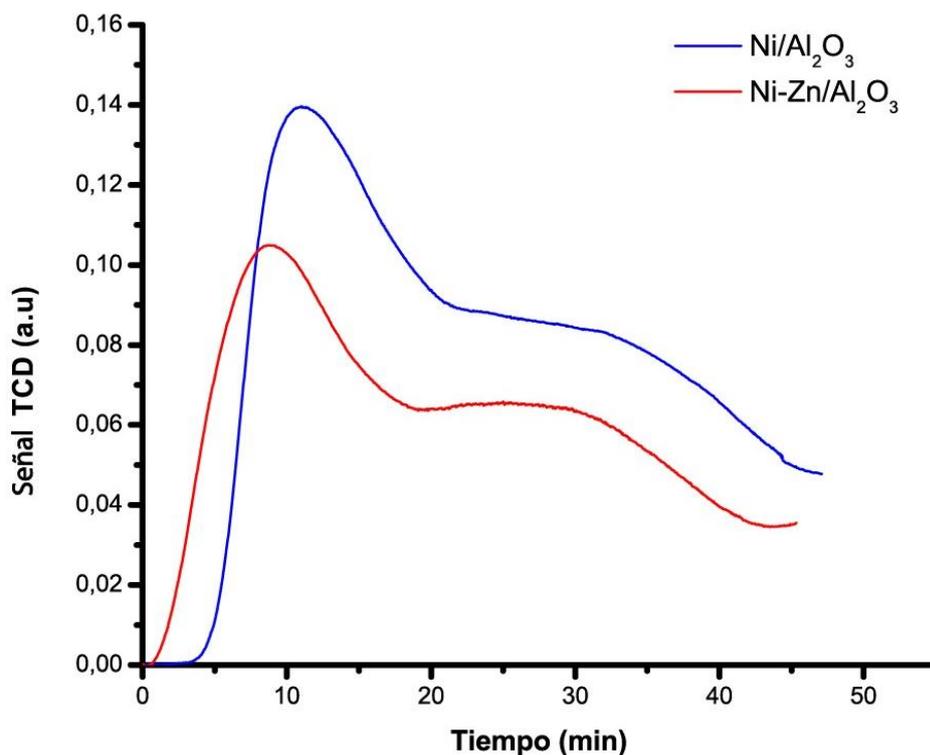
Al contrastar el área superficial de los dos tipos de catalizadores preparados se puede observar que el catalizador monometálico tiene un valor menor (197.4558 m<sup>2</sup>/g) en comparación del área

del catalizador bimetálico ( $212.7404 \text{ m}^2/\text{g}$ ) esto puede deberse a la reducción de la porosidad debido a la ruptura de las cavidades de los poros lo que puede disminuir el área superficial de la alúmina, lo que a su vez puede afectar su capacidad para adsorber moléculas y reaccionar químicamente con otras sustancias. Además, la reducción de la porosidad puede deberse a la formación de aglomerados de partículas metálicas, lo que también puede contribuir a la disminución del área superficial (Saud et al., 2018, p.10). Con respecto al catalizador bimetálico, el análisis BET muestra que la adición de zinc aumenta la superficie específica del catalizador debido a la formación de partículas de ZnO, del mismo modo la adición de un segundo metal a la estructura del catalizador puede crear sitios adicionales de activación para la reacción catalítica. Esto se debe a que los metales pueden interactuar de diferentes maneras, formando nuevos sitios activos en la superficie del catalizador que no están presentes en el monometálico (Arandia et al., 2023, p.1-2).

El tamaño del poro es otro factor importante que puede afectar a la actividad catalítica. Un mayor tamaño del poro puede proporcionar un mayor acceso a los sitios activos del catalizador, permitiendo que las moléculas reactivas se difundan más fácilmente y mejorando la actividad catalítica. Sin embargo, también es importante señalar que otros factores, como la temperatura y el tiempo de calcinación, en donde el aumento de dichos elementos puede provocar una disminución de la superficie (Saud et al., 2018, p.12).

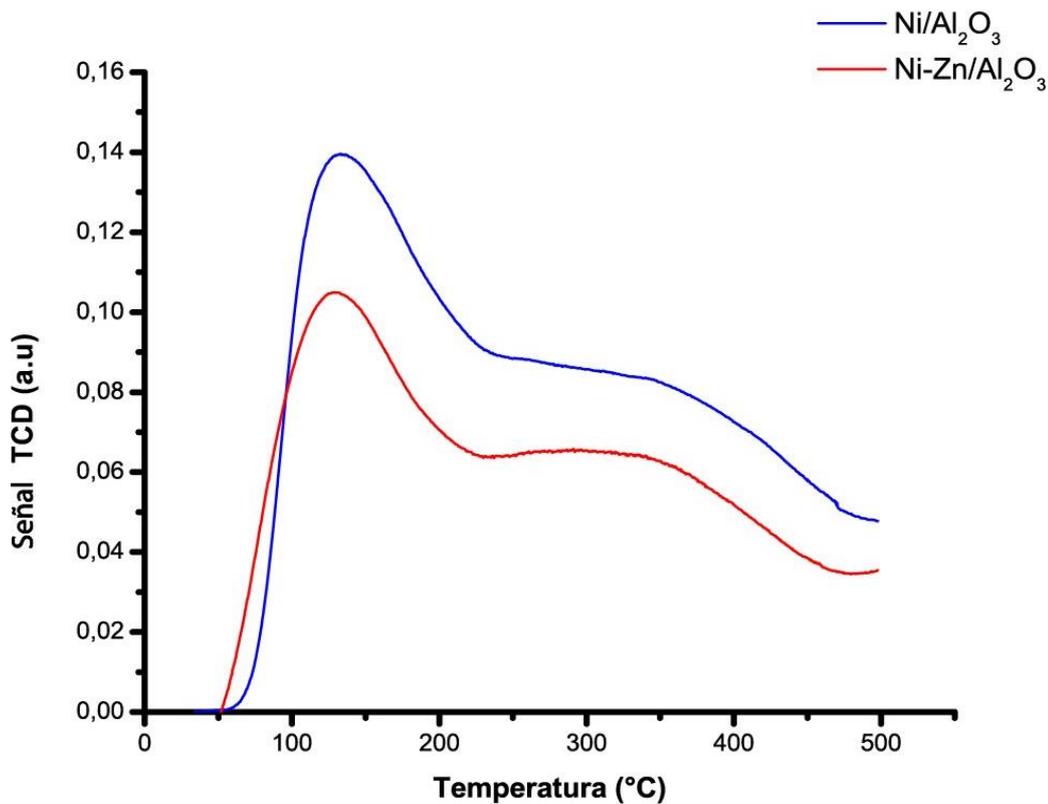
#### **4.4. Desorción a temperatura programada de amoníaco (TPD- $\text{NH}_3$ ) de los catalizadores Ni/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ y Ni-Zn/ $\text{Al}_2\text{O}_3$**

El análisis TPD- $\text{NH}_3$  (Temperature Programmed Desorption of  $\text{NH}_3$ ) es una técnica de caracterización usada para estudiar la acidez superficial de los catalizadores. En este tipo de análisis, se mide la cantidad de amoníaco desorbido a diferentes temperaturas, lo que proporciona información sobre la acidez y la densidad de los catalizadores. En particular, se utiliza para medir la cantidad y la fuerza de los sitios ácidos de una muestra (Isernia, 2021, p.4-8).



**Ilustración 7:** TPD-NH<sub>3</sub> de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> respecto al tiempo.

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023



**Ilustración 8:** TPD-NH<sub>3</sub> de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> respecto a la temperatura.

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023

En las ilustraciones 7 y 8 se pueden observar las gráficas pertenecientes al análisis TPD-NH<sub>3</sub> de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> con respecto al tiempo y a la temperatura respectivamente. Este análisis se realiza para evaluar la capacidad de estos catalizadores para eliminar el amoníaco de una corriente de gas. La técnica implica la adsorción de amoníaco en el catalizador a baja temperatura, seguida de un calentamiento gradual del catalizador mientras se monitorea la cantidad de amoníaco desprendido. Esto permite determinar la cantidad de sitios activos en el catalizador para la adsorción de amoníaco y la temperatura necesaria para descomponerlo. Dicho esto, podemos determinar que el catalizador monometálico necesita de una temperatura aproximada de 130°C para descomponer el amoníaco, mientras que el catalizador bimetalico necesita una temperatura igual a 127°C, con lo que podemos decir que este ultima tendrá una menor acidez en comparación con el catalizador monometálico que vendría a hacer el que tiene mayor acidez, información que se encuentra respaldado según los datos establecidos en la tabla 5-4, que nos indica que el catalizador monometálico presenta una acidez de 12.32 mmmol NH<sub>3</sub>/g, mientras que el catalizador bimetalico tiene una acidez de 9.98 mmmol NH<sub>3</sub>/g, esto debido a la presencia de los dos metales (Ni-Zn) impregnadas en el soporte catalítico (Unsuhay et al., 2016, p.494-496).

En análisis TPD-NH<sub>3</sub> puede ser útil para comprender la actividad catalítica de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y para optimizar las condiciones de reacción para una aplicación específica.

**Tabla 5-4:** Resultados del TPD-NH<sub>3</sub> de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

| Catalizador                          | TPD-NH <sub>3</sub><br>mmol NH <sub>3</sub> /g |
|--------------------------------------|--|
| Ni/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>    | 12.323   |
| Ni-Zn/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 9.977  |

Fuente: ESPOCH, 2023

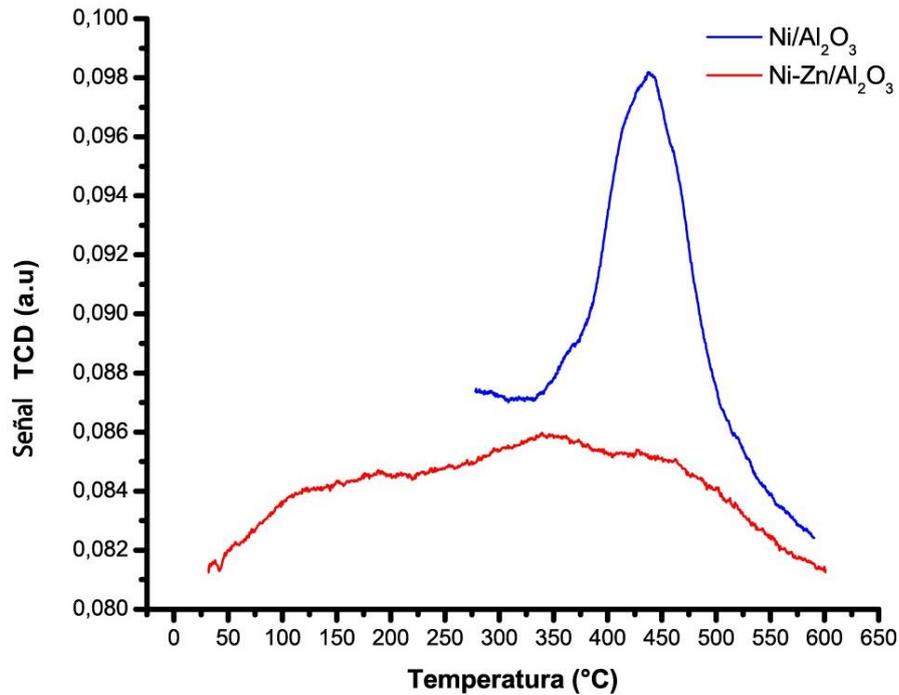
Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023

#### 4.5. Desorción de hidrógeno a temperatura programada (TPD-H<sub>2</sub>) de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

El TPD-H<sub>2</sub> (Temperature Programmed Reduction con H<sub>2</sub>) es una técnica experimental ampliamente utilizada en la caracterización de superficies sólidas, proporcionándonos información sobre la distribución de los sitios activos y las propiedades de adsorción y desorción de la superficie del material. Esta información es útil para entender cómo el material interactúa con los reactivos y cómo se puede mejorar su eficiencia catalítica (Hernandez & Choren 1983, p.58). En la presente investigación se utilizó esta técnica para caracterizar las superficies sólidas de los

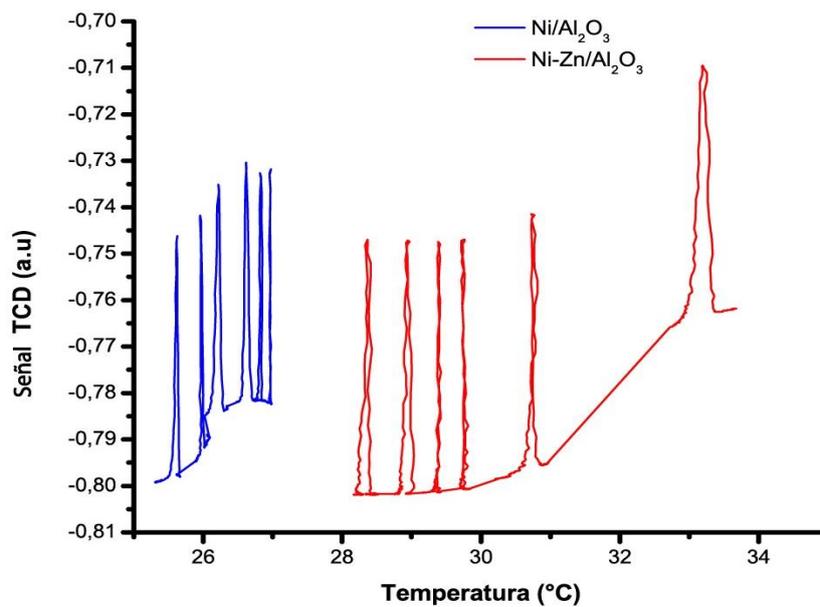
catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, preparadas por el método de impregnación y co-impregnación de los metales Ni y Zn en alúmina. Los análisis se efectuaron para los catalizadores antes mencionados, los cuales habían sido previamente saturados a temperatura ambiente con pulsos de hidrogeno.

A continuación, se muestran los diagramas TPD-H<sub>2</sub> para la reducción, saturación y desorción de los catalizadores monometálico y bimetálico.



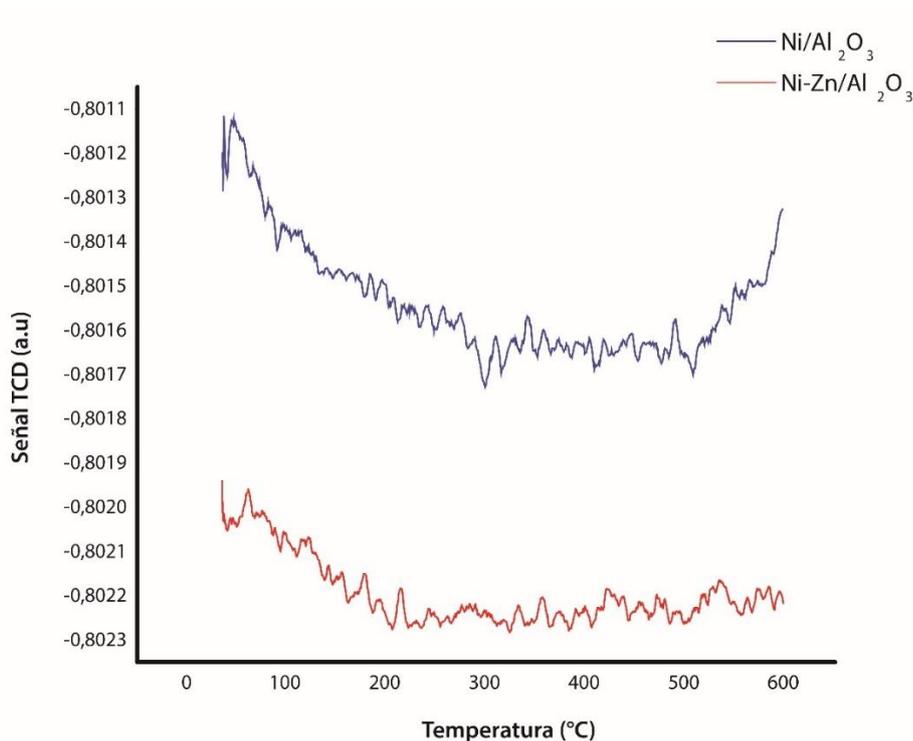
**Ilustración 9:** TPD-H<sub>2</sub> reducción de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023



**Ilustración 10:** TPD-H<sub>2</sub> saturación de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023



**Ilustración 11:** TPD-H<sub>2</sub> desorción de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023

**Tabla 6-4:** Resultados de TPD-H<sub>2</sub> de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

| Catalizador   | Picos                          |                |                                 |                |                                |                |
|---|--------------------------------|----------------|---------------------------------|----------------|--------------------------------|----------------|
|   | TPD-H <sub>2</sub> (reducción) |                | TPD-H <sub>2</sub> (saturación) |                | TPD-H <sub>2</sub> (desorción) |                |
|   | Temperatura<br>máx.            | Altura<br>máx. | Temperatura<br>máx.             | Altura<br>máx. | Temperatura<br>máx.            | Altura<br>máx. |
| Monometálico<br>Ni/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>   | 439 °C                         | 0.013          | 27 °C                           | 0.050          | ND                             | ND             |
| Bimetálico Ni-<br>Zn/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 339 °C                         | 0.005          | 33 °C                           | 0.054          | ND                             | ND             |

Fuente: ESPOCH, 2023

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023

Como se había mencionado en un principio, se realizó el análisis TPD-H<sub>2</sub> en los catalizadores sintetizados para lo cual primero se redujo con H<sub>2</sub> (TPR), luego se saturó con H<sub>2</sub> y a la vez se hicieron pulsos y luego se calentó el catalizador para desorber el H<sub>2</sub> que pudo haberse adsorbido. Teóricamente, lo que se adsorbe en los pulsos debe ser igual a lo que se desorbe en el TPD, sin embargo, como en los pulsos se adsorbió muy poco, en la desorción no se ve nada.

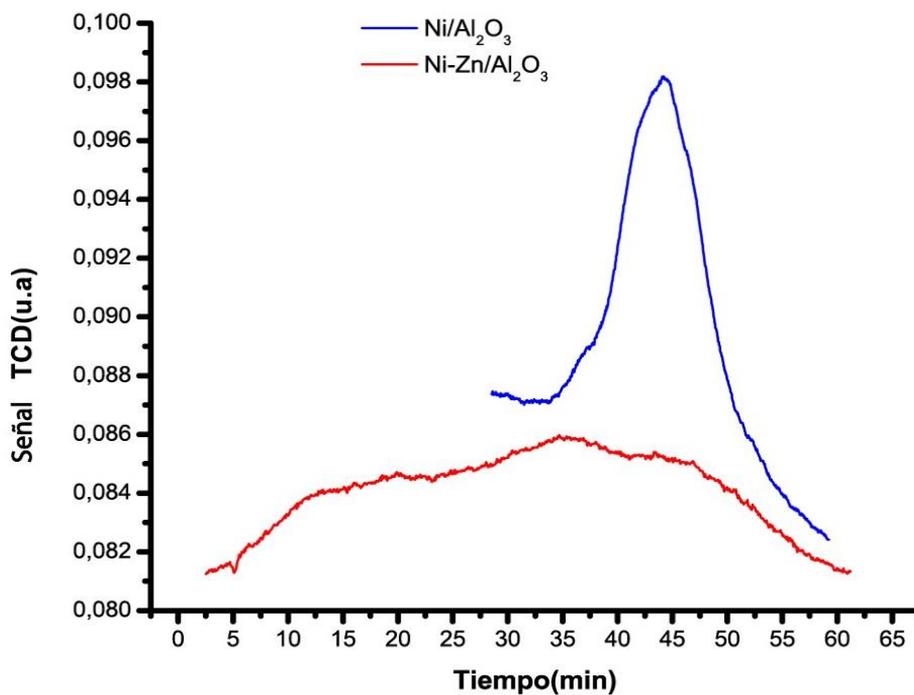
En la tabla 6-4 se denotan los valores correspondientes a las temperaturas máximas de reducción, saturación y desorción, al igual que las alturas máximas correspondientes a dichas temperaturas.

Al comparar los análisis TPD-H<sub>2</sub> con respecto a la reducción, podemos decir que la temperatura máxima de reducción se refiere a la temperatura a la que se produce la mayor desorción de hidrogeno durante la reducción de un catalizador, el cual según vemos en la tabla es menor en el caso del catalizador bimetalico, presentando una temperatura máxima de 339°C, en comparación con el monometalico para el cual la temperatura máxima es de 439°C. Dicha diferencia se puede deber a algunas posibles explicaciones como: la presencia del zinc en el catalizador y a su capacidad de actuar como promotor de la reducción, lo que significa que puede mejorar la capacidad del catalizador para reducir compuestos químicos. Otra razón puede deberse al tamaño y la distribución de los poros del soporte de alúmina, pues un soporte con una distribución uniforme de poros puede permitir una mayor penetración de hidrogeno en el catalizador lo que facilita la reducción a temperaturas más bajas (Hernandez & Choren, 1983, p.59-61). En cuanto al catalizador Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, podemos mencionar que la presencia de níquel, como componente activo tiene un impacto significativo en la temperatura máxima de reducción, ya que este metal se oxida fácilmente, lo que significa que reacciona con el oxígeno presente en el aire, dando lugar así al óxido de Ni, que es menos activo como catalizador que el metal níquel puro. Cuando se somete el catalizador Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a una corriente de hidrogeno, este reacciona con el NiO para formar níquel metálico. Esta reducción del NiO a metal de níquel es lo que se detecta en el análisis TPD-H<sub>2</sub>. Además, la alúmina tiene una alta capacidad de intercambio iónico, lo que permite que el Ni se mantenga en la superficie del catalizador y no se difunda hacia el interior del soporte. Todo lo anteriormente mencionado hace que el Ni presente en el catalizador monometalico sea altamente activo y reducible, lo que resulta en una temperatura máxima de reducción más alta en comparación con el catalizador bimetalico (Jerez, 2006, p.37-40).

El análisis TPD-H<sub>2</sub> con respecto a temperatura máxima de saturación se refiere a la temperatura a la cual se satura la superficie del catalizador con hidrógeno. En este punto, cualquier hidrógeno adicional que se introduzca en el catalizador no se adsorberá en la superficie y simplemente se desorberá. Un catalizador con una mayor área superficial tendrá una temperatura máxima de saturación más alta, lo que indica una mayor capacidad para adsorber hidrogeno, siendo así; se estableció que el catalizador bimetalico tiene un área superficial de 212.74 m<sup>2</sup>/g, y el monometalico 197.46 m<sup>2</sup>/g, razón por la cual la temperatura máxima de saturación es mayor en el catalizador bimetalico.

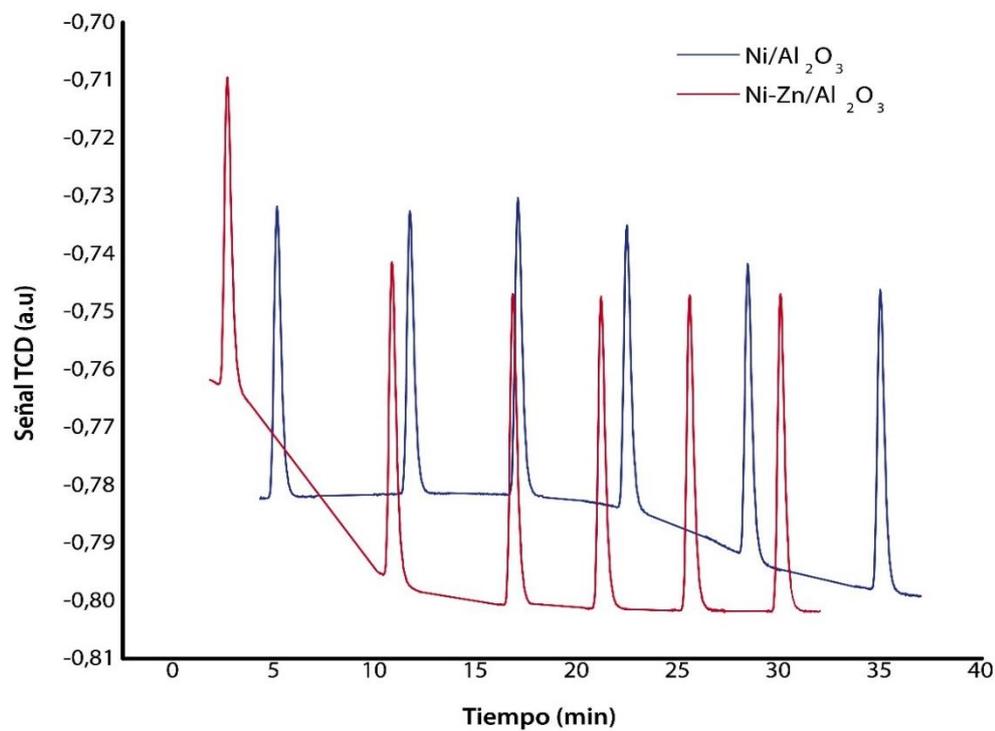
Finalmente, el análisis TPD-H<sub>2</sub> con respecto a la desorción no fue detectado, debido a que los catalizadores tienen una baja capacidad de adsorción de hidrogeno, lo que provoca una baja densidad de sitios activos en la superficie del catalizador. Por tal razón, la cantidad de hidrogeno adsorbido en la superficie del catalizador puede ser insuficiente para que se produzcan picos detectables en la desorción.

#### 4.6. Dispersión metálica y pulsos de quimisorción $H_2$ de los catalizadores $Ni/Al_2O_3$ y $Ni-Zn/Al_2O_3$



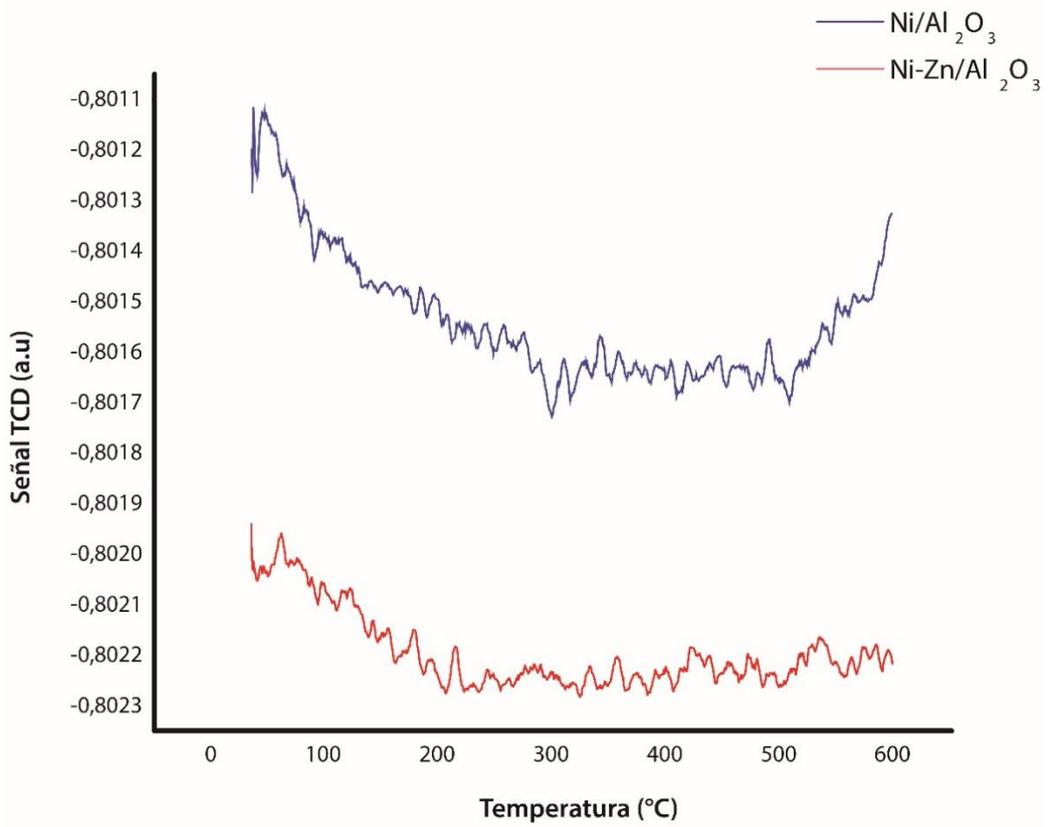
**Ilustración 12:** Pulsos de reducción de Quimisorción  $H_2$  de los catalizadores  $Ni/Al_2O_3$  y  $Ni-Zn/Al_2O_3$

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023



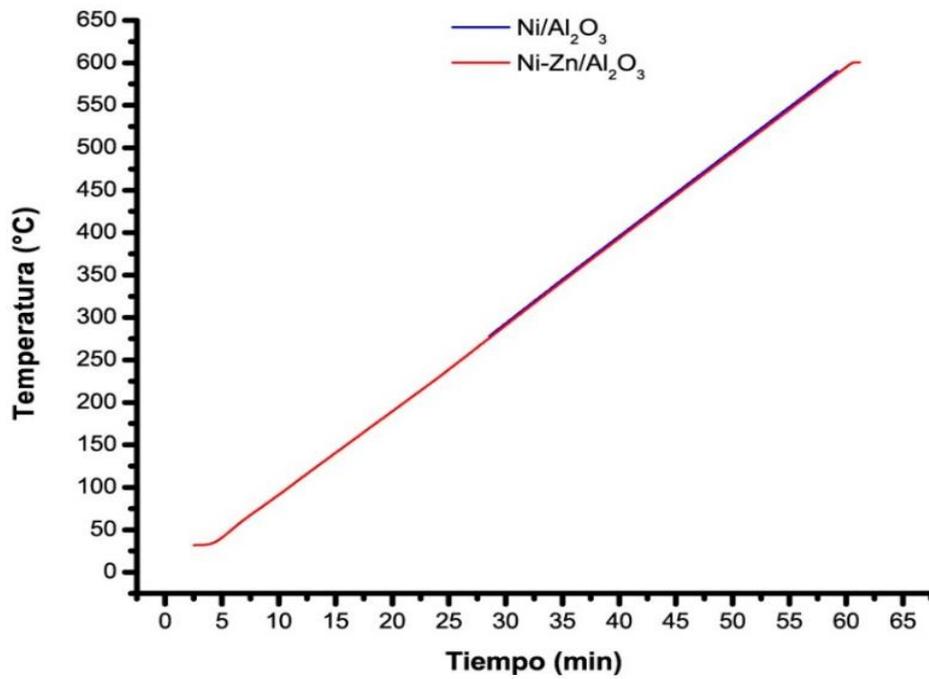
**Ilustración 13:** Pulsos de saturación de Quimisorción  $H_2$  de los catalizadores  $Ni/Al_2O_3$  y  $Ni-Zn/Al_2O_3$

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023



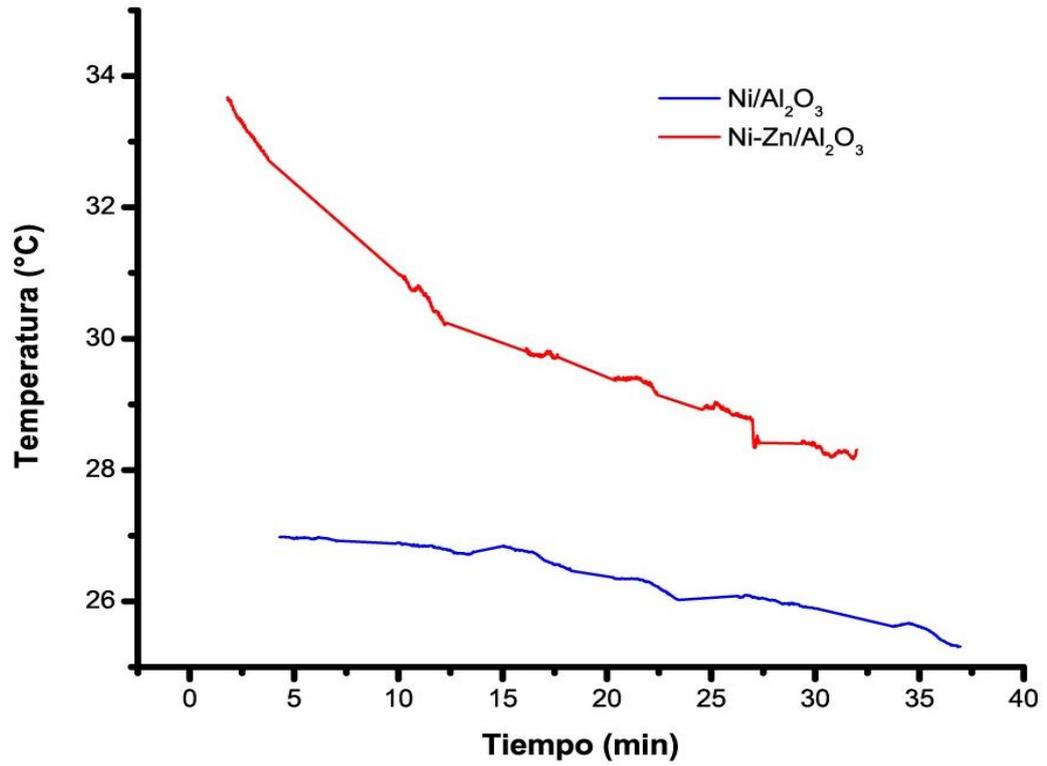
**Ilustración 14:** Pulsos de desorción de Quimisorción H<sub>2</sub> de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023



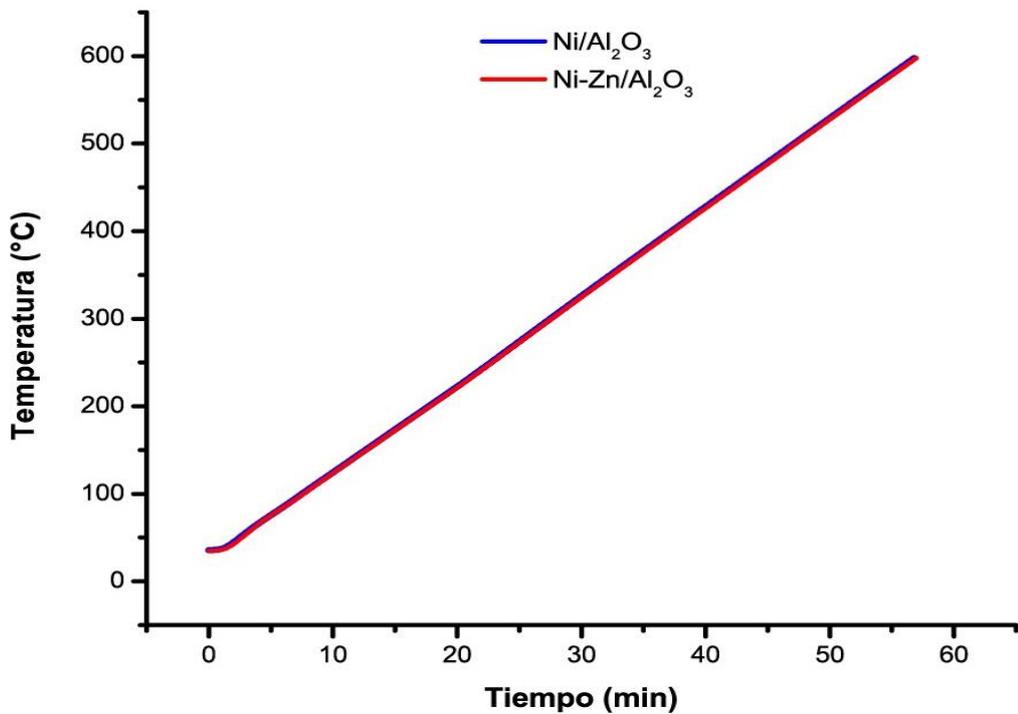
**Ilustración 15:** Pulsos de reducción de Quimisorción H<sub>2</sub> de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023



**Ilustración 16:** Pulsos de saturación de Quimisorción H<sub>2</sub> de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023



**Ilustración 17:** Pulsos de desorción de Quimisorción H<sub>2</sub> de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023

**Tabla 7-4:** Resultados de quimisorción de hidrógeno, dispersión metálica y pulsos de quimisorción de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

| Catalizador                           | Volumen Quimisorbido (mmol H <sub>2</sub> /g) | Dispersión metálica % | Pulsos de quimisorción H <sub>2</sub> cc/g (STP) |
|---------------------------------------|---|-----------------------|--|
| Ni/ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>    | 0.0586  | 0.1167                | 0.0336   |
| Ni-Zn/ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | ND  | ND                    | ND   |

Fuente: ESPOCH, 2023

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023

El análisis del volumen quimisorbido de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en quimisorción nos proporciona información sobre la cantidad de especies químicas que se unen a la superficie del catalizador, lo que es importante para entender la actividad catalítica y la selectividad, este depende de varios factores, como la cantidad y la naturaleza de los sitios activos en la superficie del catalizador, el tamaño de los poros y la dispersión metálica (Nuñez, 2015, p.75-78).

Como se puede observar en la tabla 7-4 el valor de volumen quimisorbido para el catalizador monometálico nos da un valor de 0.0586 mmol H<sub>2</sub>/g en comparación con el catalizador bimetálico donde no es detectado. La presencia de volumen quimisorbido en Ni/ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se debe a que los sitios activos de níquel en la superficie del catalizador pueden tener una alta afinidad por los gases de hidrógeno, lo que podría explicar la capacidad de adsorción de gases del catalizador, incluso si tiene una baja área superficial.

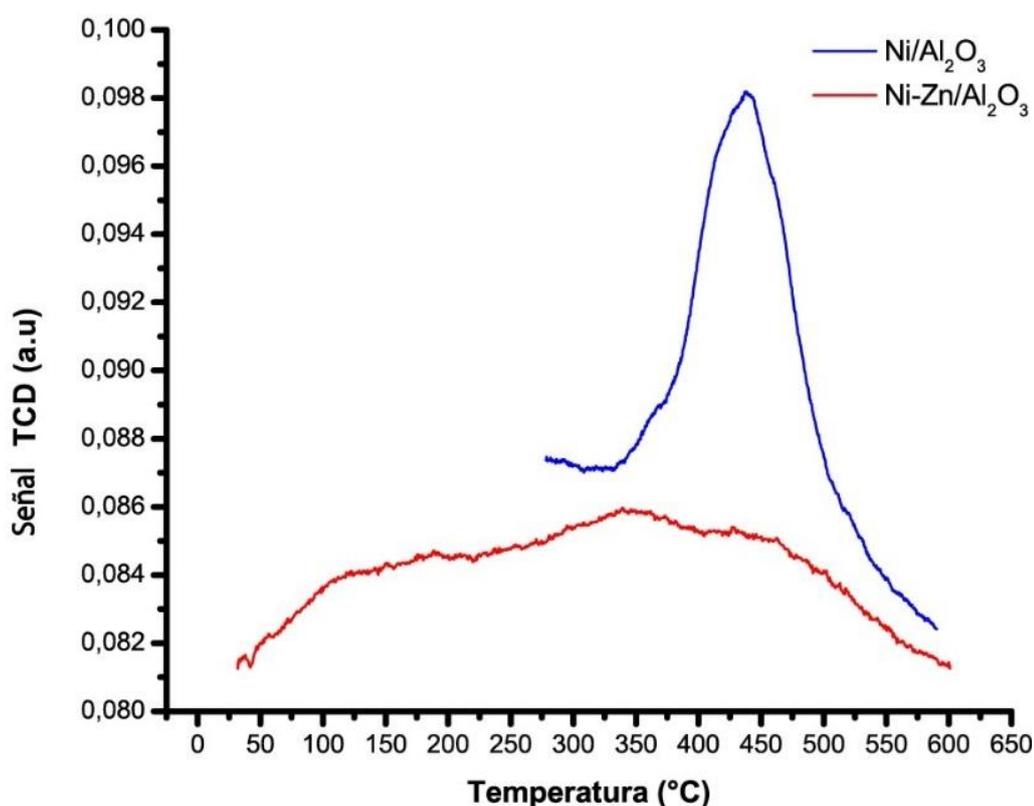
Según (González, 2014), la interacción entre los átomos de níquel y el soporte de alúmina puede mejorar la capacidad del catalizador para adsorber gases. Es posible que la falta de detección de volumen quimisorbido para este catalizador a pesar de tener una mayor área superficial se deba a varios factores. Algunas posibles explicaciones incluyen la naturaleza de los metales presentes en el catalizador, las condiciones experimentales utilizadas para medir el volumen quimisorbido y los efectos de la presencia del segundo metal en la superficie del catalizador.

El níquel y el zinc son metales que tienen una baja afinidad por el hidrógeno, lo que significa que es menos probable que se produzca la quimisorción en la superficie del catalizador bimetálico. La presencia de zinc en el catalizador bimetálico puede influir en la capacidad del catalizador para adsorber el hidrógeno. El zinc puede formar óxidos y especies de superficie que no son favorables para la quimisorción. Del mismo modo afecta a la detección de pulsos de quimisorción en el catalizador bimetálico por lo que (Ballarini, 2009, p.22-25), destaca que la presencia de metales no activos en el catalizador, como el zinc en donde este metal puede ocupar sitios de adsorción

activos en la superficie del catalizador, reduciendo así la cantidad de sitios de adsorción disponibles para el  $H_2$  y disminuyendo la capacidad de quimisorción del catalizador.

Por otro lado, el catalizador monometálico presenta una dispersión metálica de 0.1167% lo que no es divisado en el catalizador bimetalico una posible explicación es que los metales presentes en dicho catalizador se encuentren en una fase no metálica o que se hayan oxidado lo que esto puede obstaculizar la detección de la dispersión metálica en el catalizador (Meza & Rangel, 2011).

#### 4.7. Reducción a temperatura programada (TPR- $H_2$ ) de los catalizadores Ni/ $Al_2O_3$ y Ni-Zn/ $Al_2O_3$



**Ilustración 18:** TPR- $H_2$  reducción de los catalizadores Ni/ $Al_2O_3$  y Ni-Zn/ $Al_2O_3$ .

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023

El análisis de reducción a temperatura programada (TPR- $H_2$ ) es una técnica que se utiliza para estudiar la reducción de los metales en los catalizadores. En el caso de los catalizadores Ni/ $Al_2O_3$  y Ni-Zn/ $Al_2O_3$ , nos proporciona información sobre las propiedades de reducción de los metales de níquel y zinc en el catalizador, lo que puede estar relacionado con la actividad catalítica (Fetsis 2017). Los perfiles TPR de la ilustración 18 revelan la reductibilidad de los diferentes catalizadores a una temperatura de 600°C. Los patrones  $H_2$ -TPR de Ni/ $Al_2O_3$  consta de la presencia de 2 picos donde el pico más pequeño a una temperatura de 275°C se puede atribuir a

la presencia de níquel altamente disperso en la superficie del catalizador. El segundo pico el más prominente se observa a los 439°C, lo que indica que hay una alta cantidad de níquel oxidado (Li et al., 2018, p.7-8).

De la misma manera para el catalizador Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se puede diferenciar la presencia de 2 picos, en la cual el primero a 50°C podría ser indicativo de la reducción del ZnO y la formación de especies de níquel-zinc altamente dispersas en la superficie del catalizador. Estas especies podrían ser partículas de Ni -Zn más pequeñas o una cantidad menor de agregados que están débilmente unidos a la superficie del soporte de alúmina. Por otro lado, el pico sobresaliente a 339°C podría atribuirse al punto de reducción de las especies de Ni -Zn altamente interactivas en el soporte (Li et al., 2018, p.7-8).

La reducción de los metales los catalizadores sintetizados pueden verse influenciada por varios factores, como la naturaleza del metal, su estado de oxidación, la presencia de otros componentes en el catalizador, entre otros. En el caso del catalizador bimetálico la presencia de Zn puede disminuir la ductibilidad de Ni, ya que el Zn puede formar óxidos más estables que Ni, lo que reduce la disponibilidad de hidrógeno para la reducción de Ni. Por otro lado, en el catalizador monometálico, la reducción de Ni es más completa debido a la ausencia de otros metales que puedan interferir en el proceso de reducción (Wang et al., 2020, p.5-6).

Al comparar el punto máximo de temperaturas de los catalizadores sintetizados se deduce que a mayor temperatura hay una mayor reducción de las especies metálicas en los catalizadores y esto es debido a que las altas temperaturas aumentan la movilidad de los átomos en el catalizador y, por lo tanto, la capacidad de reaccionar y reducirse (Choya et al., 2019, p.9-10).

**Tabla 8-4:** Resultados del TPR-H<sub>2</sub> de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

| Catalizador                                      | TPR-H <sub>2</sub><br>(cc/g) STP |
|--|----------------------------------|
| Monometálico Ni/ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>  | 0.9108                           |
| Bimetálico Ni-Zn/ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 1.1576                           |

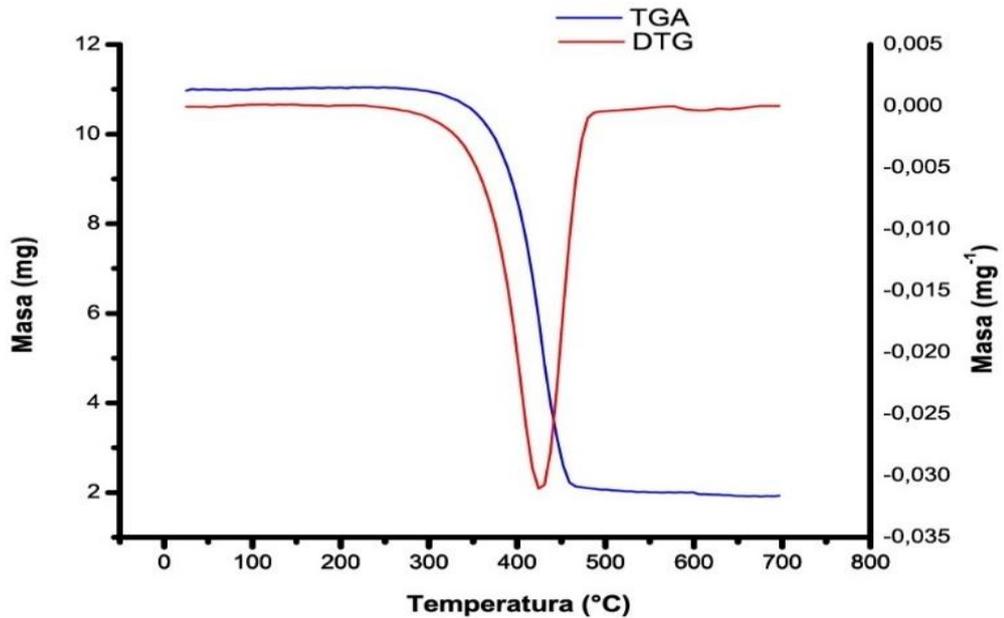
Fuente: ESPOCH, 2023

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023

El valor de capacidad de carga (cc/g) STP como se observa en la tabla 8-4 hace referencia a la cantidad de gas que puede ser adsorbido por un catalizador, en el caso de Ni-Zn/ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tiene un valor mayor en comparación de Ni/ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> lo que se puede deber a la presencia del segundo metal, en este caso, el zinc, puede afectar las propiedades del soporte del catalizador y, por lo tanto, la capacidad de adsorción de gases.

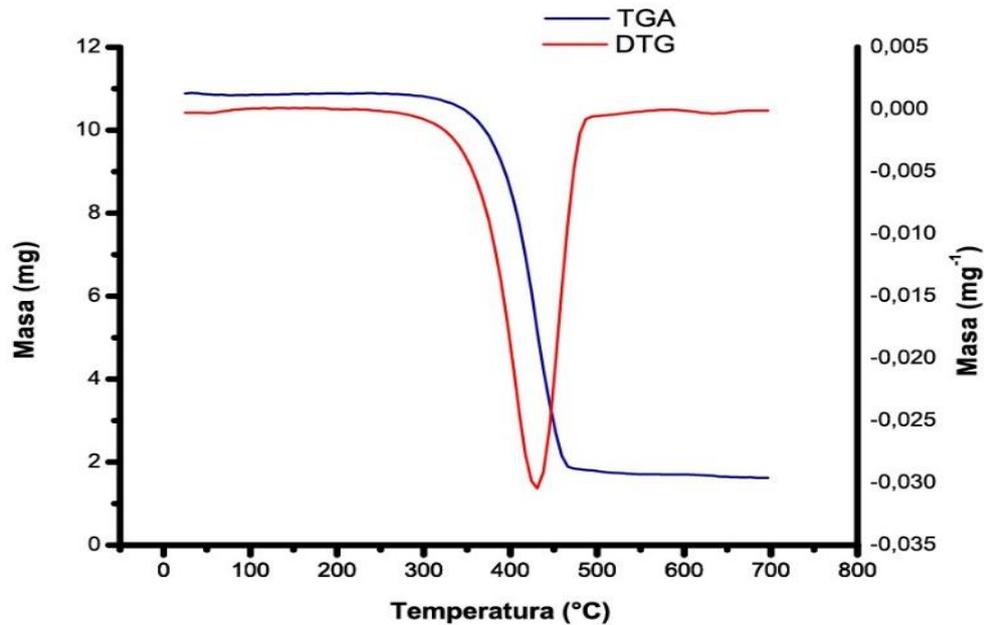
#### 4.8. Análisis Termogravimétrico de los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (TGA)

La termogravimetría es una técnica que se utiliza para medir los cambios de masa de una muestra en función de la temperatura o el tiempo en una atmosfera controlada. Esta técnica se utiliza comúnmente para evaluar las propiedades térmicas de los catalizadores (Villanueva, 2014, p.17).



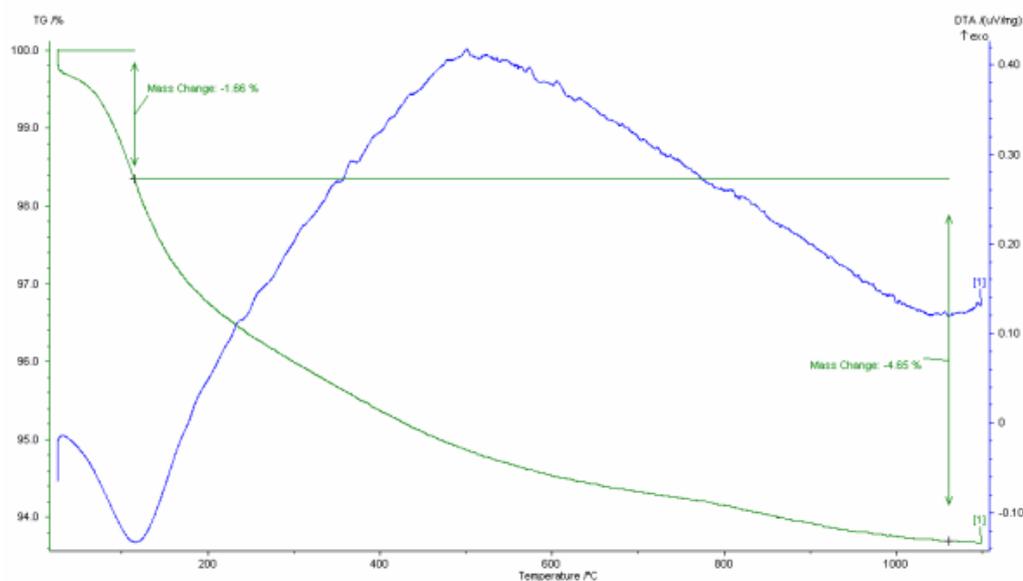
**Ilustración 19:** Curvas de Termogravimetría del catalizador monometálico (Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) por TGA.

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023



**Ilustración 20:** Curvas de Termogravimetría del catalizador bimetálico (Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) por TGA.

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023



**Ilustración 21:** Diagramas TGA-DTG del soporte  $\text{Al}_2\text{O}_3$

**Fuente:** Tatiana Jerez Acevedo-Universidad de los Andes (Jerez, 2006, p.44).

En las ilustraciones 19 y 20, se observan las curvas TGA y DTG de los catalizadores monometálico y bimetálico. La curva TGA del catalizador monometálico nos muestra que se tiene una pérdida de masa 4.72% (25-350 °C) perteneciente a los volátiles como la desorción de humedad, el 74% (350-460 °C) corresponde a la pérdida de materia orgánica y el 1.88% (460-700 °C) correspondiente a los componentes no volátiles. Por otra parte, el catalizador Ni-Zn/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  presenta una pérdida de masa de 3.58% (25-350 °C) correspondiendo a los volátiles, 74% (350-460 °C) lo que corresponde a la eliminación de materia orgánica, entre ellos el carbono y por último el 2.46% (460-700 °C) lo que corresponde a los componentes no volátiles (Toro et al., 2013, p.5-8).

En cuanto a las temperaturas de degradación, hay cierta diferencia entre los dos catalizadores. El catalizador Ni/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  tiene una temperatura máxima de degradación de 426.839 °C, mientras que el catalizador Ni-Zn/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  tiene una temperatura máxima de degradación 431.934 °C que es ligeramente alta en comparación con el catalizador monometálico.

Estas temperaturas máximas de degradación pueden variar dependiendo de la composición exacta de los catalizadores, las condiciones de reacción y otros factores. Sin embargo, en general, se puede decir que el catalizador bimetálico tiene una mayor resistencia a la degradación a altas temperaturas en comparación con el catalizador monometálico.

#### **4.9. Análisis de propiedades fisicoquímicas del catalizador monometálico Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y bimetálico Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

Los catalizadores son de interés en la actualidad, ya que juegan un papel muy importante en el hidrotratamiento, debido a que, son usados para ayudar a dar mayor selectividad a las reacciones químicas deseadas. Por tanto, es necesario estudiar la forma de mejorar su actividad catalítica, utilizando diversos materiales, así como la combinación de algunos metales, como en el caso de este trabajo en el que se usaron los metales de transición níquel y zinc.

Las alúminas de transición, especialmente en la forma de  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> encuentran aplicación industrialmente como adsorbentes, catalizadores, recubrimientos y abrasivos suaves, gracias a su pequeño tamaño de partícula, a su elevada área superficial y a la alta actividad catalítica de sus superficies. Es con este soporte catalítico, junto con los metales antes mencionados, que se da paso a la síntesis y caracterización de los catalizadores heterogéneos de Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Para poder indicar cuál de los dos catalizadores presentan un resultado más eficaz respecto a su actividad catalítica, debemos enfocarnos en el análisis de la acidez. En la tabla 5-4, se observa que el valor de acidez mayor corresponde al catalizador monometálico, por lo cual, se estima que este catalizador presenta mayor actividad catalítica en comparación con el catalizador bimetálico.

#### **4.10. Análisis y discusión del diseño experimental de la investigación**

##### ***4.10.1. Área superficial***

- Variable respuesta: Área superficial
- Factor: Tipo de catalizador
- Tamaño del experimento: 4 unidades experimentales.

##### **Planteamiento de la hipótesis**

$H_0$ : El promedio del área superficial del catalizador monometálico es igual al promedio del catalizador bimetálico.

$H_1$ : El promedio del área superficial del catalizador monometálico es diferente al promedio del catalizador bimetálico.

##### **Modelo estadístico**

$$Y_{ij} = \mu + \alpha_i + \varepsilon_{ij}$$

Ecuación 3-4

## Donde

$\mu$  Media global del área superficial

$\alpha_i$  Efecto del i-esimo catalizador

$\varepsilon_{ij}$  Error atribuible

**Tabla 9-4:** Resultados del análisis exploratorio en base al área superficial de los catalizadores monometálico Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y bimetálico Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

| Catalizador       | N | Media  | Desv.<br>Estándar | Error<br>estándar | 95% de intervalo de<br>confianza |                    | Mínimo | Máximo |
|-------------------|---|--------|-------------------|-------------------|----------------------------------|--------------------|--------|--------|
|                   |   |        |                   |                   | Límite<br>inferior               | Límite<br>superior |        |        |
|                   |   |        |                   |                   | <b>Monometálico</b>              | 2                  |        |        |
| <b>Bimetálico</b> | 2 | 106,42 | 150,3546          | 106,3168          | -1244,45                         | 1457,306           | 0,11   | 212,74 |
| <b>Total</b>      | 4 | 102,60 | 118,5183          | 59,25919          | -85,9887                         | 291,1897           | 0,10   | 212,74 |

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty, 2023

En la tabla 9-4 se evidencia una mínima diferencia entre las medias del catalizador monometálico, registrando un valor de 98,775, y el catalizador bimetálico, con una media de 106,423. Estos valores van acompañados por desviaciones estándar de 139,552 y 150,354, respectivamente. Sus valores extremos alcanzan un máximo de 197,46 y un mínimo de 0,10 en el caso del primer catalizador, mientras que el segundo registra un máximo de 212,74 y un mínimo de 0,11.

Bajo el contexto estadístico, al considerar los intervalos de confianza, se constata que tanto las medias del catalizador monometálico como las del bimetálico exhiben niveles homogéneos. Esto podría indicar que las condiciones o tratamientos aplicados a los grupos tienen un efecto similar en términos de la variable bajo investigación.

**Tabla 10-4:** Análisis de varianza ANOVA del área superficial para los catalizadores, monometálico Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y bimetálico Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

| Área superficial        |                   |    |                  |       |       |
|-------------------------|-------------------|----|------------------|-------|-------|
| ANOVA                   |                   |    |                  |       |       |
|                         | Suma de cuadrados | Gl | Media cuadrática | F     | Sig   |
| <b>Entre grupos</b>     | 58,464            | 1  | 58,464           | 0,003 | 0,963 |
| <b>Dentro de grupos</b> | 42081,357         | 2  | 21040,679        |       |       |
| <b>Total</b>            | 42139,821         | 3  |                  |       |       |

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty, 2023

Al realizar el análisis ANOVA se pudo comprobar un valor p de 0,963 descrito en la tabla 10-4 por ende, se pudo demostrar que no se ha encontrado evidencia suficiente para afirmar que existan diferencias significativas entre los grupos evaluados, es decir que el promedio del catalizador monometálico es igual al promedio del bimetálico por lo que se acepta la hipótesis nula.

#### 4.10.2. Acidez

- Variable respuesta: Acidez

#### Planteamiento de la hipótesis

$H_0$ : El promedio de la acidez del catalizador monometálico es igual al promedio del catalizador bimetálico.

$H_1$ : El promedio de la acidez del catalizador monometálico es diferente al promedio del catalizador bimetálico.

#### Modelo estadístico

$$Y_{ij} = \mu + \alpha_i + \varepsilon_{ij}$$

Ecuación 3-4

#### Donde

$\mu$ : Media global de la acidez

$\alpha_i$ : Efecto del i-esimo catalizador

$\varepsilon_{ij}$ : Error atribuible

**Tabla 11-4:** Resultados del análisis exploratorio en base a la acidez de los catalizadores monometálico Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y bimetálico Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

| Catalizador       | N | Media  | Desv. Estándar | Error estándar | 95% de intervalo de confianza |                 | Mínimo | Máximo |
|-------------------|---|--------|----------------|----------------|-------------------------------|-----------------|--------|--------|
|                   |   |        |                |                | Límite Inferior               | Límite superior |        |        |
|                   |   |        |                |                | <b>Monometálico</b>           | 2               |        |        |
| <b>Bimetálico</b> | 2 | 4,9885 | 7,0548         | 4,9885         | -58,3964                      | 68,3734         | 0      | 9,98   |
| <b>Total</b>      | 4 | 5,5834 | 6,49873        | 3,24937        | -4,7575                       | 15,9243         | 0      | 12,32  |

Realizado por: Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023

A través de la realización de un análisis estadístico descriptivo, se puede observar en la tabla 11-4 una diferencia mínima entre los valores medios del catalizador monometálico (6,178) y el catalizador bimetálico (4,988). De igual manera, se observa un valor de desviación estándar de 8,689 para el catalizador monometálico, con un valor mínimo de 0,03 y un valor máximo de 12,32. Por otro lado, el catalizador bimetálico exhibe una desviación estándar de 7,054, junto con valores mínimos y máximos de 0 y 9,98, respectivamente. Esto permite inferir que las medias son uniformes, sugiriendo que los dos catalizadores manifiestan un comportamiento análogo en relación con la variable bajo investigación. Es pertinente destacar la conveniencia de realizar un análisis ANOVA para corroborar tal observación.

**Tabla 12-4:** Análisis de varianza ANOVA de la acidez para los catalizadores, monometálico Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y bimetálico Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

| <b>Acidez</b>           |           |    |            |       |       |
|-------------------------|-----------|----|------------|-------|-------|
| <b>ANOVA</b>            |           |    |            |       |       |
|                         | Suma de   | Gl | Media      | F     | Sig   |
|                         | cuadrados |    | cuadrática |       |       |
| <b>Entre grupos</b>     | 1,416     | 1  | 1,416      | 0,023 | 0,894 |
| <b>Dentro de grupos</b> | 125,285   | 2  | 62,642     |       |       |
| <b>Total</b>            | 126,701   | 3  |            |       |       |

**Realizado por:** Bermeo, Rina., Jerez, Katty., 2023

Mediante el análisis de varianza ANOVA se pudo comprobar un valor p de 0,894 tal como se refleja en la tabla 12-4 por lo que se sustenta que no se ha recopilado evidencia suficiente para afirmar diferencias significativas entre los grupos de estudio, es decir que el promedio del catalizador monometálico es igual al promedio del catalizador bimetálico en el análisis de acidez por lo que se acepta la hipótesis nula al no existir una diferencia significativa.

## DISCUSIÓN

La pirolisis catalítica es fundamental para la sostenibilidad ambiental debido a su capacidad para transformar materiales orgánicos en productos útiles con bajas emisiones contaminantes. En comparación con otros métodos de degradación térmica, la pirolisis catalítica minimiza la formación de subproductos dañinos, como compuestos orgánicos volátiles y óxidos de nitrógeno, lo que disminuye la contaminación atmosférica. Esto promueve la gestión sostenible de residuos, reduce la dependencia de los combustibles fósiles y fomenta la economía circular. Por otro lado, la importancia de usar catalizadores radica en su capacidad para acelerar y dirigir las reacciones químicas dentro de la pirolisis catalítica, reduciendo las temperaturas de operación, mejorando la selectividad de productos y aumentando la velocidad de reacción, por lo que reduce la energía requerida y, en última instancia, los costos del proceso.

Por tal razón en la presente investigación se sintetizaron catalizadores monometálicos de níquel y bimetálicos de níquel-zinc utilizando como base la gamma alúmina. La finalidad de esta síntesis fue evaluar su desempeño, centrándose especialmente en el análisis de sus características fisicoquímicas, con un enfoque particular en la evaluación del área superficial y de acidez.

Cabe destacar que en el artículo denominado "Efecto del mono, di y trietilenglicol sobre la actividad de los catalizadores de hidrotreatmento de Ni-Mo/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dopado con fosfato" de la revista *Catalysts* (Nuzhdin et al, 2019, p.6-8), reporta que los catalizadores sintetizados por impregnación y co-impregnación mostraron un promedio de 94 y 102, respectivamente, para los catalizadores de níquel y molibdeno en el análisis BET. Es relevante destacar que nuestros catalizadores presentan valores cercanos a este referente. Asimismo, en el estudio denominado "Preparation and Characterization of Monometallic and Bimetallic Catalysts by Impregnation and Incipient Wetness Techniques" (Samsonenko, 2018), el autor informa que los catalizadores monometálicos de níquel preparados por impregnación mostraron un promedio de 83,9 y 88,7 para el análisis BET, mientras que para los catalizadores de cobalto preparados por co-impregnación, el promedio fue de 103,8 y 100,7 resultados que guardan similitud con los obtenidos en nuestro estudio.

La utilización de catalizadores de Ni y Zn con gamma alúmina como base porosa es importante debido a su alta actividad catalítica, estabilidad térmica y capacidad de adsorción. Esta combinación de materiales es ideal para soportar catalizadores y mejorar la actividad catalítica. El níquel y el zinc son metales conocidos por su alta actividad y selectividad en varias reacciones catalíticas. Además, la combinación de estos dos metales puede mejorar la actividad catalítica. En consecuencia, es esencial enfocarse con mayor énfasis en estos metales debido a sus notables propiedades químicas, lo que los convierte en objetos clave para investigaciones futuras.

## CAPÍTULO V

### 5. MARCO PROPOSITIVO

#### 5.1. Propuesta

Los catalizadores desempeñan un papel esencial en diversas aplicaciones catalíticas de numerosos procesos industriales que van desde la síntesis de productos químicos hasta la conversión de energía. Es bajo este contexto, que mediante la presente investigación se propone a los catalizadores monometálicos de níquel y bimetálicos de níquel y zinc sintetizados por el método de impregnación y co-impregnación respectivamente, para que sean empleados en la pirólisis catalítica en futuras investigaciones, esto debido a que, dicho procedimiento se ha destacada como un proceso favorable para la conversión de polímeros sintéticos en productos de valor añadido. Esto también porque los catalizadores sintetizados en base de alúmina impregnadas de níquel y zinc han demostrado ser prometedores, esto a causa de sus propiedades catalíticas en diversas reacciones, que aumentan la eficiencia y selectividad de los productos resultantes de la pirólisis.

La combinación de níquel y zinc puede llevar a una mayor actividad y estabilidad catalítica, lo que resulta en un interés creciente en la investigación de estos materiales. Teniendo esto en cuenta, podemos mencionar que los catalizadores Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> presentan una limitada cantidad de metales, dato que puede ser justificado con los resultados semicuantitativos obtenidos del análisis SEM-EDS. En vista de que la cantidad de metales impregnados en los catalizadores es ínfima, sería importante utilizar cantidades mayores de sales de nitrato de níquel y zinc, además de que el método de impregnación también podría influir. Así también, la síntesis controlada y la evaluación exhaustiva de sus propiedades catalíticas permitirán un mayor entendimiento de su comportamiento y potencial aplicación en diversos procesos químicos e industriales.

Finalmente, analizando todos los resultados de las diferentes caracterizaciones fisicoquímicas de los catalizadores sintetizados, determinamos que el catalizador bimetálico (Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) tuvo mejores resultados. Sin embargo, cabe destacar que ambos catalizadores poseen propiedades catalíticas óptimas que los hacen necesarios para lograr el perfeccionamiento de procesos industriales relevantes y mejorar la eficiencia de reacciones catalíticas clave, todo esto pese a las limitaciones presentes durante el proceso de síntesis y caracterización.

## CONCLUSIONES

Se sintetizaron catalizadores monometálicos de Níquel ( $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y bimetálicos de Níquel-Zinc ( $\text{Ni-Zn}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ), por el método de impregnación y co-impregnación, respectivamente, usando como soporte catalítico la alúmina, obteniendo como resultado una mayor impregnación del metal Ni en el catalizador monometálico, con un valor igual a 2.51%, en comparación con el catalizador bimetálico que tuvo un valor de 1.28% de níquel y 1.46% de zinc, datos obtenidos mediante el análisis SEM-EDS, gracias a los cuales podemos determinar que los métodos empleados para la síntesis de los catalizadores son eficientes para impregnar cantidades mínimas de metal. Y por ende podemos concluir que los catalizadores sintetizados son aptos para su aplicación en el ámbito de la pirolisis catalítica de polímeros sintéticos.

Se evidencio que los picos prominentes a 880, 795 y 630  $\text{cm}^{-1}$  se atribuyeron a las vibraciones de estiramiento asimétrico, estiramiento simétrico y flexión de los enlaces Al–O–Al, correspondientes a los dos catalizadores sintetizados, en contraste, el catalizador  $\text{Ni-Zn}/\text{Al}_2\text{O}_3$ , se evidenciaron picos adicionales o cambios en la transmitancia, indicando la presencia de partículas metálicas de níquel y zinc en su superficie por lo que estos cambios revelan las interacciones metal-metal y metal-soporte, por otro lado la gamma alúmina obtuvo una transmitancia superior debido a que tiende a tener una mayor cristalinidad y una estructura más homogénea, lo que reduce la cantidad de interacciones en el espectro FTIR.

Al realizar el análisis BET se puede determinar que el catalizador  $\text{Ni-Zn}/\text{Al}_2\text{O}_3$  al poseer la incorporación de zinc junto con níquel creó sitios activos adicionales, defectos o cavidades que aumentaron el área superficial del mismo modo el tamaño del poro al ser mayor proporcionó un mayor acceso a los sitios activos del catalizador.

En el ensayo TPD- $\text{NH}_3$ , que muestra la acidez de los catalizadores sintetizados, se determinó que el catalizador monometálico ( $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ) presentó un valor de 12.323  $\text{mmol NH}_3/\text{g}$  y el catalizador bimetálico ( $\text{Ni-Zn}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ) presentó una acidez de 9.977  $\text{mmol NH}_3/\text{g}$ , con lo cual se concluye que el catalizador monometálico presenta mejores propiedades fisicoquímicas y una mayor actividad catalítica en relación con el catalizador bimetálico.

Los análisis TPR- $\text{H}_2$  revelan que el catalizador bimetálico  $\text{Ni-Zn}/\text{Al}_2\text{O}_3$  mostro un mayor valor de TPR- $\text{H}_2$  en comparación con el catalizador monometálico  $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$  debido a que la presencia de dos metales genera la transferencia de electrones favoreciendo a una reducción más efectiva, el zinc puede alterar las propiedades electrónicas y la estructura superficial, generando sitios activos adicionales para la adsorción y reducción de hidrógeno.

A través del análisis TGA de los catalizadores sintetizados, se pudo evidenciar que el catalizador monometálico ( $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ) presenta una temperatura máxima de degradación igual a 426.839  $^\circ\text{C}$ ,

mientras que el catalizador bimetálico (Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) muestra una temperatura máxima de degradación de 431.943 °C, gracias a lo cual se puede deducir que el catalizador monometálico presenta un pico de degradación menor en el cual se da la pérdida de masa debido a procesos de descomposición térmica y cambios químicos.

## RECOMENDACIONES

- Incorporar nitrógeno durante la calcinación puesto que la introducción de  $N_2$  en la mufla crea una atmósfera inerte que ayuda a prevenir la oxidación y la formación de impurezas lo que beneficia a retener las especies metálicas, lo que podría ser crucial para la formación de fases activas o la generación de propiedades superficiales específicas
- Es importante calcular las relaciones molares adecuadas entre los precursores para obtener la proporción deseada de los metales y así conseguir una impregnación eficiente de los metales deseados en la base porosa de alúmina.
- En la fabricación de un catalizador para el proceso de pirolisis de plásticos, se sugiere preferentemente la utilización de pellets en lugar de polvo al operar el equipo de pirólisis. Esta elección se basa en una serie de beneficios tanto prácticos como funcionales. Los pellets exhiben una manipulación óptima y segura gracias a su conformación compacta y uniforme, facilitando el almacenaje y la dosificación precisa. A diferencia del polvo, que tiende a adherirse a las paredes del equipo, los pellets minimizan la interferencia con el flujo de materiales y, por ende, preservan la eficiencia global del proceso.

## **GLOSARIO**

**Adsorción:** Se refiere a la capacidad de adhesión de moléculas de gases o líquidos a la superficie de sólidos porosos, es decir, es el proceso mediante el cual un sólido poroso puede retener partículas de gas en su superficie después de entrar en contacto con ellas (Vidal, 2008, p.12)

**Craqueo:** Describe la rotura de moléculas de gran tamaño, para transformarse en otras de menor tamaño y por ende de menor peso molecular (Mengual, 2010, p.14).

**Micrografía:** Este término se refiere a la creación de imágenes o fotografías de objetos a una escala microscópica, como células, tejidos, minerales o cualquier estructura demasiado pequeña para ser vista a simple vista. Esto se logra mediante el uso de microscopios u otros dispositivos de ampliación para revelar detalles en un nivel microscópico (Real academia española, 2023).

**Quimisorción:** Es el concepto utilizado para describir la interacción entre superficies sólidas y gases cuando esto resulta en la creación de enlaces químicos. La técnica de quimisorción se utiliza para identificar los sitios activos y calcular la dispersión de metales mediante la adsorción específica de gases particulares (CSIC, 2019, p.1).

**Termiónica:** Implica la emisión de electrones desde la superficie de un material calentado debido a la energía térmica proporcionada (Real academia española, 2023).

## BIBLIOGRAFÍA

- ACADEMIA MEXICANA DE CIENCIAS. “Contaminación por microplásticos”. Ciencia [en línea], 2022, pp.9. [Consulta: 30 Noviembre 2023]. ISBN 0725101830. Disponible en: [https://www.revistaciencia.amc.edu.mx/images/revista/73\\_2/PDF/Ciencia\\_73-2.pdf](https://www.revistaciencia.amc.edu.mx/images/revista/73_2/PDF/Ciencia_73-2.pdf)
- AGUILAR, Y. Preparación y caracterización de catalizadores de Pt, soportado en TiO<sub>2</sub> y ZrO<sub>2</sub> estabilizados con La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> para la eliminación de óxido nítrico [en línea] (Trabajo de titulación). Instituto Tecnológico de Toluca, Metepec, México. 2018. pp.4-11. [Consulta: 30 Noviembre 2023]. Disponible en: <https://www.studocu.com/es-mx/document/universidad-autonoma-de-sinaloa/caracterizacion-de-materiales/preparacion-y-caracterizacion-de-catalizadores-de-pt-soportado-en-tiq-y-zro2-estabilizados-con-lasog-para-la-eliminacion-de-oxido-nitrico/20634508>
- AGUILAR, Y. Preparación y caracterización de catalizadores de Pt, soportado en TiO<sub>2</sub> y ZrO<sub>2</sub> estabilizados con La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> para la eliminación de óxido nítrico [en línea] (Trabajo de titulación). Instituto Tecnológico de Toluca, Metepec, México. 2018. pp.31- 42. [Consulta: 30 Noviembre 2023]. Disponible en: <https://www.studocu.com/es-mx/document/universidad-autonoma-de-sinaloa/caracterizacion-de-materiales/preparacion-y-caracterizacion-de-catalizadores-de-pt-soportado-en-tiq-y-zro2-estabilizados-con-lasog-para-la-eliminacion-de-oxido-nitrico/20634508>
- AIZPIRARTE, I. “Terapia Fototérmica en Cáncer mediante Nanopartículas de Oro”. Moleqla Revista de Ciencias de la Universidad Pablo de Olavide [en línea], vol. 24, 2017, pp.46. [Consulta: 30 Noviembre 2022]. ISSN 0328-087X. Disponible en: <https://dialnet.unirioja.es/ejemplar/448870>
- ALI, M.A., & ASAOKA, S. “Ni-Mo-titania-alumina catalysts with usy zeolite for low pressure hydrodesulfurization and hydrocracking”. Petroleum Science and Technology [en línea], vol. 27, 2009, pp.14. [Consulta: 30 Noviembre 2022]. ISSN 10916466. Disponible en: <https://doi.org/10.1080/10916460802455723>
- ALVAREZ, B., GODBOUT, S., LE ROUX, E., PALACIOS, J., & RAGHAVAN, V. *Mejoramiento del rendimiento y calidad del bio-aceite a través de conceptos de pirólisis rápida y condensación fraccionada* [en línea]. Angewandte Chemie International Edition, 6(11), 951–952., 2019, pp.10-12. [Consulta: 30 Noviembre 2022]. Disponible en: [https://aldeser.org/uploads/1/3/0/8/130818527/rb\\_s\\_vol2\\_no2\\_art8.pdf](https://aldeser.org/uploads/1/3/0/8/130818527/rb_s_vol2_no2_art8.pdf)

- ARANDIA, A., YIM, J., WARRAICH, H., LEPPÄKANGAS, E., BES, R., LEMPELTO, A., GELL, L., JIANG, H., MEINANDER, K., VIINIKAINEN, T., HUOTARI, S., HONKALA, K., & PUURUNEN, L. “Effect of atomic layer deposited zinc promoter on the activity of copper-on-zirconia catalysts in the hydrogenation of carbon dioxide to methanol”. *Applied Catalysis B: Environmental* [en línea], vol. 321, 2023, pp.1-2. [Consulta: 09 Mayo 2023]. ISSN 09263373. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2022.122046>
- BALLARINI, A. Catalizadores metálicos soportados para la deshidrogenación selectiva de parafinas livianas y pesadas [en línea] (Trabajo de titulación). (Doctorado) Universidad Nacional del Litoral, Santa Fé, Argentina. 2009. pp.22-25. [Consulta: 09 Mayo 2023]. Disponible en: <http://hdl.handle.net/11185/134>
- CARBALLO, L. *Introducción a la catálisis heterogénea* [en línea]. Bogotá-Colombia. 2002. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. Disponible en: <https://books.google.es/books?hl=es&lr=&id=3a3xkR9JdbgC&oi=fnd&pg=PA15&dq=definición+de+catalizadores&ots=O4l4oTb5cL&sig=DbKmU7mPscAvP08yIC3CP2G8NWI#v=onepage&q=definición+de+catalizadores&f=false>
- CARRANZA, E. Pirólisis de la fibra de la palma africana de aceite [en línea] (Trabajo de titulación). (Maestría) Universidad de los Andes, Facultad de Ingeniería, Bogotá, Colombia. 2015. pp.12-13. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. Disponible en: <https://repositorio.uniandes.edu.co/bitstream/handle/1992/12984/u713639.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- CEVALLOS, V. Obtención de alúmina activada y su aplicación como soporte de catalizador [en línea] (Trabajo de titulación). Escuela Politécnica Nacional, Facultad de Ingeniería Química, Quito, Ecuador. 2016. pp.5-9. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. Disponible en: <http://bibdigital.epn.edu.ec/handle/15000/14482>
- CHEAH, W., TAYLOR, J., EVANS, G., SAMSON, A., & SKOULOU, V. 2022. “Overview of biomass conversion to biofuels”. *Value-Chain of Biofuels: Fundamentals, Technology, and Standardization* [en línea], 2022. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-824388-6.00007-5>
- CHENEY, B. “Introduction to scanning electron microscopy”. *In-Situ Electron Microscopy: Applications in Physics, Chemistry and Materials Science* [en línea], 2012, pp.3-6. [Consulta: 22 Agosto 2023]. ISSN 0026-9565. Disponible en: <https://doi.org/10.1002/9783527652167.ch1>

- CHOYA, A., DE RIVAS, B., GUTIÉRREZ, I., GONZÁLEZ, R., & LÓPEZ, R. “Synthesis, characterization and kinetic behavior of supported cobalt catalysts for oxidative after-treatment of methane lean mixtures”. *Materials* [en línea], 2019, vol. 12, pp.9-10. [Consulta: 18 Mayo 2023]. ISSN 19961944. Disponible en: <https://doi.org/10.3390/ma12193174>
- CLAVIJO, J. “Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM)”. *Revista Elementos* [en línea], 2013, vol. 3, pp.134. [Consulta: 01 Diciembre 2022], ISSN 2027-923X. Disponible en: <https://doi.org/10.15765/e.v3i3.420>
- CONESA, A. *Desactivación de catalizadores* [en línea]. San Vicente del Raspeig-España. 2008. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. Disponible en: [https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/15296/2/Tema2\\_desactivacion\\_rua.pdf](https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/15296/2/Tema2_desactivacion_rua.pdf)
- CONTRERAS, E. Análisis del proceso de la pirólisis catalítica de polietileno y producción catalítica de hidrógeno residual. [en línea] (Trabajo de titulación). Universidad de Chile, Santiago de Chile, Chile. 2014. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. Disponible en: [https://repositorio.uchile.cl/bitstream/handle/2250/116264/cfcontreras\\_fc.pdf?sequence=1](https://repositorio.uchile.cl/bitstream/handle/2250/116264/cfcontreras_fc.pdf?sequence=1)
- COTTON, A., WILKINSON, G., MURILLO, A., & BOCHMANN, M. *Advanced Inorganic Chemistry*, 6th Edition. Wiley-Interscience: New York [en línea], 1999. [Consulta: 18 Mayo 2023]. Disponible en: <https://www.wiley.com/en-us/Advanced+Inorganic+Chemistry%2C+6th+Edition-p-9780471199571>
- CSIC. “Quimisorción de gases . Reducción (TPR), oxidación (TPO) y desorción (TPD)”. Instituto de catálisis y petroquímica [en línea], 2019, vol. 2, pp.1. [Consulta: 13 Septiembre 2023]. Disponible en: [https://icp.csic.es/archivos/uapoyo/2020/Descripcion%20Quimisorcion\\_02.pdf](https://icp.csic.es/archivos/uapoyo/2020/Descripcion%20Quimisorcion_02.pdf)
- DI PRINZIO, A., & LEE, Y. “Preparación y caracterización de soportes catalíticos esféricos de  $\gamma$ -alúmina”. *Revista de la Facultad de Ingeniería Universidad Central de Venezuela* [en línea], 2008, vol. 23, [Consulta: 1 Diciembre 2022]. ISSN 0798-4065. Disponible en: [http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0798-40652008000400005&lng=es&nrm=iso&tlng=es](http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0798-40652008000400005&lng=es&nrm=iso&tlng=es)
- ESCUADERO, G. Cinética de combustión del coque depositado en el catalizador desactivado de la unidad de craqueo catalítico fluidizado de la refinería Esmeraldas [en línea] (Trabajo de titulación) Universidad Central del Ecuador, Quito, Ecuador. 2017. pp.19-20. [Consulta: 27 Junio 2023]. Disponible en: <http://www.dspace.uce.edu.ec/handle/25000/11529>
- FETSIS, A. “Reducción a temperatura programada”. *Ciencias Aplicadas* [en línea], 2017, vol. 1,

- pp.1-2. [Consulta: 30 Noviembre 2022]. ISSN 2591-3565. Disponible en: <http://sedici.unlp.edu.ar/handle/10915/99116>
- FLORES, C. “Polímeros vs. Plásticos”. [en línea], 2009, (Guatemala), pp.52. [Consulta: 30 Noviembre 2022]. ISSN 2076-3166. Disponible en: [https://fgsalazar.net/LANDIVAR/ING-PRIMERO/boletin14/URL\\_14\\_MEC01.pdf](https://fgsalazar.net/LANDIVAR/ING-PRIMERO/boletin14/URL_14_MEC01.pdf)
- GALARZA, J. “Método BET” [en línea], 2020, pp.38. [Consulta: 27 Junio 2023]. Disponible en: <https://www.tdx.cat/bitstream/handle/10803/9086/3PARTEEXPERIMENTAL.pdf?se>
- GARCÍA, S. “Referencias históricas y evolución de los plásticos”. Revista Iberoamerica de Polimeros [en línea], 2009, vol. 10, pp.77. [Consulta: 30 Noviembre 2022]. ISSN 1988-4206. Disponible en: <https://reviberpol.files.wordpress.com/2019/07/2009-garcia.pdf>
- GONZÁLEZ, M. “Estudio de la actividad catalítica y de la interacción metal-soporte en sistemas de níquel soportados en óxido de zirconio y óxido de cerio, activos en la reacción de reformado de metano” [en línea], 2014. [Consulta: 18 Mayo 2023]. Disponible en: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/tesis?codigo=58430&info=resumen&idioma=SPA>
- GUTIÉRREZ, H., & SALAZAR, R. *Análisis y diseño de experimentos* [en línea]. Segunda edición. Guanajuato-México: Mc Graw Hill, 2016. [Consulta: 13 Septiembre 2023]. Disponible en: [https://www.uniautonoma.edu.co/sites/default/files/inline/novedades\\_bibliograficas\\_ingenierias\\_2015.pdf](https://www.uniautonoma.edu.co/sites/default/files/inline/novedades_bibliograficas_ingenierias_2015.pdf)
- HERNANDEZ, J., & CHOREN, E. “Desorción a temperatura programada en la caracterización de materiales soportados”. Revista técnica ingeniería [en línea], 1983, vol. 6, pp.58-61. [Consulta: 18 Mayo 2023]. Disponible en: <https://produccioncientificaluz.org/index.php/tecnica/article/view/4570/4565>
- HERNÁNDEZ, R. Evaluación de la pirólisis térmica y catalítica de polietileno en lecho fluidizado como técnica de reciclado, influencia de las variables sobre los productos generados [en línea] (Trabajo de titulación). (Doctorado) Universidad de Alicante, San Vicente de Raspeig, España. 2007. pp.35-42. [Consulta: 30 Noviembre 2022]. Disponible en: <https://www.cervantesvirtual.com/nd/ark:/59851/bmck93n7>
- HOSSEINI, A., NIAEI, A., & SALARI, D. “Production of  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> from Kaolin”. Open Journal of Physical Chemistry [en línea], 2011, vol. 01. [Consulta: 18 Mayo 2023]. ISSN 2162-1969. Disponible en: <https://doi.org/10.4236/ojpc.2011.12004>

- HUANG, C., HAN, D., GUAN, L., ZHU, L., MEI, Y., HE, D., & ZU, Y. "Bimetallic Ni-Zn site anchored in siliceous zeolite framework for synergistically boosting propane dehydrogenation". *Fuel* [en línea], 2022, vol. 307. [Consulta: 18 Mayo 2023]. ISSN 0016-2361. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/J.FUEL.2021.121790>
- INGLEZAKIS, J., & POULOPOULOS, G. "Adsorption, Ion Exchange, and Catalysis". *Adsorption, Ion Exchange and Catalysis* [en línea], 2006. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/B978-044452783-7/50002-1>
- IPIALES, R. Desarrollo de una ingeniería conceptual para el proceso de pirólisis catalítica de residuos plásticos de polipropileno y poliestireno [en línea] (Trabajo de titulación). Escuela Superior Politécnica De Chimborazo, Riobamba, Ecuador. 2018. pp.20-32. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. Disponible en: <http://dspace.esPOCH.edu.ec/handle/123456789/8649>
- ISERNIA, L. "Approach of the NH<sub>3</sub> -TPD technique through the ammonia quantification by a wet chemical analysis". *ResearchGate* [en línea], 2021, pp.4-8. [Consulta: 18 Mayo 2023]. Disponible en: [https://www.researchgate.net/publication/356388495\\_Approach\\_of\\_the\\_NH\\_3\\_-TPD\\_technique\\_through\\_the\\_ammonia\\_quantification\\_by\\_a\\_wet\\_chemical\\_analysis](https://www.researchgate.net/publication/356388495_Approach_of_the_NH_3_-TPD_technique_through_the_ammonia_quantification_by_a_wet_chemical_analysis)
- JEREZ, T. Estudio de la distribución de níquel sobre  $\gamma$ -alúmina: efecto del estado previo del soporte, concentración inicial, tiempo y protocolo en la impregnación [en línea] (Trabajo de titulación). Universidad de los Andes, Facultad de Ingeniería Química, Bogotá, Colombia. 2006. pp.37-44. [Consulta: 18 Mayo 2023]. Disponible en: <http://hdl.handle.net/1992/25786>
- LABTE. *TPD / TPR / TPO*. [blog]. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. Disponible en: <http://www.labte.es/index.php/es/2013-11-03-19-54-23/analisis-termoquimico/tpd>
- LI, L., JIANG, B., TANG, D., ZHENG, Z., & ZHAO, C. "Hydrogen production from chemical looping reforming of ethanol using Ni/CeO<sub>2</sub> nanorod oxygen carrier". *Catalysts* [en línea], 2018, vol. 8, pp.7-8. [Consulta: 18 Mayo 2023]. ISSN 20734344. Disponible en: <https://doi.org/10.3390/catal8070257>
- LUQUE, A. Implicaciones ambientales derivadas del petróleo: caso del agua embotellada. *Revista Interdisciplinaria de Humanidades, Educación, Ciencia y Tecnología* [en línea], 2019, vol. 5, pp.277. [Consulta: 30 Noviembre 2022]. ISSN 2610-802X. Disponible en: <http://www.cienciamatriarevista.org.ve/index.php/cm/article/view/144/157>
- MENGUAL, J. Craqueo térmico y catalítico, con y sin vapor de agua, de alcanos sobre zeolitas. *Cinética, desactivación y estabilización del catalizador* [en línea] (Trabajo de titulación).

- (Doctorado) Universidad de Valencia, Facultad de Ingeniería Química, Valencia, España. 2010. pp.14. [Consulta: 13 Septiembre 2023]. Disponible en: <https://tdx.cat/bitstream/handle/10803/31944/mengual.pdf?sequence=1>
- MEZA, E., & RANGEL, M. “Síntesis de catalizadores de Ni/ZnO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> para la reacción WGS a través del estudio de las propiedades estructurales y catalíticas de Ni/ZnO y M/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>”. Revista Colombiana [en línea], 2011. [Consulta: 18 Mayo 2023]. Disponible en: [http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0120-28042011000100008](http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0120-28042011000100008)
- MIANDAD, R., REHAN, M., BARAKAT, A., ABURIAZAIZA, S., KHAN, H., ISMAIL, I., DHAVAMANI, J., GARDY, J., HASSANPOUR, A., & NIZAMI, S. “Catalytic pyrolysis of plastic waste: Moving toward pyrolysis based biorefineries”. Frontiers in Energy Research [en línea], 2019, vol. 7, pp.2. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. ISSN 2296598X. Disponible en: <https://doi.org/10.3389/fenrg.2019.00027>
- MORÓN, E. *Pirolisis catalítica de residuos plásticos para producir combustible* [blog]. [Consulta: 24 Septiembre 2023]. Disponible en: <https://hive.blog/hive-196387/@emiliomoron/pirolisis-catalitica-de-residuos-plasticos-para-producir-combustibles>
- MUÑOZ, B. Craqueo catalítico de polímeros; estudio de diferentes sistemas polímero/catalizador [en línea] (Trabajo de titulación). (Doctorado) Universidad Alicante, San Vicente de Raspeig, España. 2008. pp.18-20. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. Disponible en: [https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/10327/1/Tesis\\_Deseada\\_Berenguer.pdf](https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/10327/1/Tesis_Deseada_Berenguer.pdf)
- MURALI, P., & SARMA, S. “Synthesis and Characterization of Nickel and Zinc Substituted Alumina”. International Journal of Engineering Research and Reviews [en línea], 2014, vol. 2, pp.128-131. [Consulta: 18 Mayo 2023]. ISSN 2348-697X. Disponible en: <https://www.researchpublish.com/upload/book/Synthesis%20and%20Characterization%20of%20Nickel%20and%20Zinc%20Substituted%20Alumina-933.pdf>
- NAVARRO, R. Pirólisis catalítica de polietileno. Estudio de la evolución de la distribución de productos y desactivación del catalizador [en línea] (Trabajo de titulación). (Doctorado) Universidad de Alicante, San Vicente de Raspeig, España. 2007. pp.70-73. [Consulta: 30 Noviembre 2022]. Disponible en: <https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/11213/1/Navarro-Martinez-Rosa-Maria.pdf>
- NUÑEZ, P. Quimisorción de hidrógeno y otros métodos para la determinación de la superficie metálica y tamaño de partícula de catalizadores de platino y rodio soportados [en línea]

(Trabajo de titulación). (Doctorado) Universidad Complutense de Madrid, Facultad de Ciencias Químicas, Madrid, España. 2015. pp.75-78. [Consulta: 18 Mayo 2023]. Disponible en:

<https://eprints.ucm.es/51946/1/5303529929.pdf%0Ahttps://search.proquest.com/openview/07cf3842960cad1b1bc8007139e69c95/1?pq-origsite=gscholar&cbl=2026366&diss=y>.

NUZHIDIN, L., BUKHTIYAROVA, A., PORSIN, A., PROSVIRIN, P., DELIY, V., VOLODIN, A., GERASIMOV, E., VLASOVA, N., & BUKHTIYAROV, I. "Effect of mono-, di-, and triethylene glycol on the activity of phosphate-doped NiMo/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hydrotreating catalysts". Catalysts [en línea], 2019, p. 6–8. [Consulta: 02 Septiembre 2023]. Disponible en: <http://doi.org/10.3390/catal9010096>

PARANJPE., & KIRAN. "Alpha, Beta and Gamma Alumina as a catalyst -A Review". The Pharma Innovation Journal [en línea], 2017, vol. 6, pp.1-3. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. ISSN 2277-7695. Disponible en: <https://www.thepharmajournal.com/archives/?year=2017&vol=6&issue=11&ArticleId=1426>

PÉREZ, L. Aplicación del análisis termogravimétrico (TGA) y espectroscopia de la transformada de fourier (FTIR) protocolo de calentamiento para la medición de porosidad en lutitas [en línea] (Trabajo de titulación). Universidad Surcolombiana, Facultad de Ingeniería, Neiva, Colombia. 2011. pp.20-21. [Consulta: 30 Noviembre 2023]. Disponible en: <http://repositoriousco.co:8080/jspui/handle/123456789/2255>

PIQUÉ, M., & VÁZQUEZ, A. "Uso de espectroscopía infrarroja con transformada de fourier (ftir) en el estudio de la hidratación del cemento". Concreto y cemento. Investigación y desarrollo [en línea], 2012, vol. 3, pp.2. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. ISSN 2007-3011. Disponible en: [http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S2007-30112012000100004&lng=es&nrm=iso&tlng=es](http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2007-30112012000100004&lng=es&nrm=iso&tlng=es)

POBLETE, A. Pirólisis catalítica de desechos plásticos mediante zeolitas modificadas con cobre [en línea] (Trabajo de titulación). Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, Santiago de Chile, Chile. 2013. pp.3-15. [Consulta: 30 Noviembre 2022]. Disponible en: <https://repositorio.uchile.cl/handle/2250/114579>

ROSALES, O., RAMÍREZ, C., GALLEGOS, G., QUIRINO, J., RODRÍGUEZ, V., PÉREZ, R., & VELOZ, A. "Desorción a temperatura programada (TPD) para determinar el tamaño de partícula de Pt sobre un soporte de ZnO". PADI Boletín Científico de Ciencias Básicas e Ingenierías del ICBI [en línea], 2018, vol. 5, pp.30. [Consulta: 22 Agosto 2023]. Disponible

en: <https://doi.org/0.29057/icbi.v5i10.2928>

SAMSONENKO, D. "Preparation and characterization of monometallic and bimetallic catalysts by impregnation and incipient wetness techniques". Science Direct [en línea], 2018. [Consulta: 02 Septiembre 2023]. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214785318310406>

SAUD, N., ASWAD, A., & AL-DUJAILI, A. "Synthesis of gamma alumina for catalyst support using yeast cell as pore forming agent using regression model". Journal of Engineering and Applied Sciences [en línea], 2018, vol. 13, pp.10-12. [Consulta: 18 Mayo 2023]. ISSN 18187803. Disponible en: <https://doi.org/10.3923/jeasci.2018.9558.9563>

STUDIES IN SURFACE SCIENCE AND CATALYSIS. "Chapter 6. The catalytic cycle". Revista Elsevier [en línea], vol. 95, 1995, pp.247-297. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. ISSN 0167-2991. Disponible en: [https://doi.org/10.1016/S0167-2991\(06\)80478-7](https://doi.org/10.1016/S0167-2991(06)80478-7)

TAMAYO, R., & CORTÓN, R. *Aspectos fundamentales de la química física*. Segunda Edición. Playa, Ciudad de la Habana, 1990, pp.294-299.

TELLEZ, J., SARABIA, P., HERNÁNDEZ, S., & NOLASCO, A. "Mecanismos de desactivación de catalizadores heterogéneos". Mundo Nano Scielo [en línea], 2021, vol. 14, pp.4-14. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. Disponible en: <https://www.scielo.org.mx/pdf/mn/v14n26/2448-5691-mn-14-26-00005.pdf>

TORO, F., HERMINSUL MINA, J., & BOLAÑOS, A. "Estudio Físico-Mecánico Y Térmico De Una Resina Natural Mopa-Mopa Acondicionada a Diferentes Humedades Relativas". Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial [en línea], 2013, vol. 11, pp.5-8. [Consulta: 18 Mayo 2023]. Disponible en: [http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S1692-35612013000100004](http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1692-35612013000100004)

UNSIHUAY, D., PICASSO, G., & SUN KOU, R. "Síntesis de catalizadores basados en óxidos mixtos de Ni-Ti para la producción de etileno a partir de la deshidrogenación catalítica del etano TT - Synthesis of catalysts based on Ni-Ti mixed oxides for the production of ethylene from catalytic dehydroge". Revista de la Sociedad Química del Perú [en línea], 2016, vol. 82, pp.494-496. [Consulta: 18 Mayo 2023]. ISSN 1810-634X. Disponible en: [http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S1810-634X2016000400010&lang=en%0Ahttp://www.scielo.org.pe/pdf/rsqp/v82n4/a10v82n4.pdf](http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1810-634X2016000400010&lang=en%0Ahttp://www.scielo.org.pe/pdf/rsqp/v82n4/a10v82n4.pdf)

VIDAL, A. Adsorción y Separación de n-alcanos en Hexacianocobaltatos de Metales de

- Transición [en línea] (Trabajo de titulación). Instituto Politécnico Nacional Cicata-Legaria, Ciudad de México, México. 2008. pp.12. [Consulta: 13 Septiembre 2023]. Disponible en: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15998525>
- VIGNATTI, C. Desarrollo de nuevos catalizadores para conversión de monóxido de carbono para producción de hidrógeno [en línea] (Trabajo de Titulación). (Doctorado) Universidad Nacional del Litoral, Facultad de Ingeniería Química, Santa Fe, Argentina. 2010. pp.99-11. [Consulta: 22 Agosto 2023]. Disponible en: <http://hdl.handle.net/11185/198>
- VILLANUEVA, M. Producción de hidrógeno por reformado catalítico en fase acuosa de disoluciones de metanol. Catalizador de platino [en línea] (Trabajo de Titulación). Universidad del País Vasco, Facultad Ingeniería Química, Bilbao, España. 2014. pp.17. [Consulta: 18 Mayo 2023]. Disponible en: <http://hdl.handle.net/10810/15230>
- WANG, G., LIANG, Y., SONG, J., LI, H., & ZHAO, Y. “Study on High Activity and Outstanding Stability of Hollow-NiPt@SiO<sub>2</sub> Core-Shell Structure Catalyst for DRM Reaction”. *Frontiers in Chemistry* [en línea], 2020, vol. 8, pp.5-6. [Consulta: 18 Mayo 2023]. ISSN 22962646. Disponible en: <https://doi.org/10.3389/fchem.2020.00220>
- YANG, G., & PARK, J. “Conventional and microwave hydrothermal synthesis and application of functional materials: A review”. *Materials* [en línea], 2019, vol. 12, pp.2-18. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. ISSN 19961944. Disponible en: <https://doi.org/10.3390/ma12071177>
- YAULI, L. Síntesis y caracterización de catalizadores de Ni/Cu derivados de Perovskitas [en línea] (Trabajo de Titulación). Universidad de las Fuerzas Armadas, Ingeniería Petroquímica, Quito, Ecuador. 2019. pp.18-20. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. Disponible en: <http://repositorio.espe.edu.ec/handle/21000/15616>
- ZAMBRANO, A. Reciclaje químico de plástico mediante pirólisis catalítica usando un catalizador regenerado [en línea] (Trabajo de titulación). Escuela Superior Politecnica de Chimborazo, Riobamba, Ecuador. 2022. [Consulta: 01 Diciembre 2022]. Disponible en: <http://dspace.espech.edu.ec/bitstream/123456789/16994/1/236T0586.pdf>



## ANEXOS

### ANEXO A: CÁLCULOS PARA LA SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES MONOMETÁLICO (Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Y BIMETÁLICO (Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

#### A1. Cálculo estequiométrico para la preparación del catalizador Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mediante impregnación.

$$15\text{g Al}_2\text{O}_3 \times \frac{16,33\text{ g NH}_4\text{NO}_3}{100\text{g Al}_2\text{O}_3} = 2,4495\text{ g NH}_4\text{NO}_3$$

$$15\text{g Al}_2\text{O}_3 \times \frac{37,35\text{g Ni(NO}_3)_2}{100\text{g Al}_2\text{O}_3} = 5,6025\text{ g Ni(NO}_3)_2$$

#### A2. Cálculo para la preparación del catalizador Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mediante co-impregnación.

$$15\text{g Al}_2\text{O}_3 \times \frac{16,33\text{g NH}_4\text{NO}_3}{100\text{g Al}_2\text{O}_3} = 2,4495\text{g NH}_4\text{NO}_3$$

$$15\text{g Al}_2\text{O}_3 \times \frac{37,35\text{g Ni(NO}_3)_2}{100\text{g Al}_2\text{O}_3} = 5,6025\text{ g Ni(NO}_3)_2$$

$$15\text{g Al}_2\text{O}_3 \times \frac{37,35\text{g Zn(NO}_3)_2}{100\text{g Al}_2\text{O}_3} = 5,6025\text{g Zn(NO}_3)_2$$

#### A3. Cálculo para la relación molar del catalizador Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

- Datos de Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O:

PM: 290, 81 g/mol Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O

Peso en cantidad del reactivo: 5,6025 g Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O

1 mol Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O = 290,81 g/mol Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O

1 mol Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> = 1 mol Ni<sup>2+</sup>

1 mol Ni<sup>2+</sup> = 6,023 × 10<sup>23</sup> átomos de Ni<sup>2+</sup>

$$5,6025\text{ g Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \frac{1\text{ mol Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{290,81\text{ g Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \times \frac{1\text{ mol Ni}^{2+}}{1\text{ mol Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \times \frac{6,023 \times 10^{23}}{1\text{ mol Ni}^{2+}} = 1,16 \times 10^{22}$$

Ni<sup>2+</sup>

- Datos de Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O:

PM: 297, 48 g/mol Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O

Peso en cantidad del reactivo: 5,6025g Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O

1 mol Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O = 297,48 g/mol Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O

1 mol Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O = 1 mol Zn<sup>2+</sup>

$$1 \text{ mol Zn}^{2+} = 6,023 \times 10^{23} \text{ átomos de Zn}^{2+}$$

$$5,6025 \text{ g Zn(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \frac{1 \text{ mol Zn(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{297,48 \text{ g Zn(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \times \frac{1 \text{ mol Zn}^{2+}}{1 \text{ mol Zn(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \times \frac{6,023 \times 10^{23}}{1 \text{ mol Zn}^{2+}} = 1,13 \times 10^{22} \text{ Zn}^{2+}$$

Con relación a los resultados obtenidos podemos mencionar que se cumple una relación 1:1 entre los metales níquel y zinc, para los catalizadores bimetálicos.

$$1,16 \times 10^{22} \text{ Ni}^{2+} = 1,13 \times 10^{22} \text{ Zn}^{2+}$$

#### A4. Cálculos estequiométricos para la determinación del porcentaje de Níquel y Zinc.

$$5,6025 \text{ sol. Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \frac{1 \text{ mol sol. Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{290,81 \text{ g sol. Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}$$

$$\times \frac{1 \text{ mol Ni}}{1 \text{ mol sol. Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \times \frac{58,69 \text{ g Ni}}{1 \text{ mol Ni}} = 1,13 \text{ g Ni}$$

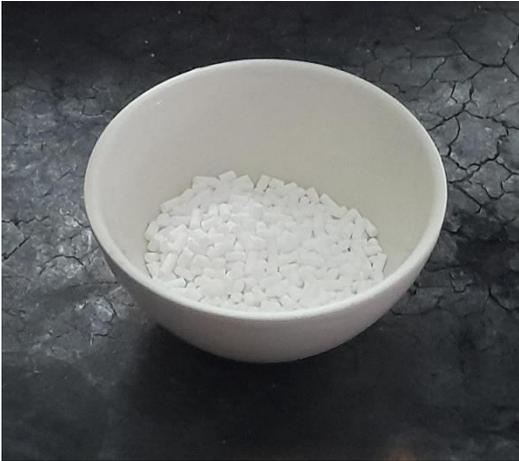
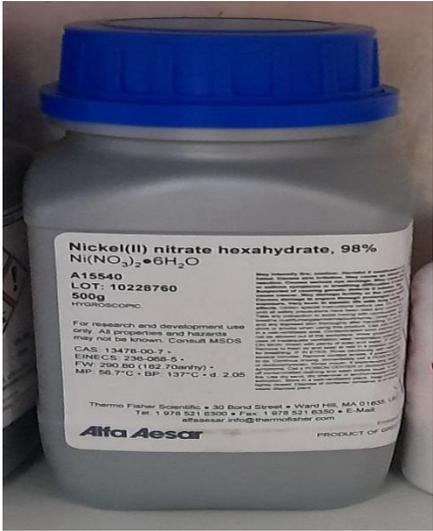
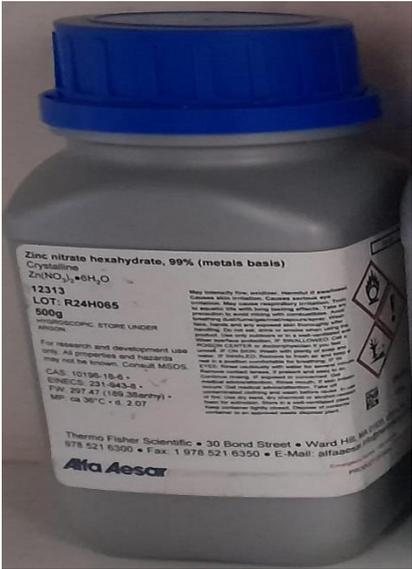
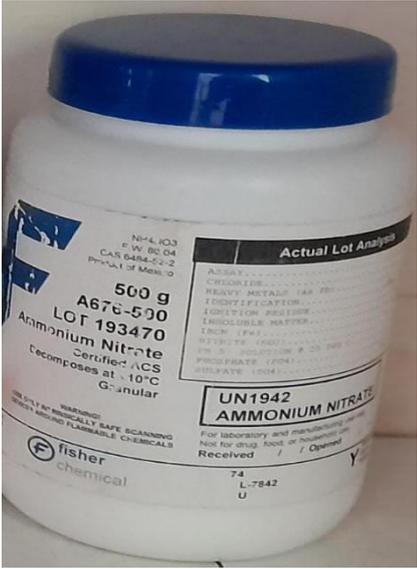
$$\frac{1,13 \text{ g Ni}}{15 \text{ g catalizador}} \times 100 = 7,54\% \text{ de Ni}$$

$$5,6025 \text{ sol. Zn(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \frac{1 \text{ mol sol. Zn(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{297,48 \text{ g sol. Zn(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}$$

$$\times \frac{1 \text{ mol Zn}}{1 \text{ mol sol. Zn(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \times \frac{65,38 \text{ g Zn}}{1 \text{ mol Zn}} = 1,23 \text{ g Zn}$$

$$\frac{1,23 \text{ g Zn}}{15 \text{ g catalizador}} \times 100 = 8,21\% \text{ de Zn}$$

**ANEXO B: REACTIVOS EMPLEADOS PARA LA SÍNTESIS DE CATALIZADORES Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Y Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

|   |   |
|---|---|
|                    |                     |
| <p><b>B1.</b> Gamma alúmina (<math>\gamma</math>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)</p>                   | <p><b>B2.</b> Nitrato de Níquel hexahidratado (Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O).</p> |
|                  |                   |
| <p><b>B3.</b> Nitrato de Zinc hexahidratado (Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O).</p> | <p><b>B4.</b> Nitrato de amonio (NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>).</p>                                   |

## ANEXO C: SÍNTESIS DEL CATALIZADOR MONOMETÁLICO (Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)



**C1.** Pesado de la alúmina para el catalizador Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



**C2.** Calcinación de la alúmina



**C3.** Preparación de soluciones



**C4.** Incorporación de nitrato de amonio en la alúmina



**C5.** Incorporación de nitrato de níquel hexahidratado en la alúmina



**C6.** Filtración al vacío

|   |  |
|---|--|
|  |  |
| <p><b>C6.</b> Secado de la alúmina impregnada de níquel</p>                       | <p><b>C7.</b> Calcinación final del catalizador</p>                                |

**ANEXO D: SÍNTESIS DEL CATALIZADOR BIMETÁLICO (Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)**

|  |  |
|--|--|
|            |   |
| <p><b>D1.</b> Pesado de la alúmina para el catalizador Ni-Zn/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></p> | <p><b>D2.</b> Calcinación de la alúmina</p>  |
|           |  |
| <p><b>D3.</b> Preparación de soluciones</p>  | <p><b>D4.</b> Incorporación de nitrato de amonio en la alúmina</p>                   |



**D5.** Incorporación de nitrato de níquel hexahidratado en la alúmina



**D6.** Incorporación de nitrato de zinc hexahidratado en la alúmina



**D7.** Filtración al vacío



**D8.** Secado de la alúmina impregnada de níquel y zinc



**D9.** Calcinación final del catalizador



**D10.** Catalizadores sintetizados



epoch

Dirección de Bibliotecas y  
Recursos del Aprendizaje

UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS Y ANÁLISIS BIBLIOGRÁFICO Y  
DOCUMENTAL

**REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA**

Fecha de entrega: 02 / 02 / 2024

|   |
|---|
| <b>INFORMACIÓN DEL AUTOR/A (S):</b>   |
| <b>Nombres – Apellidos:</b> Rina Soraya Bermeo Alemán<br>Katty Pamela Jerez Masaquiza |
| <b>INFORMACIÓN INSTITUCIONAL</b>  |
| <b>Facultad:</b> Ciencias   |
| <b>Carrera:</b> Química   |
| <b>Título a optar:</b> Químico  |
| <b>f. Analista de Biblioteca responsable:</b> Ing. Rafael Inty Salto Hidalgo          |

0011-DBRA-UPT-2024

