

ÍNDICE

Prólogo.....	i
Acrónimos.....	vii
CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN.....	1
1.1. Breve introducción a la catálisis y a la química sostenible.....	2
1.2. La catálisis heterogénea y sus materiales.....	7
1.3. Zeolitas.....	9
1.3.1. Zeolitas intercambiadas con metales.....	11
1.4. Técnicas avanzadas de sincrotrón.....	14
1.5. Contexto de la tesis.....	22
1.6. Bibliografía.....	25
CAPÍTULO 2. OBJETIVOS.....	32
CAPÍTULO 3. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN.....	34
3.1. Técnicas de caracterización de laboratorio.....	35
3.1.1. Análisis elemental (EA).....	35
3.1.2. Espectroscopía de emisión de plasma de acoplamiento inductivo (ICP-AES).....	35
3.1.3. Difracción de rayos X (XRD).....	36
3.1.4. Isotermas de adsorción de N ₂	37
3.1.5. Reducción a temperatura programada (TPR-H ₂).....	39
3.1.6. Espectroscopía ultravioleta-visible (UV-VIS).....	40
3.1.7. Técnicas de microscopía electrónica.....	41
3.1.7.1. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).....	41
3.1.7.2. Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM)	42

3.2.	Técnicas de sincrotrón: espectroscopía de absorción de rayos X (XAS).....	43
3.2.1.	Fenómeno de absorción fotoeléctrica.....	44
3.2.2.	Fundamentos de XAS.....	46
	3.2.2.1. Reglas de selección.....	46
	3.2.2.2. Regiones del espectro.....	47
3.2.3.	Experimento XAS.....	51
3.2.4.	Limitaciones de la técnica.....	52
3.2.5.	Metodología de análisis.....	53
	3.2.5.1. Normalización de los espectros.....	54
	3.2.5.2. Análisis región XANES.....	55
	3.2.5.3. Análisis región EXAFS.....	56
3.3.	Bibliografía.....	58

CAPÍTULO 4. INFRAESTRUCTURAS SINCROTRON PARA LAS MEDIDAS XAS *IN SITU*..... 61

4.1.	Líneas XAS de luz sincrotrón.....	62
4.2.	Celdas de reacción.....	65
4.2.1.	Introducción.....	65
4.2.2.	Celda de reacción multipropósito.....	67
	4.2.2.1. Cabeza.....	71
	4.2.2.2. Cuerpo.....	73
4.2.3.	Unidad de control.....	75
	4.2.3.1. Circuito neumático.....	76
	4.2.3.2. Control de presión.....	79
	4.2.3.3. Circuito de refrigeración y anticondensación.....	79
	4.2.3.4. Control de temperatura.....	80
4.2.4.	Software.....	80
4.3.	Bibliografía.....	82

CAPÍTULO 5. CATALIZADORES Co Y Cu-TNU-9.....	85
5.1. Introducción.....	86
5.1.1. Medidas de corrección del NO _x	92
5.1.1.1. Medidas secundarias.....	94
5.2. Objetivo del estudio.....	99
5.3. Experimental.....	100
5.3.1. Preparación de los catalizadores.....	100
5.3.1.1. Síntesis de los soportes zeolíticos.....	100
5.3.1.2. Incorporación del metal.....	102
5.3.2. Medidas catalíticas.....	103
5.3.3. Caracterización de los catalizadores.....	104
5.3.3.1. Espectroscopía de absorción de rayos X (XAS)..	104
5.4. Resultados y discusión.....	105
5.4.1. Análisis físico-químico, textural y estructural de los catalizadores.....	105
5.4.2. Catalizadores de Co-zeolitas.....	108
5.4.2.1. Influencia de la temperatura.....	110
5.4.2.2. Influencia de la concentración de oxígeno.....	119
5.4.2.3. Influencia de la presencia de agua en la corriente de alimentación.....	120
5.4.3. Catalizadores de Cu-zeolitas.....	122
5.4.3.1. Influencia de la temperatura.....	124
5.4.3.2. Influencia de la concentración de oxígeno.....	127
5.4.3.3. Influencia de la presencia de agua en la corriente de alimentación.....	132
5.5. Discusión comparativa.....	134
5.5.1. Influencia del agua en el medio de reacción.....	138
5.6. Conclusiones.....	139
5.7. Bibliografía.....	140

CAPÍTULO 6. CATALIZADORES Pd Y Pt/Sn-BETA.....	148
6.1. Introducción.....	149
6.1.1. Paladio y Platino: dos metales nobles escasos pero extensamente utilizados.....	149
6.1.2. Reacciones de hidrogenación selectiva.....	152
6.1.2.1. Hidrogenación selectiva de cinamaldehído.....	156
6.1.2.2. Aminación reductiva de cetonas.....	157
6.2. Objetivo.....	159
6.3. Experimental.....	160
6.3.1. Preparación de los catalizadores.....	160
6.3.1.1. Síntesis de las zeolitas Al-Beta y Si-Beta.....	160
6.3.1.2. Síntesis de la zeolita Sn-Beta.....	161
6.3.1.3. Incorporación de Pd y Pt a las zeolitas.....	162
6.3.2. Medidas catalíticas.....	162
6.3.3. Espectroscopía de absorción de rayos X (XAS) <i>in situ</i> ...	164
6.4. Resultados.....	169
6.4.1. Caracterización físico-química, textural y estructural....	169
6.4.2. Resultados catalíticos.....	178
6.4.3. Resultados espectroscopía de absorción de rayos X (XAS).....	184
6.4.3.1. Catalizadores de Pd-zeolita Beta.....	184
6.4.3.2. Catalizadores de Pt-zeolita Beta.....	199
6.5. Discusión de resultados.....	214
6.6. Conclusiones.....	220
6.7. Bibliografía.....	222
 CAPÍTULO 7. ZEOLITA Ag-LTA.....	 229
7.1. Introducción.....	230
7.1.1. Breve historia de la plata.....	230

7.1.2.	Plata con aplicaciones biocidas.....	236
7.2.	Objetivos.....	238
7.3.	Experimental.....	240
7.3.1.	Preparación de los catalizadores.....	240
7.3.2.	Caracterización de los catalizadores.....	241
	7.3.2.1. Espectroscopía de absorción de rayos X (XAS) <i>in situ</i>	241
7.4.	Resultados.....	243
7.4.1	Difracción de rayos X (XRD).....	244
7.4.2	Reducción a temperatura programada con H ₂	246
7.4.3	Microscopía electrónica de barrido de emisión de campo y microanálisis (FESEM-EDX).....	249
7.4.4	Espectroscopía UV-Vis (UV-Vis).....	257
7.4.5.	Espectroscopía de absorción de rayos X (XAS) <i>in-situ</i> ...	260
	7.4.5.1. Tratamiento térmico en atmósfera inerte.....	263
	7.4.5.2. Influencia del tipo de atmósfera en las estructuras metálicas formadas.....	274
7.5.	Discusión de resultados.....	276
7.6.	Conclusiones.....	281
7.7.	Bibliografía.....	284
	CONCLUSIONES.....	288
	ANEXO.....	290