

Resumen

El objetivo de esta tesis es estudiar la agrupación y el crecimiento de especies metálicas confinadas o soportadas en materiales porosos mediante espectroscopia de absorción de rayos X *in situ*. Para lograrlo, las especies de paladio y plata se han introducido en materiales porosos (γ -alúmina, carbón activo y zeolitas) mediante impregnación vía húmeda y métodos de intercambio iónico, respectivamente. Luego, el agrupamiento de estas especies metálicas se ha controlado mediante tratamientos de activación en diferentes atmósferas (inerte, oxidativa y reductiva) y seguido por XAS de manera detallada.

El objetivo principal del trabajo actual es demostrar que tanto XANES como EXAFS pueden proporcionar información valiosa y, en cierto punto, innovadora durante el control de especies metálicas (en términos de tipo y tamaño de las especies). Aprovechando los procedimientos de análisis inusuales, como el análisis de los cumulantes, el ajuste de la parte imaginaria de la transformada de Fourier y otros, es posible obtener información refinada sobre los sistemas investigados.

En la sección de introducción, se proporciona una compilación de estudios en los que se ha utilizado XAS como técnica importante para caracterizar especies metálicas en materiales porosos. Conscientes de que las personas pueden usar dicha introducción como base para estudios más complejos en el futuro, la discusión se ha dirigido tentativamente hacia este objetivo.

El capítulo 4 se centra en el estudio de la influencia de los precursores de paladio y la naturaleza del soporte en las nanopartículas resultantes. El proceso de activación completo, es decir, la transformación precursor \rightarrow nanopartícula, ha sido seguido por XAS *in situ*. El análisis estuvo compuesto por el punto de partida (material impregnado), calcinación en flujo de O₂ y reducción posterior con H₂. La consecuencia del uso de diferentes precursores metálicos y soportes se ha discutido en términos del número de coordinación promedio obtenido a partir del análisis de datos de EXAFS, que fue respaldado por técnicas de caracterización de laboratorio.

El capítulo 5 está dedicado al estudio de la agrupación de plata durante y después de los tratamientos de activación utilizando zeolitas de poro pequeño intercambiadas con plata como precursores y nanocontenedores. Se ha estudiado la influencia de la estructura y la composición química de los materiales basados en plata sobre las especies metálicas formadas en diferentes condiciones de agrupamiento y redispersión del metal (calcinación usando atmósferas distintas, reducción en H₂, redispersión en O₂) utilizando métodos de caracterización *in situ* o *ex situ*. Después, se discuten las consecuencias catalíticas de las zeolitas que contienen Ag en la reacción de

SCO-NH₃. En esta sección, la combinación de XAS *in situ* con varias técnicas de laboratorio ha demostrado ser fundamental para un completo entendimiento del trabajo.

Finalmente, una lista de proyectos desarrollados en paralelo a esta tesis se proporciona al final de este documento.