

# ÍNDICE

1.	CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN.....	1
1.1.	MATERIALES POROSOS.....	3
1.2.	CLASIFICACIÓN.....	8
1.2.1.	ZEOLITAS.....	8
1.2.2.	ESTRUCTURAS ORGÁNICAS METÁLICAS (MOFS).....	10
1.2.3.	POLÍMEROS ORGÁNICOS POROSOS (POPS).....	11
1.3.	CONCLUSIONES.....	13
1.4.	BIBLIOGRAFIA.....	15
2.	CAPÍTULO 2: OBJETIVOS.....	20
3.	CAPÍTULO 3: PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	25
3.1.	MATERIALES INORGÁNICOS POROSOS (ZEOLITAS) .....	27
3.1.1.	REACTIVOS EMPLEADOS.....	27
3.1.2.	AGENTES DIRECTORES DE ESTRUCTURA ORGÁNICOS (ADES) .....	29
3.1.2.1.	SÍNTESIS DE CATIONES FOSFORADOS.....	31

3.1.2.1.1. SÍNTESIS DE BROMURO DE 2,2-DIISOPROPIL- 2,3-DIHIDRO-1H-BENZO [DE] ISOFOSFINOLIN-2-IO (ADE 1) .....	31
3.1.2.1.2. SÍNTESIS DE BROMURO DE 2,2-DIISOPROPIL- 2,3-DIHIDRO-1H-ISOFOSFINDOL-2-IO (ADE2).....	34
3.1.2.1.3. SÍNTESIS DE BROMURO DE 2,2,6,6-TETRA ISOPROPIL-1,2,3,5,6,7-HEXAHIDROFOSFOLO [3,4-F] ISOFOSFINDOL-2,6-DIIO (ADE 3) .....	36
3.1.2.2. SÍNTESIS DE CATIONES ARSENIADOS.....	38
3.1.2.2.1. SÍNTESIS DE ADES MONOCATIÓNICOS.....	38
3.1.2.2.2. SÍNTESIS DE TRIETILMETILARSONIO (ADE4)..	38
3.1.2.2.3. SÍNTESIS DE TETRAETILARSONIO (ADE 5).....	39
3.1.2.2.4. SÍNTESIS DE TRIS(DIMETILAMINO) METIL ARSINA (ADE6) .....	41
3.1.2.3. SÍNTESIS DE ADEOS DICATIÓNICOS.....	42

3.1.2.3.1. SÍNTESIS DE 1,4 – BIS-(TRIETILARSINA) BUTANO (ADE7).....	42
3.1.3. SÍNTESIS DE ZEOLITAS.....	43
3.1.3.1. PROCEDIMIENTO GENERALES DE SÍNTESIS DE ZEOLITAS.....	43
3.1.3.2. PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES DE LAS SÍNTESIS DE LOS MATERIALES OBTENIDOS.....	44
3.1.3.2.1. SÍNTESIS DE LA ZEOLITA ITQ-21 UTILIZANDO COMO AGENTE DIRECTOR DE ESTRUCTURA BROMURO DE 2,2-DIISOPROPIL-2,3-DIHIDRO-1H-BENZO [DE] ISOFOFINOLIN-2-IO (ADE1) EN MEDIO FLUORURO.....	45
3.1.3.2.2. SÍNTESIS DE LA ZEOLITA ITQ-34 UTILIZANDO COMO AGENTE DIRECTOR DE ESTRUCTURA BROMURO DE 2,2-DIISOPROPIL-2,3-DIHIDRO-1H-BENZO [DE] ISOFOFINOLIN-2-IO (ADE1) EN MEDIO FLUORURO.....	46
3.1.3.2.3. SÍNTESIS DEL MATERIAL ZSM-5 PURA SÍLICE UTILIZANDO COMO AGENTE DIRECTOR IODURO DE TETRAETILARSONIO (ADE 5) EN MEDIO FLUORURO.....	46

3.1.3.2.4. SÍNTESIS DEL MATERIAL ZSM-5 EN FORMA DE ALUMINOSILICATO UTILIZANDO COMO AGENTE DIRECTOR IODURO DE TETRAETILARSONIO (ADE 5) EN MEDIO FLUORURO.....	47
3.1.3.2.5. SÍNTESIS DEL MATERIAL ZSM-5 EN FORMA DE GERMANOSILICATO UTILIZANDO COMO AGENTE DIRECTOR IODURO DE TETRAETILARSONIO (ADE 5) EN MEDIO FLUORURO.....	48
3.1.3.2.6. SÍNTESIS DEL MATERIAL ZSM-5 EN FORMA DE BOROSILICATO UTILIZANDO COMO AGENTE DIRECTOR IODURO DE TETRAETILARSONIO (ADE 5) EN MEDIO FLUORURO.....	49
3.1.3.2.7. SÍNTESIS DEL MATERIAL ZSM-5 EN FORMA DE SILICOGALATO UTILIZANDO COMO AGENTE DIRECTOR IODURO DE TETRAETILARSONIO (ADE 5) EN MEDIO FLUORURO.....	50
3.1.3.3. TRATAMIENTOS POST-SÍNTESIS.....	50
3.1.3.3.1. ELIMINACIÓN DEL AGENTE DIRECTOR DE ESTRUCTURA.....	50
3.1.3.3.2. CALCINACIÓN EN AIRE.....	51

3.1.3.3.3. TRATAMIENTO TÉRMICO EN HIDRÓGENO....	51
3.2. POLÍMEROS ORGÁNICOS POROSOS, POPS.....	52
3.2.1. REACTIVOS EMPLEADOS.....	52
3.2.2. SÍNTESIS DE MOLÉCULAS ORGÁNICAS UTILIZADAS COMO UNIDADES ESTRUCTURALES (MONÓMEROS) .....	54
3.2.2.1. SÍNTESIS DE 4,4 '- (3,3-BIS (4-FORMILFENETIL) PENTANE-1,5-DIIL) DIBENZALDEHÍDO.....	54
3.2.2.2. SÍNTESIS DE 1,3,5-TRIS(4',4'',4-FORMILPIRIDINA) BENCENO.....	56
3.2.2.3. SÍNTESIS DE [CO4O4(P-CHO-OBZ)4(PY)4].....	57
3.2.3. SÍNTESIS DE POLÍMEROS ORGÁNICOS POROSOS (POPS).....	60
3.2.3.1. SÍNTESIS DE 2-FORMIL-MALONALDEHIDO HIDRAZINA COPOLYMERO.....	60
3.2.3.2. SÍNTESIS DE 1,3,5-TRIFORMILBENCENO- HIDRAZINA COPOLIMERO (ACOF-1).....	61

3.2.3.3. SÍNTESIS DE CC3-R.....	62
3.2.3.4. SÍNTESIS DE 4,4 '- (3,3-BIS (4-FORMILFENETIL) PENTANO-1,5-DIIL) DIBENZALDEHÍDO (1R, 2R) - (-) -1,2 – DIAMINOCICLOHEXANO COPOLÍMERO (POP-1).....	63
3.2.3.5.SÍNTESIS DE 4,4 '- (3,3-BIS (4-FORMILFENETIL) PENTANO-1,5-DIIL) DIBENZALDEHÍDO (1R, 2R) - (+) - 1,2- DIFENILETILENDIAMINA COPOLÍMERO (POP-2).....	64
3.2.3.6. SÍNTESIS DE (1R,2R) - (-)-1,2- DIAMINOCICLOHEXANO COPOLIMERO (POP-3).....	65
3.2.3.7. SÍNTESIS DE (1R, 2R)-(+) -1,2- DIFENILETILENEDIAMINA (POP-4).....	66
3.2.3.8. SÍNTESIS DE 1,3,5-TRIS(4',4'',4-FORMILPIRIDINA) BENCENO (1R,2R) - (-)-1,2-DIAMINOCICLOHEXANO COPOLIMERO (POP-5).....	67
3.2.3.9. SÍNTESIS DE 1,3,5-TRIS(4',4'',4-FORMILPIRIDINA) BENCENO (1R, 2R)-(+) -1,2- DIFENILETILENEDIAMINA COPOLIMERO (POP-6).....	68
3.3. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN.....	69
3.3.1. DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX).....	69

3.3.1.1. DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX) DE POLVO.....	69
3.3.1.2. DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX) DE MONOCRISTAL.....	70
3.3.2. ANÁLISIS QUÍMICO MEDIANTE ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN ATÓMICA Y PLASMA DE ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP-AES).....	71
3.3.3. ANÁLISIS ELEMENTAL.....	72
3.3.4. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO (TG).....	72
3.3.5. TÉCNICAS DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA.....	73
3.3.5.1. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE CAMPO (FESEM).....	73
3.3.5.2. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (TEM).....	74
3.3.6. ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR (RMN).....	75

3.3.7. REDUCCIÓN A TEMPERATURA PROGRAMADA CON H <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> -TPR).....	78
3.3.8. ESPECTROSCOPIA ULTRAVIOLETA-VISIBLE (UV- VIS) DE REFLECTANCIA DIFUSA.....	78
3.3.9. ESPECTROSCOPIA DE LUMINISCENCIA DE ULTRAVIOLETA-VISIBLE: FLUORESCENCIA.....	79
3.4. BIBLIOGRAFÍA.....	80
4. CAPÍTULO 4: SÍNTESIS DE ZEOLITAS.....	82
4.1 INTRODUCCIÓN.....	84
4.1.1. DEFINICIÓN, CLASIFICACIÓN Y PROPIEDADES..	84
4.1.1.1. DEFINICIÓN Y ESTRUCTURA.....	84
4.1.1.2. CLASIFICACIÓN.....	86
4.1.1.3. PROPIEDADES.....	88
4.1.1.3.1. CAPACIDAD DE INTERCAMBIO IÓNICO.....	89
4.1.1.3.2. CARACTERÍSTICAS ACIDO-BASE.....	89
4.1.1.3.3. CAPACIDAD DE ADSORCIÓN.....	91
4.1.2. APLICACIONES DE LAS ZEOLITAS.....	91
4.1.2.1. CATALIZADORES.....	91
4.1.2.2. ADSORBENTES.....	92
4.1.2.3. INTERCAMBIADORES IÓNICOS.....	92
4.1.2.4. OTRAS APLICACIONES.....	93



4.1.3. SÍNTESIS DE ZEOLITAS.....	93
4.1.3.1. PROCESO DE CRISTALIZACIÓN.....	94
4.1.3.1.1. NUCLEACIÓN.....	95
4.1.3.1.2. CRECIMIENTO CRISTALINO.....	96
4.1.4. FACTORES QUE INFLUYEN EN LA SÍNTESIS DE ZEOLITAS.....	98
4.1.4.1. INFLUENCIA DEL AGENTE MINERALIZANTE...98	
4.1.4.2. TIEMPO DE CRISTALIZACIÓN Y TEMPERATURA.....	100
4.1.4.3. TIPO DE AGENTES DIRECTORES DE ESTRUCTURA (ADEs).....	101
4.1.4.4. INCORPORACIÓN DE HETEROÁTOMOS EN LA ESTRUCTURA.....	106
4.1.4.5. FUENTES INORGÁNICAS PRECURSORAS: USO DE ESTRUCTURAS CRISTALINAS. ....	108
4.2. SINTESIS DE ZEOLITAS EMPLEANDO EL ADE1 COMO AGENTE DIRECTOR DE ESTRUCTURA: ESTRUCTURA ITQ-21.....	111
4.2.1. INTRODUCCIÓN.....	111
4.2.2. CONDICIONES DE SÍNTESIS.....	113
4.2.3. PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS DEL MATERIAL ITQ-21.....	116
4.2.4. CONCLUSIONES.....	128

4.3.	SINTESIS DE ZEOLITAS EMPLEANDO EL ADE1 COMO AGENTE DIRECTOR DE ESTRUCTURA E ITQ-33 COMO FUENTE DE Si Y Al: ESTRUCTURA ITQ-34.....	130
4.3.1.	INTRODUCCIÓN.....	130
4.3.2.	CONDICIONES DE SÍNTESIS.....	132
4.3.3.	PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS DEL MATERIAL ITQ-34.....	134
4.3.4.	CONCLUSIONES.....	139
4.4.	SINTESIS DE ZEOLITAS EMPLEANDO EL ADE5 Y ADE7 COMO AGENTES DIRECTORES DE ESTRUCTURA: ESTRUCTURA MFI.....	140
4.4.1.	INTRODUCCIÓN.....	140
4.4.2.	CONDICIONES DE SÍNTESIS.....	142
4.4.3.	PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS DE MATERIAL ZSM-5.....	146
4.4.4.	CONCLUSIONES.....	176
4.5.	BIBLIOGRAFIA.....	178
5.	CAPÍTULO 5: SÍNTESIS DE SÓLIDOS POROSOS ORGÁNICOS (POPS).....	188
5.1.	INTRODUCCIÓN.....	190
5.1.1.	CLASIFICACIÓN Y PROPIEDADES.....	191

5.1.1.1. POPS AMORFOS.....	191
5.1.1.2. POPS CRISTALINOS.....	192
5.1.2. PARÁMETROS DE SÍNTESIS.....	193
5.1.2.1. MONÓMEROS O UNIDADES DE CONSTRUCCIÓN.....	193
5.1.2.2. REACCIONES DE SÍNTESIS.....	196
5.1.2.3. CONDICIONES DE SÍNTESIS.....	200
5.1.3. CARACTERIZACIÓN.....	201
5.1.4. TIPOS DE POPS.....	202
5.1.4.1.POLÍMEROS HIPERRETICULADOS (HCPs).....	202
5.1.4.2.ESTRUCTURAS AROMÁTICAS POROSAS (PAFs).....	203
5.1.4.3. POLÍMEROS MICROPOROSOS CONJUGADOS (CMPs) .....	204
5.1.4.4. POLÍMEROS CON MICROPOROSIDAD INTRÍNSECA (PIMs).....	206
5.1.4.5. ESTRUCTURAS COVALENTES DE TRIAZINA (CTF) .....	207
5.1.4.6. ESTRUCTURAS COVALENTES ORGÁNICAS (COFs).....	208
5.1.5. APLICACIONES.....	210
5.1.5.1. CATALIZADORES HETEROGÉNEOS.....	210
5.1.5.2. SEPARACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE GASES.....	211
5.1.5.3. APLICACIONES ELECTRÓNICAS Y FOTOELECTRÓNICAS .....	215

5.1.5.3.1. sensores.....	215
5.1.5.3.2. semiconductores.....	216
5.1.5.3.3. almacenamiento de energía electroquímica.....	217
5.1.5.4. conducción de protones e iones.....	218
5.1.5.5. células fotovoltaicas.....	219
5.2. utilización del cof cc3 para la separación de moléculas orgánicas quirales de pequeño tamaño.....	221
5.2.1. condiciones de síntesis.....	224
5.2.2. propiedades fisicoquímicas del material cc3-r.....	224
5.2.3. estudio de espectroscopia de rmn de las interacciones ligando-receptor (cc3-r).....	229
5.2.4. conclusiones.....	248
5.3. síntesis y caracterización de nuevos polímeros orgánicos porosos mediante formación de la imina.....	249
5.3.1. introducción.....	249
5.3.2. condiciones de síntesis.....	250
5.3.2.2. síntesis pop-4.....	250
5.3.3. caracterización.....	252

5.3.3.2. MATERIAL POP-4.....	252
5.3.4. CONCLUSIONES.....	256
5.4. BIBLIOGRAFIA.....	258
6. CAPÍTULO 6: CONCLUSIONES GENERALES.....	269
ANEXOS.....	275
ANEXO I.....	277