

CARRERA DEL INVESTIGADOR CIENTÍFICO Y TECNOLÓGICO

Informe Científico¹

PERIODO ²: 2012-2014

Legajo N°:

1. DATOS PERSONALES

APELLIDO: Bengoa

NOMBRES: José Fernando

Dirección Particular: Calle: N°:

Localidad: La Plata CP: 1900 Tel:

Dirección electrónica (donde desea recibir información): bengoajf@quimica.unlp.edu.ar

2. TEMA DE INVESTIGACION

Línea A: Catalizadores de Hierro Soportado para la Síntesis de Fischer-Tropsch

Línea B: Obtención de Nanopartículas de Óxido de Hierro

Línea C: Diseño de Compositos Magnéticos de Fe₃O₄/mesoporosos funcionalizados para ser utilizados como nuevos adsorbentes en la remoción de metales pesados de matrices acuosas

3. DATOS RELATIVOS A INGRESO Y PROMOCIONES EN LA CARRERA

INGRESO: Categoría: Adjunto sin Director Fecha: 14/07/06

ACTUAL: Categoría: Adjunto sin Director desde fecha: 14/07/06

4. INSTITUCION DONDE DESARROLLA LA TAREA

Universidad y/o Centro: Centro de Investigación y Desarrollo en Ciencias Aplicadas Dr. J.J. Ronco (CINDECA)

Facultad: Cs. Exactas. UNLP

Departamento: Química

Cátedra:

Otros:

Dirección: Calle: 47 N°: 257

Localidad: La Plata CP: 1900 Tel: 221-421-0711

Cargo que ocupa: Investigador CICPBA

5. DIRECTOR DE TRABAJOS. (En el caso que corresponda)

Apellido y Nombres:

Dirección Particular: Calle: N°:

¹ Art. 11; Inc. "e" ; Ley 9688 (Carrera del Investigador Científico y Tecnológico).

² El informe deberá referenciar a años calendarios completos. Ej.: en el año 2008 deberá informar sobre la actividad del período 1°-01-2006 al 31-12-2007, para las presentaciones bianuales.

Localidad: CP: Tel:

Dirección electrónica:

.....
Firma del Director (si corresponde)

.....
Firma del Investigador

6. EXPOSICION SINTETICA DE LA LABOR DESARROLLADA EN EL PERIODO.

Debe exponerse, en no más de una página, la orientación impuesta a los trabajos, técnicas y métodos empleados, principales resultados obtenidos y dificultades encontradas en el plano científico y material. Si corresponde, explicita la importancia de sus trabajos con relación a los intereses de la Provincia.

En el período he trabajado en tres áreas interrelacionadas del conocimiento: la catálisis heterogénea, la ciencia de materiales y la nanotecnología, cubriendo desde aspectos básicos (tales como el desarrollo de nuevos métodos de síntesis de nanopartículas, nanohilos, etc., junto a su caracterización estructural, magnética, etc.), hasta la búsqueda de sistemas con aplicaciones tecnológicas. En este último aspecto el estudio se focalizó en:

-la preparación de catalizadores adecuados para diferentes procesos de síntesis de interés industrial dirigidos a la obtención de catalizadores “cuasi” modelo para estudiar efectos fundamentales que permitan dirigir la preparación de los catalizadores hacia sistemas mas selectivos, en especial en la síntesis de Fischer-Tropsch (SFT)

—el desarrollo de sistemas en los que un óxido de Fe magnético se recubre con un sólido mesoporoso para luego amino-funcionalizar el composito resultante, de esta forma los sólidos magnéticos adsorbentes, capaces de retener iones de Cu(II), Zn(II) y Cr(VI) de matrices acuosas, podrán ser fácilmente separados de la matriz, regenerados y posteriormente re-utilizados.

Se ha puesto especial énfasis en los métodos de preparación de los sólidos utilizados y en su caracterización fisicoquímica, sin descuidar en ningún momento sus posibles aplicaciones tecnológicas. A continuación se enumeran algunos de los principales resultados obtenidos.

Nuestro grupo de trabajo utilizando el método modificado de Sun ha obtenido un lote de NPs de 3 nm de γ -Fe₂O₃ con una distribución muy estrecha de tamaños (de alrededor de 0.6 nm). Estas NPs han sido caracterizadas por medio de medidas magnéticas, TEM, DLS, espectroscopia Mössbauer, TGA etc. Posteriormente se sintetizó un sólido mesoporoso SBA-15 modificado utilizando un agente de “hinchamiento” de micela (“swelling agent”) con el propósito de aumentar su diámetro de poro para conseguir un fácil alojamiento de las NPs en el interior de los mismos. Las microfotografías TEM han permitido demostrar que fue posible alojar a las NPs dentro de los canales de la SBA-15 modificada luego de colocar el soporte en contacto con una suspensión de las NPs. Además, hemos demostrado que en este sistema es posible eliminar la cobertura de ácido oleico que rodea a las NPs y activarlo en atmósfera de H₂ y de H₂:CO sin producir cambios en las distribuciones de tamaños de partículas del mismo. Finalmente, el sólido resultó catalíticamente activo en la SFT, con un crecimiento limitado de cadena hidrocarbonada, una baja producción de metano y una muy elevada relación olefinas/parafinas, especialmente cuando se tiene en cuenta que no ha sido empleado ningún promotor básico. Estos resultados permiten demostrar que sería posible “diseñar a medida” catalizadores “cuasi-modelos” para ser utilizados en estudios de efectos de tamaño de cristal de especie activa en la SFT, abriendo la posibilidad de dilucidar de manera mas contundente la existencia o no de efectos de “sensibilidad a la estructura” en esta reacción. Con posterioridad a su uso en la SFT fueron caracterizados sin entrar

en contacto con aire. Todos estos resultados condujeron a la elaboración de una tesis doctoral de la cual soy Co-Director titulada: "Preparación y caracterización de catalizadores "semi-modelo" de Fischer-Tropsch utilizando nanopartículas presintetizadas" cuyo autor es el Dr. Ignacio Omar Pérez De Berti defendida en marzo de 2014.

En el año 2012 se inició una línea de trabajo sobre síntesis de materiales de adsorción, . Para la obtención de los materiales se utilizaron las nanopartículas descritas anteriormente y fueron agregadas al medio de síntesis de MCM-41 logrando que las mismas queden incorporadas en su interior. Se ha trabajado en la búsqueda de MCM-41 con morfología esférica, y una vez obtenidas las mismas han sido funcionalizadas, encontrándonos en la actualidad en las etapas iniciales de pruebas de adsorción.

Todos los avances realizados han dado origen a las publicaciones y presentaciones a congresos que se detallan en el punto 7.

7. TRABAJOS DE INVESTIGACION REALIZADOS O PUBLICADOS EN ESTE PERIODO.

7.1 PUBLICACIONES. *Debe hacer referencia exclusivamente a aquellas publicaciones en las que haya hecho explícita mención de su calidad de Investigador de la CIC (Ver instructivo para la publicación de trabajos, comunicaciones, tesis, etc.). Toda publicación donde no figure dicha mención no debe ser adjuntada porque no será tomada en consideración. A cada publicación, asignarle un número e indicar el nombre de los autores en el mismo orden que figuran en ella, lugar donde fue publicada, volumen, página y año. A continuación, transcribir el resumen (abstract) tal como aparece en la publicación. La copia en papel de cada publicación se presentará por separado. Para cada publicación, el investigador deberá, además, aclarar el tipo o grado de participación que le cupo en el desarrollo del trabajo y, para aquellas en las que considere que ha hecho una contribución de importancia, deberá escribir una breve justificación.*

1.-"INFLUENCE OF THE BRÖNSTED AND LEWIS ACID SITES ON THE CATALYTIC ACTIVITY AND SELECTIVITY OF Fe/MCM-41 SYSTEM".

N.A. Fellenz, J.F. Bengoa, S.G. Marchetti, A. Gervasini.

Applied Catalysis A: General, 435-436 (2012) 187-196.
DOI:10.1016/j.apcata.2012.06.003. Elsevier.

"The system Fe₂O₃/MCM-41, with high iron dispersion, was synthesized in order to introduce Lewis acid sites into the MCM-41 structure. Two calcination atmospheres (inert and oxidant) were used to produce iron nanoclusters with different structural properties. Besides, a silylation treatment was realized on both solids with the aim of neutralizing the Brönsted acidity associated with the MCM-41 silanol groups. The samples were characterized by atomic absorption spectroscopy, X-ray diffraction at low angles, N₂ adsorption, temperature-programmed reduction, Fourier transform infrared spectroscopy, nuclear magnetic resonance of ²⁹Si, and Mössbauer spectroscopy. The influence of the structural changes of the nanoclusters and the effect of the simultaneous presence of Lewis and Brönsted acid sites were evaluated studying the product distribution from the alpha-pinene oxide isomerization reaction. It was determined that the Brönsted acidity of the Fe/MCM-41 system has not the sufficient acid strength to modify the product distribution which is mainly governed by the Lewis sites."

En el presente trabajo llevé a cabo la síntesis de los catalizadores, las medidas Mössbauer. Además he participado activamente en la elaboración y discusión de los resultados y en la redacción del mismo

2.-“ALTERNATIVE LOW-COST APPROACH TO THE SYNTHESIS OF MAGNETIC IRON OXIDE NANOPARTICLES BY THERMAL DECOMPOSITION OF ORGANIC PRECURSORS”.

I. O. Perez De Berti, M. V. Cagnoli, G. Pecchi, J. L. Alessandrini, S. J. Stewart, J. F. Bengoa, S. G. Marchetti.

Nanotechnology 24 (2013) 175601 (11pp).DOI:10.1088/0957-4484/24/17/175601.

A new approach to thermal decomposition of organic iron precursors is reported, which results in a simpler and more economical method to produce well crystallized γ -Fe₂O₃ nanoparticles (NPs) with average sizes within the 3–17 nm range. The NPs were characterized by TEM, SAED, XRD, DLS-QELS, Mössbauer spectroscopy at different temperatures, FT-IR and magnetic measurements. The obtained γ -Fe₂O₃ NPs are coated with oleic acid and, in a lower quantity, with oleylamine (about 1.5 nm in thickness). It was shown that changing operative variables allows us to tune the average particle diameters and obtain a very narrow or monodisperse distribution of sizes. The γ -Fe₂O₃ NPs behave superparamagnetically at room temperature and their magnetization saturation is reduced by about 34% in comparison with bulk maghemite. The results indicate that the distance between two neighbour NPs, generated by the coating, of about 3 nm is insufficient to inhibit interparticle magnetic interactions when the average diameter is 8.8 nm. The good quality of the NPs, obtained through the present low-cost and easy-handling process, open a new perspective for future technological applications.

Este trabajo fue desarrollado bajo una idea personal, en el mismo llevé a cabo la diversas experiencias pero fundamentalmente he elaborado los resultados y tuve un alto grado de participación en la redacción del mismo

3.-“EMPLEO DE UN CATALIZADOR “SEMI-MODELO” DE NANOPARTICULAS DE gama-Fe₂O₃/SBA-15 PARA ESTUDIAR EL EFECTO DE LA ATMÓSFERA DE ACTIVACIÓN EN LA SÍNTESIS DE FISCHER-TROPSCH”.

I. O. Pérez De Berti, J. F. Bengoa, G. A. Pecchi, M. V. Cagnoli y S. G. Marchetti.

Proceedings del “17º Congresso Brasileiro de Catálise – VII Congresso de Catálise do Mercosul”, trabajo completo de 6 páginas en CD (2013)

"In this work, we have prepared a “quasi-model” catalyst, supporting γ -Fe₂O₃ NPs of 3 nm on SBA-15 of 11 nm pore diameter. This solid was activated following two different pre-treatments: with pure H₂ and with H₂:CO, in order to study the influence of the activation atmosphere on the activity and selectivity of the catalyst in the Fischer-Tropsch synthesis. The catalyst activated in pure H₂ was 50 % more active than that activated in synthesis gas, and produced 40 % less of methane. These results were attributed to the different reduction velocities during the activation process."

En el presente trabajo colaboré con la síntesis de los catalizadores, las medidas de actividad, y he sido el responsable de la preparación de las muestras, mediante los tratamientos, para las medidas de espectrometría Mössbauer y he realizado estas últimas. Además he participado activamente en la elaboración y discusión de los resultados y en la redacción del trabajo

4.-“SÍNTESIS DE FISCHER-TROPSCH. ESTUDIO DE LA SENSIBILIDAD A LA ESTRUCTURA UTILIZANDO CATALIZADORES “SEMI-MODELO” DE NANOPARTICULAS DE γ -Fe₂O₃/SBA 15”.

I.O. Pérez De Berti, J.F. Bengoa, G.A. Pecchi, M.V. Cagnoli y S.G. Marchetti.

Proceedings del “XVIII Congreso Argentino de Catálisis”, trabajo completo de 6 páginas en CD (2013).

"En el presente trabajo se demuestra que es posible “diseñar a medida” catalizadores “semi-modelo” para ser utilizados en estudios de efecto de “sensibilidad a la estructura” en la síntesis de Fischer-Tropsch (SFT). Se prepararon catalizadores de Fe soportado con un tamaño medio de nanopartículas (NPs) de Fe y un ancho de distribución de las mismas controlados. Se utilizaron NPs de γ -Fe₂O₃ pre-sintetizadas de 3 y 9 nm, las cuales fueron soportadas sobre SBA-15 modificadas. Los sólidos fueron caracterizados utilizando adsorción-desorción de N₂, microscopía de transmisión electrónica, dispersión dinámica de luz, análisis termogravimétrico difracción de rayos X a bajos ángulos y espectroscopía Mössbauer. Los sistemas conservaron las propiedades estructurales luego de los procesos de impregnación, activación y uso en los tests catalíticos, resultando activos en la SFT. El catalizador con NPs de 9 nm produce mayor conversión de CO, mayor cantidad de hidrocarburos totales y menor cantidad de metano. Estos resultados indicarían que sería posible mejorar la actividad y la selectividad en la SFT utilizando catalizadores de Fe soportado con un adecuado control de tamaño de la especie activa."

Participación en la preparación de las muestras, caracterización de las muestras por distintas técnicas y medidas de actividad y selectividad, tanto como en la discusión de los resultados y escritura del trabajo

7.2 TRABAJOS EN PRENSA Y/O ACEPTADOS PARA SU PUBLICACIÓN. *Debe hacer referencia exclusivamente a aquellos trabajos en los que haya hecho explícita mención de su calidad de Investigador de la CIC (Ver instructivo para la publicación de trabajos, comunicaciones, tesis, etc.). Todo trabajo donde no figure dicha mención no debe ser adjuntado porque no será tomado en consideración. A cada trabajo, asignarle un número e indicar el nombre de los autores en el mismo orden en que figurarán en la publicación y el lugar donde será publicado. A continuación, transcribir el resumen (abstract) tal como aparecerá en la publicación. La versión completa de cada trabajo se presentará en papel, por separado, juntamente con la constancia de aceptación. En cada trabajo, el investigador deberá aclarar el tipo o grado de participación que le cupo en el desarrollo del mismo y, para aquellos en los que considere que ha hecho una contribución de importancia, deberá escribir una breve justificación.*

no poseo

7.3 TRABAJOS ENVIADOS Y AUN NO ACEPTADOS PARA SU PUBLICACION. *Incluir un resumen de no más de 200 palabras de cada trabajo, indicando el lugar al que han sido enviados. Adjuntar copia de los manuscritos.*

1.- “HYDROGEN FROM ETHANOL WITH LOW CO PRODUCTION IN “ONE-POT” REACTION USING IRON OXIDES CATALYSTS”.

M. F. Rochetti Yharour, N. A. Fellenz, A. M. Alvarez, J. F. Bengoa, N. G. Gallegos, M. V. Cagnoli, S. G. Marchetti.

Bulk γ -Fe₂O₃ (maghemite) and Fe₃O₄ (magnetite) were synthesized with Fe(III) hydroxyacetate as an intermediate during the preparation step. The fresh and used catalysts were characterized by X-ray diffraction, N₂ adsorption at 77 K, Mössbauer spectroscopy at 298 K, diffuse-reflectance spectroscopy, and thermogravimetric analysis. The solids were used as catalysts in the ethanol hydrotreatment within the range of 673 to 758 K. The catalysts showed a satisfactory selectivity for H₂ and an especially low CO production. These activities and selectivities were analyzed in conjunction with the structural properties of the oxides. Magnetite seemed to be a more appropriate catalyst than maghemite since the latter was converted into magnetite at reaction temperatures higher than 713 K because of the reducing atmosphere.

En evaluación en International Journal of Hydrogen Energy, (2014).

2.- "IMPROVED MÖSSBAUER CLOSED-CYCLE REFRIGERATOR CELL FOR CATALYSIS STUDIES UNDER REACTION CONDITIONS"

Ignacio Omar Perez de Berti, Jose Fernando Bengoa, Nicolas Antonio Fellenz, Sergio Gustavo Marchetti, Roberto Carlos Mercader

In our laboratory, we have demonstrated recently that Mössbauer spectroscopy has been essential to advance in studies on Fe supported catalysts specially synthesized to investigate the "structure sensitivity" effect in the Fischer-Tropsch synthesis. To characterize appropriately the Fe species involved over the catalytic reaction without changing the working atmosphere, we have designed an improved cell that allows keeping the samples in the same atmosphere of the catalytic reaction when measured at low temperatures in a helium closed-cycle refrigerator. In this work, we describe the details of the new cell and, as an example of its utility, we present the results obtained with a system of 3 nm particle size.

En evaluación en Mössbauer Effect Reference and Data Journal, (2014).

7.4 TRABAJOS TERMINADOS Y AUN NO ENVIADOS PARA SU PUBLICACION.

Incluir un resumen de no más de 200 palabras de cada trabajo.

no poseo

7.5 COMUNICACIONES. *Incluir únicamente un listado y acompañar copia en papel de cada una. (No consignar los trabajos anotados en los subtítulos anteriores).*

1.- "Síntesis de Fischer-Tropsch con catalizadores de Fe soportado sobre SBA-15 modificada con metales alcalinos".

Leonardo Cano, Jose Bengoa, Virginia Cagnoli, Ana Alvarez y Gustavo Marchetti.

"XXIII Simposio Iberoamericano de Catálisis", Santa Fe, Argentina, Septiembre 2012.

2.- "Estudio del efecto de la sililación del soporte en la activación de catalizadores de Fe-MCM-41 para síntesis Fischer-Tropsch".

Santiago J.A. Figueroa, Cristiane B. Rodella, Daniela C. Oliveira, Silvana J. Stewart, Nicolás A. Fellenz, Leonardo A. Cano, Ana M. Alvarez, María V. Cagnoli, José F. Bengoa y Sergio G. Marchetti.

"XXIII Simposio Iberoamericano de Catálisis", Santa Fe, Argentina, Septiembre 2012.

- 3.- “Estudio de la “Sensibilidad a la Estructura” en la síntesis de Fischer-Tropsch utilizando catalizadores “semi-modelo” de nanopartículas de γ -Fe₂O₃/SBA 15”.
I.O. Pérez De Berti, J.F. Bengoa, A.M. Alvarez, G.A. Pecchi, M.V. Cagnoli y S.G. Marchetti.
“XXIII Simposio Iberoamericano de Catálisis”, Santa Fe, Argentina, Septiembre 2012.
- 4.-“Effect of reaction conditions on the performance of a niobia-supported iron catalyst in Fischer-Tropsch”.
M.S. Santos, S.G. Marchetti; J.M.G. Carballo, L.A. Cano, M.V. Cagnoli, J.F. Bengoa, J.L.G. Fierro, M. do Carmo Rangel .
International Symposium on Alternative Clean Synthetic Fuels - Proccedings. Munich: Unité de Catalyse et Chimie du Solide, 2012. p. 290-291.
- 5.-“Síntesis, caracterización y aplicación de MCM-41 para la remoción de cobre de una matriz acuosa”
N. A . Fellenz, M. F. Agosto, S. G. Marchetti, J. F. Bengoa.
“XXIX Congreso Argentino de Química”, Mar del Plata, Argentina, Octubre 2012.
- 6.-“Characterization and applications of Fe-mesoporous silica composites”.
R. C. Mercader, N. A. Fellenz, L. A. Cano, J. F. Bengoa, S. G. Marchetti.
“13th Latin American Conference on Applications of the Mössbauer Effect”, Medellín, Colombia, Noviembre 2012.
- 7.-“Characterization of a Fischer-Tropsch catalyst of maghemite nanoparticles embedded in SBA-15 pores”.
I. O. Pérez De Berti, J. F. Bengoa, S. G. Marchetti, A. E. Bianchi, R. C. Mercader, G. Punte.
“13th Latin American Conference on Applications of the Mössbauer Effect”, Medellín, Colombia, Noviembre 2012.
- 8.-“Influence of the surface silylation of Fe/MCM-41 catalyst in the Fischer-Tropsch synthesis”.
N.A. Fellenz, J.F. Bengoa, S.G. Marchetti.
“13th Latin American Conference on Applications of the Mössbauer Effect”, Medellín, Colombia, Noviembre 2012.
- 9.-“Maghemite nanoparticles embedded in SBA-15 pores”.
A.E. Bianchi, I.O. Pérez De Berti, J.F. Bengoa, S.G. Marchetti, R.C. Mercader, G. Punte.
“Latin American Seminar of Analysis by x-Ray Techniques (SARX 2012)”, Santa Marta, Colombia, Noviembre 2012.
- 10.-“Nueva síntesis de NPs de óxidos de Fe con potencial uso en biomedicina”
I. O. Pérez De Berti, S.J Stewart, J.F. Bengoa, M.V. Cagnoli y S.G. Marchetti.
NANOCÓRDOBA 2012, 1 al 3 de Octubre de 2012, Villa Carlos Paz, Córdoba.
- 11.- “Effect of coating and dispersion on the interparticle magnetic interactions between 3 nm γ -Fe₂O₃”.
Perez De Berti, I. O., Bengoa, J. F., Pecchi, G. A., Alessandrini, J. L., Marchetti, S. G., Stewart, S. J.
"Latin American Workshop on Magnetism (X-LAW3M)", Buenos Aires, Argentina, Abril, 2013.

12.-“Síntesis de un material magnético tipo core/shell de nanopartículas de maghemita recubiertas por una estructura mesoporosa ordenada”.

N. Fellenz, I. Perez de Berti, S. Stewart, S. G. Marchetti, J. F. Bengoa.

“13er Congreso Internacional en Ciencia y Tecnología de Metalurgia y Materiales SAM – CONAMET”, Misiones, Argentina, Agosto, 2013.

13.- “Study of maghemite nanoparticles and of SBA-15 embedded ones”.

A. E. Bianchi, I. O. Pérez De Berti, J. F. Bengoa, S. G. Marchetti, R. C. Mercader and G. Punte

“International Conference on the Applications of the Mossbauer Effect (ICAME)”, Zagreb, Croacia, Septiembre, 2013.

14.-“Partículas esféricas de sílice mesoporosa ordenada amino-funcionalizadas: síntesis, caracterización, y aplicación en la adsorción de Cr(vi) acuoso”.

N. Fellenz, P. Martin, A. Soldati, S. Marchetti, J.F. Bengoa

“Segundo Simposio sobre Adsorción Adsorbentes y sus Aplicaciones - 2° SAASA”, San Luis Argentina, Febrero, 2014

7.6 INFORMES Y MEMORIAS TECNICAS. *Incluir un listado y acompañar copia en papel de cada uno o referencia de la labor y del lugar de consulta cuando corresponda.*
no poseo

8. TRABAJOS DE DESARROLLO DE TECNOLOGÍAS.

8.1 DESARROLLOS TECNOLÓGICOS. *Describir la naturaleza de la innovación o mejora alcanzada, si se trata de una innovación a nivel regional, nacional o internacional, con qué financiamiento se ha realizado, su utilización potencial o actual por parte de empresas u otras entidades, incidencia en el mercado y niveles de facturación del respectivo producto o servicio y toda otra información conducente a demostrar la relevancia de la tecnología desarrollada.*

no poseo

8.2 PATENTES O EQUIVALENTES. *Indicar los datos del registro, si han sido vendidos o licenciados los derechos y todo otro dato que permita evaluar su relevancia.*

no poseo

8.3 PROYECTOS POTENCIALMENTE TRANSFERIBLES, NO CONCLUIDOS Y QUE ESTAN EN DESARROLLO. *Describir objetivos perseguidos, breve reseña de la labor realizada y grado de avance. Detallar instituciones, empresas y/o organismos solicitantes.*

no poseo

8.4 OTRAS ACTIVIDADES TECNOLÓGICAS CUYOS RESULTADOS NO SEAN PUBLICABLES *(desarrollo de equipamientos, montajes de laboratorios, etc.).*

no poseo

8.5 Sugiera nombres (e informe las direcciones) de las personas de la actividad privada y/o pública que conocen su trabajo y que pueden opinar sobre la relevancia y el impacto económico y/o social de la/s tecnología/s desarrollada/s.

-

9. SERVICIOS TECNOLÓGICOS. *Indicar qué tipo de servicios ha realizado, el grado de complejidad de los mismos, qué porcentaje aproximado de su tiempo le demandan y los montos de facturación.*

no se llevaron a cabo en el período informado

10. PUBLICACIONES Y DESARROLLOS EN:

10.1 DOCENCIA

no poseo

10.2 DIVULGACIÓN

no poseo

11. DIRECCION DE BECARIOS Y/O INVESTIGADORES. *Indicar nombres de los dirigidos, Instituciones de dependencia, temas de investigación y períodos.*

Co direccion del becario post Doctoral de CONICET, Dr Perez De Berti, Ignacio, desde 1/4/2014 y continúa

12. DIRECCION DE TESIS. *Indicar nombres de los dirigidos y temas desarrollados y aclarar si las tesis son de maestría o de doctorado y si están en ejecución o han sido defendidas; en este último caso citar fecha.*

Lic. Perez De Berti, Ignacio, Codirector de Tesis Doctoral de la Facultad de Ciencias Exactas UNLP Título: "Preparación y Caracterización de Catalizadores Modelo de Fischer-Tropsch Utilizando Nanopartículas Pre-sintetizadas " Finalizada marzo de 2014

Ing. Juan Tara, Co-Director de Tesis Doctoral, Título: "Estudio de la síntesis de materiales micro y mesoporosos para catálisis y adsorción medioambientales" en realización.

13. PARTICIPACION EN REUNIONES CIENTIFICAS. *Indicar la denominación, lugar y fecha de realización, tipo de participación que le cupo, títulos de los trabajos o comunicaciones presentadas y autores de los mismos.*

1.- "Síntesis de Fischer-Tropsch con catalizadores de Fe soportado sobre SBA-15 modificada con metales alcalinos".

Leonardo Cano, Jose Bengoa, Virginia Cagnoli, Ana Alvarez y Gustavo Marchetti.

"XXIII Simposio Iberoamericano de Catálisis", Santa Fe, Argentina, Septiembre 2012.

2.- "Estudio del efecto de la sililación del soporte en la activación de catalizadores de Fe-MCM-41 para síntesis Fischer-Tropsch".

Santiago J.A. Figueroa, Cristiane B. Rodella, Daniela C. Oliveira, Silvana J. Stewart, Nicolás A. Fellenz, Leonardo A. Cano, Ana M. Alvarez, María V. Cagnoli, José F. Bengoa y Sergio G. Marchetti.

"XXIII Simposio Iberoamericano de Catálisis", Santa Fe, Argentina, Septiembre 2012.

3.- "Estudio de la "Sensibilidad a la Estructura" en la síntesis de Fischer-Tropsch utilizando catalizadores "semi-modelo" de nanopartículas de $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SBA } 15$ ".

I.O. Pérez De Berti, J.F. Bengoa, A.M. Alvarez, G.A. Pecchi, M.V. Cagnoli y S.G. Marchetti.

"XXIII Simposio Iberoamericano de Catálisis", Santa Fe, Argentina, Septiembre 2012.

4.-"Effect of reaction conditions on the performance of a niobia-supported iron catalyst in Fischer-Tropsch".

M.S. Santos, S.G. Marchetti; J.M.G. Carballo, L.A. Cano, M.V. Cagnoli, J.F. Bengoa, J.L.G. Fierro, M. do Carmo Rangel .

International Symposium on Alternative Clean Synthetic Fuels - Proceedings. Munich: Unité de Catalyse et Chimie du Solide, 2012. p. 290-291.

5.-"Síntesis, caracterización y aplicación de MCM-41 para la remoción de cobre de una matriz acuosa"

N. A . Fellenz, M. F. Agosto, S. G. Marchetti, J. F. Bengoa.

"XXIX Congreso Argentino de Química", Mar del Plata, Argentina, Octubre 2012.

- 6.-“Characterization and applications of Fe-mesoporous silica composites”.
R. C. Mercader, N. A. Fellenz, L. A. Cano, J. F. Bengoa, S. G. Marchetti.
“13th Latin American Conference on Applications of the Mössbauer Effect”, Medellín, Colombia, Noviembre 2012.

- 7.-“Characterization of a Fischer-Tropsch catalyst of maghemite nanoparticles embedded in SBA-15 pores”.
I. O. Pérez De Berti, J. F. Bengoa, S. G. Marchetti, A. E. Bianchi, R. C. Mercader, G. Punte.
“13th Latin American Conference on Applications of the Mössbauer Effect”, Medellín, Colombia, Noviembre 2012.

- 8.-“Influence of the surface silylation of Fe/MCM-41 catalyst in the Fischer-Tropsch synthesis”.
N.A. Fellenz, J.F. Bengoa, S.G. Marchetti.
“13th Latin American Conference on Applications of the Mössbauer Effect”, Medellín, Colombia, Noviembre 2012.

- 9.-“Maghemite nanoparticles embedded in SBA-15 pores”.
A.E. Bianchi, I.O. Pérez De Berti, J.F. Bengoa, S.G. Marchetti, R.C. Mercader, G. Punte.
“Latin American Seminar of Analysis by x-Ray Techniques (SARX 2012)”, Santa Marta, Colombia, Noviembre 2012.

- 10.- “Nueva síntesis de NPs de óxidos de Fe con potencial uso en biomedicina”
I. O. Pérez De Berti, S.J Stewart, J.F. Bengoa, M.V. Cagnoli y S.G. Marchetti.
NANOCÓRDOBA 2012, 1 al 3 de Octubre de 2012, Villa Carlos Paz, Córdoba.

- 11.- “Effect of coating and dispersion on the interparticle magnetic interactions between 3 nm γ -Fe₂O₃”.
Perez De Berti, I. O., Bengoa, J. F., Pecchi, G. A., Alessandrini, J. L., Marchetti, S. G., Stewart, S. J.
"Latin American Workshop on Magnetism (X-LAW3M)", Buenos Aires, Argentina, Abril, 2013.

- 12.-“Síntesis de un material magnético tipo core/shell de nanopartículas de maghemita recubiertas por una estructura mesoporosa ordenada”.
N. Fellenz, I. Perez de Berti, S. Stewart, S. G. Marchetti, J. F. Bengoa.
“13er Congreso Internacional en Ciencia y Tecnología de Metalurgia y Materiales SAM – CONAMET”, Misiones, Argentina, Agosto, 2013.

- 13.-“Study of maghemite nanoparticles and of SBA-15 embedded ones”.
A. E. Bianchi, I. O. Pérez De Berti, J. F. Bengoa, S. G. Marchetti, R. C. Mercader and G. Punte
“International Conference on the Applications of the Mossbauer Effect (ICAME)”, Zagreb, Croacia, Septiembre, 2013.

- 14.-“Partículas esféricas de sílice mesoporosa ordenada amino-funcionalizadas: síntesis, caracterización, y aplicación en la adsorción de Cr(vi) acuoso”.
N. Fellenz, P. Martin, A. Soldati, S. Marchetti, J.F. Bengoa
“Segundo Simposio sobre Adsorción Adsorbentes y sus Aplicaciones - 2° SAASA”, San Luis Argentina, Febrero, 2014

14. CURSOS DE PERFECCIONAMIENTO, VIAJES DE ESTUDIO, ETC. *Señalar características del curso o motivo del viaje, período, instituciones visitadas, etc.*
no poseo

15. SUBSIDIOS RECIBIDOS EN EL PERIODO. *Indicar institución otorgante, fines de los mismos y montos recibidos.*

Título: Línea A: Catalizadores de Hierro Soportado para la Síntesis de Fischer-Tropsch
Línea B: Obtención de Nanopartículas de Óxido de Hierro
Campo aplicación: Qca., Petroqca. y Carboqca.-Otros Participa como: Investigador
Moneda: Pesos Monto: 5.600,00 Fecha desde: 07/2012 hasta: 07/2013
Institución financiadora (Arg.): Comisión de Investigaciones Científicas de la Pcia.
de Bs. As. - financia el 100%

Título: Línea A: Catalizadores de Hierro Soportado para la Síntesis de Fischer-Tropsch.
Línea B: Obtención de Nanopartículas de Óxido de Hierro
Campo aplicación: Qca., Petroqca. y Carboqca.-Otros Participa como: Investigador
Moneda: Pesos Monto: 6.000,00 Fecha desde: 07/2013 hasta: 07/2014
Institución financiadora (Arg.): Comisión de Investigaciones Científicas de la Pcia.
de Bs. As. - financia el 100%

Título: Diseño de composites magnéticos de Fe₃O₄/SBA-15 funcionalizada para ser utilizados como nuevos adsorbentes en la remoción de metales pesados de matrices acuosas.

Campo aplicación: Qca. de medio ambiente. Participa como: Director
Moneda: Pesos Monto: 29932,50 pesos. Fecha desde: 10/2011 hasta: 10/2013
Adicional: 10.000 pesos. Fecha desde 10/2013 hasta 7/2014.
Institución financiadora (Arg.): Universidad Nacional de Rio Negro.

-2012/2014 Co-Director del Proyecto PIP 00547 CONICET: "Nanopartículas magnéticas de óxidos de hierro para aplicaciones catalíticas y biomedicinales". En este Proyecto el grupo de trabajo está compuesto por un Investigador Principal y un Investigador Independiente del CONICET, un Investigador Independiente de la C.I.C.P.B.A. un Docente-Investigador Clase III de la Universidad Nacional de La Plata, un Becario Doctoral Tipo II del CONICET y un Becario Doctoral Tipo I del CONICET.
Director: Marchetti Sergio Gustavo- Codirector: Bengoa José Fernando. Monto 135.000 pesos

16. OTRAS FUENTES DE FINANCIAMIENTO. *Describir la naturaleza de los contratos con empresas y/o organismos públicos.*

Participación como investigador de grupo responsable de los siguientes proyectos:

-2010/continúa Proyecto X571: "Control de las propiedades estructurales en nuevas generaciones de catalizadores de Fe para ser utilizados en la síntesis de Fischer-Tropsch". Acreditado por UNLP dentro del Plan de Incentivos. Investigador del Grupo responsable.

-2012/2013 Proyecto de Investigación Científica y Tecnológica de Cooperación Internacional PICT 2737: "Desarrollo de materiales nanoporosos para la producción de combustibles limpios a partir de derivados de la biomasa". Proyecto en conjunto con las Universidades Públicas de Navarra y Salamanca, España y el Instituto de Física Aplicada, San Luis, Argentina.

Participación: Investigador del Grupo responsable en Argentina.

17. DISTINCIONES O PREMIOS OBTENIDOS EN EL PERIODO.

No poseo

18. ACTUACION EN ORGANISMOS DE PLANEAMIENTO, PROMOCION O EJECUCION CIENTIFICA Y TECNOLÓGICA. *Indicar las principales gestiones realizadas durante el período y porcentaje aproximado de su tiempo que ha utilizado.*

No poseo

19. TAREAS DOCENTES DESARROLLADAS EN EL PERIODO. *Indicar el porcentaje aproximado de su tiempo que le han demandado.*

No poseo

20. OTROS ELEMENTOS DE JUICIO NO CONTEMPLADOS EN LOS TITULOS ANTERIORES. *Bajo este punto se indicará todo lo que se considere de interés para la evaluación de la tarea cumplida en el período.*

He participado en trabajos conjuntos con otros grupos argentinos y del exterior llevando a cabo la caracterización de diversos sólidos catalíticos utilizando especialmente EM. Así he participado en la realización de trabajos con:

- 1) el Instituto de Química de la Universidade Federal da Bahia, Salvador, Bahia, Brasil, dirigido por la Dra. M. do Carmo Rangel, trabajando en la caracterización y evaluación de catalizadores
- 2) el grupo del Dr. M. Schmal del NUCAT, COPPE, Universidad Federal de Rio de Janeiro, Brasil, en la caracterización de catalizadores de Fe para ser utilizados en la oxidación selectiva de mezclas de CO+H₂+O₂,
- 3) EL grupo de la Dra. Antonella Gervasini del Dipartimento di Chimica Fisica ed Elettrochimica (DCFE) and Centro Interdipartimentale Materiali e Interfacce Nanostrutturati (CIMaNa), Università degli Studi di Milano, via Camillo Golgi, 19, 20133 Milan, Italia.

-Referee de 3 artículos del "XXII Simposio Iberoamericano de Catálisis", Santa Fe, Argentina, abril 2012.

-Referee de 1 artículo de CATALYSIS COMMUNICATIONS, Julio 2012.

-Referee de 1 artículo del "17º Congresso Brasileiro de Catálise – VII Congresso de Catálise do Mercosul", Gramado, Brasil, Septiembre, 2013

-Referee de 1 artículo de CATALYSIS COMMUNICATIONS, Noviembre 2013.

-Evaluador plan de tesis Doctoral UNL noviembre 2013

21. TITULO Y PLAN DE TRABAJO A REALIZAR EN EL PROXIMO PERIODO. *Desarrollar en no más de 3 páginas. Si corresponde, explicita la importancia de sus trabajos con relación a los intereses de la Provincia.*

En el próximo período se continuará con el plan de trabajo original presentado oportunamente en los siguientes aspectos

Línea A: "Obtención de catalizadores "cuasi-modelo" de Fischer-Tropsch"

4.1 Objetivo general y marco de referencia.

Desde hace unos pocos años, la producción confiable de nanopartículas (NPs) de características y propiedades controladas ha abierto nuevas áreas de investigación y ha tenido una enorme importancia en distintos campos y en particular en los estudios de carácter básico en catálisis heterogénea.

Esto tiene la necesidad de lograr la síntesis de las NPs con condiciones particulares de tamaño y morfología que, a lo largo de este último tiempo, nuestro grupo ha logrado controlar con muy buen grado de repetitividad y detalle. El paso natural siguiente a estas capacidades consiste en la aplicación de las NPs a investigaciones de avanzada y de gran utilidad. Por lo tanto, el objetivo general es: “perfeccionar nuevos métodos de síntesis de NPs magnéticas de óxidos de hierro, controlando la morfología y el tamaño, con metodologías reproducibles, sencillas y con buen rendimiento. Para ello se realizará un detallado análisis del comportamiento magnético y de la caracterización estructural de las NPs. Se las utilizará en la obtención de catalizadores “cuasi-modelo” de Fischer-Tropsch para realizar estudios de carácter fundamental.

Objetivos específicos

Con el propósito de dilucidar si es necesario o no controlar el tamaño de la fase activa para conseguir catalizadores más selectivos, se propone el siguiente objetivo específico: “obtener lotes de NPs de diferentes tamaños entre 3 y 15 nm, soportarlas, activarlas y testear su actividad y selectividad en la SFT para verificar la influencia del tamaño sobre las propiedades catalíticas

Diseño experimental y métodos

El primer paso en el desarrollo del presente plan se enfocará en la etapa de síntesis de SPIONs de diferentes tamaños medios (DAV), con distribución muy estrecha de tamaños (σ_{AV}), buen rendimiento y reproducibilidad y optimización de costos. Con el propósito de disminuir el costo total del proceso se intentará modificar esta receta no colocando el reductor. La idea es tratar de obtener SPIONs de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, en lugar de Fe_3O_4 . Dado que las características estructurales del producto final dependen de numerosas variables entre las que se encuentran la velocidad de generación de núcleos de cristalización y el posterior crecimiento de los mismos es muy probable que al modificar la especie a obtener también cambien DAV y σ_{AV} . Por lo tanto, deberá llevarse a cabo un estudio de las condiciones operativas mas adecuadas a los fines de conseguir los rangos de valores deseados: DAV entre 3 y 15 nm con $\sigma_{AV} \approx 1$ nm. Esto siempre que el producto obtenido efectivamente sea el $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Por lo tanto, será necesaria una muy precisa caracterización estructural del producto obtenido. Los pasos a seguir serán los siguientes:

- 1) Síntesis de SPIONs de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$
- 1.1) Caracterización de las SPIONs para determinar especie de Fe obtenida, DAV y σ_{AV} , comportamiento magnético y funcionalización de las mismas:
 - 1.1.1) se utilizará espectroscopía Mössbauer (EM) en el rango de 298 a 12 K con el propósito de identificar las especies de Fe obtenidas.
 - 1.1.2) se utilizarán medidas de TEM y de dispersión difusa de luz (DLS) con el propósito de obtener los valores de DAV y σ_{AV} .
- 1.2) el comportamiento magnético será cuidadosamente evaluado obteniendo parámetros magnéticos tales como saturación de magnetización, remanencia, campo coercitivo a diferentes temperaturas a partir de curvas de M vs H. También se evaluarán comportamientos magnéticos dinámicos tales como temperaturas de bloqueo magnético utilizando medidas de susceptibilidad magnética vs temperatura, ZFC-FC, etc.

-1.3) el estudio de los funcionalizantes de las SPIONs será realizado utilizando la técnica de FT-IR.

Con el propósito de obtener los catalizadores semimodelo será necesario soportar las SPIONs obtenidas en la primera etapa sobre soportes adecuados. De manera que los pasos a seguir serán:

-2- Preparación y caracterización de los distintos soportes mesoporosos

-2.1) Síntesis de SBA-15, además de la síntesis tradicional se emplearán agentes “hinchantes” de las micelas (“swelling agents”) es posible regular el diámetro de poro

-2.2) Caracterización de los soportes:

- obtención de micrografías TEM para verificar el ordenamiento de largo alcance.

-determinación de las propiedades texturales de los sólidos

-3.- Preparación y caracterización de los distintos precursores de los catalizadores

Esta etapa es crítica para poder conseguir las propiedades estructurales deseadas en los sólidos catalíticos ya que se debe lograr que las NPs puedan alojarse en el interior de los canales de los soportes elegidos, ya que de esa manera se podrá conseguir que las mismas se estabilicen sobre el soporte y que se impida la sinterización en las distintas etapas de preparación y uso. Para lograr este objetivo es necesario conseguir que las NPs entren en los canales y que permanezcan dentro de ellos a lo largo de todas las etapas preparativas. El ingreso de la suspensión impregnante surge de un balance entre la relación hidrofobicidad/hidrofilicidad del interior de los canales, la polaridad de la suspensión, la tensión superficial de la misma, el diámetro de los canales y el tamaño de las SPIONs. En base a esta discusión se proponen las siguientes etapas:

-3.1) Obtención de los espectros FTIR de los diferentes soportes para determinar cualitativamente el grado de grupos hidrofóbicos/hidrofílicos que recubren los poros, con el propósito de decidir cual es la naturaleza de la suspensión impregnante mas adecuada.

-3.2) Introducción de las NPs en los soportes. Se comenzará utilizando los métodos más sencillos, por ejemplo, si el soporte posee hidrofobicidad se lo embeberá en hexano y luego se contactará con la suspensión de SPIONs en hexano tratando que las NPs difundan hacia el interior de los canales y al mismo tiempo se irá evaporando muy lentamente el solvente en rotavapor

-3.3) Medición de los contenidos elementales utilizando una técnica colorimétrica UV-Vis luego de disolver el composito SPIONs/SBA-15.

-3.4) Caracterización de los precursores resultantes por espectroscopía Mössbauer a 298K y 12 K. Por medio de esta técnica será posible determinar las especies de Fe y realizar estimaciones de los tamaños de NPs, lo cual nos va a permitir inferir si se han conservado los valores originales de las NPs pre-sintetizadas.

-3.5) Ensayos de reducción a temperatura programada (TPR) para determinar el grado de interacción de las NPs con el soporte.

-3.6) Medidas magnéticas utilizando un susceptómetro AC-DC, un magnetómetro de muestra vibrante (VMS) y un SQUID que nos permitirán obtener información de tamaño y distribución de las NPs en relación a sus valores en las suspensiones.

-3.7) Con aquellos sistemas donde las caracterizaciones estructurales indirectas indiquen que se habría conseguido la ubicación adecuada de las NPs se realizarán medidas de TEM en cortes de los sólidos realizados con ultra-micrótopo para confirmar la ubicación y la morfología de las NPs en el soporte.

-4- Activación y caracterización de los distintos catalizadores

Para que los sólidos resulten activos en la SFT será necesario eliminar la cobertura de ácido oleico y oleilamina de las NPs. De acuerdo con estudios de TGA realizados en nuestro laboratorio un tratamiento en Ar a 250 °C es suficiente para conseguir este efecto. Por lo tanto, el sólido será sometido a este proceso y luego se contactará directamente con una mezcla de $H_2:CO=2:1$ a una temperatura que podrá variar entre 270 y 330 °C y a una presión total de 1 atmósfera para completar la activación. Este período será función de las características estructurales de cada sólido, de manera que se hará un seguimiento de los productos de reacción y cuando se llegue a un estado “pseudoestacionario” se considerará al sólido activado, se elevará la presión a 20 atm y ese momento se considerará como el tiempo cero de la reacción.

-4.1) Cada sólido será sometido a un proceso de activación, idéntico al descrito, en una celda especialmente diseñada y construida por nosotros para poder obtener los espectros Mössbauer en atmósfera controlada a cualquier temperatura entre 12 y 298 K.

-5- Testeo de la actividad y la selectividad en la SFT.

-5.1) Los tests de actividad y selectividad en la SFT con (H_2+CO) a 20 atm se llevarán a cabo en un equipo con reactor diferencial de lecho fijo construido en acero inoxidable con seguimiento de los productos de reacción por cromatografía gaseosa “on line”. El sistema de análisis está completamente automatizado, lo cual permite seguir de forma continua por largos períodos de tiempo a la reacción.

-5.2) La caracterización de los sólidos usados por espectroscopia Mössbauer entre 12 y 298 K se llevará a cabo aislando el reactor luego de la reacción y manteniéndolo en una atmósfera de gas inerte en una caja de guantes dentro de la cual se coloca el catalizador usado dentro de la celda Mössbauer.

La evaluación conjunta de todos los resultados, vinculando las características estructurales de los sólidos con sus propiedades catalíticas, nos permitirá confirmar si existe una sensibilidad a la estructura de la actividad y la selectividad de los catalizadores en la SFT.

Línea B: "Diseño de composites magneticos de $Fe_3O_4/SBA-15$ funcionalizada para ser utilizados como nuevos adsorbentes en la remocion de metales pesados de matrices acuosas."

Objetivo general y marco de referencia.

La contaminación por metales pesados en ambientes acuáticos trae aparejada una enorme amenaza tanto a la salud pública como a los sistemas ecológicos. Esta problemática de carácter mundial ha hecho que considerables esfuerzos se estén encausando al desarrollo de técnicas efectivas para la remoción de iones de metales pesados de los recursos hídricos y/o el tratamiento de efluentes industriales. Varias técnicas se han propuesto para el tratamiento de aguas residuales contaminadas por la presencia de iones metálicos: precipitación, co-precipitación, intercambio iónico, coagulación y adsorción. Sin embargo, la mayoría son costosas o poco efectivas especialmente a la hora de remover iones de metales pesados de soluciones diluidas. De las técnicas mencionadas, la adsorción es, debido a su simplicidad técnica, el método más difundido y puesto en práctica hoy día. Su sencillez permite incluso transformarlo en un método portátil y adaptable a procesos a pequeña escala. Es por esto que existe una enorme demanda que promueve el desarrollo de materiales que posean altas capacidades de adsorción, especificidad en la adsorción hacia metales pesados, cinéticas de alta velocidad de adsorción y finalmente, que permitan una posterior separación y regeneración sencillas.

El objetivo del presente plan es preparar y determinar las características físico-químicas de nuevos sólidos adsorbentes que sean capaces de retener con elevada eficiencia iones de metales pesados de matrices acuosas, que puedan ser fácilmente separados de esa matriz, regenerados y posteriormente re-utilizados. Se seleccionarán para los ensayos de adsorción los iones Cu(II), Zn(II) y Cr(VI) por haber sido detectados en niveles elevados en la región de Viedma/ Carmen de Patagones, Sur de la Pcia. de Bs. As. y límite con la Pcia de Río Negro. El estudio se llevará a cabo para la remoción de metales de la cuenca acuífera del Río Negro, en su desembocadura. El plan será desarrollado en forma conjunta con la UNRN sede Atlántica, la cual ha aprobado y financiado el proyecto. El mismo se desarrolla dentro del área temática Tecnología Energética, Minera, Mecánica y de Materiales y pretende, además, aportar nuevos conocimientos a los procesos que se ocupan del saneamiento ambiental. Por lo expuesto los resultados de este proyecto redundarían en una solución parte del problema de contaminación, principalmente de metales como Cu(II), Zn(II) y Cr(VI), de las costas del Sur Bonaerense.

Por lo tanto, la hipótesis general que se plantea es que la síntesis de un compuesto Fe₃O₄/mesoporoso amino-funcionalizado generará un sólido magnético que aporte dos funciones de forma simultánea:

- sitios capaces de adsorber los iones de interés con la fuerza adecuada, permitiendo retenerlos durante la purificación y liberarlos durante la regeneración,
- características magnéticas que harían posible su posterior remoción de la matriz acuosa tratada al aplicar un gradiente de campo magnético externo para su posterior regeneración y re-utilización.

Objetivos específicos.

En función de lo expuesto se plantean los siguientes objetivos específicos:

- Sintetizar nanopartículas (NPs) de óxido de hierro en su fase magnetita (Fe₃O₄) y cubrir las NPs con el sólido mesoporoso. De esta manera se pretende conseguir un sólido que posea alta superficie específica y que además esa superficie permita el “anclado” de grupos funcionales de manera de conseguir especificidad en la adsorción hacia los iones de interés
- Amino funcionalizar el sistema Fe₃O₄/mesoporoso y evaluar la capacidad como adsorbente del compuesto sintetizado
- Realizar una profunda caracterización del compuesto de manera de establecer una relación entre sus propiedades físicoquímicas y su desempeño como adsorbente

Diseño experimental y Métodos

El plan de trabajo, diagramado para tres años, se centrará en la síntesis de NPs de Fe₃O₄ recubiertas con una capa de mesoporoso funcionalizado con grupos amino para adsorber Cu(II), Zn(II) y Cr(VI) desde una solución acuosa. Será necesaria una cuidadosa caracterización físicoquímica del compuesto con el propósito de correlacionar los resultados de adsorción con las propiedades estructurales de los sólidos, de modo que en etapas futuras puedan proponerse mejoras en la performance a través de la introducción de modificaciones en dichas propiedades. De la búsqueda realizada no se han encontrado antecedentes bibliográficos del diseño de un compuesto de estas características con el propósito de utilizarlo como agente adsorbente de metales pesados. Se ha seleccionado la MCM-41 como sílica de cobertura de las NPs magnéticas debido a su elevada superficie específica.

1-Preparación y caracterización de los compositos.

Se propone la síntesis del mesoporoso con el propósito de utilizarla, luego de funcionalizarla, como un adsorbente “testigo” frente al composito magnético. Por otro lado se sintetizarán las NPs de Fe_3O_4 , se las cubrirá con diferentes espesores de mesoporoso y se funcionalizará la cobertura. Los pasos a seguir son los siguientes:

1-a) Síntesis de los sólido mesoporoso de silica amorfa, ordenado hexagonalmente, con tamaños de poro que pueden regularse entre 5 y 30 nm. A continuación se realizará la amino funcionalización de los mismos utilizando (3-aminopropil)triethoxisilano en tolueno y calentamiento en reflujo bajo atmósfera de N_2 .

1-b) Síntesis de NPs de Fe_3O_4 : se utilizará una vía de síntesis hidrotérmica empleando FeCl_3 como fuente de Fe y sacarosa en medio alcalino. La hidrólisis de la sacarosa produce glucosa y fructosa; la primera reduce controladamente a parte del Fe^{3+} oxidándose a ácido glucónico. Ambos, glucosa y ácido glucónico actúan como surfactantes de las NPs de Fe_3O_4 .

1-c) Cobertura de las NPs con mesoporoso: se colocarán las NPs de Fe_3O_4 en el gel de síntesis de la MCM-41 con el propósito de cubrirlas con este sólido mesoporoso. Se buscará lograr coberturas de distinto espesor cambiando variables operativas del proceso de síntesis. A nuestro conocimiento, hasta la fecha no se han reportado datos bibliográficos de una cobertura de este tipo.

1-d) Amino funcionalización del sistema Fe_3O_4 /mesoporoso: se seguirán los pasos descritos en el ítem 1-a) para obtener el composito amino funcionalizado.

1-e) Caracterización de los sistemas mesoporoso, Fe_3O_4 /mesoporoso y Fe_3O_4 /mesoporoso funcionalizado por:

- DRX a bajos y altos ángulos para verificar el ordenamiento de largo alcance del sólido mesoporoso y la composición de la Fe_3O_4 .

- determinación de las propiedades texturales utilizando isothermas de adsorción de N_2 para verificar las características mesoporosas, la superficie específica y el diámetro medio de poro de los mesoporosos. Esta medida realizada luego de la funcionalización permitirá determinar cuanto disminuye el diámetro de poro como consecuencia de la misma.

- FT-IR para determinar las eficiencias de cobertura de las NPs de Fe_3O_4 con el mesoporoso y la eficiencia de la aminofuncionalización.

- TGA para verificar la eficiencia de la funcionalización.

- Espectroscopia Mössbauer para determinar la composición química del óxido de Fe obtenido y el comportamiento magnético del mismo. Será importante determinar si las NPs son superparamagnéticas o no para prever si se aglomerarán o no cuando se encuentren suspendidas en el medio acuoso generando su precipitación.

- Medidas magnéticas para determinar valores de saturación de magnetización, comportamiento superparamagnético, etc. El valor de saturación de magnetización es importante al momento de separar los compositos agotados de la matriz acuosa para regenerarlos.

- Test de adsorción

2-a) Se realizarán los tests de adsorción de los tres iones: Cu(II) , Zn(II) y Cr(VI) en soluciones acuosas por separado. Las cantidades adsorbidas serán determinadas midiendo el remanente de los iones en solución utilizando absorción atómica o plasma acoplado inductivamente (ICP). Se seguirá la evolución con el tiempo de contacto y a diferentes temperaturas con el propósito de obtener las isothermas de adsorción y determinar el tiempo y la temperatura óptima para conseguir la máxima adsorción. Se intentará modelar las isothermas de adsorción usando, por ejemplo, un modelo tipo Langmuir, con el propósito de obtener parámetros de importancia para cuantificar el

rendimiento de adsorción, parámetros tales como capacidad adsorptiva, coeficiente de afinidad, etc.

2-b) Se repetirán los ensayos anteriores colocando los tres iones juntos con el propósito de determinar interferencias en los procesos de adsorción.

2-c) Una vez seleccionado el composito mas adecuado (de aquellos con diferentes espesores de cobertura de mesoporoso) y las condiciones operativas mas apropiadas, se realizarán ensayos sobre muestras de agua “real” -obtenida de los lugares donde existan índices elevados de contaminación- con el propósito de establecer posibles efectos adversos por adsorciones competitivas con otros iones.

3- Tests de regeneración y “leaching”

Debido a que resulta de suma importancia poder regenerar los adsorbentes para su re-utilización se realizarán los siguientes ensayos:

3-a) Tratamientos con soluciones acuosas de HCl capaces de regenerar los grupos aminos midiendo la cantidad de Fe que se transfiere a la solución (“leaching”). Estas medidas se realizarán con las NPs de Fe₃O₄ sin cobertura y con el composito Fe₃O₄/mesoporoso-NH₂ con el propósito de verificar la eficiencia de la protección de la cobertura de SBA-15 sobre este efecto.

3-b) Con las muestras regeneradas se harán nuevos ensayos de absorción para determinar el porcentaje de recuperación de actividad.

Finalmente, de la evaluación conjunta de todos los resultados experimentales podrán obtenerse conclusiones que permitan establecer pasos futuros hacia nuevas modificaciones estructurales que mejoren el desempeño de estos materiales para ser utilizados en procesos de adsorción

Condiciones de la presentación:

- A. El Informe Científico deberá presentarse dentro de una carpeta, con la documentación abrochada y en cuyo rótulo figure el Apellido y Nombre del Investigador, la que deberá incluir:
 - a. Una copia en papel A-4 (puntos 1 al 21).
 - b. Las copias de publicaciones y toda otra documentación respaldatoria, en otra carpeta o caja, en cuyo rótulo se consignará el apellido y nombres del investigador y la leyenda “Informe Científico Período”.
 - c. Informe del Director de tareas (en los casos que corresponda), en sobre cerrado.
- B. Envío por correo electrónico:
 - a. Se deberá remitir por correo electrónico a la siguiente dirección: infinvest@cic.gba.gov.ar (puntos 1 al 21), en formato .doc zipeado, configurado para papel A-4 y libre de virus.
 - b. En el mismo correo electrónico referido en el punto a), se deberá incluir como un segundo documento un currículum resumido (no más de dos páginas A4), consignando apellido y nombres, disciplina de investigación, trabajos publicados en el período informado (con las direcciones de Internet de las respectivas revistas) y un resumen del proyecto de investigación en no más de 250 palabras, incluyendo palabras clave.

Nota: El Investigador que desee ser considerado a los fines de una promoción, deberá solicitarlo en el formulario correspondiente, en los períodos que se establezcan en los cronogramas anuales.