

INFORME CIENTIFICO DE BECA

Legajo N°:

BECA DE ESTUDIO

PERIODO 2014

1. APELLIDO: Schlichter

NOMBRES: Sofia

Dirección Particular: Calle: *N°:*

Localidad: *CP:* *Tel:*

Dirección electrónica (donde desea recibir información):

2. TEMA DE INVESTIGACIÓN (Debe adjuntarse copia del plan de actividades presentado con la solicitud de Beca)

Síntesis, caracterización y actividad de compuestos mesoporosos de interés catalítico.

3. OTROS DATOS (Completar lo que corresponda)

BECA DE ESTUDIO: 1º AÑO: *Fecha de iniciación:* 01/04/2013

2º AÑO: *Fecha de iniciación:* 01/04/2014

BECA DE PERFECCIONAMIENTO: 1º AÑO: *Fecha de iniciación:*

2º AÑO: *Fecha de iniciación:*

4. INSTITUCIÓN DONDE DESARROLLA LOS TRABAJOS

Universidad y/o Centro: Universidad Nacional del Sur

Facultad:

Departamento: Química, Area I

Cátedra: Química General e Inorgánica

Otros:

Dirección: Calle: Av. Alem N°: 1253

Localidad: Bahia Blanca *CP:* 8000 *Tel:* 0291-4595100

5. DIRECTOR DE BECA

Apellido y Nombres: Alvarez Mariana

Dirección Particular: Calle: *N°:*

Localidad: *CP:* *Tel:*

Dirección electrónica:

6. EXPOSICIÓN SINTÉTICA DE LA LABOR DESARROLLADA EN EL PERIODO. (Debe exponerse la orientación impuesta a los trabajos, técnicas empleadas, métodos, etc., y dificultades encontradas en el desarrollo de los mismos, en el plano científico y material).

Se detallarán las tareas realizadas desde la última presentación de informe (02/2014) hasta el presente (09/2014).

Se continuó con el estudio de la degradación oxidativa del colorante azo anaranjado de metilo. Se actualizó la bibliografía respecto al tema de estudio.

Síntesis- A fines comparativos y para estudiar el efecto de otros metales de transición activos a la degradación, se preparó un catalizador anclando cobre (Cu) sobre el soporte aminado MCM-41 sintetizado en el primer año de beca. El proceso de anclaje se realizó de manera análoga a los ya preparados en base a Mn y Co, y detallados en el informe de avance 2013, a través de la interacción entre los grupos amino libres, covalentemente unidos a los oxhidrilos de la superficie del soporte, y los iones Cu (II) en solución. Para ello, el soporte aminado, y previamente activado en estufa a 100 °C por 5 hs, se puso en contacto con una solución 0,15 M de CuSO₄, durante 24 horas, con agitación constante y a temperatura ambiente. Luego de concluido este tiempo la muestra se lavó, se centrifugó y se dejó secar. Al material así obtenido se lo identificó como Cu/MCM-41-NH₂.

Con el fin de obtener nuevos soportes con poros de estructura cúbica se intentó sintetizar SBA-16, siguiendo el método empleado por Yongli y colaboradores (2014) [Yongli Dong, Xinlin Zhan, Xiaoyu Niu, Jing Li, Fulong Yuan, Yujun Zhu, Honggang Fu, Microporous and Mesoporous Materials 185 (2014) 97–106.] en el cual el metal es agregado in-situ durante la síntesis del material mesoporoso. Al momento no se pudieron obtener los sólidos con las características deseadas, por lo que se continuará con los ajustes adecuadas de las condiciones de síntesis para alcanzar el objetivo deseado.

Caracterización- Para cuantificar el contenido metálico tanto en Cu/MCM-41-NH₂ como en los catalizadores ya preparados y probados en reacción (Co/MCM-41-NH₂, Co/SBA-15-NH₂ y Mn/MCM-41-NH₂), se disgregaron los sólidos a partir de un tratamiento con HF y agua regia, y las soluciones obtenidas se midieron por espectroscopia de absorción atómica (EAA).

Los espectros FTIR del colorante anaranjado de metilo y de los catalizadores Cu/MCM-41-NH₂, antes y después de la reacción de degradación, se colectaron entre 400 y 4000 cm⁻¹, con una resolución de 2 cm⁻¹. Las muestras se dispersaron en discos de KBr (1:100).

Se caracterizó el catalizador Cu/MCM-41-NH₂ por difracción de rayos X (DRX).

Al momento de la presentación de este informe, se están esperando los resultados de área superficial específica y tamaño de poros de los catalizadores Cu/MCM-41-NH₂, Co/MCM-41-NH₂, Co/SBA-15-NH₂, Mn/MCM-41-NH₂; así como también de los soportes aminados.

Degradación del anaranjado de metilo (AM) - Las reacciones de degradación se realizaron, a fines comparativos, en las mismas condiciones que las empleadas para los catalizadores ya estudiados y cuyos resultados se encuentran detallados en el informe del primer año de beca de estudio.

La solución sobrenadante luego de la reacción de degradación fue sometida a análisis por EAA para determinar si existe lixiviación de los metales componentes de los catalizadores luego de las 2 hs de reacción. Asimismo, se hizo un seguimiento por espectroscopia UV-Visible y cromatografía gaseosa para analizar las características de los productos de la reacción.

También se estudió la capacidad de reutilización del catalizador Cu/MCM-41-NH₂a través de un pretratamiento simple. Para ello, se lavó el sólido luego de la reacción con agua destilada, se secó en estufa a 30-40 °C y se repitió la experiencia de degradación

manteniendo constante la relación catalizador:oxidante:AM y en las mismas condiciones de reacción.

Resultados -Los análisis de DRX corroboraron que la estructura mesoporosa se mantiene luego del proceso de aminación y carga metálica; aunque se pierde algo de la estructura mesoporosa, dada por la disminución de la intensidad del pico correspondiente al plano (100).

En la siguiente tabla se resume el contenido metálico de los catalizadores preparados hasta el momento.

| | Co/MCM-41-NH ₂ | Mn/MCM-41-NH ₂ | Cu/MCM-41-NH ₂ | Co/SBA-15-NH ₂ |
|--------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| Cont. metálico (%) | 17,00 | 17,70 | 14,00 | 1,53 |
| Lixiviación (%)* | 1,15 | 1,64 | 1,66 | No determinado |

*Determinado sobre la solución remanente luego del primer ciclo de uso.

El espectro IR del catalizador Cu/MCM-41-NH₂ muestra algunos cambios con respecto al del soporte aminado en región del 3500-3000 cm⁻¹ (stretching N-H) y 1700-1300 cm⁻¹ (bending H-N-H y H-C-H), sugiriendo algún cambio molecular a nivel del soporte aminado luego del anclaje del metal a través de los grupos amino.

El resultado de la degradación oxidativa del anaranjado de metilo en presencia de Cu/MCM-41-NH₂ arrojó valores de porcentaje de degradación mayores al 90 % y este valor se mantuvo luego de 2 ciclos de reuso.

Los espectros FTIR del catalizador antes y después de ser usado en reacción resultaron prácticamente idénticos; esto podría estar sugiriendo que la remoción del colorante AM no ocurre a través de un mecanismo de adsorción sobre el sólido, sino a través de la degradación del mismo, efectivizada por la presencia del metal Cu.

Los espectros UV-Visible de las soluciones sobrenadantes luego de 2 hs de reacción presentaron una disminución significativa de las bandas correspondientes al grupo azo del colorante y también la de la banda de los aromáticos, desapareciendo completamente luego de 24 hs de reacción. Estos resultados, conjuntamente con los de cromatografía gaseosa permiten establecer que la mineralización del colorante es exitosa.

7. TRABAJOS DE INVESTIGACIÓN REALIZADOS O PUBLICADOS EN EL PERIODO.

7.1. PUBLICACIONES. Debe hacerse referencia, exclusivamente a aquellas publicaciones en la cual se halla hecho explícita mención de su calidad de Becario de la CIC. (Ver instructivo para la publicación de trabajos, comunicaciones, tesis, etc.). Toda publicación donde no figure dicha aclaración no debe ser adjuntada. Indicar el nombre de los autores de cada trabajo, en el mismo orden que aparecen en la publicación, informe o memoria técnica, donde fue publicado, volumen, página y año si corresponde; asignándole a cada uno un número. En cada trabajo que el investigador presente -si lo considerase de importancia- agregará una nota justificando el mismo y su grado de participación.

7.2. PUBLICACIONES EN PRENSA. (Aceptados para su publicación. Acompañar copia de cada uno de los trabajos y comprobante de aceptación, indicando lugar a que ha sido remitido. Ver punto 7.1.)

7.3. PUBLICACIONES ENVIADAS Y AUN NO ACEPTADAS PARA SU PUBLICACIÓN. (Adjuntar copia de cada uno de los trabajos. Ver punto 7.1.)

7.4. PUBLICACIONES TERMINADAS Y AUN NO ENVIADAS PARA SU PUBLICACIÓN. (Adjuntar resúmenes de no más de 200 palabras)

7.5. COMUNICACIONES. (No consignar los trabajos anotados en los subtítulos anteriores)

Se presentarán en Septiembre 2014 en el XXIV CICAT, en Medellín, Colombia los trabajos "Preparación y caracterización de catalizadores mesoporosos funcionalizados con Mn y Co. Aplicación en la degradación oxidativa de anaranjado de metilo" resumen extendido de 6 hojas, presentación oral. Autores: Sofía Schlichter, Mariana Dennehy, Mariana Alvarez. "Oxidos de hierro modificados: preparación y aplicación en la degradación oxidativa de colorantes azo" resumen extendido de 6 hojas, presentación poster. Autores: Alejandra Diez, Mariana Dennehy, Sofía Schlichter, María Cristina Zenobi, Mariana Alvarez.

Se presentará en Octubre 2014 en el VII Congreso Iberoamericano de Física y Química Ambiental y del XII Encuentro de Química Analítica y Ambiental, en Viña del Mar, Chile el trabajo "Cobre soportado sobre MCM-41 funcionalizada. Aplicación en la degradación oxidativa del colorante anaranjado de metilo" resumen de 1 hoja, presentación oral. Autores: Sofía Schlichter, Mariana Dennehy, Mariana Alvarez.

7.6. TRABAJOS EN REALIZACIÓN. (Indicar en forma breve el estado en que se encuentran)

8. OTROS TRABAJOS REALIZADOS. (Publicaciones de divulgación, textos, etc.)

8.1. DOCENCIA

8.2. DIVULGACIÓN

8.3. OTROS

9. ASISTENCIA A REUNIONES CIENTÍFICAS. (Se indicará la denominación, lugar y fecha de realización y títulos de los trabajos o comunicaciones presentadas)

10. CURSOS DE PERFECCIONAMIENTO, VIAJES DE ESTUDIO, ETC. (Señalar características del curso o motivo del viaje, duración, instituciones visitadas y si se realizó algún entrenamiento)

"Tópicos de Fisicoquímica", Dr. Julio C. Bazán, horas: 60. Nota: 9 (nueve). Calidad: posgrado. Año: 2014.

"Técnicas de Caracterización de Materiales" (PROMAT), en curso. Calidad: posgrado.

"Tópicos de Química Analítica", en curso. Calidad: posgrado.

Viaje de estudio - Pasantía en la Universidad de Gante, Bélgica, formando parte de un proyecto de investigación a cargo del profesor Joris Thybaut, en la Facultad de Ingeniería Química. Tema: Cinética de la Hidrogenólisis del Glicerol a Propilén glicol. Duración: 3 meses. Año: 2013.

11. DISTINCIONES O PREMIOS OBTENIDOS EN EL PERIODO

12. TAREAS DOCENTES DESARROLLADAS EN EL PERIODO

Ayudante de docencia "A", dedicación simple, por contrato, en las asignaturas "Fundamentos de Química General e Inorgánica", "Química Inorgánica" y "Química General", correspondientes al área I del Departamento de Química de la Universidad Nacional del Sur, desde el 17 de Marzo de 2014 hasta el 31 de Diciembre del 2014.

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

14. TÍTULO DEL PLAN DE TRABAJO A REALIZAR EN EL PERIODO DE PRORROGA O DE CAMBIO DE CATEGORÍA (Deberá indicarse claramente las acciones a desarrollar)

Título: Síntesis, caracterización y actividad de compuestos mesoporosos para aplicación como catalizadores en reacciones de interés ambiental.

Las acciones a desarrollar se encuentran detalladas en el Formulario II - Plan y lugar de trabajo.

Condiciones de 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 Becario, la que deberá incluir:
- a. Una copia en papel A-4 (puntos 1 al 14).
 - b. Las copias de publicaciones y toda otra documentación respaldatoria, deben agregarse al término del desarrollo del informe
 - c. Informe del Director de tareas con la opinión del desarrollo del becario (en sobre cerrado).

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

.....
Firma del Director

.....
Firma del Becario