

PROYECTO INTERNO SIN FINANCIAMIENTO PII-DEMEX-2020-03

**"Síntesis de catalizadores vía co-precipitación y sol-gel para aplicaciones en reacciones de oxidación selectiva"**

En la ciudad de Quito D.M., a los veinte días del mes de diciembre de dos mil veintiuno, comparecen a la celebración de la presente Acta de Finalización del Proyecto de Investigación Interno sin Financiamiento PII-DEMEX-2020-03 **"Síntesis de catalizadores vía co-precipitación y sol-gel para aplicaciones en reacciones de oxidación selectiva"**, por una parte la **Dra. Alexandra Patricia Alvarado Cevallos** en calidad de **Vicerrectora de Investigación, Innovación y Vinculación** de la Escuela Politécnica Nacional, y por otra la **M.Sc. Lucía Eliana Manangón Perugachi** en calidad de **Directora del Proyecto de Investigación Interno sin Financiamiento PII-DEMEX-2020-03**, al tenor de lo siguiente:

**1. ANTECEDENTES:**

- a) Mediante Memorando Nro. EPN-DEMEX-2020-0072-M del 21 de febrero de 2020, el Jefe del Departamento de Metalurgia Extractiva, notifica al Vicerrectorado de Investigación, Innovación y Vinculación, que Consejo de Departamento ha avalado la propuesta del Proyecto de Investigación Interno sin Financiamiento titulada **"Síntesis de catalizadores vía co-precipitación y sol-gel para aplicaciones en reacciones de oxidación selectiva"** presentada por la M.Sc. Lucía Manangón.
- b) Mediante Memorando Nro. EPN-DI-2020-0129-M del 2 de marzo de 2020, la Dirección de Investigación, notifica a la Jefe Subrogante del Departamento de Metalurgia Extractiva, que el proyecto de Investigación Interno sin Financiamiento presentado por la M.Sc. Lucía Manangón ha sido registrado con el código PII-DEMEX-2020-03, con fecha de inicio 2 de marzo de 2020 y fecha de finalización 1 de marzo de 2021.
- c) El 2 de marzo de 2021, mediante Resolución RCIIV-031-2021 de Consejo de Investigación, Innovación y Vinculación, se aprobó la prórroga técnica del Proyecto de Investigación Interno sin Financiamiento PII-DEMEX-2020-03, con lo cual la nueva fecha de finalización del proyecto es el 1 de junio de 2021.

**2. DATOS GENERALES DEL PROYECTO:**

<b>Código de Proyecto</b>	PII-DEMEX-2020-03
<b>Nombre del Proyecto</b>	<i>Síntesis de catalizadores vía co-precipitación y sol-gel para aplicaciones en reacciones de oxidación selectiva</i>
<b>Directora del Proyecto</b>	LUCIA ELIANA MANANGÓN PERUGACHI
<b>Colaboradores del Proyecto</b>	ERNESTO HALE DE LA TORRE CHAUVIN DIANA ENDARA DRANICHNIKOVA
<b>Colaboradores técnicos del Proyecto</b>	ANA BELEN LOZADA MINIGUANO CARLOS FRANCISCO ARAGÓN TOBAR
<b>Departamento</b>	Metalurgia Extractiva (DEMEX)
<b>Línea de Investigación</b>	Carbones activados, adsorbentes y catalizadores
<b>Objetivo</b>	Sintetizar catalizadores basados en óxidos combinados de cobalto y hierro y en óxidos combinados de titanio y silicio vía co-

	<i>precipitación y sol-gel para aplicaciones en reacciones de oxidación selectiva</i>
<b>Duración del Proyecto</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Fecha de Inicio: 2 de marzo de 2020</li> <li>• Fecha de fin: 1 de marzo de 2021</li> <li>• Fecha de fin prórroga técnica: 1 de junio de 2021</li> <li>• Duración total: 15 meses</li> </ul>
<b>Entrega del Informe Final</b>	22 de septiembre de 2021

### 3. INFORME FINAL:

Mediante Memorando Nro. EPN-DEMEX-2021-0296-M del 22 de septiembre de 2021, la M.Sc. Lucía Eliana Manangón Perugachi, Directora del Proyecto PII-DEMEX-2020-03, entrega el Informe Final del proyecto que dirige. El Informe Final es revisado por la Dirección de Investigación, se anexa y forma parte integrante del Acta de Finalización, cuyas conclusiones y productos generados son:

#### CONCLUSIONES:

- Los resultados del análisis de DRX de  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  permitieron verificar la formación de la fase cristalina de la ferrita de cobalto.
- El análisis termogravimétrico de la ferrita de cobalto mostró pérdidas de masa del catalizador a temperaturas en el rango de 50 a 100 °C como resultado de la pérdida de humedad y pérdidas de masa a 200, 400 y 600°C asociadas con la descomposición de los nitratos en óxidos.
- A partir del análisis químico se determinó la relación molar Co/Fe correspondiente a 0,49, lo que significa que el cobalto y hierro están en la relación estequiométrica requerida para la formación de la estructura  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ .
- Mediante análisis de fisisorción de nitrógeno se determinó el área superficial de la ferrita de cobalto correspondiente a 3 m<sup>2</sup>/g.
- El espectro infrarrojo de la ferrita recubierta mostró bandas a 800 cm<sup>-1</sup> y 1060 cm<sup>-1</sup> que corresponden al estiramiento simétrico  $\nu_s(\text{Si-O-Si})$  y asimétrico  $\nu_{as}(\text{Si-O-Si})$ .
- Las imágenes del MEB del catalizador de ferrita de cobalto recubierta con sílice y titanio mostró una estructura porosa con aglomeraciones localizadas por lo que no se pudo determinar el tamaño real de las esferas.
- El análisis químico evidenció un contenido de cobalto menor al estequiométrico, la relación molar Co/Fe fue de 0,26. El contenido de titanio fue 0,5 y 0,75 %w/w en las ferritas recubiertas.
- La curva TGA-DSC del catalizador  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  mostró una pérdida de masa en el rango de 40 a 200°C que fue asociada a la eliminación del agua fisisorbida.
- El espectro FTIR de  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  mostró la banda de Si-O-Si a 1080 cm<sup>-1</sup> y la banda a 950 cm<sup>-1</sup> que se atribuye a los grupos silanol (Si-OH), pero también se puede atribuir a los puentes Si-O-Ti.
- El análisis ICP-AES permitió cuantificar el contenido total de Ti en el catalizador, la cantidad determinada resultó ser muy cercana a la nominal (relación molar nominal 2,5%).
- La espectroscopia UV de reflectancia difusa (DRUV) verificó la formación tanto de titanio activo en el rango de 200-240 nm como titanio no activo en el rango de 240-330 nm, y también hay una ligera cantidad de anatasa.
- Se realizó un análisis de fisisorción de nitrógeno para estudiar las propiedades texturales del catalizador. El catalizador es mayoritariamente mesoporoso. El área superficial de este catalizador fue de 537 m<sup>2</sup>/g.
- A partir de la imagen obtenida mediante microscopia electrónica de barrido se puede observar la presencia de estructuras esféricas.
- Los mejores resultados en la oxidación del estireno se obtuvieron con el catalizador  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  (53% de conversión a 4 h) y peróxido de hidrógeno como oxidante. Sin embargo, al utilizar ferrita de cobalto recubierta la conversión del estireno fue del 39% a las 6 h de reacción, este valor sigue



siendo alto sobre todo debido a la amplia diferencia entre las áreas superficiales de los catalizadores (537 vs 6 m<sup>2</sup>/g).

#### PRODUCTOS:

- Disertación a la comunidad politécnica, modalidad virtual: "*Síntesis de catalizadores vía co-precipitación y sol-gel para aplicaciones en reacciones de oxidación selectiva*"; Lucía Manangón, Ana Belén Lozada; Departamento de Metalurgia Extractiva; marzo 2021.
- Tesis de Maestría en Metalurgia Extractiva y Medio Ambiente: "*Revisión de la influencia de la modificación de la hidrofobicidad de las silicalitas de titanio sobre su actividad catalítica (Influence of the hydrophobic modification of titanosilicates on their catalytic activity: A review)*"; Ana Belén Lozada Minguano; URL: <http://bibdigital.epn.edu.ec/handle/15000/21869>; octubre 2021.
- Artículo en formato de la Revista Politécnica: "*Síntesis de ferrita de cobalto como catalizador (CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) y como soporte de un sistema núcleo-coraza mesoporosa de sílice y titanio (CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@Ti-SiO<sub>2</sub>) como potencial de reciclaje para la oxidación selectiva del estireno*"; Ana Lozada, Lucía Manangón; Revista Politécnica (SciELO; Latindex); ISSN: 1390-0129.

#### 4. LIQUIDACIÓN ECONÓMICA:

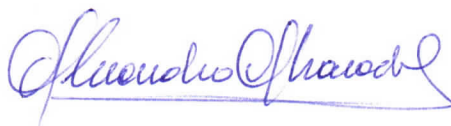
El Proyecto de Investigación Interno sin Financiamiento PII-DEMEX-2020-03 no contó con asignación presupuestaria.

#### 5. FINALIZACIÓN:

Con la presente Acta se declara finalizado y cerrado el Proyecto de Investigación Interno sin Financiamiento PII-DEMEX-2020-03 "*Síntesis de catalizadores vía co-precipitación y sol-gel para aplicaciones en reacciones de oxidación selectiva*".

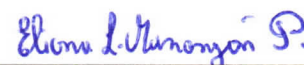
Para constancia de lo ejecutado y por estar de acuerdo con el contenido de la presente Acta, las partes libre y voluntariamente suscriben la misma, en tres ejemplares de igual contenido, tenor y valor legal.

Dado en la ciudad de Quito D.M., a los veinte días del mes de diciembre de dos mil veintiuno.



Dra. Alexandra Alvarado  
Vicerrectora de Investigación,  
Innovación y Vinculación

cr/sp



M.Sc. Lucía Manangón  
Directora del Proyecto  
PII-DEMEX-2020-03

