

# **Estudio del sistema IrAu/TiO<sub>2</sub> con técnicas de microscopía electrónica de transmisión: Efecto del método de preparación en la distribución y tamaño de partícula.**

**O. Hernández-Cristóbal, J. Arenas-Alatorre, G. Díaz\*, A. Gómez-Cortés.**

**Instituto de Física, Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito de la Investigación Científica s/n, Cd. Universitaria, México DF 04510. \*diaz@fisica.unam.mx**

## **Resumen**

Uno de los métodos más utilizados en la síntesis de nanopartículas soportadas es el método de depósito-precipitación (DP). Este método proporciona distribuciones de tamaño de partícula bastante homogéneas como puede comprobarse en el caso de catalizadores a base de oro [1,2]. Por otra parte, métodos más simples de preparación como el de impregnación han sido considerados no adecuados para la preparación de catalizadores de oro con tamaño de partícula pequeño. Normalmente este método conduce a la formación de partículas de oro de gran tamaño y por lo tanto catalíticamente inactivas. La formación de tales partículas está relacionada con la presencia de residuos clorados en la superficie del soporte después de la impregnación. Recientemente fue propuesto un método de impregnación modificado que da lugar a catalizadores de oro activos [3,4]. Específicamente el método introduce una etapa post-impregnación en la cual el sólido es lavado para eliminar los residuos clorados y favorecer la formación de pequeñas partículas de oro después de los procedimientos de activación.

En este trabajo se presenta un estudio del efecto del método de preparación en la distribución y tamaño de partícula en sistemas Au/TiO<sub>2</sub>, Ir/TiO<sub>2</sub> e IrAu/TiO<sub>2</sub>. Para la preparación de los sistemas monometálicos se utilizaron dos métodos de preparación, impregnación por mojado incipiente con etapa de lavado con una solución amoniacal (MIL) y depósito-precipitación con urea (DPU). Para el sistema IrAu/TiO<sub>2</sub> se utilizó una combinación de ambos métodos, co-impregnación de los metales (CMIL) e incorporación secuencial de los mismos; primero el iridio por DPU y subsecuentemente el oro por (MIL). La carga metálica fue de 1% en peso para Au/TiO<sub>2</sub> e Ir/TiO<sub>2</sub> y de 2% en peso para IrAu/TiO<sub>2</sub> (relación atómica Au/Ir $\approx$  1). Los precursores metálicos fueron HAuCl<sub>4</sub> y IrCl<sub>4</sub>. Los sólidos fueron tratados térmicamente en atmósfera de aire y/o hidrógeno.

Se utilizaron técnicas analíticas como HAADF (contraste Z) y HRTEM en un microscopio JEM-2010F para caracterizar las muestras. Se utilizó un método estándar para el depósito de la muestra en la rejilla de observación. Los resultados obtenidos por contraste Z para el Au/TiO<sub>2</sub> muestran distribuciones de tamaño partícula y homogeneidad muy semejantes a las obtenidas por el método DPU. En el caso del Ir/TiO<sub>2</sub>, se observó un depósito preferencial del IrO<sub>2</sub> en TiO<sub>2</sub>-rutilo a diferencia del Ir metálico que no mostró esta afinidad por una fase específica del TiO<sub>2</sub>. Para el sistema AuIr/TiO<sub>2</sub>, cuando se utiliza el método CMIL y la muestra es tratada en H<sub>2</sub> a 400 C, se obtienen nanopartículas con tamaño alrededor de 1 nm y homogéneamente distribuidas en el soporte. En contraste, IrAu/TiO<sub>2</sub> preparado por DPU-MIL presenta una distribución de partícula heterogénea;

algunos cristales del soporte tienen mayor densidad de partículas en comparación a otros. Con respecto al tamaño de partícula ésta se encuentra en el intervalo de 1-2nm.

El método de impregnación modificado (MIL) permite preparar IrAu/TiO<sub>2</sub> con tamaño de partícula alrededor de 1 nm. Este método, en combinación con el DPU da lugar a distribuciones más heterogéneas con un tamaño medio en el intervalo 1-2 nm. El método MIL incluye pocos pasos en el proceso de preparación así como tiempos de síntesis más cortos.

Agradecimientos.

Al Laboratorio Central de Microscopía del IF (Sr. Luis Rendón) y a los Proyectos PAPIIT xxxxx e Impulsa 01

#### REFERENCIAS

- [1] Rodolfo Zanella, Catherine Louis, Suzanne Giorgio, Claude R. Henry, Chae-Ho, Shin. *Journal of Catalysis* 222(2004)357-367.
- [2] Mitsutaka Okumura, Noriaki Masuyama, Eiko Konishi, Satoshi Ichikawa, Tomoki Akita, *Journal of Catalysis*, Volume 208, Issue 2, 10 June 2002, 485-489.
- [3] [Delannoy, L.](#), [El Hassan, N.](#), [Musi, A.](#), [To, N.N.L.](#), [Krafft, J.-M.](#), Louis, C., *Journal of Physical Chemistry B*, 110 (2006) 22471-22478.
- [4] Michael B., Abdullahi Nuhu, Jorge Soares, [Catalysis Today](#), 122 (2007) 245-247.