

# PROCEDIMIENTO NOVEDOSO PARA SINTETIZAR SÓLIDOS MESOPOROSOS DE FORMA CONTROLADA

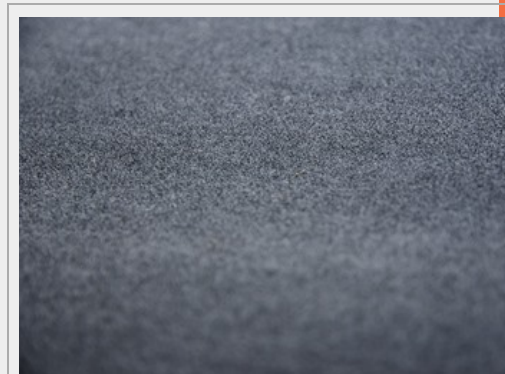
**P** PATENTED TECHNOLOGY

## CONTACT DETAILS:

Relaciones con la Empresa  
Oficina de Transferencia de Resultados de la Investigación-OTRI  
Universidad de Alicante  
Tel.: +34 96 590 99 59  
Email: [areaempresas@ua.es](mailto:areaempresas@ua.es)  
<http://innoua.ua.es>

## ABSTRACT

El grupo de investigación 'Materiales carbonosos y medioambiente' de la Universidad de Alicante ha desarrollado un novedoso procedimiento que permite sintetizar sólidos mesoporosos a partir de cualquier sal basada en polioxometalatos (POM) de forma controlada, tanto en volumen como en tamaño. Es un método muy sencillo y eficiente que genera un gran volumen de mesoporosidad homogénea en el seno de las nanopartículas, dando como resultado compuestos que se utilizan como catalizadores y/o soportes de catalizadores más económicos y medioambientalmente menos perjudiciales que los empleados actualmente por la industria química y petroquímica. El grupo de investigación busca empresas interesadas en adquirir esta tecnología para su explotación comercial.



## INTRODUCTION

En las últimas décadas, existe una fuerte investigación en la búsqueda de nuevos catalizadores que resulten más económicos (en sustitución de los metales nobles) y que sean medioambientalmente menos perjudiciales. En esta línea, los resultados más satisfactorios los han conseguido los catalizadores basados en polioxometalatos (en adelante, POM).

Los POM son una enorme familia de clusters aniónicos de óxidos metálicos a escala nanométrica que se combinan con cationes externos para alcanzar la electroneutralidad, pudiendo presentar una gran diversidad de formas y tamaños (estructuras tipo Keggin, Dawson o Anderson).

Los POM poseen muchas propiedades que resultan interesantes desde el punto de vista de la catálisis. De todas ellas, las más importantes son sus propiedades ácidas, ya que son ácidos extremadamente fuertes (acercándose a la región superácida) y sus propiedades redox, resultando ser oxidantes eficientes con reacciones redox reversibles rápidas.

Cuando los cationes son protones, entonces el compuesto se denomina heteropoliácido (en adelante, HPA). La sustitución de este protón por un catión, da lugar a la formación de la correspondiente sal, aumentando mucho la insolubilidad del compuesto (es importante destacar que el tipo del catión con el que se combina el POM, determina la solubilidad, la estabilidad térmica, la acidez y la porosidad de la sal).

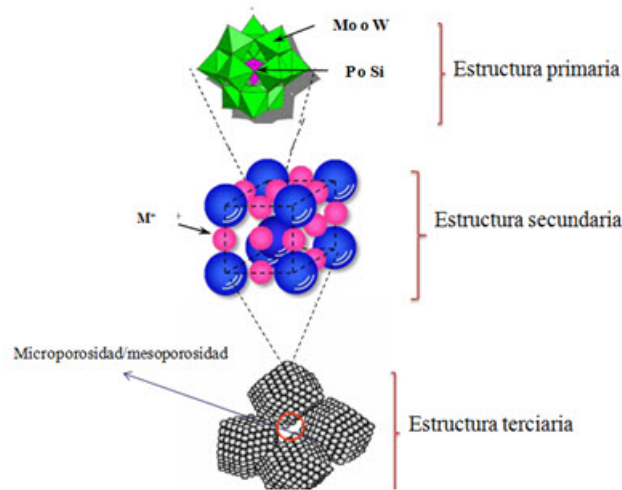


Figura1: Localización de la porosidad en base a la estructura jerarquizada de las sales de polioxometalatos.

Se ha comprobado que, sustituyendo los protones por cationes monovalentes y de gran tamaño (amonio y cesio, por ejemplo), se obtienen los mayores valores de superficie específica BET (superiores a 100 m<sup>2</sup>·g<sup>-1</sup>).

El desarrollo controlado de mesoporosidad en sales insolubles basadas en POM es circunstancial, ya que en la mayoría de las síntesis no se observa, y mucho menos, se controla su tamaño.

La preparación de materiales mesoporosos ha suscitado una enorme atención en los últimos años, pues se presentan como prometedores catalizadores en aquellas reacciones donde intervienen especies de elevado peso molecular (aquí los catalizadores tradicionales, tales como alúmina o zeolitas, presentan limitaciones debido a impedimentos estéricos).

#### TECHNICAL DESCRIPTION

Teniendo en cuenta las limitaciones descritas, existe la necesidad de disponer de un método sencillo que permita el desarrollo controlado de la mesoporosidad en sales basadas en POM.

A continuación se presenta un procedimiento que permite sintetizar sólidos mesoporosos a partir de cualquier sal basada en POM de forma controlada, tanto en volumen como en tamaño de la misma. Para ello:

1. Se prepara la dispersión de una sal basada en POM (sal de amonio, de tetralquilamonio, de amina aromática protonada, de amina alifática protonada, de quinoleína protonada, de piridino o de un metal perteneciente a los grupos 1, 2, 13, al grupo de los lantánidos, de los actínidos o del periodo 3 de la tabla periódica) en un medio líquido acidificado en el que la sal no es soluble.
2. Se controla el pH de la disolución anterior mediante la adición de una disolución que contiene una sal básica.
3. Se agita la disolución obtenida a ese pH durante un tiempo concreto a una temperatura controlada.
4. El sólido disperso obtenido (es decir, la sal mesoporosa de POM) se filtra a vacío, se lava con una disolución acidificada y se seca en estufa.

Se consigue así sintetizar de forma controlada sólidos mesoporosos de cualquier sal basados en POM.

#### TECHNOLOGY ADVANTAGES AND INNOVATIVE ASPECTS

##### VENTAJAS

- Se trata de un método muy sencillo para sintetizar de forma controlada sólidos mesoporosos de cualquier sal basada en POM.
- Permite desarrollar un elevado volumen de mesoporosidad (hasta un 300% respecto al volumen de porosidad inicial de la sal original POM).
- Permite controlar el volumen de la mesoporosidad desarrollada.
- Permite controlar el tamaño de la mesoporosidad desarrollada.
- Permite obtener una determinada distribución de tamaños de la mesoporosidad.
- Se obtienen regiones homogéneas en todo el seno de la nanopartícula.
- Este tratamiento no afecta ni al volumen de la microporosidad, ni a la distribución de tamaños de microporosidad en la sal original POM.

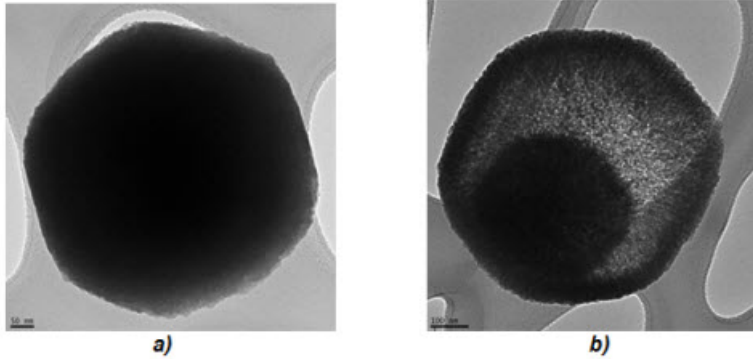
##### ASPECTOS INNOVADORES:

Este método es el único en el mercado que de un modo muy sencillo permite controlar el volumen y el tamaño de la mesoporosidad desarrollada en sales basadas en POM.

#### CURRENT STATE OF DEVELOPMENT

Se ha llevado a cabo una batería de ensayos a nivel laboratorio donde se ha comprobado con éxito la efectividad de este novedoso procedimiento.

A continuación se presentan las fotografías TEM de una nanopartícula de la sal original y de la muestra obtenida tras aplicar el procedimiento aquí descrito.



*a) La nanopartícula de la sal original aparece oscura en su totalidad. Presenta una estructura densa y compacta (no puede ser atravesada por el haz de electrones).*

*b) La muestra obtenida tras aplicar el procedimiento aquí descrito presenta una estructura porosa homogénea en todo el interior de la nanopartícula (como se pone de manifiesto por las regiones claras).*

#### MARKET APPLICATIONS

La síntesis de nuevos sólidos mesoporosos basados en POM tiene un gran interés en sectores como la **química industrial y la petroquímica**, ya que proporcionan una superficie modificable donde resulta fácil controlar la funcionalidad y la incorporación de catalizadores (basados en nanopartículas de: metales nobles, aleaciones de metales nobles y de óxidos metálicos). Además, son más económicos y medioambientalmente menos perjudiciales que los catalizadores actuales.

Entre los principales usos de estos sólidos mesoporosos, cabe destacar:

- Como **catalizadores**, tanto en reacciones redox (por su flexibilidad y capacidad para aceptar y devolver electrones), como en catálisis ácido-base (por su carácter de ácido fuerte):
  - Homogéneos: poseen una elevada solubilidad en disolventes polares, sobre todo en disoluciones acuosas.
  - Heterogéneos: deben soportarse sobre sólidos porosos con una elevada área superficial, o ser insolubles en el medio de reacción. Por ejemplo, catalizadores basados en POM de sales de cesio dopados con paladio en la producción industrial de ácido acético a partir de etileno y oxígeno.
- Como soporte de catalizadores de metales, óxidos metálicos, compuestos de coordinación, etc.
- En **biomedicina**, por su gran tamaño y carga, su capacidad redox y su estabilidad a pH fisiológico, donde han mostrado actividad en la inhibición enzimática, para el tratamiento de tumores y contra virus y retrovirus.
- Como agentes precipitadores de proteínas, por ejemplo en la detección del colesterol de alta densidad en humanos, en aplicaciones alimentarias, de la industria del tabaco y en algunos procedimientos de química analítica (al ofrecer la posibilidad de formar compuestos con una gran variedad de elementos y, posteriormente, utilizar la solubilidad o las propiedades espectroscópicas de estos heteropolioxometalatos para determinaciones cuantitativas o cualitativas).
- En membranas y sensores, aprovechando la alta conductividad iónica de los polioxometalatos, su capacidad para formar sales con diversos cationes y su capacidad para sufrir procesos redox bajo determinadas condiciones.
- En el diseño de nuevos materiales, debido a los avances recientes sobre procesos de transferencia electrónica e interacciones de canje magnético en polioxometalatos de nuclearidad y complejidad topológica crecientes, capaces de combinar diferentes iones metálicos y/o partes orgánicas en el mismo sistema, que han abierto la posibilidad del diseño de nanomateriales compuestos con POM.
- En el diseño y estudio de clústeres magnéticos: la síntesis y estudio de híbridos orgánico-inorgánicos formados por una matriz polimérica conductora y un anión polioxometálico (molibdeno y wolframio) con actividad fotoquímica y electroquímica es uno de los temas de investigación más relevantes. Además de su uso como cátodos en baterías recargables, el anclaje de los aniones fotoactivos en el sólido permite su aplicación como electrocatalizadores fijados en un soporte conductor.

#### COLLABORATION SOUGHT

El grupo de investigación busca empresas interesadas en adquirir esta tecnología para su explotación comercial.

---

#### INTELLECTUAL PROPERTY RIGHTS

Esta tecnología se encuentra protegida mediante solicitud de patente.

· Número de solicitud: P201001574.

· Fecha de solicitud: 14/12/2010.

---

#### MARKET APPLICATION (4)

Pollution and Environmental Impact

Materials and Nanotechnology

Medicine and Health

Chemical Technology