



## Laboratorio de Electroquímica y Técnicas de Separación (LETS)

Alfredo Sánchez



Nº Registro: 284

# ORGANIGRAMA LABORATORIO LETS (URJC)

Directora Laboratorio

ÁREA 1

Preparación de  
muestras

ÁREA 2

Cromatografía de líquidos  
y electroforesis capilar

ÁREA 3

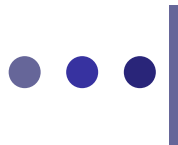
Técnicas  
electroquímicas

ÁREA 4

Técnicas  
de caracterización

Directores Técnicos y de  
Calidad

Técnicos de Calidad y  
Técnicos de Área



## EQUIPAMIENTO DEL LABORATORIO



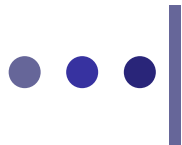
Electroforesis capilar



Cromatógrafos de HPLC/DAD y HPLC/MS



Potenciostato-galvanostato Espectrofotómetro Infrarrojo Espectrofotómetro UV-vis



**mi micromeritics®**

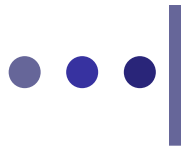
**ASAP 2020**



**ÁREA 4**  
**Técnicas  
de caracterización**

**Coste 30.172 €**

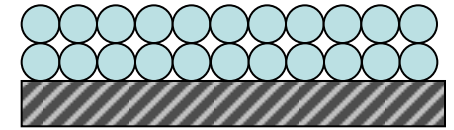
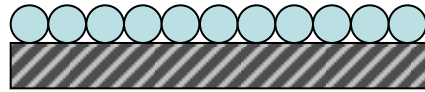
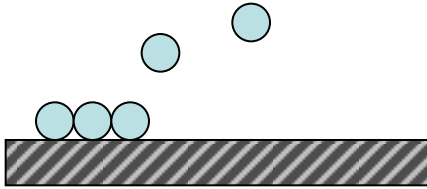
- (50%) URJC
- (50%) Analisyc II  
(1ª anualidad)



Adsorción → condensación de un gas sobre la superficie de un sólido

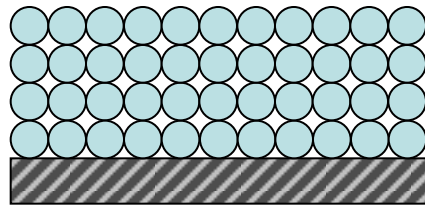
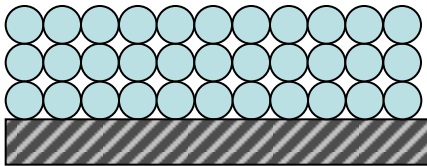
Quimisorción → reactiva

Fisorción → no reactiva

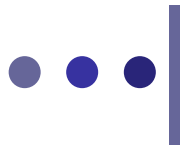


Energía de adsorción de todas las moléculas de la primera capa es igual

Monocapa



Energía de adsorción de todas las moléculas de las sucesivas capas es igual a la de condensación del compuesto puro



$n_{(\text{gas})} = \text{función (T, p, gas, sólido)}$

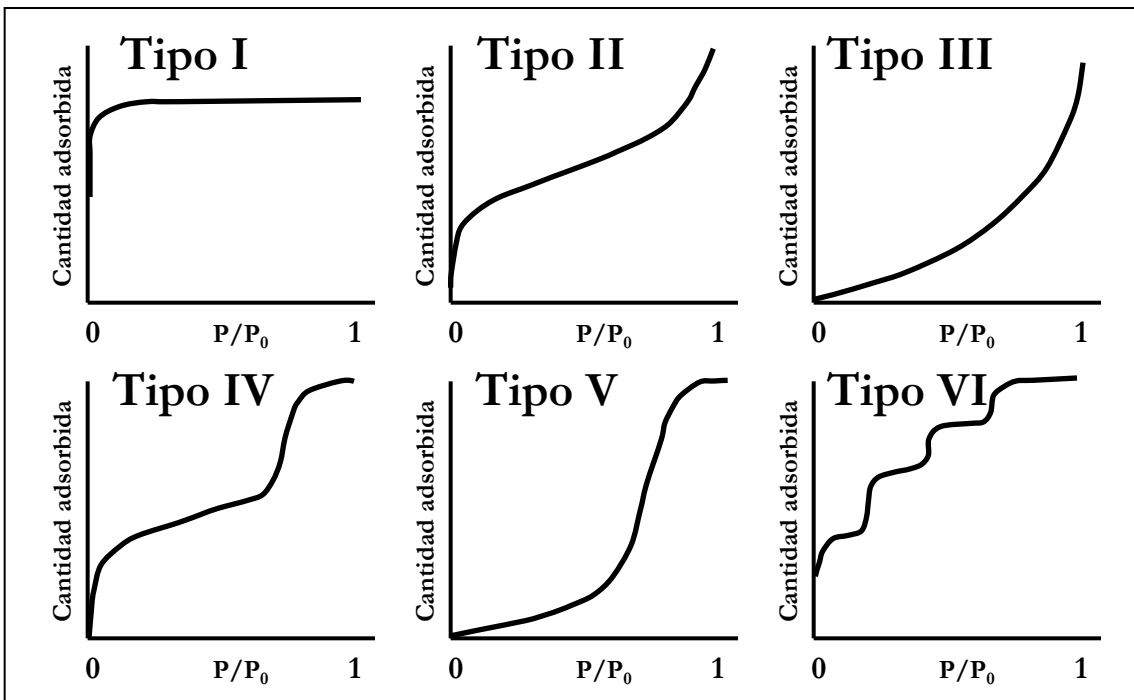


Fijando la T para un sólido y un gas

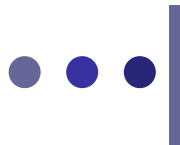


$n_{(\text{gas})} = \text{función (p)}$

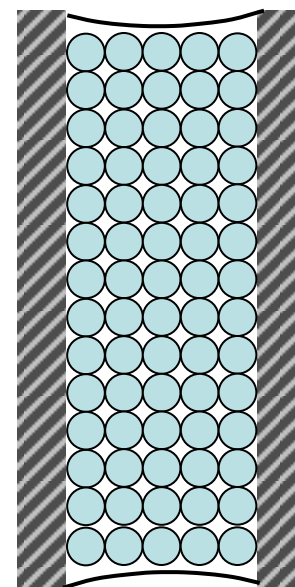
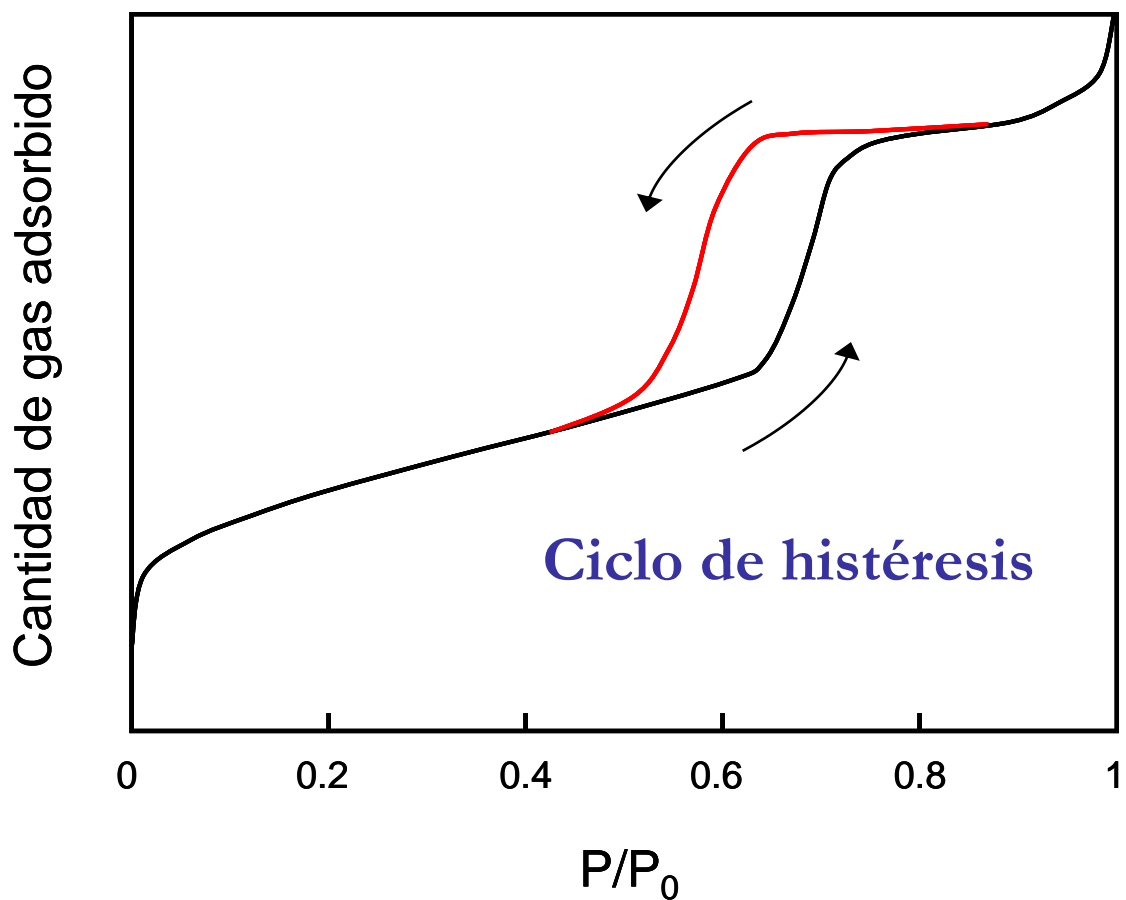
## Isotermas de adsorción



- Tipo I: **Sólidos microporosos**
- Tipo II: **Sólidos macroporosos o no porosos**
- Tipo III: **Poca interacción gas-sólido**
- Tipo IV: **Sólidos mesoporosos**
- Tipo V: **Poca interacción gas-sólido**
- Tipo VI: **Sólidos no porosos y superficie muy uniforme**



Sólidos mesoporosos → Isothermas tipo IV según la IUPAC



Condensación capilar en los poros

Formación de la monocapa → superficie específica

Condensación capilar en los mesoporos → ciclo de histéresis

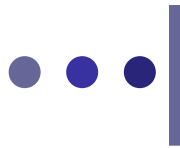
$$\frac{1}{v \left[ \left( \frac{P_0}{P} \right) - 1 \right]} = \frac{c - 1}{v_m c} \left( \frac{P}{P_0} \right) + \frac{1}{v_m c}$$

Brunauer, Emmett y Teller 1938

Presión de saturación

$$v_{ads}(x_k) = \sum_{i=1}^k \Delta V_i (r_i \leq r_c(x_k)) + \sum_{i=k+1}^n \Delta S_i t_i (r_i > r_c(x_k))$$

Barret, Joyner y Halenda 1955



Otros modelos de isotermas:

•Langmuir

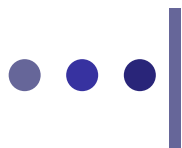
$$\theta = \frac{\alpha P}{1 + \alpha P}$$

•Temkin

$$\theta = K_1 \ln P + K_2$$

•Freundlich

$$\theta = K P^{1/n}$$



 micromeritics®

## ASAP 2020

Desgasificación

P: 0-950 mm Hg

T: amb-450 °C

Superficie específica

0.001-3000 m<sup>2</sup>/g

Ø<sub>PORO</sub>: ~2-500 nm (N<sub>2</sub>)

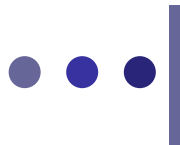
~ 0.35 nm (Kr)

Porta muestras

Ø = 1.27 cm

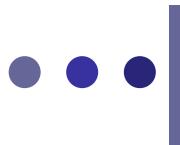
V = 9 mL





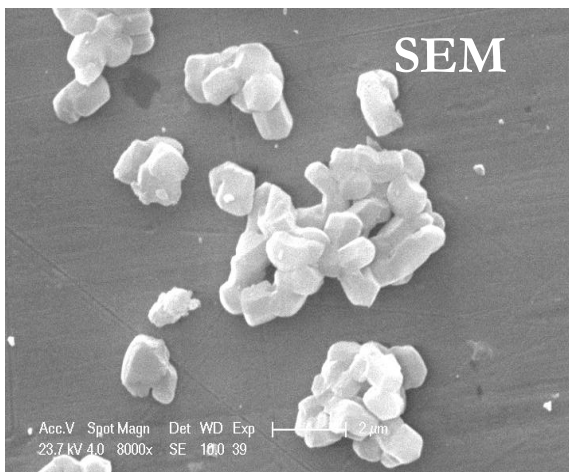
## Información obtenida del análisis:

- Superficie específica
  - Diámetro de poro
  - Volumen de poro
  - Cálculo del área de microporo
- Posibilidad de trabajar en quimisorción
    - Acidez superficial
    - Fuerza de los sitios activos
    - Dispersión metálica

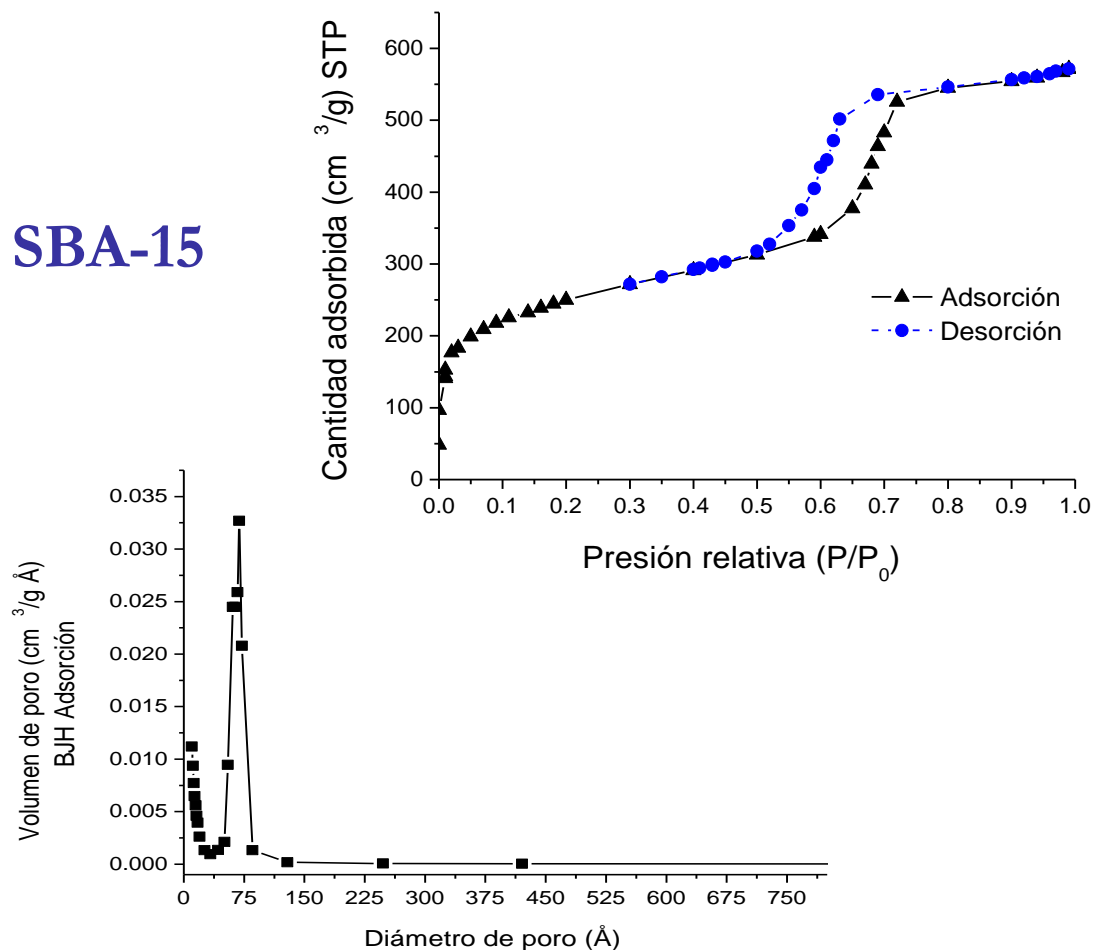
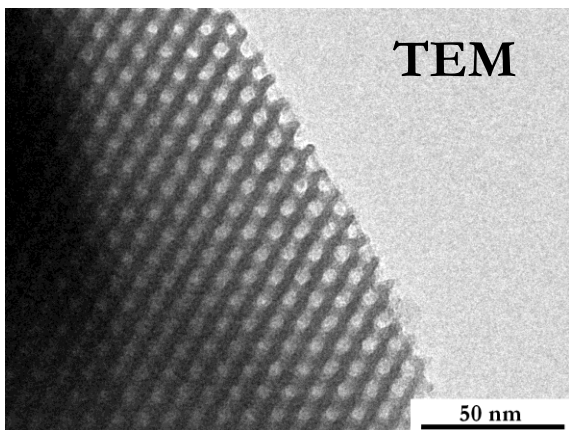


## Participación del LETS en el programa ANALISYC-II:

### ➤ Caracterización de materiales silíceos mesoporosos (UAH-QA)



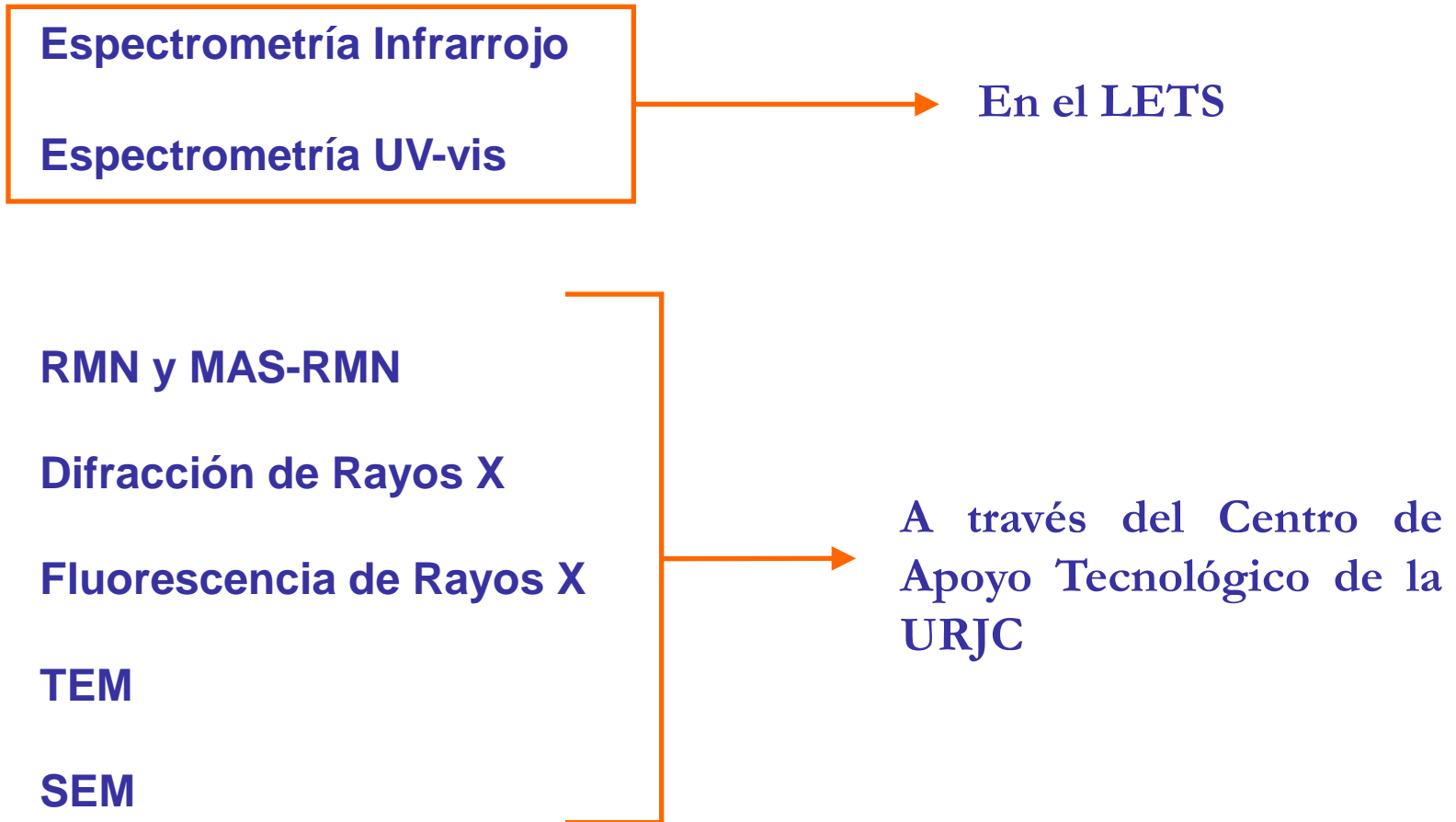
SBA-15

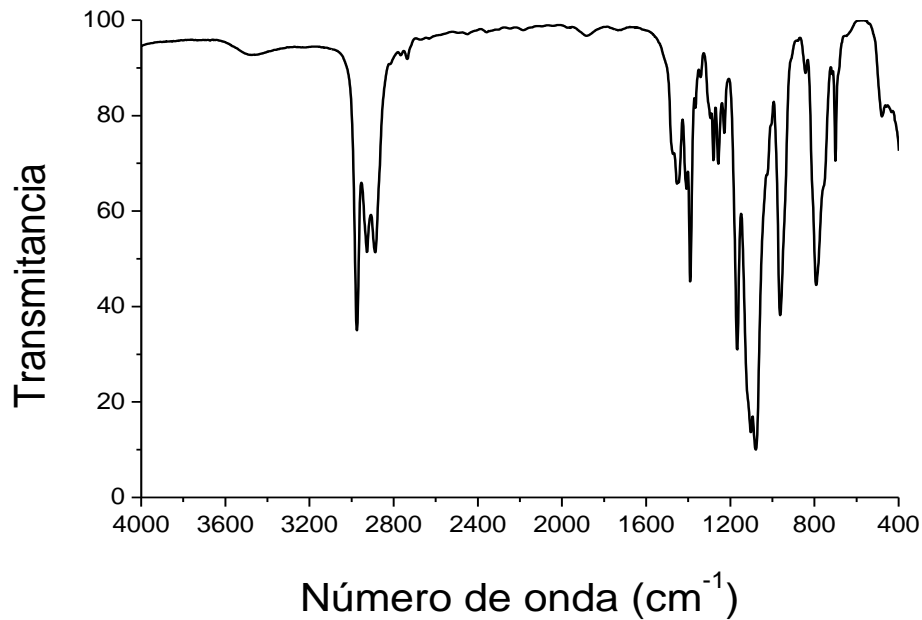
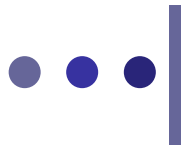


➤ Algunos ejemplos de caracterización:

Muestra	BET surface (m <sup>2</sup> g <sup>-1</sup> )	Pore volume (cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	BJH pore diameter (Å)
MSU-2	570	0.95	48
MTTZ-MSU-2	423	0.64	37
HMS	800	1.04	28
MTTZ-HMS	557	0.57	16
SBA-15	940	0.91	65
MTTZ-SBA-15	380	0.40	54
MCM-41	1132	1.29	24
MTTZ-MCM-41	701	0.50	15

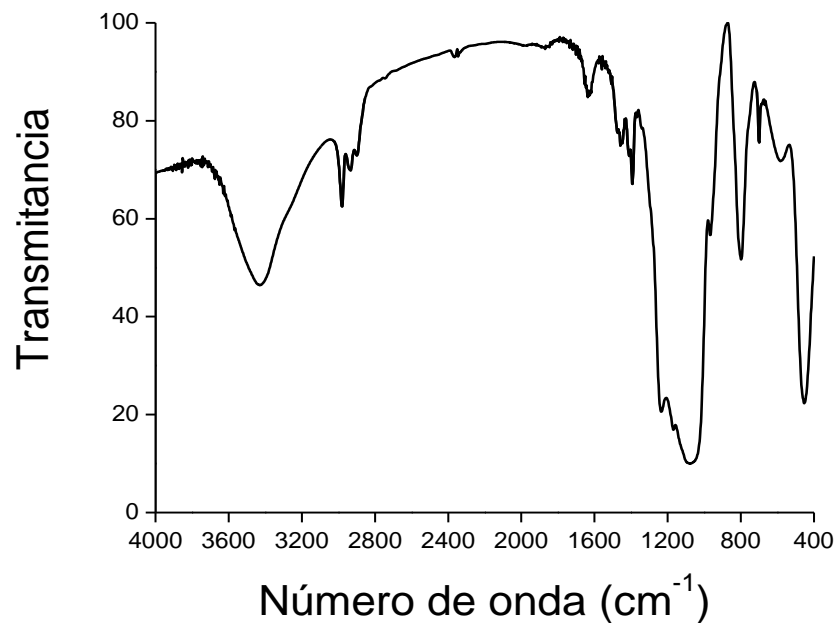
➤ **Otros estudios de caracterización de materiales silíceos:**

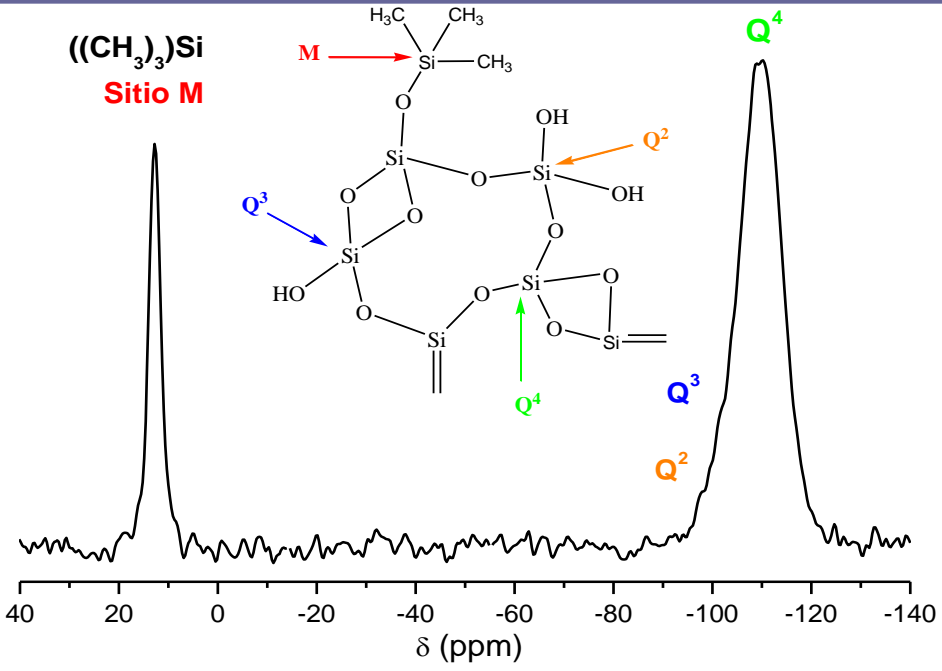
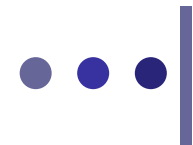




**Espectrometría Infrarroja de líquidos**

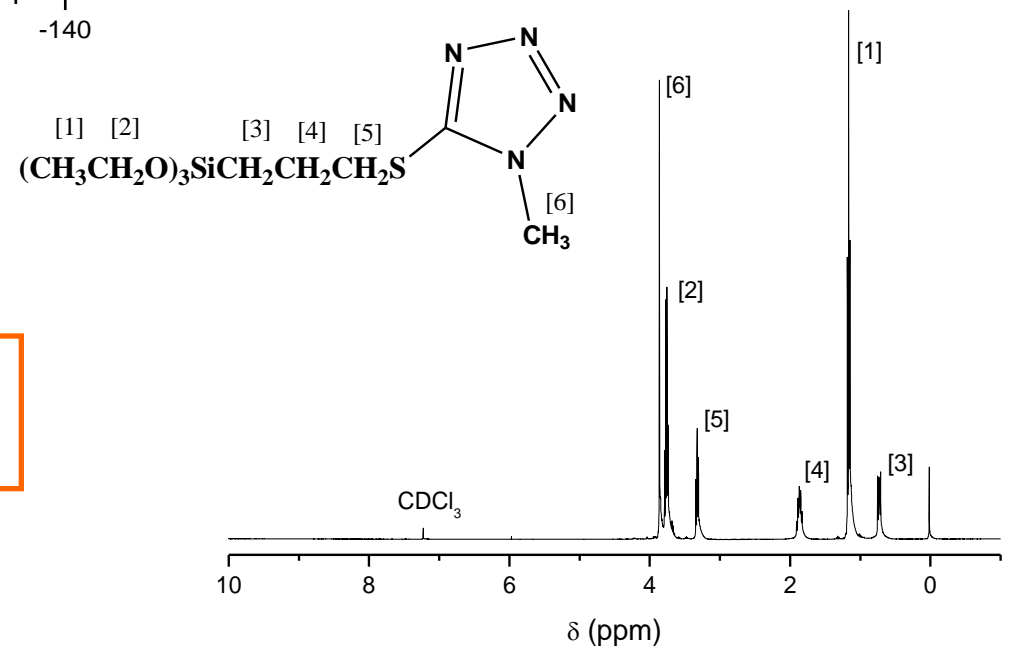
**Espectrometría Infrarroja de sólidos**

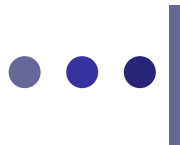




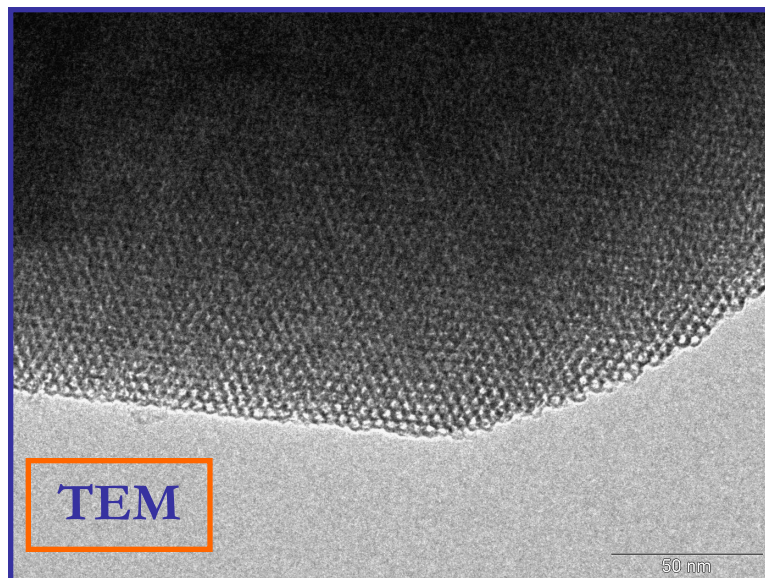
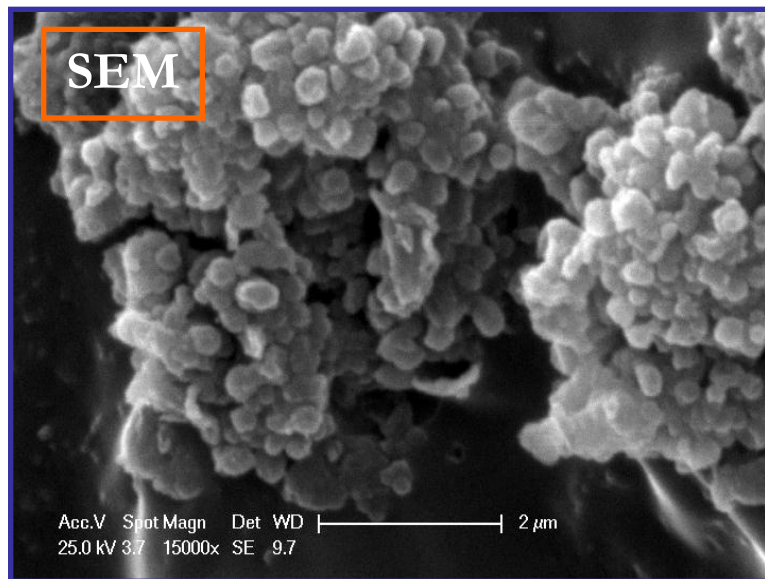
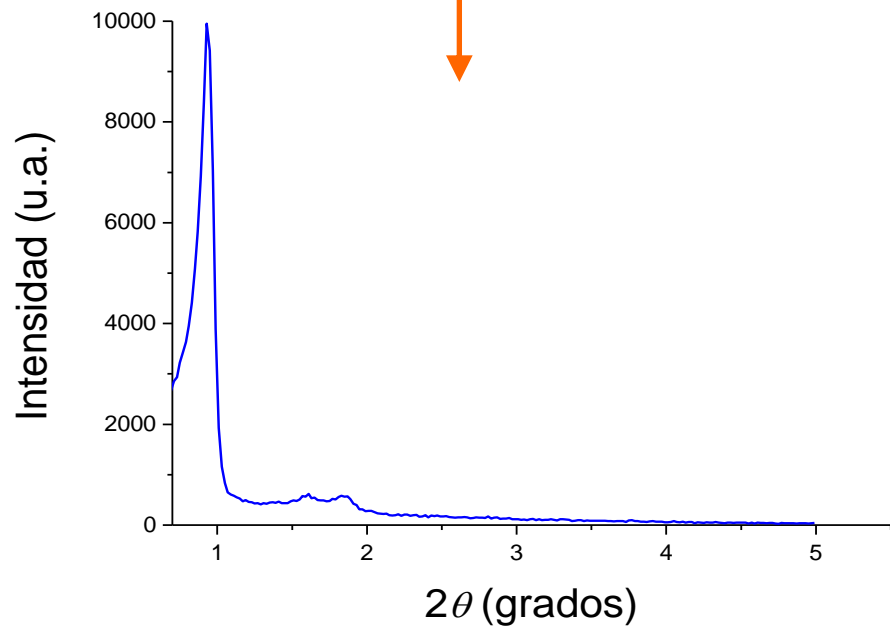
**$^{29}\text{Si}$  MAS-RMN de MCM-41 modificada con clorotrimetilsilano**

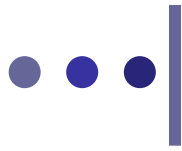
**$^1\text{H}$  RMN del ligando MTTZ**





## Difracción de Rayos X de una sílice mesoporosa tipo SBA-15





**¡Muchas gracias!**



## Laboratorio de Electroquímica y Técnicas de Separación (LETS)

Alfredo Sánchez



Nº Registro: 284