

Universidad Autónoma de Querétaro  
Facultad de Ingeniería  
Ingeniería en Nanotecnología

**Captura y transformación de CO<sub>2</sub> utilizando como adsorbente  
SBA-15 decorada con nanopartículas de CaO y su aplicación en  
cementos**

Tesis

Que como parte de los requisitos para obtener el Grado de  
**Ingeniero en Nanotecnología**

Presenta:

**Pedro José Bailón Soto**

Dirigido por:

**Dr. Rufino Nava Mendoza**

Centro Universitario, Querétaro, Qro.

Septiembre 2023

México



Dirección General de Bibliotecas y Servicios Digitales  
de Información



Captura y transformación de CO<sub>2</sub> utilizando como  
adsorbente SBA-15 decorada con nanopartículas de  
CaO y su aplicación en cementos

**por**

Pedro José Bailón Soto

se distribuye bajo una [Licencia Creative Commons  
Atribución-NoComercial-SinDerivadas 4.0  
Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/).

**Clave RI:** IGLIC-272279



Universidad Autónoma de Querétaro  
Facultad de Ingeniería  
Ingeniería en Nanotecnología

**Captura y transformación de CO<sub>2</sub> utilizando como adsorbente  
SBA-15 decorada con nanopartículas de CaO y su aplicación en  
cementos**

Tesis

Que como parte de los requisitos para obtener el Grado de  
**Ingeniero en Nanotecnología**

Presenta:

**Pedro José Bailón Soto**

Dirigido por:

**Dr. Rufino Nava Mendoza**

Dr. Rufino Nava Mendoza

Presidente

Dr. Eric Mauricio Rivera Muñoz

Secretario

Dra. María de los Ángeles Cuán Hernández

Vocal

M. en C. Ileri Graciela Segura Gutiérrez

Suplente

Firma

Firma

Firma

Firma

Centro Universitario, Querétaro, Qro.

Septiembre 2023

México

---

*A mi madre, por siempre impulsarme a cumplir  
mis metas*

---

## Agradecimientos

Quiero agradecer a la Universidad Autónoma de Querétaro (UAQ) por las enseñanzas que obtuve dentro de esta institución y a todos los profesores que fueron parte de mi desarrollo académico.

A mi familia por apoyarme en cada paso de la licenciatura.

Al Dr. Rufino por su asesoramiento en este proyecto de tesis y también por sus enseñanzas como maestro de diferentes materias, durante las cuales encontré el gusto por la investigación científica.

Al grupo de trabajo de Nanotecnología de la UAQ donde me fue posible realizar la parte experimental de mi tesis y múltiples caracterizaciones, especialmente a la M. en C. Ireri que me ayudó en el laboratorio y al Dr. Fernando que también me brindó su apoyo.

Al grupo de trabajo del Laboratorio de Rayos X y Microscopía en el Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada (CFATA), especialmente al Dr. Eric, la Dra. Carmen, la Dra. Beatriz, el M. en C. Manuel y a la Dra. Viviana por su apoyo en diversos estudios y guía en general para mi proceso en la escritura de esta tesis.

A mis sinodales por brindarme el tiempo y asesoramiento académico.

Agradezco el apoyo financiero por parte del Proyecto Ciencia Frontera, CONACYT 53395.

Y finalmente a todas las personas que de alguna forma ayudaron en el proceso para realizar este trabajo de investigación.

# Índice

Dedicatoria . . . . .	III
Agradecimientos . . . . .	IV
Índice . . . . .	V
Índice de figuras . . . . .	VIII
Índice de tablas . . . . .	X
Resumen . . . . .	XI
Summary . . . . .	XII
<b>1 Introducción . . . . .</b>	<b>1</b>
<b>2 Antecedentes teóricos . . . . .</b>	<b>4</b>
2.1 Contaminación . . . . .	4
2.2 Remoción y transformación de $CO_2$ . . . . .	6
2.2.1 Captura poscombustión . . . . .	7
2.3 Proceso de adsorción . . . . .	8
2.4 Materiales mesoporosos . . . . .	9
2.5 Sílices mesoporosas . . . . .	11
2.6 Síntesis de la sílice mesoporosa SBA-15 de talla corta . . . . .	12
2.6.1 Método de impregnación por llenado de poro . . . . .	14
2.7 Cementos . . . . .	15
2.7.1 Aditivos o suplementos en el cemento . . . . .	16
2.8 Carbonatación mineral . . . . .	16
<b>3 Hipótesis y objetivos . . . . .</b>	<b>18</b>
3.1 Hipótesis . . . . .	18

---

3.2	Objetivos . . . . .	18
3.2.1	Objetivo general . . . . .	18
3.2.2	Objetivos específicos . . . . .	18
<b>4</b>	<b>Metodología . . . . .</b>	<b>19</b>
4.1	Procedimiento de preparación de la sílice mesoporosa SBA-15 de talla corta .	19
4.2	Incorporación de las nanopartículas de CaO en la SBA-15-TC . . . . .	21
4.3	Caracterización de los materiales . . . . .	22
4.3.1	Isotermas de adsorción-desorción de $N_2$ a 77 K . . . . .	22
4.3.2	Difracción de Rayos X (DRX) a ángulos bajos y convencionales . . .	23
4.3.3	Fluorescencia de Rayos X (FRX) de energía dispersiva . . . . .	23
4.3.4	Análisis Termogravimétrico (TGA) . . . . .	23
4.3.5	Microscopía Electrónica de Barrido de alta resolución(HRSEM) . . .	24
4.4	Evaluación de la capacidad de adsorción de $CO_2$ a través de la reacción de carbonatación . . . . .	24
<b>5</b>	<b>Resultados y discusión . . . . .</b>	<b>25</b>
5.1	Isotermas de adsorción-desorción de $N_2$ a 77 K . . . . .	25
5.2	Difracción de Rayos X (DRX) a ángulos convencionales ( $5^\circ$ - $80^\circ$ en $2\theta$ ) . . . .	28
5.3	Difracción de Rayos X (DRX) a ángulos bajos ( $0^\circ$ - $3^\circ$ en $2\theta$ ) . . . . .	30
5.4	Fluorescencia de Rayos X (FRX) de energía dispersiva . . . . .	31
5.5	Análisis Termogravimétrico (TGA) . . . . .	32
5.6	Microscopía Electrónica de Barrido de alta resolución (HRSEM) . . . . .	34
5.6.1	Imagen de HRSEM del adsorbente SBA-15-TC/Ref . . . . .	35
5.6.2	Imagen de HRSEM del adsorbente SBA-15-TC/5CaO . . . . .	37
5.6.3	Imagen de HRSEM del adsorbente SBA-15-TC/15CaO . . . . .	38
5.7	Evaluación de la capacidad de adsorción de $CO_2$ . . . . .	41
<b>6</b>	<b>Conclusiones . . . . .</b>	<b>43</b>

---

<b>7 Perspectivas . . . . .</b>	<b>45</b>
<b>Referencias . . . . .</b>	<b>46</b>

# Índice de figuras

1	Emisiones totales de $CO_2$ de combustión y procesos industriales y su cambio anual, 1900-2021[21] . . . . .	5
2	Diagrama de materiales mesoporosos . . . . .	10
3	Mecanismo de síntesis del material mesoporoso SBA-15 [50] . . . . .	13
4	Esquema del procedimiento de preparación de la SBA-15-TC(Parte A) . . .	20
5	Esquema del procedimiento de preparación de la SBA-15-TC (Parte B) . . .	20
6	Esquema del procedimiento para la preparación de la solución de CaO 10 % en peso . . . . .	21
7	Esquema del procedimiento para la impregnación por llenado de poro . . . .	22
8	Isotermas de adsorción-desorción de $N_2$ de los materiales adsorbentes (SBA-15-TC y SBA-15-TC/xCaO) . . . . .	26
9	Distribución de diámetro de poro de los adsorbentes SBA-15-TC y SBA-15-TC/xCaO . . . . .	27
10	Difractogramas de los adsorbentes y su comparación con el PDF del $CaCO_3$	29
11	Difractograma de ángulos bajos correspondiente a los materiales evaluados .	30
12	Espectros de fluorescencia correspondientes a los materiales de SBA-15-TC y SBA-15-TC/xCaO . . . . .	32
13	Gráfica de la pérdida de peso de los materiales SBA-15-TC/xCaO . . . . .	33
14	Gráfica de la derivada del peso con respecto a la temperatura de los materiales SBA-15-TC/xCaO . . . . .	34
15	Progresión de aumentos del material SBA-15-TC/Ref . . . . .	36
16	Progresión de aumentos para encontrar forma hexagonal en el material SBA-15-TC/Ref . . . . .	37
17	Progresión de aumentos para localizar canales presentes en el material SBA-15-TC/5CaO . . . . .	38
18	Material con morfología diferente en comparación con la SBA-15-TC/15CaO	39

---

19	Progresión de aumentos para encontrar una figura hexagonal en el material SBA-15-TC/15CaO . . . . .	40
20	Consumo de CO <sub>2</sub> de acuerdo a cada material adsorbente . . . . .	42

## Índice de tablas

1	Clasificación de los materiales porosos . . . . .	9
2	Propiedades texturales de la SBA-15 . . . . .	12
3	Lista de reactivos utilizados para la síntesis . . . . .	19
4	Propiedades texturales de los adsorbentes . . . . .	28
5	Ángulos característicos del CaCO <sub>3</sub> 04-018-4704 . . . . .	29
6	Porcentaje en peso calculado en óxidos de los compuestos presentes en las muestras analizadas . . . . .	31
7	Consumo de CO <sub>2</sub> de acuerdo a cada material adsorbente . . . . .	41

---

## Resumen

La contaminación causada por las emisiones antropogénicas de CO<sub>2</sub> es un problema que enfrenta el mundo, ante el cual se han presentado diversas opciones para disminuir la emisión de este gas; una de las propuestas para lograr este reto, es el uso de materiales adsorbentes de CO<sub>2</sub> diseñados a partir de sílices mesoporosas funcionalizadas.

En el presente trabajo de investigación se desarrolló un material adsorbente mesoporoso del tipo SBA-15 de talla corta (SBA-15-TC), decorado con nanopartículas de óxido de calcio con diferentes concentraciones en peso, por vía de una síntesis del tipo sol-gel. Usando diferentes técnicas de caracterización, se determinaron las propiedades texturales, morfológicas y estructurales de los materiales adsorbentes, mediante isothermas de adsorción-desorción de N<sub>2</sub> ( $S_{BET}$ ), difracción de rayos X (DRX) a ángulos bajos y convencionales, fluorescencia de rayos X (FRX), análisis termogravimétrico (TGA) y microscopía electrónica de barrido de alta resolución (HRSEM).

Los resultados obtenidos indicaron que se sintetizó de forma adecuada el material del tipo SBA-15-TC, manteniendo sus propiedades texturales distintivas después de adicionar las nanopartículas de CaO al interior de los poros, con una distribución de diámetros de poro uniformes tanto en el material puro del tipo SBA-15-TC como en los materiales con 5%, 10% y 15% de CaO. También, se demostró que las nanopartículas de CaO soportadas en la SBA-15-TC fueron los sitios activos para la adsorción de CO<sub>2</sub>, cuya capacidad se incrementó con el aumento en la concentración de CaO.

**Palabras clave:** SBA-15, adsorción, dióxido de carbono, CO<sub>2</sub>, carbonatación

---

## Summary

Pollution caused by anthropogenic CO<sub>2</sub> emissions is a problem the world faces, to which several alternatives have been presented to decrease CO<sub>2</sub> emissions; one of the proposals to achieve this challenge is the use of CO<sub>2</sub> adsorbent materials, designed from functionalized mesoporous silica.

In this research work, a mesoporous like SBA-15 of short size adsorbent material was developed (SBA-15-TC), decorated with oxide calcium nanoparticles with different weight concentrations, through a sol-gel type of synthesis. Using different characterization techniques, textural, morphological and structural properties of the adsorbent materials were determined, through N<sub>2</sub> adsorption-desorption isotherms ( $S_{BET}$ ), X-Ray diffraction (XRD) at low and conventional angles, X-Ray fluorescence (XRF), thermogravimetric analysis (TGA) and high resolution scanning electron microscopy (HRSEM).

The obtained results indicated that the SBA-15-TC type material was synthesized properly, keeping its distinctive textural properties after the CaO nanoparticles were added inside the pores, with a uniform pore diameter distribution in the pure SBA-15-TC material as well as in those with 5%, 10% and 15% CaO. It was also shown that the CaO nanoparticles supported on the SBA-15-TC were active sites for CO<sub>2</sub> adsorption, whose capacity increased with a rise in CaO concentration.

**Keywords:** SBA-15, adsorption, carbon dioxide, CO<sub>2</sub>, carbonation

---

# 1. Introducción

La demanda energética global ha crecido desde la revolución industrial, sobre todo desde la segunda guerra mundial y para satisfacer esta necesidad de energía, se ha recurrido al uso de combustibles fósiles como el petróleo, gas y carbón [1]. Estos materiales se usan tanto en la industria como en las plantas de generación eléctrica, por lo que se estima que estas actividades generan el 75 % de las emisiones antropogénicas de  $CO_2$  en el planeta [2].

Se han buscado diferentes métodos para reducir las emisiones de  $CO_2$ , como lo son los siguientes[1]:

- Mejorar la eficiencia energética y promover la conservación de energía
- Aumentar el uso de combustibles bajos en emisiones de carbono como el gas natural, hidrógeno o energía nuclear
- Utilizar energías renovables como la solar, eólica o hidroeléctrica
- Métodos de captura y almacenamiento de  $CO_2$  (CCS) o
- Métodos de captura y utilización de  $CO_2$  (CCU)

La CCS se basa principalmente en capturar el  $CO_2$  de una planta de generación eléctrica o una planta industrial para su posterior inyección en el subsuelo, lo cual representa una opción para limitar la emisión de gases de efecto invernadero (GEI) en el ambiente, sin embargo, la CCU presenta varias ventajas [3] ya que se puede convertir el  $CO_2$  capturado en un producto con valor agregado, lo que reduciría los altos costos de usar esta tecnología para mitigar el impacto ambiental.

En los últimos años se han desarrollado diversos materiales adsorbentes para la captura de  $CO_2$ , que se pueden dividir como materiales que trabajan a bajas temperaturas ( $<200^\circ C$ ) como los basados en aminas, en carbón, grafito/grafeno, silicio, etc., así como materiales que

---

requieren temperaturas medias (200 - 400 °C) basados en LDHs o en Magnesio y otros que requieren altas temperaturas (>400 °C) como los sorbatos basados en óxido de calcio o zirconatos alcalinos [4].

Varios adsorbentes alcalinos se han propuesto para la captura y mineralización del  $CO_2$  a través de la carbonatación gas-sólido, tales como óxidos metálicos simples (CaO, MgO) [5]. A lo largo del tiempo se han adoptado diversas estrategias para mejorar la capacidad de adsorción de un material, y esto se ha buscado con metales alcalinos. El dopaje de materiales alcalinos es una de las formas más prácticas para promover la adsorción de  $CO_2$ , la presencia de iones alcalinos (Ej. Sodio, Potasio, Calcio) incrementan significativamente la presencia y fuerza de los sitios activos [6].

Los métodos actuales para la captura de  $CO_2$  incluyen tecnologías usadas en precombustión, combustión *oxy-fuel* y captura poscombustión, siendo más común esta última, donde habitualmente se usan métodos de absorción química [7], la cual se estima que puede absorber entre un 85 % y un 95 % del  $CO_2$  producido por una planta de energía [8], sin embargo, el uso de estas tecnologías incrementa el uso de energía para los procesos de compresión y captura, aumentando entre un 10 y un 40 % el gasto energético.

Por lo que se deben buscar métodos diversos con el afán de reducir el gasto energético en la captura del  $CO_2$ , y en este ámbito los métodos de adsorción presentan una ventaja ya que requieren menor tiempo de regeneración (en los procesos de adsorción-desorción), tiene mayor capacidad de retención de  $CO_2$  en condiciones ambientales normales y menor demanda energética.

Las emisiones antropogénicas de GEI continúan incrementándose desde 1970 hasta 2010, con un incremento decenal mayor al final de este periodo. A pesar de las numerosas acciones para mitigar el cambio climático, las emisiones de GEI aumentan en promedio una gigatonelada equivalente de  $CO_2$  por año [9]. Las emisiones de  $CO_2$  provenientes de combustibles fósiles y procesos industriales contribuyeron en alrededor del 78 % del incremento en todas las emisiones de efecto invernadero. Las actividades que más producen estos gases son la del

---

transporte, industrias de manufactura y generación de energía eléctrica.

El aumento en los GEI ha acelerado el calentamiento global, el cual tiene implicaciones directas e indirectas en la salud humana, de forma directa en la mortalidad y morbilidad causada por episodios de calor extremo, inundaciones y otros fenómenos meteorológicos extremos, también de forma indirecta al afectar los patrones de contagio de enfermedades causadas por virus o parásitos como la malaria, dengue, enfermedad de Lyme, así como fiebre hemorrágica o encefalitis[10].

En México, las emisiones de  $CO_2$  por sector en 2019, se dividen de la siguiente manera: El sector Energía aportó 50 % de las emisiones; los Procesos industriales y uso de productos (PIUP), 8%; el sector de Agricultura, 15%; el sector Uso de la tierra y cambio del uso de la tierra y silvicultura (UTCUTS), 21 % y los residuos un 6 % [11]. Se estima que en 2020 México aportó con 350.87 Mt $CO_2$  en el mundo. [12].

México, ha realizado y firmado compromisos nacionales e internacionales enfocados en reducir la emisión de GEI, tal como ocurrió el 22 de abril de 2016 cuando se ratificó el *Acuerdo de París*, el cual tiene por objeto “reforzar la respuesta mundial a la amenaza del cambio climático, en el contexto del desarrollo sostenible y de los esfuerzos por erradicar la pobreza” [13]. Por lo que es importante la investigación y la aplicación de tecnologías que reduzcan la emisión de gases de efecto invernadero, como el  $CO_2$  generado en procesos industriales, generación de energía eléctrica y también en la industria petrolera, tal como se especifica en el diagnóstico de los requerimientos de necesidades tecnológicas del sector hidrocarburos [14] donde se indica la necesidad de tecnologías para la captura y/o reutilización de  $CO_2$ .

Dicho lo anterior, en este proyecto de tesis, se propuso el desarrollo de un material adsorbente, basado en una sílice mesoporosa con alta área superficial del tipo SBA-15 de talla corta (SBA-15-TC) decorada con nanopartículas de CaO, que presente una alta capacidad de adsorción y que permita generar un producto con valor agregado para la recuperación económica que conllevan los procesos de captura.

---

## 2. Antecedentes teóricos

### 2.1. Contaminación

La actividad humana ha aumentado la concentración de los gases de efecto invernadero (GEI) en la atmósfera, lo que tiene un impacto en el calentamiento global; algunos de los GEI que presentan una mayor contribución a este fenómeno son el dióxido de carbono ( $CO_2$ ), el metano ( $CH_4$ ) y el óxido nitroso ( $N_2O$ ) [15]. El aumento de temperatura en el mundo, inducido por actividades humanas ha alcanzado aproximadamente  $1^\circ C$  en 2017 (entre  $0.8^\circ C$  y  $1.2^\circ C$  dependiendo de la zona) por encima de los niveles que se tenían previo al periodo industrial, con un aumento de  $0.2^\circ C$  por década [16].

Debido a la situación que el mundo ha vivido los últimos años, en una combinación de la pandemia causada por el virus de SARS-CoV-2 y una crisis energética, la agencia internacional de energía (*IEA* por sus siglas en inglés) estima que 75 millones de personas que recientemente tuvieron acceso a electricidad, probablemente pierdan la capacidad de pago para la misma, y que 100 millones de personas que tuvieron acceso a cocinar con energías limpias, dejen de hacerlo por el aumento en los costos, lo que generará un aumento en las emisiones generadas por este ámbito [17]. Otro espacio en donde se generan grandes cantidades de GEI, es en el de la agricultura, ya que del periodo de 1961 a 2011 casi se duplicaron las emisiones de este ámbito, y se espera que la demanda de alimentos continúe en crecimiento [18], dentro de la gama de GEI que generan efectos en el calentamiento global, el predominante es el  $CO_2$ , que ha tenido un aumento significativo por el abundante uso de combustibles fósiles y cambio en el uso de suelo[19].

En el contexto nacional, las fuentes de emisión de GEI predominantes son: la generación de energía eléctrica, autotransporte, el ganado para la producción de alimentos (fermentación entérica y manejo de excretas), los sitios de disposición final de residuos y el tratamiento y eliminación de aguas residuales[20].

Las emisiones globales de  $CO_2$  que provienen de combustión y procesos industriales, tuvieron en 2021 el mayor repunte anual registrado, como se observa en la figura 1; esto debido a que en 2020 se tuvo una reducción global de emisiones de  $CO_2$  en 5.1 % causado por la pandemia derivada del virus SARS-CoV-2, sin embargo, se tuvo un repunte del 6 % por la rápida recuperación económica [21].

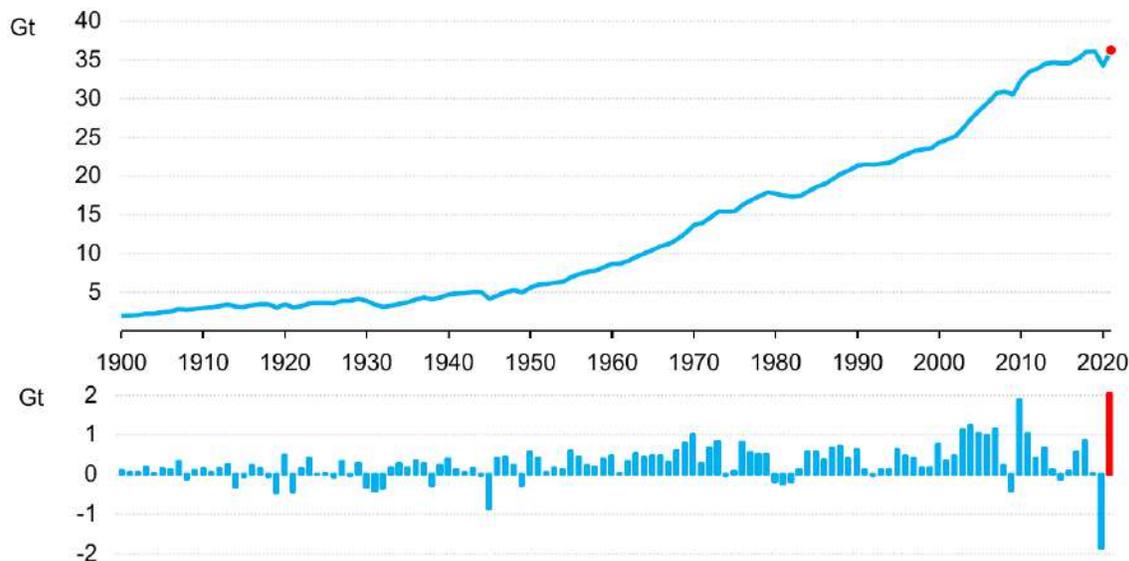


Figura 1: Emisiones totales de  $CO_2$  de combustión y procesos industriales y su cambio anual, 1900-2021[21]

Dado que el  $CO_2$  ocupa el mayor porcentaje entre los GEI, el aumento en este gas es una de las razones por las que se ha incrementado el cambio climático en los últimos años, por lo que la reducción de este gas de origen antropogénico es de vital importancia y su mitigación recae enteramente en los esfuerzos que el mundo en su conjunto logre ejercer, por lo que se debe considerar como un desafío global [22] y con el objetivo de evitar el calentamiento global, es necesaria una reducción masiva en las emisiones de  $CO_2$ ; para lograr dicho desafío, se pueden utilizar técnicas de mitigación para este gas, por ejemplo, en plantas de energía que utilizan carbón[23].

---

## 2.2. Remoción y transformación de $CO_2$

Dentro de los esfuerzos existentes para mitigar la emisión de  $CO_2$  al ambiente, existe la captura y almacenamiento de  $CO_2$  (*CCS* por sus siglas en inglés) y también la captura y utilización de  $CO_2$  (*CCU* por sus siglas en inglés)[3]. La separación del dióxido de carbono de otros gases es una práctica que se realiza hace varias décadas, sin embargo, recientemente ha habido un énfasis en separar el  $CO_2$  asociado a procesos de combustión de puntos fijos[24]. El reto de esta actividad consiste en usar procesos que hagan una extracción eficiente del gas, sin que presente un gran costo energético/económico, ya que existen algunas plantas industriales o de generación de energía eléctrica que emitirán flujos de gas con  $CO_2$  casi de forma pura, mientras que otros tendrán una mezcla de gases o partículas, por lo que se debe buscar el mejor método de captura dependiendo de la fuente fija de emisión[25].

Dependiendo del lugar donde se hará la captura, actualmente existen 3 acercamientos para realizar este procedimiento[7, 26]:

- Captura poscombustión: donde el  $CO_2$  es removido después de la quema del combustible.
- Captura precombustión: que se enfoca en separar y almacenar el  $CO_2$  antes de la combustión.
- Combustión oxígeno-combustible (*oxy-fuel*): donde el carbón se quema en presencia de oxígeno para producir una corriente concentrada de  $CO_2$ .

El primer paso para realizar la captura, consiste en separar el dióxido de carbono de las corrientes de humo industriales, así como plantas de generación eléctrica. El segundo paso es la compresión del  $CO_2$  (para el caso de la *CCS*) a una presión específica con la que se pueda transportar o almacenar, el tercer paso es el transporte del gas a su sitio final de disposición [27]. Para el caso de la *CCU* puede utilizarse como producto final el material sorbente con  $CO_2$  atrapado en su interior, o seguir el mismo proceso antes descrito para la *CCS* difiriendo en la disposición final.

---

### 2.2.1. Captura poscombustión

Como su nombre lo sugiere, esta técnica consiste en capturar y separar el  $CO_2$  de una corriente de gas, después de haberse quemado el combustible; usualmente puede hacerse con los siguientes procesos de separación[27]:

- **Solventes químicos:** Este proceso opera cuando la corriente de gas entra en contacto con solventes líquidos y el  $CO_2$  se absorbe selectivamente en el líquido.
- **Membranas:** Este proceso separa el  $CO_2$  de una mezcla de gases, preferencialmente transporta el gas a través de una membrana selectiva que rechaza otros gases. Estas membranas pueden ser hechas de polímeros o cerámicos.
- **Sorbentes sólidos:** En este proceso, un material selectivo adsorbe el  $CO_2$  de una mezcla de gases, la corriente de gas puede ser presentada en diferentes condiciones físicas o químicas, habitualmente calentando el adsorbente o alterando la presión del gas que lo rodea.
- **Separación de fases:** A temperaturas lo suficientemente bajas, el  $CO_2$  se puede condensar de una mezcla de gases y puede separarse físicamente.

Los materiales nanoestructurados mesoporosos han ganado interés dadas las propiedades que tienen, como lo son: su alta área superficial, arreglo de poros ordenado, elevados sitios de adsorción, así como su excelente estabilidad térmica y química[28]. Diversos sólidos sorbentes con una capacidad moderada de adsorción de  $CO_2$  han mostrado ser eficientes en los procesos de poscombustión, se han estudiado los polímeros porosos, los que tienen estructura organometálica, de estructuras orgánicas covalentes, aerogeles, resinas, carbón activado, sílices porosas y materiales de arcilla [29].

Los materiales basados en óxido de calcio ( $CaO$ ), entran en la clasificación de sorbentes de altas temperaturas, que tienen una gran capacidad de sorción y bajo costo. Habitualmente se utiliza para hacer ciclos de adsorción-desorción de  $CO_2$  [4]. El proceso de sorción se puede dividir en dos partes: En la primera el  $CO_2$  es químicamente adsorbido en la superficie del sorbente, en la segunda el  $CO_2$  se difunde en el interior del sorbente.

---

### 2.3. Proceso de adsorción

La adsorción es una operación de sorción en la cual los componentes de un fluido (solutos) son transferidos selectivamente a partículas rígidas, insolubles, suspendidas en un recipiente o empaquetadas en una columna; los procesos de sorción incluyen la transferencia selectiva de un líquido o un sólido hacia la superficie de un material, por lo que la absorción de un gas en un líquido y la penetración de un fluido en una membrana no porosa, son procesos de sorción [30]. En un proceso de adsorción, las moléculas, átomos o iones en un fluido adheridas a la superficie de un sólido, se les conoce como adsorbatos mientras que el material rígido se conoce como adsorbente.

La superficie de un sólido representa la discontinuidad de su estructura. Las fuerzas actuando en la superficie se encuentran insaturadas por lo que cuando un sólido es expuesto a un gas, las moléculas del gas forman enlaces con la superficie y se unirán, este fenómeno se denomina *adsorción* [31].

Una alta capacidad de adsorción es posible en un material con un área superficial extensa, por lo que el aumento en el área superficial interna en un volumen limitado, inevitablemente da lugar a un gran número de poros de pequeño tamaño en las superficies de adsorción [32]. El tamaño del microporo determina la accesibilidad de las moléculas de adsorbato a la superficie de adsorción, en consecuencia, la distribución del tamaño de poro es un aspecto importante para que se dé un fenómeno de adsorción eficiente.

Al discutir los procesos de adsorción, es importante diferenciar entre quimisorción, que abarca básicamente la formación de un enlace químico entre la molécula del sorbato y la superficie del adsorbente, mientras que la fisorción se refiere a la formación de un enlace débil entre las fuerzas intermoleculares [33], la fisorción es causada principalmente por las fuerzas de Van der Waals y la fuerza electrostática entre las moléculas de los adsorbatos y los átomos que componen la superficie adsorbente. Algunos factores que afectan la adsorción son [34]: el pH de la solución, la temperatura, la concentración inicial del adsorbato, el área superficial del material adsorbente y las isothermas de adsorción.

---

Cuando el material adsorbente entra en contacto con un fluido de cierta composición, el proceso de adsorción se da después de determinado tiempo, hasta que se alcanza el equilibrio entre el sorbente y el fluido alrededor de este. La relación entre la cantidad adsorbida y la concentración del fluido a cierta temperatura, se conoce como isoterma de adsorción.

## 2.4. Materiales mesoporosos

Los sólidos porosos tienen la capacidad para interactuar con átomos, iones o moléculas no solamente en sus superficies, sino a través del interior de la pared de sus poros. De acuerdo a la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (*IUPAC* por sus siglas en inglés), los poros se pueden clasificar de acuerdo a su tamaño[35]:

Tabla 1: Clasificación de los materiales porosos

Clasificación	Tamaño de poro
Macroporoso	Mayor a 50nm
Mesoporoso	Mayor a 2nm y menor a 50nm
Microporoso	Menor a 2nm

La forma más general para definir un material poroso es como un material de red continua y sólido, que se encuentra *lleno* de vacíos. Estos *vacíos* o poros, pueden llenarse de gas o de algún líquido. La forma más exitosa de producir todo tipo de materiales porosos, es mediante el uso de precursores orgánicos que actúen como guías en la estructura que posteriormente se convierte en el material poroso. Esto permite controlar el tamaño y la forma de los poros [36]. Los materiales porosos tradicionalmente se han usado para catálisis, materiales adsorbentes o portadores. En general, hay 4 tipos de sorbentes genéricos que han dominado el uso comercial de la adsorción, estos son el carbón activado, las zeolitas, los materiales de silicio y la alúmina activada [37]:

- El **carbón activado** resulta útil por el gran volumen que tienen sus microporos y mesoporos y, por ende, su alta área superficial. Tiene un área superficial desde los 300 hasta los 4000 m<sup>2</sup>/gr.

- Los materiales de **silicio**, habitualmente se usaban como desecantes por su gran capacidad para retener agua. Los materiales del tipo MCM y SBA, de relativa modernidad, son materiales porosos con poros en general más grandes de 20 Å con un área superficial de entre 750 y 950 m<sup>2</sup>/gr y un diámetro de poro de los 20 a 30 Å.
- Las **zeolitas**, son materiales cristalinos compuestos por aluminosilicatos de elementos alcalinos como el Sodio, Potasio y Calcio. Sus propiedades pueden variar mucho dependiendo del método que se siga para su síntesis.

Los materiales mesoporosos también se pueden dividir en dos categorías, aquellos basados en Silicio y los materiales mesoporosos no silíceos, a su vez los de Silicio se pueden dividir en dos categorías: los puros y los modificados; en la figura 2 se puede ver un diagrama con esta información resumida [38]:

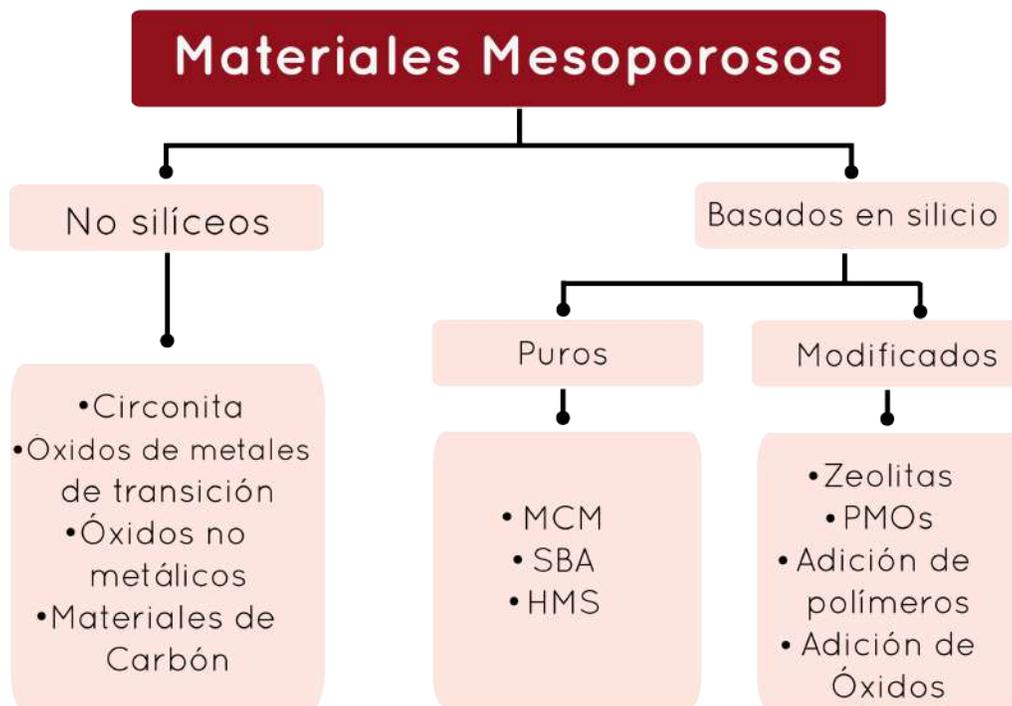


Figura 2: Diagrama de materiales mesoporosos

---

## 2.5. Sílices mesoporosas

El primer reporte que se tiene de sílices mesoporosas con arreglos hexagonales en sus poros fue realizado por la compañía *Mobil Research & Development Corp* en 1992, siendo el material representante la sílice mesoporosa MCM-41[39]. El procedimiento de preparación reportado, utiliza un surfactante catiónico como agente director de la mesoestructura y del arreglo hexagonal de poros.

Posteriormente se desarrollaron distintos materiales con estructura hexagonal de poros, utilizando mecanismos alternos al inicial, con lo que se logró obtener en 1998 el material conocido como SBA-15 (Santa Bárbara Amorfo, No. 15). Esta SBA-15 posee poros en arreglo hexagonal uniforme, que puede ser preparado en un amplio rango de tamaños, desde 4.6 nm hasta 30 nm [40] y una alta área superficial superior a los 700  $m^2/gr$ . También se puede controlar el espesor de sus paredes desde los 3.1 nm hasta los 6.4 nm, lo cual se consigue variando la temperatura (35°C a 140 °C) y tiempo de reacción (11h a 72 h) durante su síntesis. En ocasiones el tamaño de poro se puede modificar agregando un agente de hinchamiento como el 1,3,5-trimetilbenceno (mesitileno). El método para su preparación utiliza surfactantes no iónicos como agentes directores de la mesoestructura y del arreglo hexagonal. Una de las ventajas de la SBA-15 en comparación con la MCM-41 y otras sílices mesoporosas, es que el espesor de las paredes de sus poros es grueso, lo que le confiere alta estabilidad térmica, mecánica e hidrotérmica.

Las mencionadas características texturales de la SBA-15, la hacen un material apropiado para depositar en su superficie y al interior, nanopartículas de óxidos metálicos, los cuales pueden funcionar como sitios activos para la adsorción de gases, como el  $CO_2$ , en la tabla 2 se muestran algunas de sus propiedades:

Tabla 2: Propiedades texturales de la SBA-15

Propiedad	Característica
Área superficial	800-940 $m^2/gr$
Diámetro de poro	4.6-30 nm
Volumen de poro	$1cm^3/gr$

La típica SBA-15 contiene una cantidad importante de microporos en su estructura (la pared del mesoporo), este tiene un volumen de alrededor de  $0.1m^3/gr$ . Esta microporosidad resulta por la plantilla de PEG utilizada, donde sus moléculas forman una *corona* alrededor de cada micela. En otras palabras, estos microporos resultan de la inserción de la parte hidrofílica del PEG en la pared de sílice[41].

## 2.6. Síntesis de la sílice mesoporosa SBA-15 de talla corta

La SBA-15 se sintetiza por el método de sol-gel y por medio de un mecanismo neutral que involucra interacciones del tipo de enlaces de hidrógeno entre surfactantes neutros (copolímeros anfifílicos de tres bloques) como agentes directores de estructura y precursores inorgánicos neutros (Figura 3). El papel del surfactante es el de guiar la formación de la estructura mesoporosa.

El copolímero de tres bloques P123 actúa como el agente director de la estructura, este compuesto se utiliza por sus propiedades de ordenamiento mesoestructurado y su carácter anfifílico, el bloque central del P123 (PPG) actúa como el grupo hidrofóbico y forma micelas con los otros dos bloques (PEG) que actúan como grupo hidrofílico [42], este proceso inicialmente crea esferas, pero se pueden convertir en un material similar a hilos largos y rectos si se le aplica una fuente de silicio apropiada (TEOS)[43].

Durante la etapa de maduración, la mesoestructura se consolida adquiriendo sus características finales. Para terminar, el surfactante se puede recuperar por extracción con un solvente (etanol) o se puede eliminar por calcinación, en ambos casos se obtiene un material altamente ordenado y con estabilidad térmica e hidrotérmica.

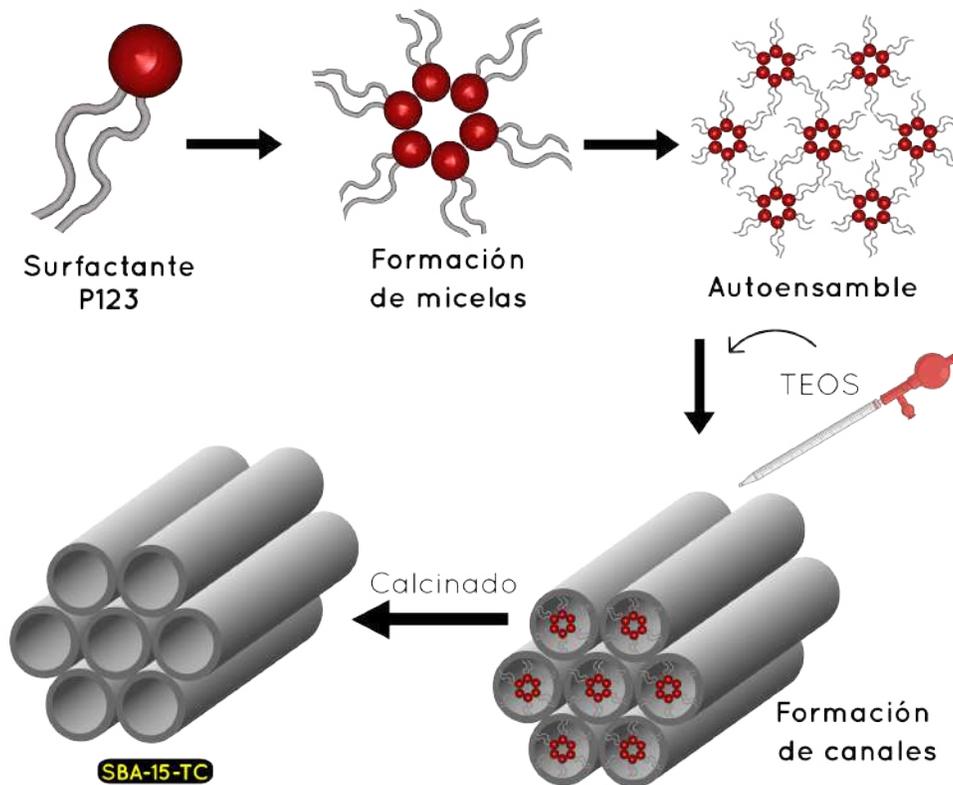


Figura 3: Mecanismo de síntesis del material mesoporoso SBA-15 [50]

El mecanismo por el que se forman las micelas del compuesto P123, es porque al elevar la temperatura, el polipropilenglicol (PPG) se hace hidrofóbico y por encima de una concentración específica (concentración crítica de micelas, CCM) los copolímeros comienzan a formar micelas conformadas con un núcleo de PPG y una capa predominantemente formada por el copolímero de polietilenglicol (PEG) hidratado[42, 44]. El material P123 no sólo sirve como agente director para la síntesis de materiales porosos, también ha sido utilizado como acarreador de medicamentos al tener la posibilidad de introducir agentes activos en su núcleo[45].

---

Algunos de los factores a considerar en la síntesis son los siguientes [46]:

- **Temperatura:** La síntesis de la SBA-15 debe hacerse entre los 35°C y los 80°C, por debajo no se formaría un material ordenado y por encima se formaría un gel de sílica.
- **Fuente de silicio:** Se puede utilizar como fuente de sílice para la síntesis de SBA-15 el tetraetil ortosilicato (TEOS), el tetrametoxisilano, el tetrapropoxisilano y el silicato de sodio.
- **pH:** Para obtener SBA-15 con arreglo hexagonal, se deben tener condiciones de acidez en la solución ( $\text{pH} < 1$ ). Se puede usar  $\text{HCl}$ ,  $\text{HBr}$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$  o  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .
- **Calcinación:** Diferentes temperaturas resultarán en mayor o menor cantidad de precursor P123 restante en la SBA-15.

En la parte final (extracción) donde se remueve el surfactante de la mesoestructura, conviene usar el método de combustión a diferencia de la extracción por solvente, ya que es una forma simple y no deja residuos contaminantes; es importante que no se excedan los 600°C ya que eso podría generar un colapso en la mesoestructura[48].

### 2.6.1. Método de impregnación por llenado de poro

Existen diversos métodos para modificar la superficie de un material adsorbente, con la finalidad de que el soluto tenga mayor afinidad al adsorbente y, por ende, aumente la capacidad de adsorción. Uno de estos métodos es el de impregnación, que consiste en unir especies químicas al interior de los poros para modificar la superficie[47].

La impregnación es uno de los métodos más populares para modificar la superficie de un material debido a su simplicidad, para hacerlo sólo se requiere una cantidad específica de la solución con el aditivo para llenar los poros del material, entre sus ventajas está que es sencillo, proporciona un mojado uniforme de la superficie y no aumenta el volumen de la muestra ni reduce sustancialmente su concentración.[49]

---

## 2.7. Cementos

El cemento es un material que se estima ha sido usado desde 5800 A.C. y ha tenido diferentes composiciones, sin embargo, el cemento más común y utilizado hoy en día es el cemento Portland; aunque existe una patente para dicho material de construcción, existen diferentes mezclas y composiciones [51].

El procedimiento para la manufactura del cemento consiste en mezclar una fuente de calcio, como piedra caliza ( $\text{CaCO}_3$ ) y materiales que contengan aluminio y óxido de hierro, como las arcillas ( $2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ ), ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) y ( $\text{SiO}_2$ ) para después calentarse en un horno especial; este horno rota lentamente con una temperatura que llega hasta los  $1450^\circ\text{C}$ , a este material sólido obtenido se le conoce como *clinker* y es de color gris oscuro con tamaño de entre 3 - 4 cm. Posteriormente el clinker es llevado a la molienda hasta alcanzar la forma de un polvo fino, donde se le agrega yeso; en algunos casos se pueden agregar materiales extras para mejorar propiedades específicas como son los plastificantes, retardadores, inhibidores de corrosión, etc. [52, 53].

De acuerdo al Comité Europeo de Estandarización **EN197.1** (*CEN*, por sus siglas en inglés), el clinker de cemento Portland se define como “un material hidráulico que debe consistir en al menos dos tercios en masa, de silicatos de calcio ( $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$  y  $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ ), mientras el resto son fases de Aluminio, Hierro y otros compuestos. La relación de  $\text{CaO}$  a  $\text{SiO}_2$  no será inferior a 2. El contenido de Magnesio no deberá exceder el 5 % en masa” [54].

El cemento Portland después de todos los procesos a los que se somete el clinker, se compone de silicato tricálcico o alita ( $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ ), silicato bicálcico o belita ( $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ ), aluminato tricálcico o celita ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaO}$ ) y aluminoferrita tetracálcica ( $4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ ) [55], para alargar el tiempo de fraguado, también se puede agregar sulfato de calcio ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), habitualmente conocido como yeso.

---

El cemento se puede definir como una sustancia adhesiva capaz de unir fragmentos de masa sólida de forma compacta, que estén hechos a base de cal o rocas diversas [56], al reaccionar con agua se forma un producto complejo denominado C-S-H, el cual actúa como el principal agente adhesivo en los concretos por ser responsable de la cohesión, rigidez y fuerza de los mismos [57].

### 2.7.1. Aditivos o suplementos en el cemento

Se han hecho numerosos estudios en relación a los materiales suplementarios en el cemento o aditivos químicos que pueden emplearse para mejorar las propiedades del concreto, en el caso de los aditivos con Silicio, el más utilizado es la “microsílica”, también conocida como humo de sílice y se ha comprobado que mejora las propiedades mecánicas del concreto, dependiendo de la proporción en que sea utilizada [58], una adición de hasta 10 % de este material, hace que se pueda manejar fácilmente el cemento al ser hidratado, también produce mayor resistencia y reduce la permeabilidad.

Otro aditivo que se puede utilizar es el carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ ), que funciona como relleno en la mezcla de concreto, esto también genera una masa hidratada con mejor consistencia; la absorción de agua se reduce en comparación a la mezcla con cemento Portland sin aditivos, aunque también es de notar que después de determinado tiempo, la resistencia de compresión disminuyó ligeramente usando hasta un 10 % en peso de  $\text{CaCO}_3$  [59]. La adición de hasta 15 % de este compuesto puede resultar en una mayor fuerza de compresión durante determinado tiempo, al igual que la resistencia a la corrosión, por lo que se puede concluir que la adición de este material es benéfica para el desempeño del concreto [60].

## 2.8. Carbonatación mineral

La carbonatación mineral (CM) es una forma acelerada de la descomposición química de materiales, que ocurre en rocas de silicato naturales y este proceso ha sido propuesto como un método alternativo para la captura de  $\text{CO}_2$  desde 1990 [61], incluso algunas tecnologías de CM han alcanzado etapas de comercialización.

---

La CM se define como la reacción de materiales que contienen un óxido metálico con  $CO_2$  para formar carbonatos insolubles, siendo el calcio uno de los metales más llamativos para este propósito[62]. En el caso de rocas de silicato, la carbonatación se puede llevar a cabo *ex-situ* en una planta de procesos después de extraer y pretratar los silicatos, o *in-situ* al inyectar el  $CO_2$  en formaciones geológicas ricas en Silicio. Por otra parte, los residuos industriales pueden ser carbonatados en la misma planta donde son producidos.

Cuando el  $CO_2$  reacciona con óxidos metálicos (Calcio, Magnesio o Hierro), se forma el carbonato correspondiente y se libera calor como se ve en la siguiente reacción química:



La captura de  $CO_2$  en carbonatos se puede lograr de diversas formas:

1. Carbonatación directa: es el enfoque más simple, ocurre cuando un sólido rico en Calcio es carbonatado en un solo paso, a su vez este método se puede dividir en dos más:
  - Carbonatación sólido-gas
  - Carbonatación acuosa
2. Carbonatación indirecta: Consiste en extraer la materia prima del óxido de calcio y posteriormente hacer reaccionar los cationes con  $CO_2$

Las principales barreras para la CM industrial son el alto gasto energético, bajas tasas de conversión y un tiempo de reacción lento. Para alcanzar la mayor eficiencia se deben controlar los siguientes parámetros: difusión a través de una película fluida que rodea la partícula, o **difusión a través de la superficie del material**, o la reacción química entre el gas y la superficie.

---

## 3. Hipótesis y objetivos

### 3.1. Hipótesis

La alta dispersión de las nanopartículas de CaO en la superficie interna de los poros de la sílice mesoporosa de talla corta (SBA-15-TC) generará un material adsorbente con alta capacidad de adsorción de  $CO_2$  en comparación con los métodos convencionales para la captura de  $CO_2$ , y generará un producto de valor agregado que podría servir para la producción de cemento.

### 3.2. Objetivos

#### 3.2.1. Objetivo general

Desarrollar un material adsorbente constituido de una sílice mesoporosa del tipo SBA-15 de talla corta, decorada con nanopartículas de CaO para capturar el dióxido de carbono presente en el flujo del gas resultante de una combustión, para su posible aplicación en precursores de cemento.

#### 3.2.2. Objetivos específicos

1. Aplicar la metodología experimental desarrollada por el Grupo de Trabajo para la preparación de la SBA-15 de talla corta (SBA-15-TC).
2. Determinar las propiedades texturales, morfológicas y estructurales de la SBA-15-TC.
3. Desarrollar la metodología experimental para la incorporación de las nanopartículas de óxido de calcio en la SBA-15-TC.
4. Determinar las propiedades texturales, morfológicas y estructurales del material adsorbente (SBA-15-TC/CaO).
5. Evaluar la capacidad de adsorción de  $CO_2$  de los materiales SBA-15-TC/xCaO.

---

## 4. Metodología

### 4.1. Procedimiento de preparación de la sílice mesoporosa SBA-15 de talla corta

El material de sílice mesoporoso SBA-15 de talla corta (SBA-15-TC) se preparó mediante el proceso de Sol-Gel con el procedimiento propuesto por Flodström y Alfredsson [63] y modificado por el equipo de trabajo, donde se utiliza un surfactante neutro como agente director de la meso-estructura, el Pluronic P123, en conjunto con otros reactivos usados para la síntesis; estos reactivos se describen en la tabla 3:

Tabla 3: Lista de reactivos utilizados para la síntesis

Fórmula	Nombre	Marca	Pureza
$(C_2H_5O)_4Si$	Tetraetil Ortosilicato (TEOS)	Aldrich	98 %
$H - (C_2H_4O)_{20} \cdot (C_3H_6O)_{68} \cdot (C_2H_4O)_{20} - OH$	Pluronic P123 (PEO-PPO-PEO)	BASF	98 %
$(CH_3COO)_2Ca \cdot H_2O$	Acetato de Calcio Monohidratado	J. T. Baker	100 %
HCl	Ácido Clorhídrico	J. T. Baker	38 %

Inicialmente se pesaron 4.8 gr del material P123 en un vaso de precipitado, posteriormente se le agregaron 112.5 mL de agua desionizada y 75mL de ácido clorhídrico a una concentración de 4M, inmediatamente después se colocó sobre una plancha de calentamiento para tener una temperatura de 35°C en la solución y con agitación constante. Una vez completamente disuelto el P123, se inició el proceso Sol-Gel mediante la adición por goteo, de 8mL del precursor de la sílice, el TEOS, mientras la solución continuaba en agitación. Finalmente se conservaron las mismas condiciones de temperatura y agitación durante 24 horas para asegurar que los compuestos reaccionaran por completo.

Transcurrido este tiempo se procedió al madurado de la reacción, colocando el gel obtenido en un recipiente de polipropileno, el cual se tapó para posteriormente ser colocado en la mufla y se llevó a los 80°C a una velocidad de 1°C/min, sin agitación y se dejó durante 24 horas, como se observa en la figura 4

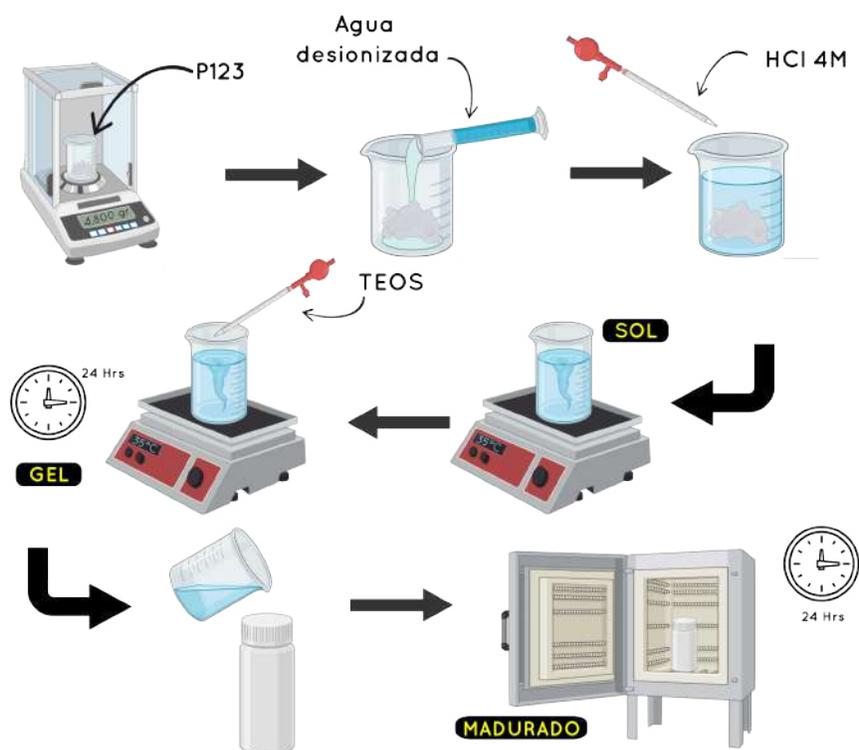


Figura 4: Esquema del procedimiento de preparación de la SBA-15-TC(Parte A)

Al terminar se dejó enfriar a temperatura ambiente y se recuperó el sólido por filtración, realizando múltiples lavados con agua desionizada. Se dejó secar a temperatura ambiente durante una semana, una vez que la muestra estaba completamente seca, se trituró hasta obtener un polvo fino y posteriormente se llevó a la mufla para alcanzar una temperatura de 110°C por 19 horas con una rapidez de calentamiento de 2°C/min y enseguida se calcinó a 550°C por 4 horas a una rapidez de calentamiento de 1°C/min. En la figura 5 se presenta un esquema del proceso de preparación de la SBA-15 de talla corta.



Figura 5: Esquema del procedimiento de preparación de la SBA-15-TC (Parte B)

## 4.2. Incorporación de las nanopartículas de CaO en la SBA-15-TC

Para la incorporación de las nanopartículas de óxido de calcio en la superficie de la sílice mesoporosa de talla corta (SBA-15-TC), se empleó el método de impregnación por llenado de poro (mojado incipiente) ya que favorece el posicionamiento de las moléculas de CaO en los microporos [64]. Se utilizaron como fuente del óxido de calcio, soluciones acuosas de Acetato de Calcio Monohidratado (reactivo mostrado en la tabla 3). Se variaron las cantidades (5, 10 y 15 % en peso) de CaO que se depositaron en la SBA-15-TC. Posteriormente, las muestras impregnadas se secaron a temperatura ambiente para llevarse a una temperatura de 110°C por 18h y enseguida se calcinó a 450°C por 4 horas como se observa en la figura 7. La nomenclatura que se utilizó para estos materiales fue: SBA-15-TC/xCaO, donde la x corresponde al 5, 10 y 15 % en peso de CaO, respectivamente. En la figura 6, se exhibe un esquema del procedimiento que se siguió para la preparación de las soluciones de acetato de calcio.

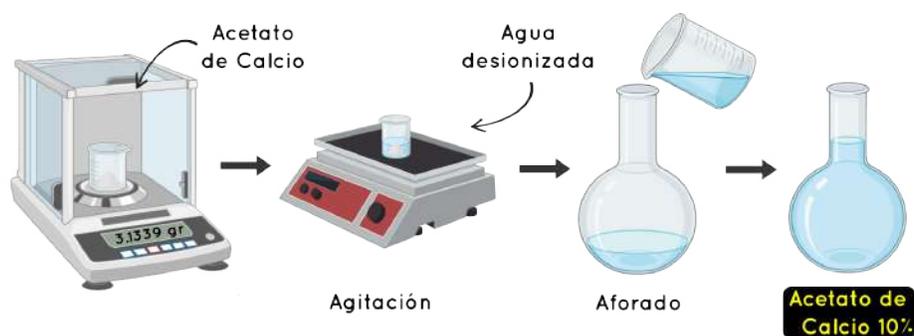


Figura 6: Esquema del procedimiento para la preparación de la solución de CaO 10 % en peso

A partir de la solución de 10 % en peso se preparó la correspondiente a 5 % en peso y esta fue utilizada para conseguir la impregnación de 15 % en peso, por lo que se prepararon 3 muestras diferentes como se explica a continuación.

- **SBA-15-TC/5CaO:** Se añadieron 3mL de la solución con acetato de calcio al 5 % en peso de CaO a 1.5 gr de SBA-15-TC.
- **SBA-15-TC/10CaO:** Se añadieron 3mL de la solución con acetato de calcio al 10 % en peso de CaO a 1.5 gr de SBA-15-TC.

- **SBA-15-TC/15CaO**: Se añadieron 3mL de la solución con acetato de calcio al 5 % en peso de CaO a 1.5 gr de SBA-15-TC en 3 ocasiones, dejando un tiempo de secado de 24hr entre cada mojado incipiente.



Figura 7: Esquema del procedimiento para la impregnación por llenado de poro

### 4.3. Caracterización de los materiales

La determinación de las propiedades texturales, morfológicas y estructurales de la sílice mesoporosa SBA-15-TC y de los adsorbentes SBA-15-TC/xCaO fue hecha mediante el uso de diversos equipos de caracterización. A continuación, se describen de forma general los equipos, principios y métodos utilizados en dichas caracterizaciones:

#### 4.3.1. Isotermas de adsorción-desorción de $N_2$ a 77 K

Las propiedades texturales de los materiales SBA-15-TC y SBA-15-TC/xCaO fueron determinadas mediante las isotermas de adsorción-desorción de  $N_2$  a 77 K en un equipo autosorb Quantachrome iQ2. El área específica de la muestra se calculó de acuerdo a la ecuación de B.E.T. (Brunauer-Emmet-Teller) utilizando los datos de la isoterma de adsorción en el intervalo de presiones relativas de  $0,03 < P/P_0 < 0,03$ . La distribución del tamaño del poro se determinó mediante el método de B.J.H (Barret-Joyner-Halenda) y utilizando los datos de la isoterma de desorción. El volumen total de poro se estimó a partir de la cantidad de nitrógeno adsorbido a la presión relativa de 0.98.

---

### 4.3.2. Difracción de Rayos X (DRX) a ángulos bajos y convencionales

Para determinar las fases cristalinas y el tamaño de cristalito de las nanopartículas del óxido de calcio (CaO), se utilizó la DRX a ángulos convencionales ( $10^\circ$ -  $80^\circ$  en  $2\theta$ ). El equipo utilizado fue un D8 Advance de la marca Bruker, equipado con un ánodo de Cu  $K\alpha$  ( $\lambda=0.15406$ ) a 30kV y 30mA. La medición se realizó sobre un porta muestras acrílico en el cual fue depositado el polvo de las diferentes muestras.

Mediante la difracción de rayos X a bajos ángulos ( $0^\circ$ -  $3^\circ$  en  $2\theta$ ), se estudió el orden en el arreglo de los poros del material SBA-15-TC y de SBA-15-TC/xCaO. El equipo utilizado fue un Ultima IV de la marca Rigaku que cuenta con un tubo de rayos X de Cu y se usaron las condiciones de 40kV, 30mA y se midió a una velocidad de  $2^\circ$ /minuto con una velocidad de paso de 0.02. La medición se realizó sobre un porta muestras de bronce en el cual fue depositado el polvo de las diferentes muestras.

### 4.3.3. Fluorescencia de Rayos X (FRX) de energía dispersiva

Se utiliza habitualmente para determinar la composición química semicuantitativa o cuantitativa de los materiales. Consiste en incidir un haz de Rayos X sobre la muestra y medir la fluorescencia emitida. El equipo utilizado fue un S2 Puma, que cuenta con un tubo de Rayos X de Plata, con una energía de 2.982 y 22.103 keV para las líneas espectrales de  $K\alpha$  y  $L\alpha$  respectivamente. Para la medición se realizaron pastillas del material de 8mm de diámetro, las cuales se realizaron a una presión de 8Ton, esto con la finalidad de hacer la medición al vacío.

### 4.3.4. Análisis Termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico TGA/DTG permitió evaluar la estabilidad térmica de las nanopartículas de CaO en el interior de los poros de los materiales mesoporosos. Este estudio se realizó en un equipo Q500 TGA y Q2000 DSC de TA Instruments, en un rango de temperatura de  $25^\circ\text{C}$  a  $180^\circ\text{C}$ .

---

#### 4.3.5. Microscopía Electrónica de Barrido de alta resolución(HRSEM)

Se utilizó un microscopio electrónico de barrido HITACHI SU8200 con el cual se tomaron las imágenes de las muestras de la SBA-15-TC y de SBA-15-TC/xCaO, con las cuales se determinaron principalmente la morfología y el tamaño de las partículas. El equipo trabajó aproximadamente a 3mm de foco de la muestra con un voltaje de 1kV y se recopiló la información de los electrones secundarios y retrodispersados, al vacío. Las muestras se depositaron sobre un porta muestras de aluminio y se utilizó cinta de carbono, de cobre y tinta de carbono para depositar la muestra, es importante mencionar que no se recubrieron con oro para evitar cubrir los poros.

#### 4.4. Evaluación de la capacidad de adsorción de $CO_2$ a través de la reacción de carbonatación

La determinación de la capacidad de adsorción y transformación de  $CO_2$  de los diferentes adsorbentes se realizó mediante la reacción de carbonatación del  $CO_2$ , bajo condiciones isotérmicas.

La reacción de carbonatación bajo condiciones isotérmicas se efectuó en un analizador termogravimétrico TGA/DTG, en un equipo 1500 de TA Instruments, a una temperatura de 200°C. Con una rapidez de calentamiento de 10°C/min y un flujo de 50 mL/min de 100 % de  $CO_2$  gas. La curva de TGA permitió determinar las etapas de la carbonatación y calcular la ganancia en masa en función del tiempo y en consecuencia poder determinar el grado de conversión de la reacción de carbonatación.

---

## 5. Resultados y discusión

Para los diversos análisis y caracterizaciones, las muestras fueron etiquetadas continuando con la nomenclatura mencionada en la sección 4.2, de la forma que se muestra a continuación, donde el número corresponde al porcentaje teórico de CaO y "Ref" hace alusión a la SBA-15-TC pura:

□ SBA-15-TC/Ref

□ SBA-15-TC/5CaO

□ SBA-15-TC/10CaO

□ SBA-15-TC/15CaO

### 5.1. Isotermas de adsorción-desorción de $N_2$ a 77 K

En la figura 8 se presentan las isotermas de adsorción-desorción de  $N_2$  de los materiales adsorbentes (sílices mesoporosas de SBA-15-TC y SBA-15-TC/xCaO). Como se puede ver en la figura, el material SBA-15-TC exhibe una isoterma de adsorción del tipo IV con una curva de histéresis H1 de acuerdo a la clasificación de la IUPAC [65].

Esta isoterma es característica de los materiales mesoporosos que contienen poros cilíndricos de tamaño y forma regulares. La isoterma muestra una región bien definida en el rango de presiones relativas altas ( $0.6 < P/P_0 < 0.8$ ) que representa el llenado espontáneo de los mesoporos debido a la condensación capilar, indicando la presencia de mesoporos uniformes. La curva de adsorción-desorción de nitrógeno del material es similar a la reportada en la literatura para el material de sílice mesoporoso SBA-15 [63, 66, 67].

Las curvas de histéresis de los adsorbentes se modifican ligeramente con la incorporación del CaO, indicando que la estructura mesoporosa de la SBA-15-TC se conserva aún con la incorporación de la más alta carga de CaO (15% en peso).

Al comparar las isotermas de adsorción-desorción de nitrógeno de la SBA-15-TC libre de CaO, con los adsorbentes modificados que contienen CaO, se observó que después de la carga de CaO, el punto de inflexión de la curva de histéresis se desplaza a valores más bajos

de la presión relativa (de 0.60 a 0.45). Es muy probable que este cambio sea debido al efecto de confinamiento de nanocrisales de CaO que se encuentran ubicados en el interior de los canales de la SBA-15-TC.

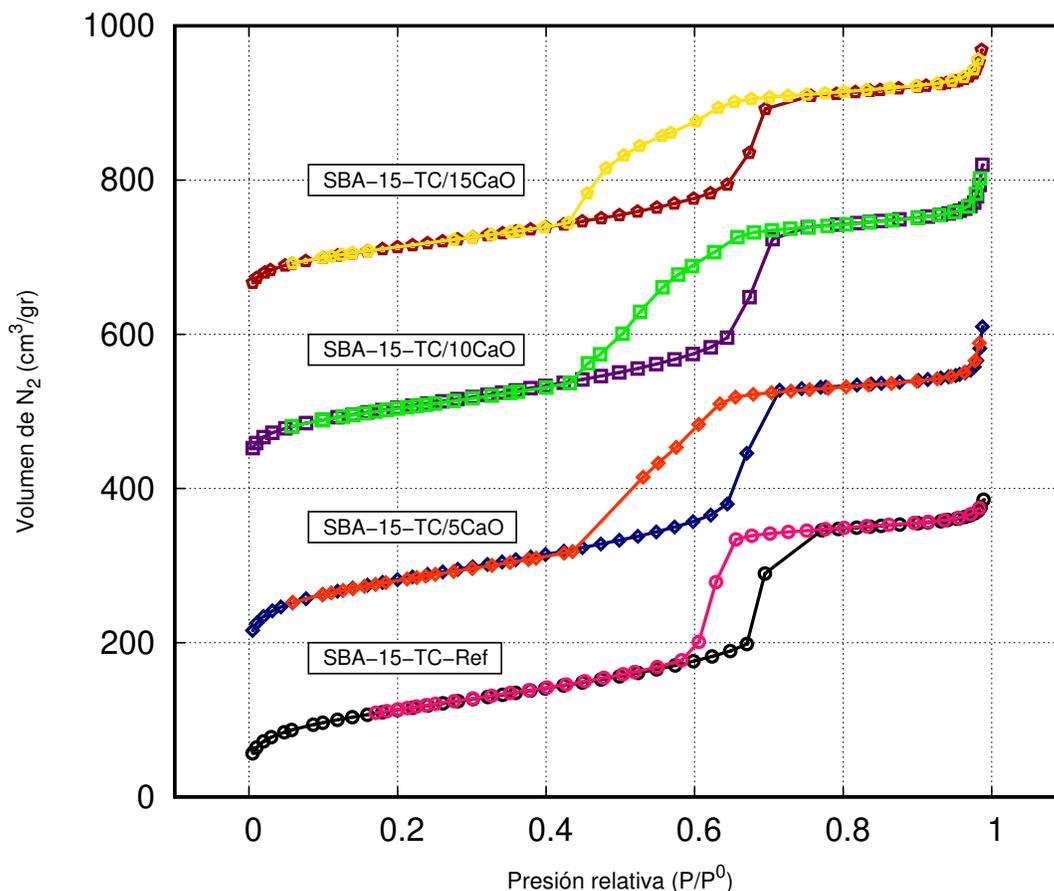


Figura 8: Isothermas de adsorción-desorción de N<sub>2</sub> de los materiales adsorbentes (SBA-15-TC y SBA-15-TC/xCaO)

La figura 9 presenta la distribución del tamaño de poro de los adsorbentes (SBA-15-TC y SBA-15-TC/xCaO). La distribución se calculó con los datos de la isoterma de desorción mediante el método B.J.H. El material de sílice mesoporoso SBA-15-TC muestra una distribución uniforme en el tamaño de poro centrado aproximadamente en 7.2 nm.

La incorporación de las partículas de CaO en la SBA-15-TC ocasiona una disminución en el tamaño de poro de 1.1 nm del material de referencia, pues ahora las distribuciones

de tamaño de poro, que también son uniformes, se centran en aproximadamente 6.1nm, independientemente de la carga de CaO. Estos resultados indican que las pequeñas partículas de CaO se han distribuido uniformemente en el interior de los poros de la SBA-15-TC, sugiriendo que la SBA-15-TC tiene una alta capacidad (debido a su alta porosidad) para dispersar las partículas de CaO en el interior de sus poros.

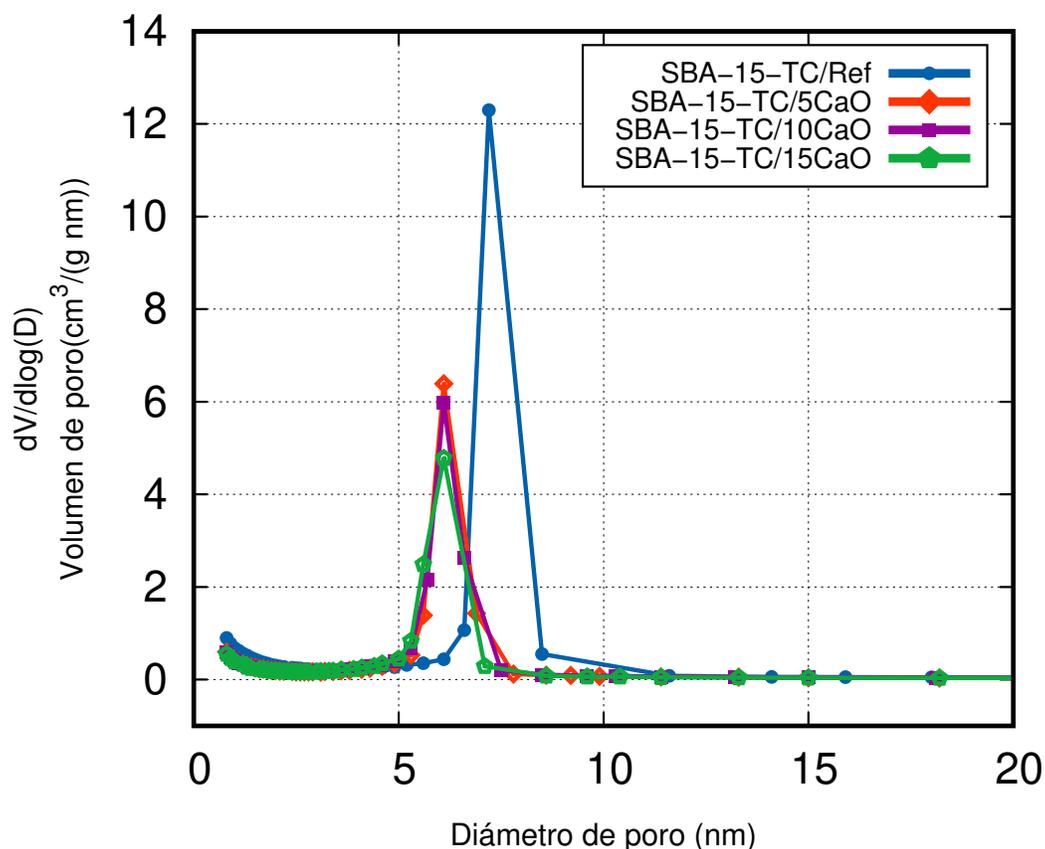


Figura 9: Distribución de diámetro de poro de los adsorbentes SBA-15-TC y SBA-15-TC/xCaO

En la tabla 4 se presenta un resumen de las propiedades texturales (área superficial y volumen promedio de poro) de los adsorbentes (SBA-15-TC y SBA-15-TC/xCaO).

En ella se observa que el material de sílice mesoporoso SBA-15-TC presenta una alta área superficial de 819 m<sup>2</sup>/gr y un alto volumen de poro de 0.964 cm<sup>3</sup>/gr. Se puede observar que la incorporación de las partículas de CaO provoca una disminución tanto en el área superficial como en el volumen total de poro de la SBA-15-TC. Esta disminución se puede explicar en base al bloqueo parcial de los poros en la SBA-15-TC.

Sin embargo, tanto las áreas superficiales como los volúmenes de poro de los adsorbentes modificados con CaO, siguen siendo altas, indicando que la SBA-15-TC favoreció una alta dispersión de las nanopartículas de CaO. Se espera que estos materiales adsorbentes manifiesten una alta capacidad de adsorción de moléculas de CO<sub>2</sub>.

Tabla 4: Propiedades texturales de los adsorbentes

Adsorbente	$S_{BET}$ (m <sup>2</sup> /gr)	Vt (cm <sup>3</sup> /gr)
SBA-15-TC	819	0.964
SBA-15-TC/5CaO	584	0.694
SBA-15-TC/10CaO	575	0.683
SBA-15-TC/15CaO	506	0.581

## 5.2. Difracción de Rayos X (DRX) a ángulos convencionales (5°-80° en $2\theta$ )

En la figura 10 se exhiben los difractogramas correspondientes a los adsorbentes. Se puede observar un material amorfo en el difractograma asociado a la **SBA-15-TC/Ref**, que concuerda con las características que se han reportado de dicho material [68, 69]. Para el caso del difractograma del adsorbente **SBA-15-TC/5CaO**, no se observa cambio con respecto al SBA-15-TC/Ref, debido muy probablemente, a que las nanopartículas de CaO se encuentran altamente dispersas en el interior de los poros de la SBA-15-TC.

Los difractogramas de los adsorbentes **SBA-15-TC/10CaO** y **SBA-15-TC/15CaO**, presentan reflexiones de un material con cierto grado de cristalinidad incorporado en la SBA-15-TC. Las cuales, se aprecian con mayor intensidad, en el adsorbente con mayor carga de CaO (15 % en peso); indicando un incremento en el tamaño de los cristaliticos. Estas reflexiones se atribuyen, de acuerdo con el archivo de difracción de polvo (*PDF* por sus siglas en inglés) 04-018-4704, emitida por el Centro Internacional de Datos de Difracción (*ICDD* por sus siglas en inglés), al CaCO<sub>3</sub> en su fase cristalina cristobalita (romboédrica).

En la tabla 5 se presentan los ángulos característicos del  $\text{CaCO}_3$ . La formación del  $\text{CaCO}_3$  se debe a la descomposición de los grupos acetatos del acetato de calcio utilizado como precursor del  $\text{CaO}$ .

Sin embargo, también existe la posibilidad de la presencia de nanopartículas de  $\text{CaO}$ , que no se logran identificar en los difractogramas.

Tabla 5: Ángulos característicos del  $\text{CaCO}_3$  04-018-4704

Ángulo ( $2\theta$ )	d ( $\text{Å}$ )	(h k l)
23.861	3.7261	(0 1 2)
30.444	2.9337	(1 0 4)
37.250	2.4118	(1 1 0)
40.826	2.2084	(1 1 3)
44.722	2.0247	(2 0 2)
49.271	1.8478	(0 1 8)
50.300	1.8124	(1 1 6)
59.567	1.5507	(1 2 2)

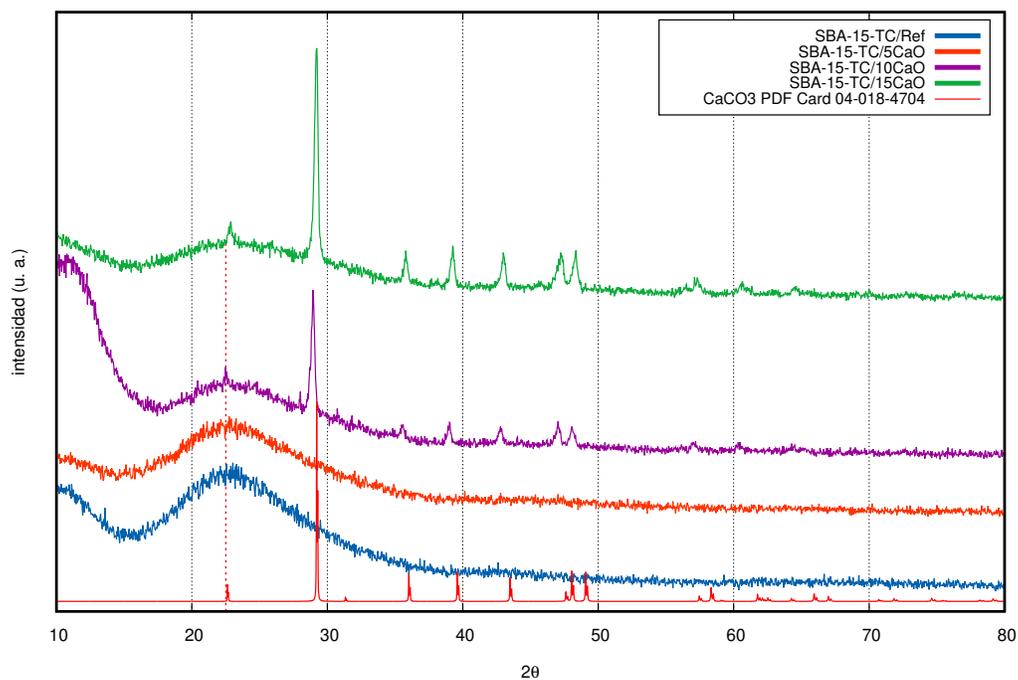


Figura 10: Difractogramas de los adsorbentes y su comparación con el PDF del  $\text{CaCO}_3$

### 5.3. Difracción de Rayos X (DRX) a ángulos bajos ( $0^\circ$ - $3^\circ$ en $2\theta$ )

La figura 11 muestra el patrón de difracción de Rayos X a bajos ángulos del material de sílice mesoporoso SBA-15-TC. En ella se presenta una primera reflexión muy intensa en  $0.88^\circ$  en  $2\theta$ , seguida por otras dos reflexiones muy débiles en  $1.55^\circ$  y  $1.8^\circ$ , que de acuerdo a la literatura corresponden a las reflexiones  $[1\ 0\ 0]$ ,  $[1\ 1\ 0]$  y  $[2\ 0\ 0]$ , respectivamente, asociadas con la simetría hexagonal [71, 63, 66, 67].

Los adsorbentes modificados con CaO (SBA-15-TC/xCaO), también presentan las mismas tres reflexiones que de la SBA-15-TC, indicando que la incorporación de las nanopartículas de CaO, no destruyen el arreglo hexagonal de poros de la SBA-15-TC. Sin embargo, estas reflexiones son de más baja intensidad, evidenciando la incorporación de las nanopartículas de CaO en el interior de los poros de la SBA-15-TC.

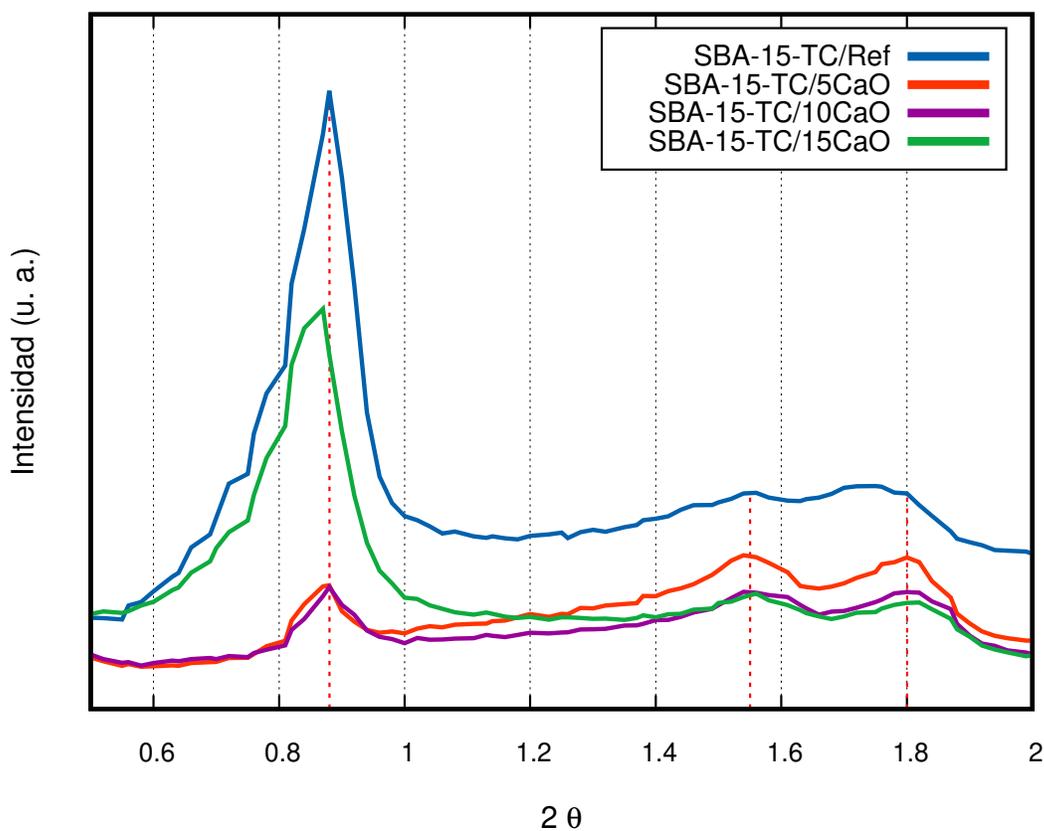


Figura 11: Difractograma de ángulos bajos correspondiente a los materiales evaluados

---

## 5.4. Fluorescencia de Rayos X (FRX) de energía dispersiva

De acuerdo a los datos obtenidos mediante esta técnica de fluorescencia de Rayos X, si bien se observó la presencia de trazas de cloro, se pudo comprobar que no hay presencia importante de contaminantes en los materiales adsorbentes. En la tabla 6 se observan los porcentajes de óxidos medidos en la muestras; cabe resaltar que, en el caso específico del porcentaje de CaO, existe una posibilidad de que haya presencia tanto de óxido de calcio como de carbonato de calcio, debido a que el equipo donde se realizó la medición no puede identificar si se trata de un óxido o de un carbonato, esto por razón de que no detecta la presencia de carbono, al sólo identificar elementos a partir del Sodio, y con ello hace una estimación de la cantidad de óxidos o carbonatos presentes en la muestra, de acuerdo a lo que se indique.

Con base en los resultados se puede indicar que el porcentaje depositado de CaO no coincide exactamente con el valor teórico calculado, sin embargo, es de notar que las proporciones son consistentes con lo planeado, al mismo tiempo que existen pequeñas trazas de Cloro en la muestra, que resultan del método de síntesis que se siguió.

Tabla 6: Porcentaje en peso calculado en óxidos de los compuestos presentes en las muestras analizadas

Adsorbente	Concentración (%p)		
	SiO <sub>2</sub>	CaO	Cl
SBA-15-TC/Ref	99,99	0	0.01
SBA-15-TC/5CaO	90,57	9,42	74.3857 PPM
SBA-15-TC/10CaO	82,23	17,77	26.0154 PPM
SBA-15-TC/15CaO	73,27	26,72	0,01

En la figura 12 se exhiben los espectros de fluorescencia de los adsorbentes. En el espectro adsorbente SBA-15-TC, se aprecia únicamente la señal correspondiente al silicio. Los espectros de los adsorbentes que poseen CaO (SBA-15-TC/xCaO), además de la señal de Si, presentan la señal de Ca, las cuales se hacen más intensas con el incremento del contenido de CaO. En el caso de la señal de Plata que se observa, esta se debe a que el equipo cuenta con un emisor de Rayos X de Ag.

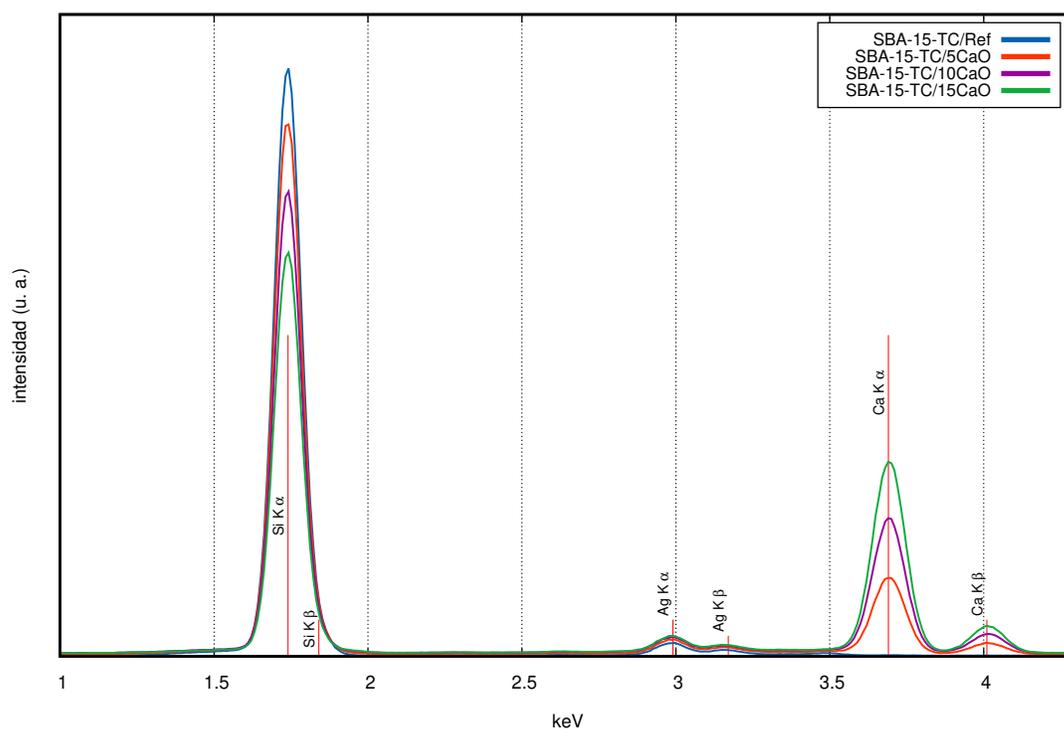


Figura 12: Espectros de fluorescencia correspondientes a los materiales de SBA-15-TC y SBA-15-TC/xCaO

## 5.5. Análisis Termogravimétrico (TGA)

En la figura 13 se exhiben las curvas correspondientes a los análisis termogravimétricos para las muestras SBA-15-TC, SBA-15-TC/5CaO, SBA-15-TC/10CaO y SBA-15-TC/15CaO. La curva de pérdida de peso para la SBA-15-TC registra dos puntos de inflexión principales, el primero antes de los 100°C y el segundo antes de los 300°C, que se asignan a la deshidratación de la muestra (la eliminación de moléculas de agua absorbidas físicamente en su superficie) y la deshidroxilación de los grupos silanoles superficiales, respectivamente. Como

podemos constatar, la principal pérdida de peso ocurre debido a la deshidratación de la muestra (5.4 % de pérdida de peso). Mientras que, la pérdida de peso debido a la deshidroxilación, es mínima. (1.6 % en peso). Aproximadamente, la pérdida de peso de la SBA-15-TC hasta los 700°C, es apenas del 7 %.

Por otro lado, las curvas de pérdida de peso de los materiales adsorbentes (SBA-15-TC/5CaO, SBA-15-TC/10CaO y SBA-15-TC/15CaO) exhiben tres principales puntos de inflexión; los dos primeros similares a los que presentó la SBA-15-TC asignadas a la deshidratación y deshidroxilación de la sílice, y el tercero que se presenta antes de los 450°C, se atribuye a la descomposición de los grupos orgánicos presentes del acetato de calcio (precursor de las nanopartículas de CaO) remanentes en el material. Con una pérdida de peso de aproximadamente 2-3 %.

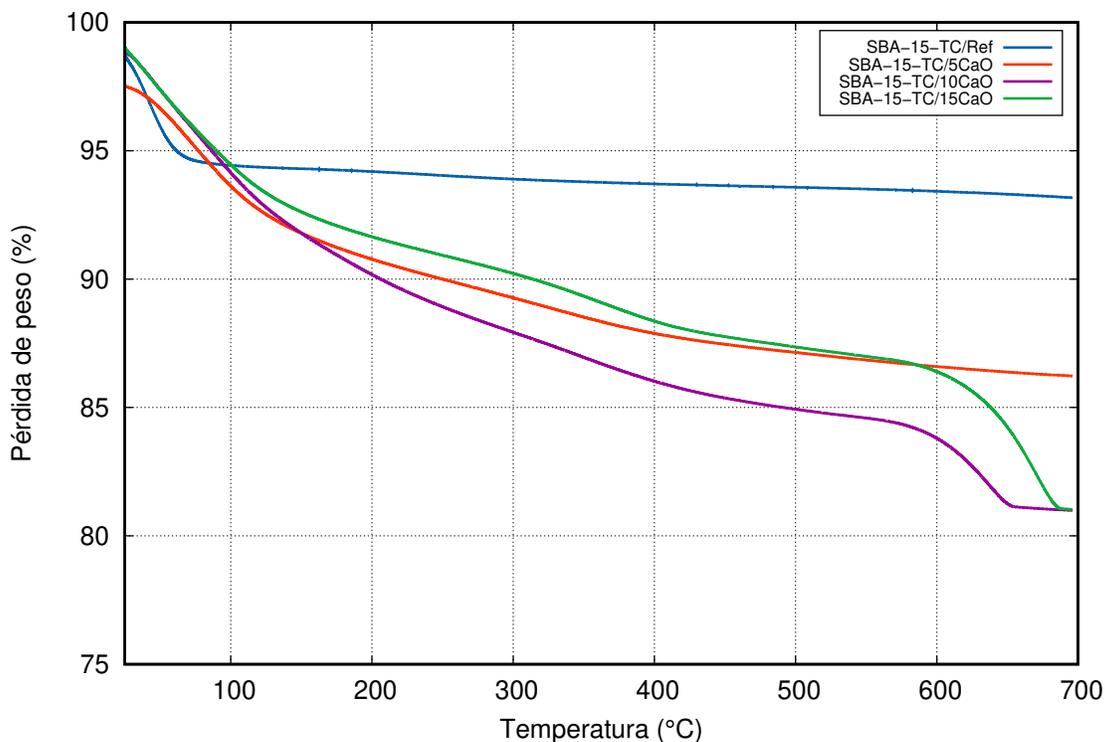


Figura 13: Gráfica de la pérdida de peso de los materiales SBA-15-TC/xCaO

La figura 14 exhibe la primera derivada (DTG) de la pérdida de peso en función de la temperatura para los diferentes materiales adsorbentes, en donde, se observan claramente las temperaturas (los máximos de los picos) a las que ocurren; la deshidratación y deshidroxilación.

lación de las muestras, así como la descomposición de los componentes orgánicos. Situación analizada en la descripción de la figura 13.

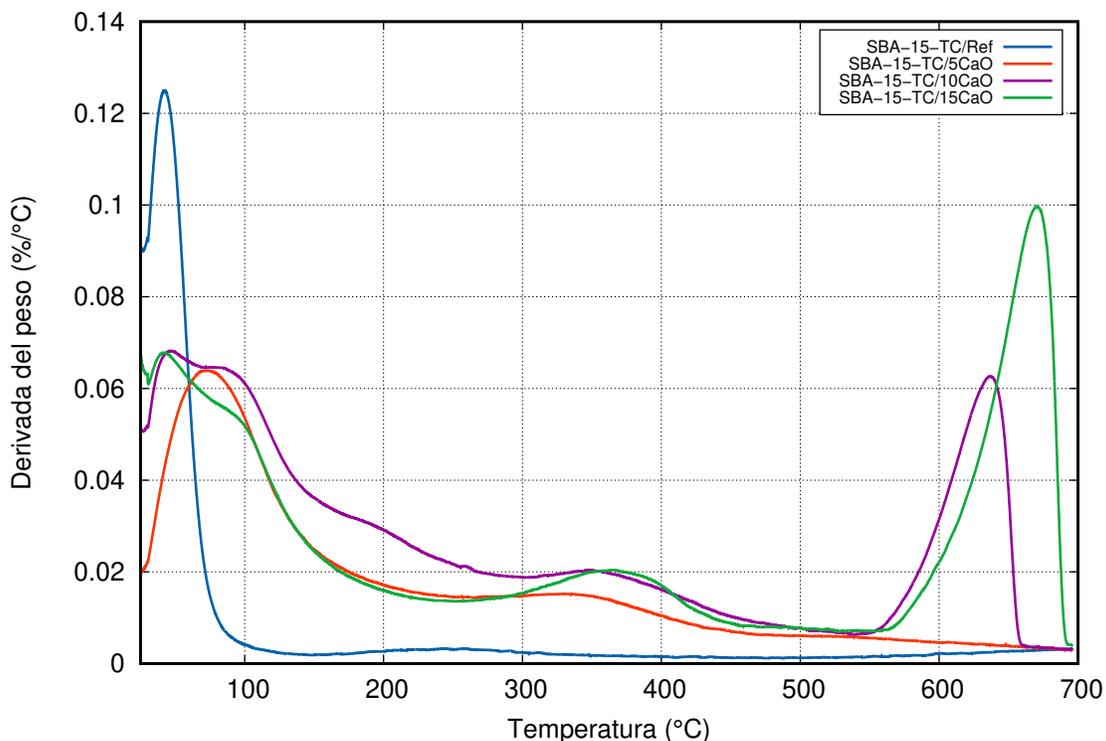


Figura 14: Gráfica de la derivada del peso con respecto a la temperatura de los materiales SBA-15-TC/xCaO

## 5.6. Microscopía Electrónica de Barrido de alta resolución (HR-SEM)

Las micrografías mostradas desde la figura 15 hasta la figura 19 muestran una clara homogeneidad en el material sintetizado, con estructuras que varían en tamaño desde los cientos de nanómetros hasta las micras, dependiendo la zona que se esté midiendo, puesto que para el caso de las partículas de SBA-15-TC en sus diferentes formas, en promedio, se observó un tamaño de entre 100-200 nm en la anchura de las paredes externas, mientras que a lo largo de su estructura se alcanzaban las micras.

La forma más encontrada en las micrografías fue de prismas hexagonales con una curvatura habitualmente en la parte media de dicha partícula, a su vez se logran apreciar los canales internos en el material. También se resalta que no hubo diferencia significativa en los resul-

---

tados finales, al cambiar el método de preparación de la muestra para su observación en el microscopio electrónico, ya que se usó cinta de carbono, tinta de carbono y cinta de cobre para adherir la muestra al portamuestras de aluminio.

### 5.6.1. Imagen de HRSEM del adsorbente SBA-15-TC/Ref

Para el acercamiento mostrado en la figura 15, se inició la toma de micrografías en  $5\mu\text{m}$  y se terminó en  $500\text{nm}$ , donde se pierde resolución; en este caso se usó cinta de carbono y se observa homogeneidad en el material, así como los canales de poro en la micrografía de  $100\text{k}$  aumentos.

La figura 15 muestra la imagen de HRSEM del material de sílice mesoporoso SBA-15-TC. En ella se evidencia que las partículas del material de sílice mesoporoso de SBA-15-TC tienen la forma de cilindros curvados de tamaño altamente uniforme (aproximadamente de  $200\text{-}250\text{nm}$  de diámetro y de  $1\text{-}1.2\mu\text{m}$  de longitud).

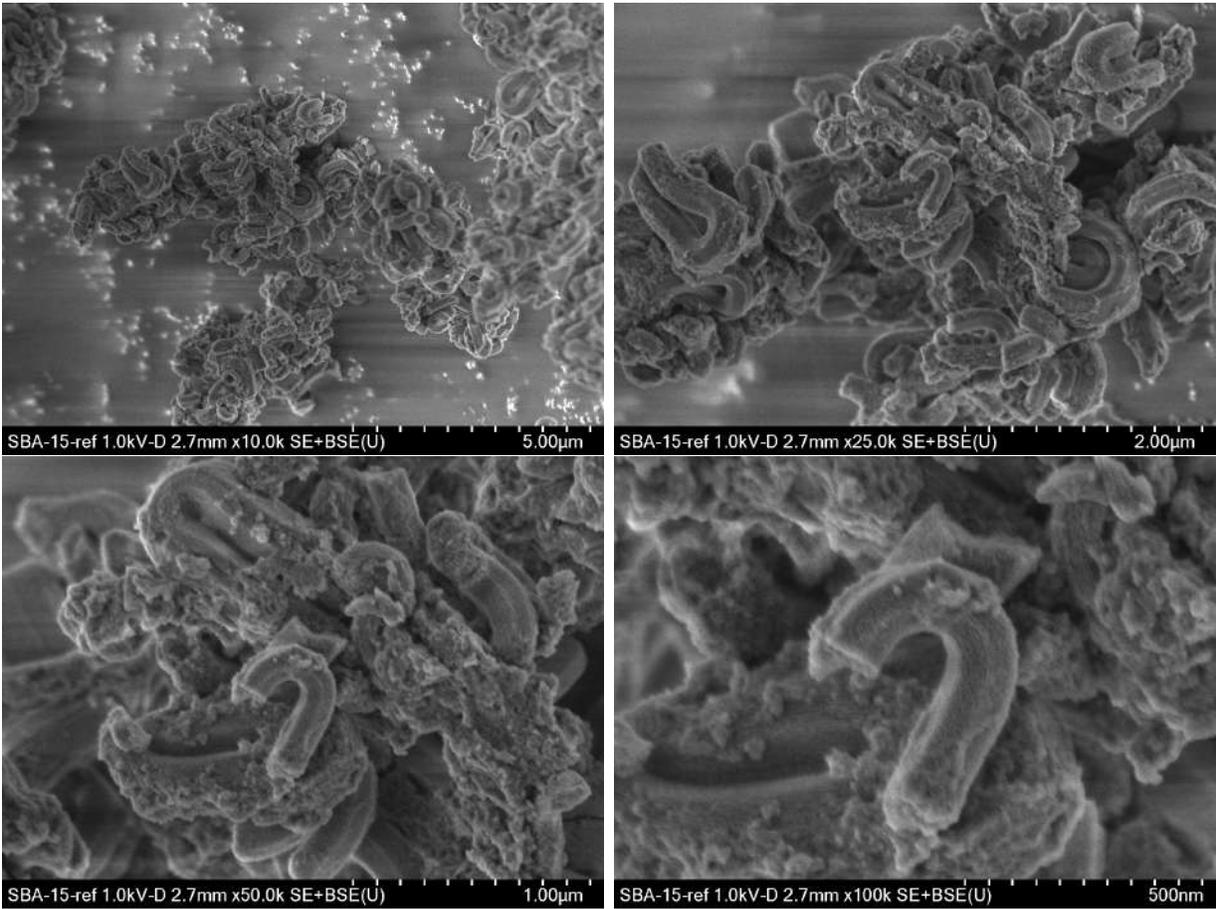


Figura 15: Progresión de aumentos del material SBA-15-TC/Ref

En la figura 16 se observa otra progresión de aumentos en donde se encuentra una partícula de SBA-15-TC/Ref con una vista desde el plano (100) que permite identificar claramente una figura hexagonal, tal y como se espera para este material con un arreglo hexagonal de poros; los lados de dicha figura hexagonal miden 140 nm con una diferencia promedio de  $\pm 4$  nm

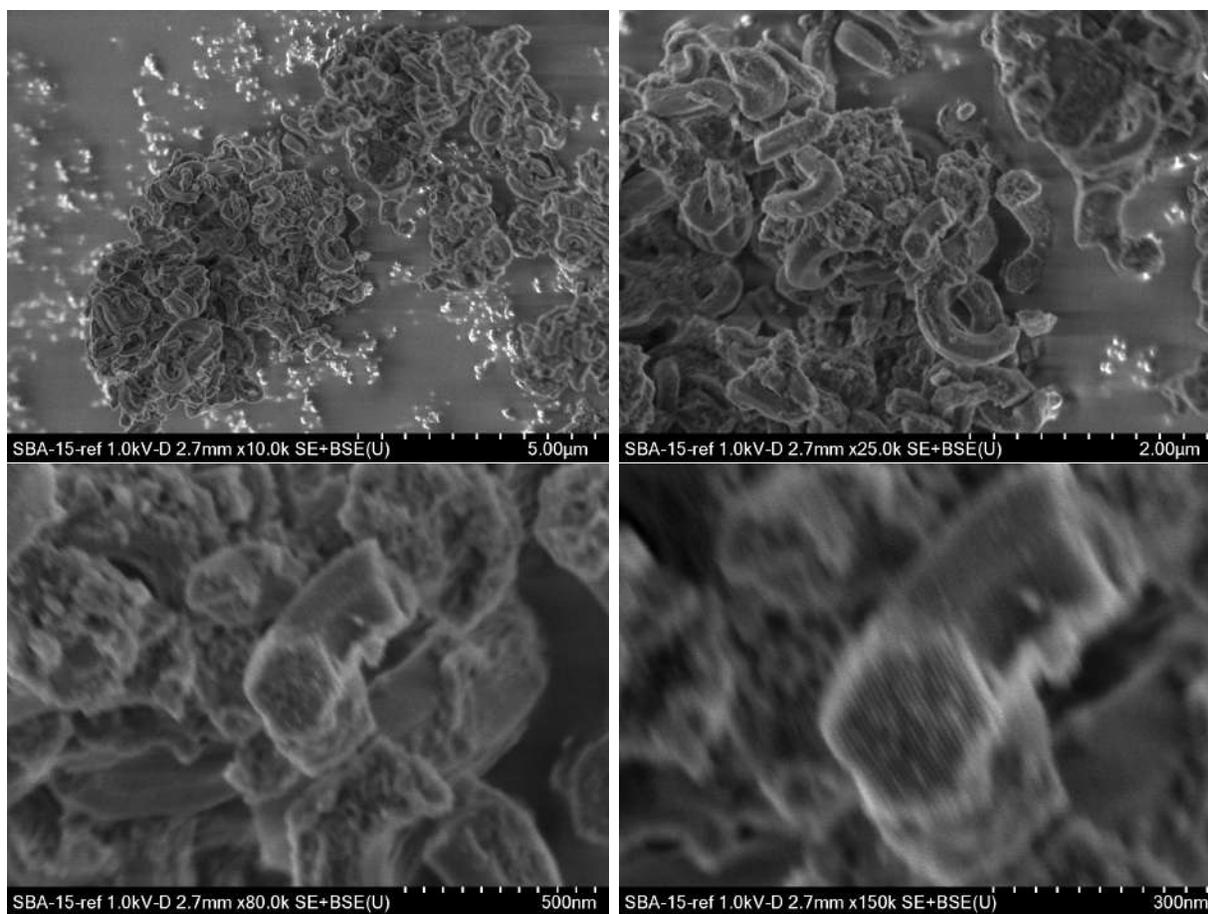


Figura 16: Progresión de aumentos para encontrar forma hexagonal en el material SBA-15-TC/Ref

### 5.6.2. Imagen de HRSEM del adsorbente SBA-15-TC/5CaO

La figura 17 muestra los canales del material SBA-15-TC/5CaO, dicha muestra fue preparada sobre cinta de cobre y para ser depositada se dispersó por sonicación una pequeña cantidad de polvo en una solución de alcohol, con la finalidad de favorecer su dispersión; se usó un capilar para colocar una gota de solución en el portamuestras.

El procedimiento mencionado facilitó la alta dispersión de las partículas en el porta muestras al momento de hacer la micrografía, por lo que se recomienda este método de preparación, a pesar de que en general no hay una diferencia significativa con los otros métodos de preparación.

En referencia a la imagen obtenida, se aprecia un ligero cambio en la morfología del material en zonas específicas, preservando los canales internos.

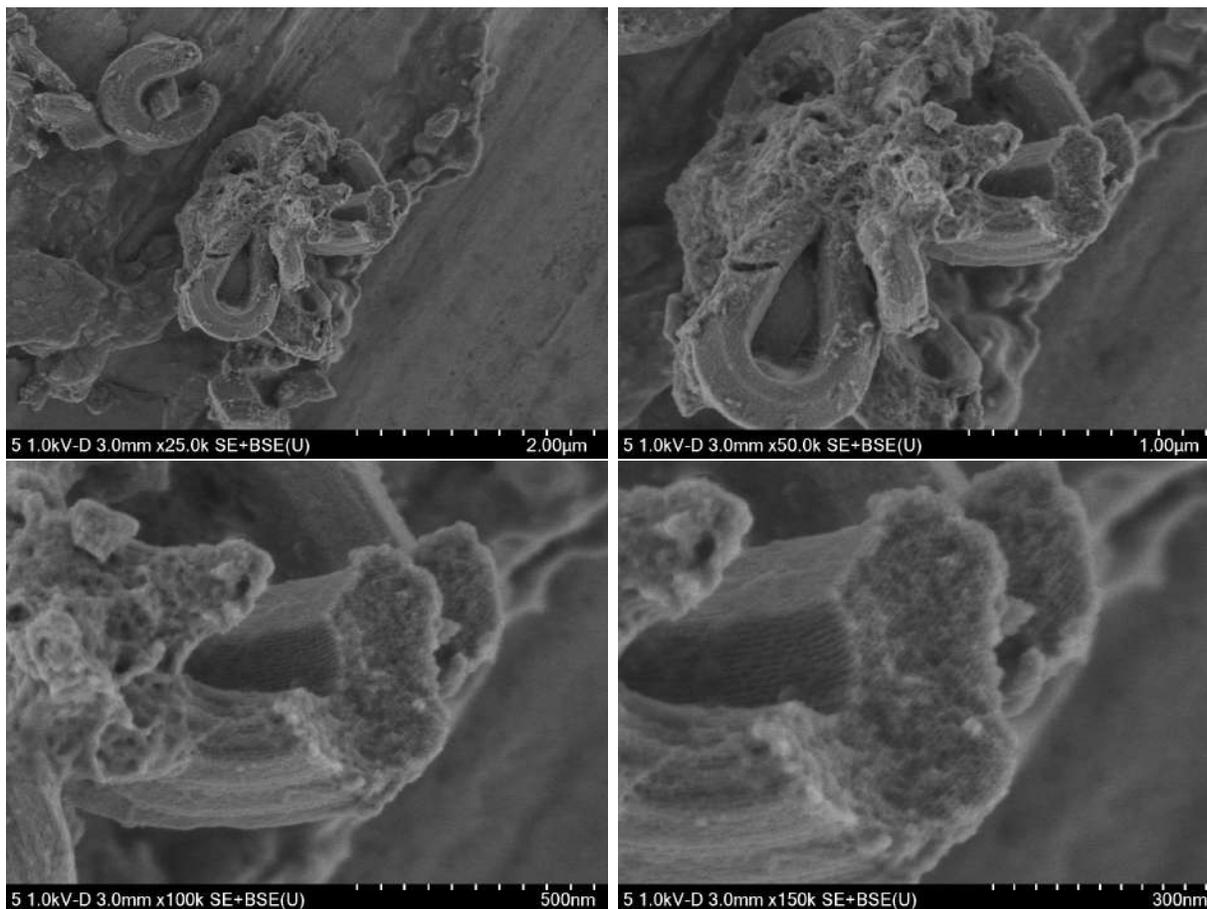


Figura 17: Progresión de aumentos para localizar canales presentes en el material SBA-15-TC/5CaO

### 5.6.3. Imagen de HRSEM del adsorbente SBA-15-TC/15CaO

En la figura 18 se observan las micrografías obtenidas para el material SBA-15-TC/15CaO, las cuales se prepararon sobre tinta de carbono y sin recubrimiento de oro, al igual que las

anteriores.

En dicha micrografía es fácilmente reconocible la presencia de un material de composición y morfología diferente a lo visto con anterioridad, lo que hace suponer que se trate del carbonato de calcio, externamente depositado en el material, las partículas de este material tienen una medida de ancho entre los 800nm-1200nm.

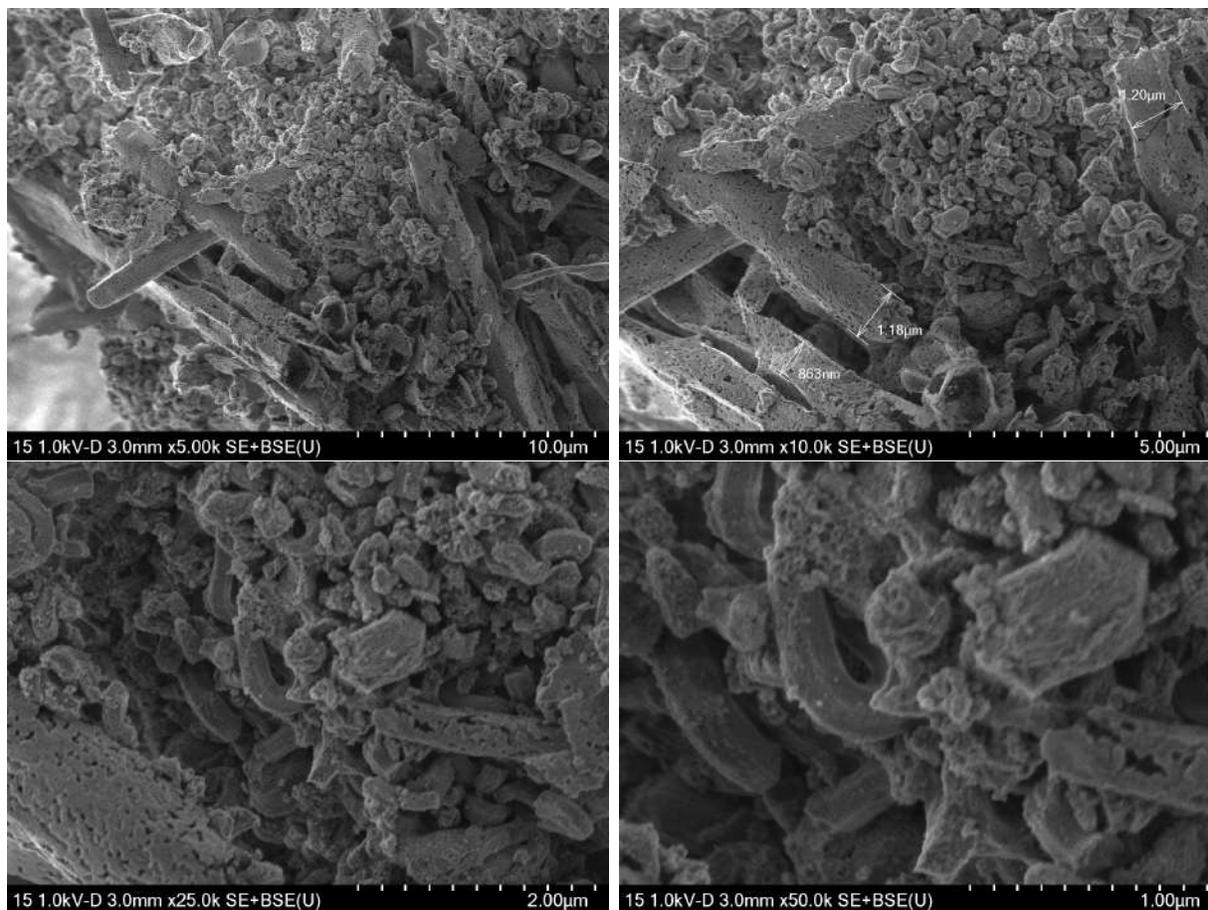


Figura 18: Material con morfología diferente en comparación con la SBA-15-TC/15CaO

Al cambiar de zona para tomar la micrografía presentada en la figura 19, se encontró un aglomerado de partículas de SBA-15-TC/15CaO que mantienen regularidad con lo visto previamente, incluso fue posible identificar otra partícula con cara hexagonal vista desde el plano (100), la cual se ve en la micrografía de 100,000 aumentos.

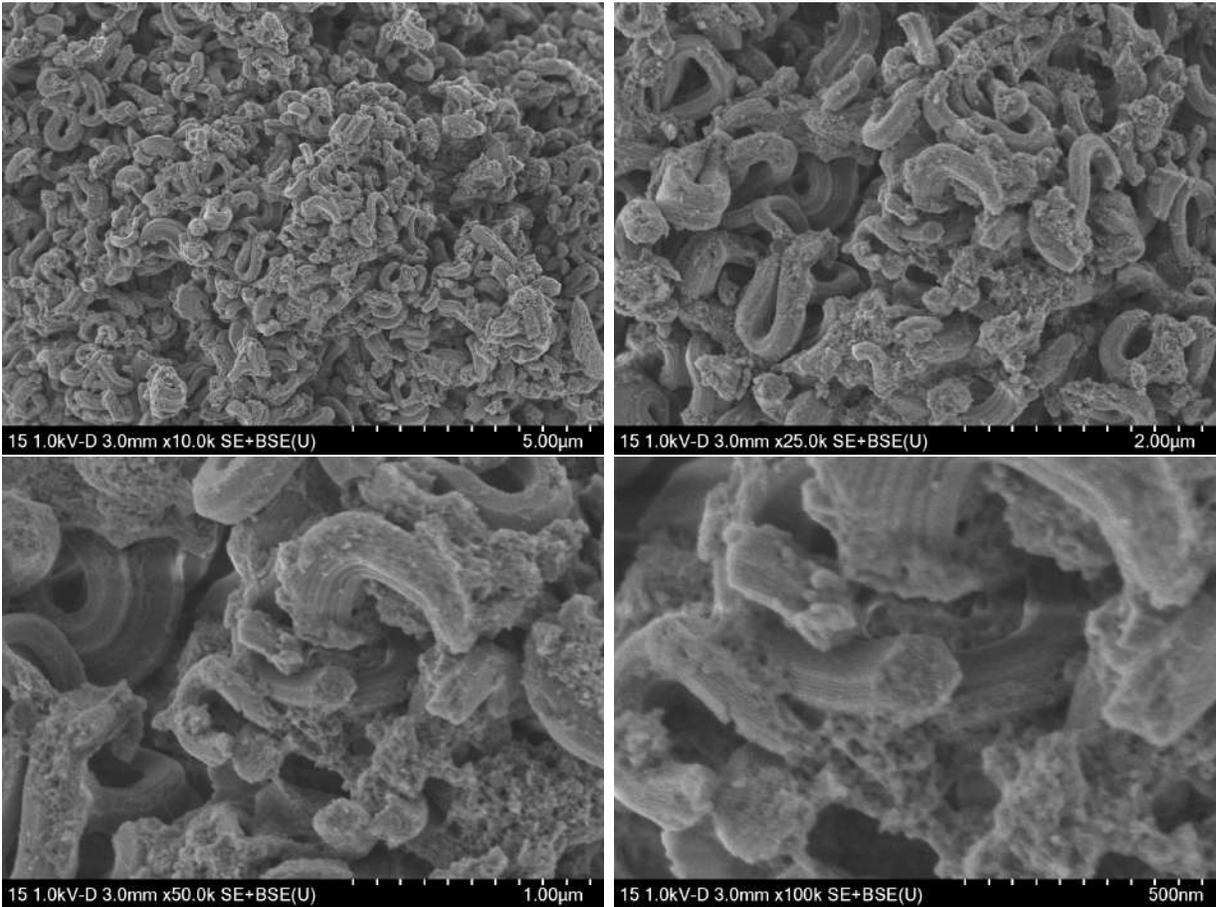


Figura 19: Progresión de aumentos para encontrar una figura hexagonal en el material SBA-15-TC/15CaO

---

## 5.7. Evaluación de la capacidad de adsorción de CO<sub>2</sub>

En la figura 20 se presenta el gráfico del consumo de CO<sub>2</sub>, a través de la reacción de carbonatación, de los diferentes adsorbentes en función de la carga de CaO soportado en la SBA-15-TC.

Es posible observar que la SBA-15-TC pura, no exhibe consumo de CO<sub>2</sub>, indicando que no presenta sitios para la adsorción de CO<sub>2</sub>.

Cuando la SBA-15-TC es superficialmente decorada con nanopartículas de CaO (SBA-15-TC/xCaO), se generan materiales que presentan consumo de CO<sub>2</sub>, indicando que las nanopartículas de CaO son los sitios donde se efectúa la adsorción del CO<sub>2</sub>, conduciendo a la reacción de carbonatación para la formación del CaCO<sub>3</sub>.

En la gráfica se puede ver claramente, que un incremento en la carga de CaO en la SBA-15-TC, provoca un incremento constante en el consumo de CO<sub>2</sub>. Indicando, que el incremento en la carga de CaO en la SBA-15-TC, favorece una mayor dispersión de nanopartículas de CaO, incrementando de esta manera la densidad de sitios de adsorción para el CO<sub>2</sub>. El adsorbente con la más alta carga de CaO (15 % en peso de CaO en la SBA-15-TC) manifestó el más alto consumo de CO<sub>2</sub> y por lo tanto una mayor concentración de CaCO<sub>3</sub> formado.

En este momento resulta interesante realizar un estudio acerca del incremento de la carga de CaO en la SBA-15-TC, más allá del 15 % en peso de CaO.

En la tabla 7 se muestran específicamente los datos obtenidos.

Tabla 7: Consumo de CO<sub>2</sub> de acuerdo a cada material adsorbente

Adsorbente	Consumo de CO <sub>2</sub>
SBA-15-TC	0
SBA-15-TC/5CaO	3.11
SBA-15-TC/10CaO	3.42
SBA-15-TC/15CaO	3.85

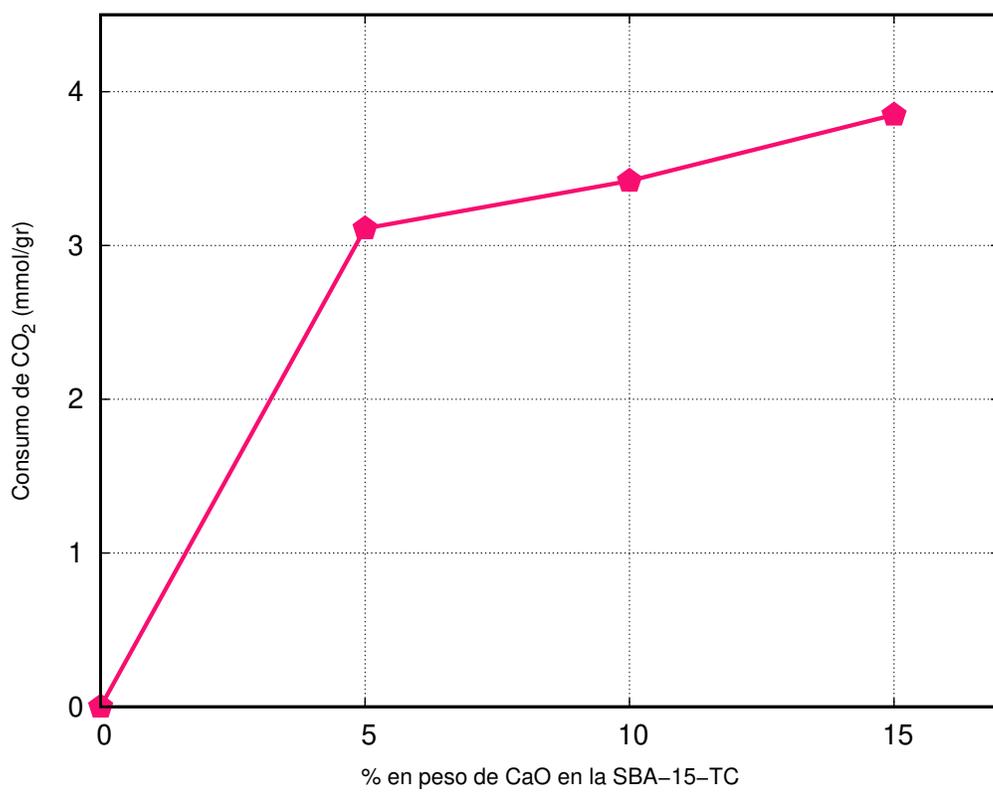


Figura 20: Consumo de CO<sub>2</sub> de acuerdo a cada material adsorbente

---

## 6. Conclusiones

Las metodologías experimentales utilizadas en esta tesis, permitieron, por una parte, preparar de manera exitosa la sílice mesoporosa de talla corta y con arreglo hexagonal de poros (por DRX a bajos ángulos, SBET y HRSEM), denominada como SBA-15-TC; y por la otra, la incorporación exitosa de las nanopartículas de CaO (DRX a ángulos bajos y convencionales, SBET y HRSEM) preferentemente en la superficie interna de los poros de la SBA-15-TC.

La incorporación de las nanopartículas de CaO en la superficie de la SBA-15-TC no destruye la estructura mesoporosa (arreglo hexagonal de poros) de la SBA-15-TC (DRX a bajos ángulos, SBET y HRSEM).

El alta área superficial de la SBA-15-TC ( $819 \text{ m}^2/\text{gr}$ ), el alto volumen de poro ( $0.964 \text{ cm}^3/\text{gr}$  y su apropiado diámetro de poro en el rango mesoporoso ( $7.2 \text{ nm}$ ) permitió una alta dispersión de las nanopartículas de CaO en su superficie, de tal manera que, aún con una alta carga de CaO en la SBA-15-TC, SBA-15-TC/15CaO, se registraron adecuadas propiedades texturales ( $506 \text{ m}^2$ ,  $0.581 \text{ cm}^3/\text{gr}$  y  $6.1 \text{ nm}$  de diámetro de poro) que permitió promover una alta densidad de sitios para la adsorción de  $\text{CO}_2$ .

La SBA-15-TC pura no manifestó adsorción de  $\text{CO}_2$ , por lo que las nanopartículas de CaO son los sitios activos para realizar la adsorción de  $\text{CO}_2$  y así promover la reacción de carbonatación, para la formación de  $\text{CaCO}_3$ . Un incremento en la carga de CaO soportado en la SBA-15-TC (de 5-15 % en peso de CaO) promovió un incremento constante en la capacidad de adsorción de  $\text{CO}_2$  y por lo tanto, una mayor producción de  $\text{CaCO}_3$  en la superficie de la SBA-15-TC.

Con el desarrollo de esta tesis de investigación de licenciatura, se demostró que la incorporación de nanopartículas de CaO en la superficie de la matriz mesoporosa SBA-15-TC, genera adsorbentes con una adecuada capacidad de adsorción de  $\text{CO}_2$  y su conversión de  $\text{CaCO}_3$ , mediante la reacción de carbonatación.

---

Este material final,  $\text{CaCO}_3\text{-SBA-15-TC}$ , puede formar parte de la formulación de un material cementante y ser utilizado como material de construcción.

Finalmente, existe la posibilidad de diseñar filtros constituidos por estos materiales adsorbentes y efectuar la adsorción de  $\text{CO}_2$  y su conversión a  $\text{CaCO}_3$ , directamente de las emisiones gaseosas de las empresas, principalmente en la industria del cemento (una de las más contaminantes de  $\text{CO}_2$ ). Siendo una alternativa muy interesante para la disminución de las emisiones de  $\text{CO}_2$  al ambiente y contribuir a una mejor calidad del aire que respiramos.

---

## 7. Perspectivas

Como futura investigación se propone:

- Modificar el precursor utilizado como fuente de óxido de calcio.
- Realizar la calcinación en un medio libre de  $\text{CO}_2$  para evitar la carbonatación durante la síntesis.
- Comprobar la presencia de óxido de calcio y carbonato de calcio mediante espectroscopía FT-IR.
- Realizar una microscopía electrónica de transmisión de alta resolución para confirmar la estructura hexagonal ordenada de la sílice mesoporosa SBA-15-TC.
- Evaluar el impacto de agregar los materiales del tipo  $\text{CaCO}_3$ -SBA-15-TC en un cemento comercial.

---

## Referencias

- [1] Leung, D., Caramanna, G. & Maroto-Valer, M. (2014). An overview of current status of carbon dioxide capture and storage technologies. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 39. 426-443. DOI: 10.1016/j.rser.2014.07.093
- [2] Adegbulugbe, A., Christophersen, O., Ishitani, H. Moomaw, W., Moreira, J. Chapter 1: Introduction. (2005). In: *IPCC Special Report on Carbon Dioxide Capture and Storage*. (pp. 53-55). New York. Cambridge University Press.
- [3] Cuéllar-Franca, R. & Azapagic, A. (2014). Carbon capture, storage and utilisation technologies: A critical analysis and comparison of their life cycle environmental impacts. *Journal of CO2 Utilization* 9 (2015) 82-102. DOI: 10.1016/j.jcou.2014.12.001
- [4] J. Wang, L. Huang, R. Yang, Z. Zhang, J. Wu, Y. Gao, Q. Wang, D. OHare & Z. Zhong. (2014). Recent Advances in Solid Sorbents for CO2 Capture and New Development Trends. *Energy Environ. Sci.* DOI: 10.1039/C4EE01647E
- [5] Reddy, K. J., John, S., Weber, H., Argyle, M. D., Bhattacharyya P., Taylor, D. T., Christensen, M., Foulke, T. and Fahlsing, Paul. (2011). Simultaneous capture and mineralization of coal combustion flue gas carbon dioxide (CO2). *Energy procedia*, 4, 1574-1583. DOI: 10.1016/j.egypro.2011.02.027
- [6] Iruretagoyena Ferrer, D. (2016). Literature Review. In: *Supported Layered Double Hydroxides as CO2 Adsorbents for Sorption-enhanced H2 Production*. Springer theses. Springer, Cham. DOI: 10.1007/978-3-319-41276-4
- [7] Zhang, Z., Wang, T., Blunt, M. J., Anthony, E. J., Park, A. A., Hughes R. W., Webley, P. A. & Yan J. (2020). Advances in carbon capture, utilization and storage. *Applied Energy*. Volume 278. 2020. 115627. DOI: 10.1016/j.apenergy.2020.115627.
- [8] Wilberforce, T., Olabi, A. G., Sayed, E. T., Elsaid, K. & Abdelkareem, M. A. (2020). Progress in carbon capture technologies. *Science of the Total Environment*. Volume 761. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2020.143203

- 
- [9] Edenhofer, O., R. Pichs-Madruga, Y. Sokona, E. Farahani, S. Kadner, K. Seyboth, A. Adler, I. Baum, S. Brunner, P. Eickemeier, B. Kriemann, J. Savolainen, S. Schlömer, C. von Stechow, T. Zwickel and J. C. Minx (eds.). 2014: Technical Summary. In: *Climate Change 2014: Mitigation of Climate Change. Contribution of Working Group III to the Fifth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change*. (2014). Cambridge University Press, Cambridge, United Kingdom and New York, NY, USA.
- [10] Smith, K. R., Woodward, A., Campbell-Lendrum, D., Chadee, D. D., Honda, Y., Liu, Q., Olwoch, J.M., Revich, B. & Sauerborn, R. 2014: Human health: impacts, adaptation, and co-benefits. In: *Climate Change 2014: Impacts, Adaptation, and Vulnerability. Part A: Global and Sectoral Aspects. Contribution of Working Group II to the Fifth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change*. Cambridge University Press, Cambridge, United Kingdom and New York, pp. 709-754. DOI: 10.1017/CBO9781107415379.016
- [11] Gobierno de México, Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales e Instituto Nacional de Ecología y Cambio Climático (2022). México: Inventario Nacional de Emisiones de Gases y Compuestos de Efecto Invernadero, 1990-2019.
- [12] International Energy Agency. (2023). Mexico Data Explorer. Consultado el: 23/01/2023 en [iea](https://www.iea.org)
- [13] Acuerdo de París, Naciones Unidas. (2015). Disponible en: [Acuerdo de Paris](https://www.un.org/es/development/dpd/publications/paris_agreement)
- [14] Arévalo Villagrán, J. A., Rosado Vázquez, F. J. & Torres Pérez, A. J. (2020). Necesidades tecnológicas del sector hidrocarburos. Secretaría de Energía, México.
- [15] Gallo, M., Del Borghi, A. & Strazza, C. (2015). Analysis of potential GHG emissions reductions from methane recovery in livestock farming. *International Journal of Global Warming* 2015 8:4, 516-533. DOI: 10.1504/IJGW.2015.073053
- [16] Allen, M.R., O.P. Dube, W. Solecki, F. Aragón-Durand, W. Cramer, S. Humphreys, M. Kainuma, J. Kala, N. Mahowald, Y. Mulugetta, R. Perez, M. Wairiu, and K. Zickfeld,

- 
- 2018: Framing and Context. In: Global Warming of 1.5°C. An IPCC Special Report on the impacts of global warming of 1.5°C above pre-industrial levels and related global greenhouse gas emission pathways, in the context of strengthening the global response to the threat of climate change, sustainable development, and efforts to eradicate poverty. Cambridge University Press, Cambridge, UK and New York, NY, USA, pp. 49-92. DOI: 10.1017/9781009157940.003
- [17] Part A: Overview and Context, World Energy Outlook. (2022). International Energy Agency. [iea](https://www.iea.org/)
- [18] Wang, Y., Ma, Q., Li, Y., et al. (2019). Energy Consumption, Carbon Emissions and Global Warming Potential of Wolfberry Production in Jingtai Oasis, Gansu Province, China. *Environmental Management* 64, 772–782. DOI: 10.1007/s00267-019-01225-z
- [19] Hartmann, D.L., A.M.G. Klein Tank, M. Rusticucci, L.V. Alexander, S. Brönnimann, Y. Charabi, F.J. Dentener, E.J. Dlugokencky, D.R. Easterling, A. Kaplan, B.J. Soden, P.W. Thorne, M. Wild and P.M. Zhai. (2013). Observations: Atmosphere and Surface. In: *Climate Change 2013: The Physical Science Basis. Contribution of Working Group I to the Fifth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change*. Cambridge University Press, Cambridge, United Kingdom and New York, NY, USA.
- [20] Gobierno de México, Secretaría de Energía. (2022). Reporte anual del potencial de mitigación de GEI del sector eléctrico.
- [21] Global Energy Review: CO2 Emissions in 2021. (2022). International Energy Agency. [iea](https://www.iea.org/)
- [22] Shi, X., Liu, H. & Riti, J.S. (2019). The role of energy mix and financial development in greenhouse gas (GHG) emissions' reduction: evidence from ten leading CO2 emitting countries. *Econ Polit* 36, 695–729. DOI: 10.1007/s40888-019-00159-3

- 
- [23] Kirchner, J. S., Berry, A., Ohnemüller, F., Schnetger, B., Erich, E., Brumsack, H.-J. and Lettmann K. A. (2020). *Environmental Science & Technology* 2020 54 (7), 4528-4535. DOI: 10.1021/acs.est.9b07009
- [24] Choi, S., Drese, J. H. & Jones, C. W. (2009). Adsorbent Materials for Carbon Dioxide Capture from Large Anthropogenic Point Sources. *ChemSusChem*, 2: 796-854. DOI: 10.1002/cssc.200900036
- [25] Douglas, A. & Costas T. (2005). Separation of CO<sub>2</sub> from Flue Gas: A Review. *Separation Science and Technology*, 40:1-3. pp. 321-348 DOI: 10.1081/SS-200042244
- [26] Abdul H. A., Shamma A., Mennatalah A. & Maitha A. (2021). Investigating algae for CO<sub>2</sub> capture and accumulation and simultaneous production of biomass for biodiesel production. *Science of The Total Environment*. Volume 759, 143529. ISSN 0048-9697. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2020.143529
- [27] Bhowan, A. S., Bromhal, G. & Barki, G. (2020). *CO<sub>2</sub> Capture and Sequestration*. In: Malhotra R. (ed.). *Fossil Energy*. Springer New York, NY. DOI: 10.1007/978-1-4939-9763-3
- [28] Wahab, Md A., Na, J., Masud, M. K., Hossain, Md A., Alothman, A. A. & Abdala, A. (2021). Nanoporous carbon nitride with a high content of inbuilt N site for the CO<sub>2</sub> capture. *Journal of Hazardous Materials*. Volume 408. 124843. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2020.124843
- [29] Kole, K., Das, S., Samanta, A. & Jana S. (2020). *Industrial & Engineering Chemistry Research* 2020 59 (49). pp. 21393-21402. DOI: 10.1021/acs.iecr.0c04531
- [30] Seader, J. D., Henley, E. J. & Roper, D. K. (2011). *Separation Process Principles. Chemical and Biochemical Operations*. 3ed ed. John Wiley & Sons, Inc.
- [31] Ralph T. Yang. (1987). *Gas Separation by Adsorption Processes*. Butterworth Publishers. DOI: 10.1016/C2013-0-04269-7

- 
- [32] Suzuki, M. (1990). Adsorption Engineering. Kodansha LTD. Tokyo, Japan.
- [33] Ruthven, D. M. (1984). Principles of Adsorption and Adsorption Processes. John Wiley & Sons, Inc. DOI: 10.1002/aic.690310335
- [34] Mhemeed, A. H. (2018). A General Overview on the Adsorption. Indian Journal of Natural Sciences. Vol. 9. 16127-16131.
- [35] D. H. Everett. (1971). Manual of Symbols and Terminology for Physicochemical Quantities and Units. Appendix II: Definitions, Terminology and Symbols in Colloid and Surface Chemistry. International Union of Pure and Applied Chemistry, vol. 31, no. 4, 1972, pp. 577-638. DOI: 10.1351/pac197231040577
- [36] Nalwa, H. S. (2004). Encyclopedia Of Nanoscience And Nanotechnology. American Scientific Publishers. Vol 8. pp. 239–258. ISBN: 9781588830647.
- [37] Yang, R. T. (2003). Adsorbents: Fundamentals and Applications. John Wiley & Sons, Inc. ISBN: 9780471297413.
- [38] Ha, C.-H. & Park, S. S. (2019). Periodic Mesoporous Organosilicas, Preparation, Properties and Applications. Springer Singapore. DOI: 10.1007/978-981-13-2959-3
- [39] Kresge, C., Leonowicz, M., Roth, W., Vartuli, J. C. & Beck, J. S. (1992). Ordered mesoporous molecular sieves synthesized by a liquid-crystal template mechanism. Nature 359, 710–712. DOI: 10.1038/359710A0
- [40] Zhao, D., Feng, J., Huo, Q., Melosh, N., Fredrickson, G. H., Chmelka, B. F., & Stucky, G. D. (1998). Triblock copolymer syntheses of mesoporous silica with periodic 50 to 300 angstrom pores. Science, 279(5350), 548-552. DOI: 10.1126/science.279.5350.548
- [41] Qiao, Z.-A. & Huo, Q.-S. (2017). Chapter 15 - Synthetic Chemistry of the Inorganic Ordered Porous Materials. In: Ruren Xu, Yan Xu (eds.). Modern Inorganic Synthetic Chemistry (Second Edition). pp. 389-428. DOI: 10.1016/B978-0-444-63591-4.00015-X

- 
- [42] Zhao, L.-Y. & Zhang, W.-M. (2017). Recent progress in drug delivery of pluronic P123: pharmaceutical perspectives. *Journal of Drug Targeting*, 25:6- pp. 471-484- DOI:10.1080/1061186X.2017.1289538
- [43] Ruthstein, S., Schmidt, J., Kesselman, E., Talmon, Y. & Goldfarb, D. (2006). Resolving intermediate solution structures during the formation of mesoporous SBA-15. *J. Am. Chem. Soc.* 128, 3366–3374. DOI: 10.1021/ja0559911
- [44] Petar, P., Juayin, Y., Krassimira, Y., Müller, A. H. E. & Tsvetanov, C. B. (2008). Wormlike Morphology Formation and Stabilization of “Pluronic P123” Micelles by Solubilization of Pentaerythritol Tetraacrylate. *The Journal of Physical Chemistry B*, 8879 8883. Vol. 112. DOI: 10.1021/jp8008767
- [45] Yu J., Qiu H., Yin S., Wang H. & Li Y. (2021). Polymeric Drug Delivery System Based on Pluronics for Cancer Treatment. *Molecules* 26(12):3610. DOI: 10.3390/molecules26123610
- [46] Vaishali, D., Vishal, P. & Somnath, V. (2015). Mesoporous Silica: A Promising Scaffold for Delivery of Poorly Water Soluble Drugs.. *Inventi Rapid: Pharmaceutical Process Development*. 2015. 1-8.
- [47] Girish, C R. (2018). Various impregnation methods used for the surface modification of the adsorbent: A review. *International Journal of Engineering & Technology*. 7. 330-334.
- [48] Algaradah, M. (2021). Controlling the Shape, Pore Size and Surface Area of Prepared Mesoporous Silica Particles by Altering the Molar Concentration of Tetramethoxysilane. *American Journal of Analytical Chemistry*, 12, 446-457. DOI: 10.4236/ajac.2021.1211028
- [49] Rossini, A. J., Zagdoun, A., Lelli, M., Lesage, A., Copéret, C. & Emsley, C. (2013). Dynamic Nuclear Polarization Surface Enhanced NMR Spectroscopy. *Accounts of Chemical Research*, 1942 1951. Vol. 46. DOI: 10.1021/ar300322x

- 
- [50] Lynch, M. M. (2018). Enzyme Immobilisation on Mesoporous Silica, Inspired by Chaperonins. Doctoral Thesis (Ph.D). University College London. pp. 42
- [51] Ishikawa, K. (2017). 1.17 Bioactive Ceramics: Cements. In: Ducheyne, P. (ed.). *Comprehensive Biomaterials II*. Elsevier. pp. 368-391. DOI: 10.1016/B978-0-12-803581-8.10170-5
- [52] Strother, P. (2019). Manufacture of Portland Cement. In Hewlett, P. C. & Liska, M. (Eds.). *Lea's Chemistry of Cement and Concrete* (pp. 31-55). Elsevier Ltd. DOI: 10.1016/C2013-0-19325-7
- [53] Singh, N. B. (2020). Chapter 2: Properties of cement and concrete in presence of nanomaterials. In: Mohd, S. K., Phuong, N.-T., Tuan A. N. & Saeid, K. (Eds.). *Micro and Nano Technologies, Smart Nanoconcretes and Cement-Based Materials*. Elsevier. pp. 9-39. DOI: 10.1016/B978-0-12-817854-6.00002-7
- [54] European Committee for Standardization (CEN). Cement - Part 1: Composition, specifications and conformity criteria for common cements. EN 197-1.
- [55] Feitosa, V., Shahi, S., Fakhri, E., Yavari, H., Maleki Dizaj, S., Salatin, S. & Khezri, K. (2022). Portland Cement: An Overview as a Root Repair Material. *BioMed Research International*. pp. 2314-6133. DOI: 10.1155/2022/3314912
- [56] Edwin, A.R. Trout. (2019). The History of Calcareous Cements. In Hewlett, P. C. & Liska, M. (Eds.). *Lea's Chemistry of Cement and Concrete* (pp. 1-26). Elsevier Ltd. DOI: 10.1016/C2013-0-19325-7
- [57] Hall, C. Chapter 1: Fundamentals of Materials. (2009). In Forde, M. *ICE Manual of Construction Materials* (pp. 1-13). Institution of Civil Engineers. DOI: 10.1680/mocm.35973.0001
- [58] Raghav, M., Park, T., Yang, H.-M., Lee, S.-Y., Karthick, S., & Lee, H.-S. (2021). Review of the Effects of Supplementary Cementitious Materials and Chemical Additives on

- 
- the Physical, Mechanical and Durability Properties of Hydraulic Concrete. *Materials*, 14(23), 7270. MDPI AG. DOI: 10.3390/ma14237270
- [59] Ali, M., Abdullah, M. S. & Saad, S. A. (2015). Effect of Calcium Carbonate Replacement on Workability and Mechanical Strength of Portland Cement Concrete. *Trans Tech Publications Ltd.* pp. 1662-8985. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.1115.137
- [60] Wang, G. Y., Lu, L. C. & Wang, S. D. (2012). Effects of Shell and Calcium Carbonate on Properties of Portland Cement. *Advanced Materials Research*, *Trans Tech Publications Ltd.* pp. 1662-8985. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.450-451.495
- [61] Sanna, A., Uibu, M., Caramanna, G., Kuusik, R. and Maroto-Valer, M. M. (2014). A review of mineral carbonation technologies to sequester CO<sub>2</sub>. *Chem. Soc. Rev.*, 2014,43, 8049-8080. DOI: 10.1039/C4CS00035H
- [62] Abanades, J. C., Allam, R., Lackner, K. S., Meunier, F., Rubin, E., Sanchez, J. C., Karsumori, Y. and Zevenhoven, R. Chapter 7: Mineral carbonation and industrial uses of carbon dioxide. (2005). In: *IPCC Special Report on Carbon Dioxide Capture and Storage*. pp. 322-335. New York. Cambridge University Press.
- [63] Flodström, K. and Alfredsson, V. (2003). Influence of the block length of triblock copolymers on the formation of mesoporous silica. *Microporous and Mesoporous Materials* 59 167-176. DOI: 10.1016/S1387-1811(03)00308-1
- [64] Mellaerts, R., Jasper A.G. Jammaer, Van Speybroeck, M., Hong C., Van Humbeeck J., Augustijns P., Van Den Mooter G. and Martens J. A. (2008). Physical state of poorly water soluble therapeutic molecules loaded into SBA-15 ordered mesoporous silica carriers: A case study with itraconazole and ibuprofen. *Langmuir* Vol. 24. pp. 8651-8659. DOI: 10.1021/la801161g
- [65] Sing, K. (1985). Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (Recommendations 1984). *Pure and Applied Chemistry*, 57(4), 603-619. DOI: 10.1351/pac198557040603

- 
- [66] Z., Luan, E. M., Maes, P. A. W., Van der Heide, D., Zhao, R. S., Czernuszewicz & L. Kevan. (1999). Incorporation of Titanium into Mesoporous Silica Molecular Sieve SBA-15. *Chemistry of Materials*, 11, 3680. DOI: 10.1021/cm9905141
- [67] A. Tuel, L.G. Hubert-Pfalzgraf. (2003). Nanometric monodispersed titanium oxide particles on mesoporous silica: synthesis, characterization, and catalytic activity in oxidation reactions in the liquid phase. *Journal of Catalysis*, Vol. 217(2). DOI: 10.1016/S0021-9517(03)00078-2
- [68] Liou, T.-H., Chen, G.-W. and Yang, S. (2022). Preparation of Amino-Functionalized Mesoporous SBA-15 Nanoparticles and the Improved Adsorption of Tannic Acid in Wastewater. *Nanomaterials*, 12(5), 791. MDPI AG. DOI: 10.3390/nano12050791
- [69] Wang, J., Shao, X., Tian, G. and Bao, W. (2018). Preparation, characterization and excellent catalytic activity of Cu/SBA-15 nanomaterials. *J Porous Mater* 25, 207–214. DOI: 10.1007/s10934-017-0434-x
- [70] Liou, T.-H. (2004). Preparation and characterization of nano-structured silica from rice husk. *Materials Science and Engineering: A*, Volume 364, Issues 1–2. pp. 313-323. DOI: 10.1016/j.msea.2003.08.045.
- [71] Goscińska J., Olejnik A. and Nowak I. (2017). APTES-functionalized mesoporous silica as a vehicle for antipyrine – adsorption and release studies. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. Vol 533. pp. 187-196. DOI: 10.1016/j.colsurfa.2017.07.043

Las figuras 2, 3, 4, 5, 6 y 7 fueron de elaboración propia utilizando recursos de BioRender.com, así como el software Inkscape y Krita.