

Síntesis de óxidos de aluminio de alta área superficial y porosidad empleando un medio acuoso y carbohidratos como plantantes

Ángela Sifontes¹, Gabriela Fragachán¹, José Calderón¹, Marta Mediavilla¹,
Roger Solano², Joaquín L. Brito³ y Luis Melo^{1,3,*}

¹Facultad de Ingeniería, Universidad Central de Venezuela, Los Chaguaramos,
P.O. Box 48.057, Caracas 1041-A, Venezuela.

²Instituto de Superficies y Catálisis "Prof. Eduardo Choren", Facultad de Ingeniería,
Universidad del Zulia, P.O. Box 15.251. Maracaibo, Venezuela.

³Centro de Química, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas IVIC, P.O. Box 20632,
Caracas 1020-A,

Recibido: 21-09-09 Aceptado 11-12-09

Resumen

Se presenta un estudio sobre la preparación de alúminas porosas utilizando un medio acuoso y como agentes orientadores de la estructura diferentes tipos de carbohidratos (glucosa, lactosa y almidón), las cuales son sustancias de bajo costo y de alta disponibilidad comercial. El tratamiento de secado de la mezcla se realizó a una temperatura de 388 K y la calcinación se efectuó a 873 K, lo que permitió sintetizar la fase gamma de las alúminas. Los productos obtenidos presentan características texturales interesantes para su potencial aplicación en catálisis heterogénea y fenómenos de adsorción: áreas superficiales (método BET) alrededor de 300 m²/g, volumen total de poros del orden de 0,40 cm³/g y estrechas distribuciones de tamaños de poro (método BJH), los cuales están alrededor de 6,5 nm. Los sólidos obtenidos fueron caracterizados mediante varias técnicas, tales como fisisorción de N₂, DRX, MEB, IRFT, ello permitió demostrar que dependiendo del agente templante utilizado, se obtienen materiales con diferentes propiedades texturales, lo que pudiera deberse a la manera como interactúan el agente orientador y las especies de aluminio.

Palabras clave: templante, óxidos de aluminio, carbohidratos.

Synthesis of Al-oxides with high surface area and porosity employing carbohydrates as templates agents into aqueous medium

Abstract

A study on the preparation of porous alumina in aqueous medium using different types of carbohydrates (glucose, lactose and starch), as directing structure agent which are of low cost and of high availability. The drying treatment of the mixture was performed at 388 K and the calcination is carried out at 873 K, which allowed to synthesize the gamma phase of alumina. The obtained porous aluminas show textural characteristics appropriate for their application

* Autor para la correspondencia: meloher@gmail.com

in heterogeneous catalysis and adsorption: surface area (BET method) around $300 \text{ m}^2/\text{g}$, total pore volume of the order of $0.40 \text{ cm}^3/\text{g}$ and narrow pore size distributions (BJH method), which are about 6.5 nm. The solids were characterized by several techniques, such as N_2 physisorption, XRD, SEM, FTIR. It was found depending on the template agent used, the materials with different textural properties, which may be due to the interaction between template agent and aluminum species.

Key words: template agent, aluminum oxides, carbohydrates.

Introducción

Los óxidos metálicos, particularmente los óxidos de aluminio y entre éstos la γ -alúmina, son materiales con una amplia variedad de aplicaciones, no sólo como soportes catalíticos sino también como catalizadores y como adsorbentes (1). Las propiedades catalíticas de las alúminas dependen extensivamente de su estructura cristalina y propiedades texturales (área superficial, volumen y distribución de tamaño de poro) (2). Frecuentemente se ha mencionado, que las alúminas sintetizadas por métodos distintos pueden presentar diferencias en sus propiedades superficiales, aunque la estructura cristalina obtenida sea la misma. Estas diferencias pueden ser parcialmente explicadas por el hecho de que distintos métodos de síntesis pueden dar lugar a sólidos con diferentes grados de hidratación (1-5).

Recientemente la síntesis de alúminas por el método sol-gel a partir de los alcóxidos de aluminio, se ha desarrollado con fines preparativos de óxidos simples y mixtos, señalándose como una técnica que permite mejorar el control de las propiedades texturales de estos materiales. En particular, se logran obtener sólidos con áreas superficiales altas, atributo importante en materiales para aplicaciones catalíticas y como adsorbentes (1-3).

Debido a que los métodos de síntesis que permiten la formación de una fase sólida en el seno de una solución acuosa son los de mayor aplicabilidad industrial (4), ha sido de interés y motivo de estudio para varios investigadores la preparación de las

alúminas de transición mediante un tratamiento hidrotérmico empleando surfactantes como agentes directores de la estructura. Sin embargo, este método de síntesis ha presentado como principal inconveniente la rápida hidrólisis de los precursores de aluminio en el medio acuoso, los cuales tienden a formar lamelas de hidróxidos hidratados en presencia de las moléculas de surfactantes (5, 6). Evitar la formación de alúminas laminares constituye un desafío en la química de preparación de alúminas de transición de alta área superficial, particularmente las alúminas mesoporosas (7-9). Tal tendencia se manifiesta aún más, cuando se utilizan las metodologías preparativas convencionales, probablemente debido a la estabilización en el curso del proceso de partículas anisótropas, que son precursoras de fases análogas a la boehmita (11-13).

El proceso de obtención de la alúmina mediante el uso del alcóxido de aluminio, implica la hidrólisis del precursor, produciendo mono- o tri-hidróxidos de aluminio (13-14). Una boehmita poco cristalina ('pseudoboehmita') puede ser obtenida después de pocas horas de envejecimiento del precipitado. La fase boehmita solamente puede formarse si la temperatura de la reacción de hidrólisis excede los 350 K o mediante el "envejecimiento" (maduración) de un precipitado inicialmente amorfo (14). Cuando los alcóxidos de aluminio son hidrolizados con agua caliente se puede formar un monohidróxido cristalino estable. No obstante, cuando la hidrólisis se lleva a cabo en agua fría el monohidroxido resultante es mayormente amorfo y se convierte eventualmente en el trihidróxido bayerita, $\text{Al}(\text{OH})_3$.

En general, la síntesis de alúminas de transición en medio acuoso implica un proceso de varios pasos, entre los cuales se requiere la transformación del alcóxido de aluminio a un hidróxido de aluminio, $\text{Al}(\text{OH})_3$, seguido por la deshidratación de la superficie para formar un intermediario oxo-hidróxido de aluminio, $\text{AlO}(\text{OH})$ (boehmita), el cual puede constituir el precursor en el medio de síntesis (4-8, 14).

Recientemente han sido empleados los ácidos hidro-carboxílicos (HCA), tales como el láctico (monocarboxílico), málico y tartárico (dicarboxílicos) y el cítrico (tricarboxílico), en la preparación de alúminas de tipo mesoporosas, tratando de lograr una ruta de síntesis diferente, en ausencia de los surfactantes, como agentes directores de estructura (15). Los ácidos hidro-carboxílicos, son moléculas pequeñas y no pueden formar estructuras micelares, pero sí pudieran tener interacción con el hidróxido metálico (boehmita) y coordinarse a él de manera similar a la formación de los complejos de los iones de aluminio en solución, tal y como se esquematiza en la ecuación 1, (donde L denota el ion del HCA) (15-17).



El hidróxido de aluminio presente en el medio de síntesis, pudiera interactuar con el solvente para formar un derivado en el cual las moléculas de solvente sean incorporadas a través de enlaces covalentes, dando como productos enlaces Al-O-C. Estas reacciones pueden ser atribuidas al efecto quelante del par de electrones solitarios del oxígeno de la molécula del ácido y al decrecimiento en la actividad del agua debido a la solvatación producida por las moléculas de solvente altamente hidrofílicas (15-19). En ese sentido, pudieran presentarse interacciones como las siguientes:

- Los grupos hidroxilo (-OH) con átomos de oxígeno con carga parcialmente negativa, pudieran interactuar con los grupos aluminol protonados $\text{AlOH}_2^{\delta+}$

de la superficie de la boehmita por fuerzas electrostáticas.

- Los átomos de oxígeno con carga parcialmente negativa, pudieran establecer puentes de hidrógeno con los grupos $\text{AlOH}^{\delta-}$ sobre la superficie del hidróxido de aluminio, adsorbiéndose.

Por otra parte, en los últimos años se ha demostrado que la glucosa puede usarse como agente templante, en la formación de materiales de sílice, tanto mesoporosos como amorfos. De este modo, Xu *et al.* extendieron esta metodología a los sistemas de alúminas, logrando obtener alúminas mesoporosas y amorfas de alta área superficial, con estrecha distribución de tamaño de poro y excelente estabilidad térmica (1). El método de síntesis descrito por Xu *et al.* (1) en la preparación de alúminas porosas presenta la novedad del empleo combinado de la glucosa como agente director estructural y un medio acuoso, utilizando una ruta de síntesis sencilla y poco contaminante, dada la ausencia de surfactantes en el proceso. En este sentido, se plantea la síntesis de alúminas de transición de alta área superficial y elevada porosidad, efectuando algunas modificaciones al método propuesto por Xu *et al.*, para lo cual se evaluó el efecto que presenta el tipo de carbohidrato utilizado (monosacáridos, disacáridos y polisacáridos) sobre las propiedades texturales de las alúminas sintetizadas.

Se empleó un calentamiento con microondas como un tratamiento de secado adicional. Los materiales sintetizados fueron caracterizados mediante las siguientes técnicas: difracción de rayos-X, fisisorción de nitrógeno, espectroscopía infrarroja y microscopía electrónica de barrido, con lo cual se puede demostrar que se obtienen γ -alúminas que presentan una alta área superficial y porosidad elevadas.

Experimental

Las alúminas fueron sintetizadas mediante el método establecido por Xu *et al.* (1),

con algunas modificaciones. En este sentido se preparó una suspensión en la que se mezclaron la fuente de aluminio (isopropóxido de aluminio), el carbohidrato y agua a temperatura ambiente. La relación molar de Al^{+3} :carbohidrato: H_2O , fue de 1:1:75. para los casos de los carbohidratos monosacárido (glucosa) o disacárido (lactosa). Para el caso del polisacárido (almidón), se emplearon 0,2 moles de isopropóxido de aluminio y 1 gramo de almidón en 75 mL de agua. Las suspensiones fueron sometidas a agitación continua durante 45 minutos. El pH fue ajustado a un valor de 5, agregando gota a gota una solución de ácido nítrico diluido al 10% v/v (1). La suspensión se dejó madurar por un período de 5 h, y se decantó el sólido el cual se llevó a tratamiento de secado en estufa por un lapso de 18 h a 353 K y 2 h a 388 K. Posteriormente el sólido fue colocado en un microondas, para continuar con el proceso de secado, a una potencia de 465 vatios por un tiempo de 2 min. El sólido seco fue calcinado en aire estático con una mufla durante 9 h a 873 K.

Los sólidos obtenidos fueron caracterizados mediante difracción de rayos-X (DRX) en un equipo Siemens modelo D-5000 empleando radiación $\text{CuK}\alpha$, en el rango 2θ entre 5° y 80° a fin de examinar su estructura cristalina. La medida del área superficial es-

pecífica (ASE) fue efectuada a partir de la isoterma de fisisorción de nitrógeno en un equipo Micromeritics ASAP 2000, empleando el método de BET. El método BJH fue utilizado para calcular la distribución de tamaños de poro.

Las observaciones mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) fueron realizadas en un instrumento Hitachi-H2400.

Los sólidos secados a 388 K fueron caracterizados por espectroscopía infrarroja empleando un espectrómetro de Infrarrojo con Transformada de Fourier marca Perkin Elmer, modelo 1605, con un rango de barrido entre 4000 y 400 cm^{-1} . Para efectuar este análisis se hicieron mezclas de KBr anhidro con contenidos de 1% de la muestra de interés, con estas mezclas se prepararon pastillas de aproximadamente 1 cm. de diámetro utilizando una prensa a 5 toneladas durante 2 minutos, el proceso se realizó bajo vacío mediante una bomba rotatoria con la finalidad de minimizar la humedad.

Resultados y discusión

1.- Estudios de difracción de rayos-X

Se realizó un estudio de DRX para identificar los sólidos obtenidos. La figura 1 presenta los difractogramas para las dife-

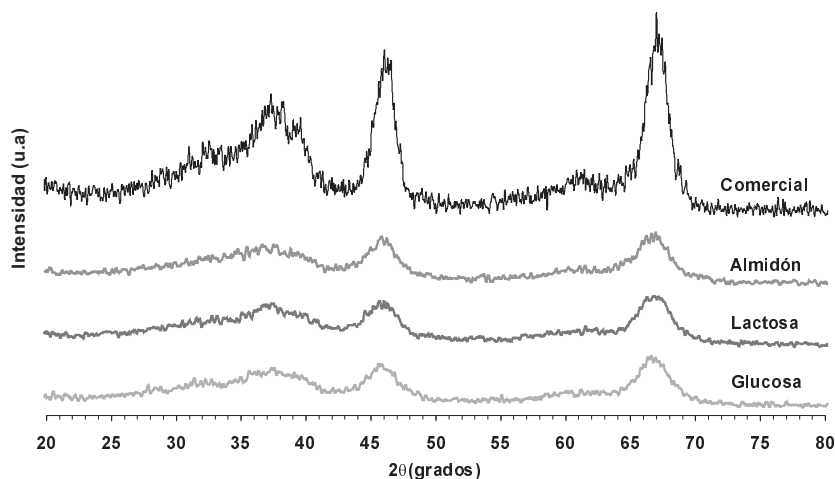


Figura 1. Difractograma de los sólidos sintetizados a partir de los diferentes agentes templantes y la alúmina comercial.

rentes muestras sintetizadas y para una γ -alúmina comercial

Como puede apreciarse en dicha figura, se observan las señales características correspondientes al óxido de aluminio, dado que todas las alúminas preparadas con los diferentes carbohidratos exhiben reflexiones a 2θ de 38° , 45° y 67° , los cuales corresponden a los planos d_{311} , d_{400} , d_{440} de la fase gamma (1).

Las menores intensidades de los picos en los difractogramas de las alúminas sintetizadas respecto a la alúmina comercial,

pueden ser atribuidas a diferencias en el tamaño de los cristales y/o la baja cristalinidad de los sólidos preparados, ya que todas las medidas se realizaron en condiciones experimentales similares.

2. Fisisorción de nitrógeno

Se realizó un estudio de adsorción física de nitrógeno a los sólidos sintetizados, con el objetivo de evaluar el efecto de la variación del agente templante en las propiedades texturales de las γ -alúminas preparadas. En la figura 2 se muestran las isotermas de adsorción y desorción de nitrógeno

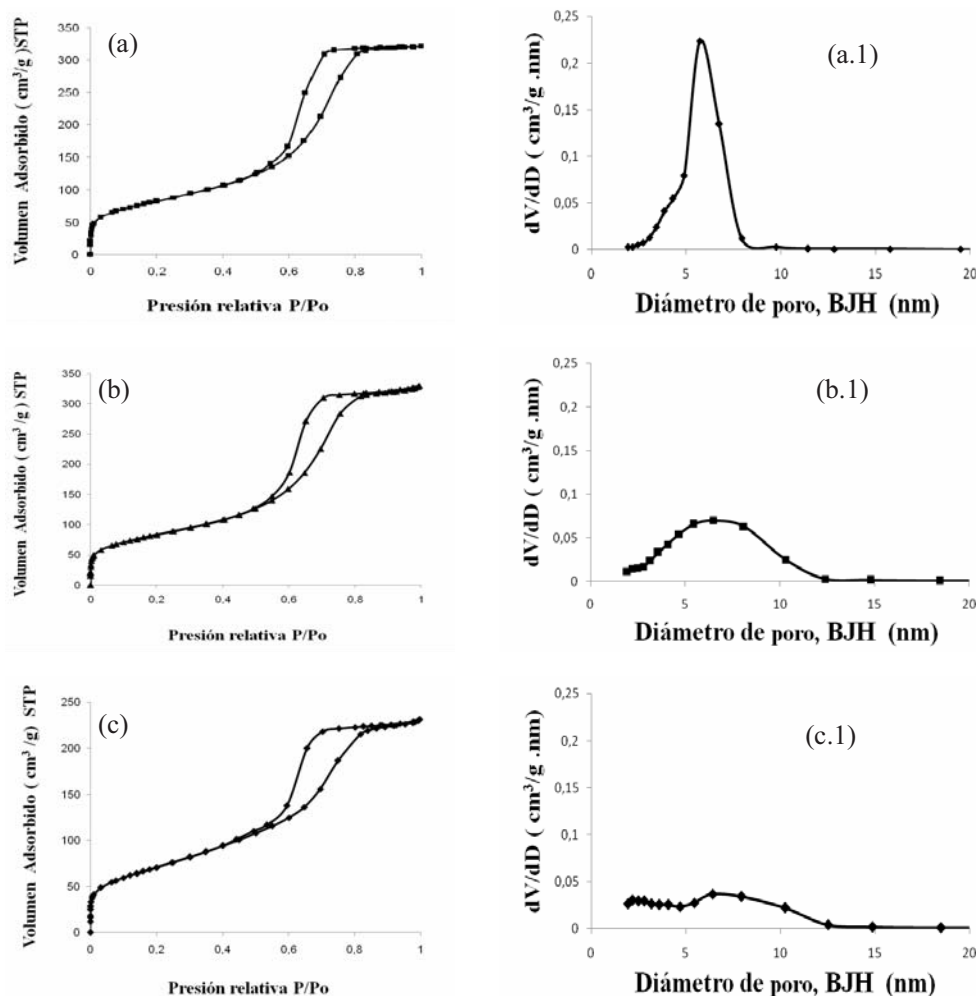


Figura 2. Isotermas de adsorción (a, b, c) y distribuciones de tamaño de poro (a.1, b.1, c.1) para las alúminas sintetizadas con glucosa, lactosa y almidón, respectivamente.

así como las distribuciones de tamaño de poros que presentan los sólidos obtenidos.

Como se puede observar en la figura 2, todas las isotermas de adsorción y desorción presentaron comportamientos similares, semejantes a una isoterma tipo IV (clasificación IUPAC) (1,14-17,20), correspondiente a sólidos mesoporosos, apreciándose adicionalmente en todos los casos una histéresis tipo H2, lo que sugiere la presencia de una estructura de poros con canales interconectados.

En cuanto a la distribución y tamaño de los poros, en la figura 2 (a.1, b.1 y c.1) se observa que las muestras sintetizadas con glucosa y lactosa presentan distribuciones unimodales, siendo la de la muestra sintetizada con glucosa de rango más estrecho, lo que posiblemente es atribuible a la interacción de un solo tipo de molécula del agente orientador con los átomos de aluminio en el medio de síntesis. Por el contrario el sólido obtenido con el almidón presenta una distribución de tamaño de poro bimodal, amplia y achatada, lo que podría deberse a la presencia de diferentes moléculas del agente orientador, tales como monosacáridos, disacáridos, polisacáridos y/o al efecto de mesoporos generados por los espacios *inter-partícula* altamente irregulares. Este tipo de mesoporos se genera por el ensamblaje libre de las partículas sólidas, y tiende a desaparecer cuando el material es sometido a cargas externas, como por ejemplo en los procesos de pastillado para uso en catálisis heterogénea (21).

Los valores promedios de los diámetros de poro obtenidos para las muestras sinteti-

zadas con los diferentes agentes templantes están alrededor de 6,5 nm, tal y como puede apreciarse en la figura 2 (a.1, b.1 y c.1). Igualmente se determinaron las áreas superficiales específicas de estos sólidos mediante los métodos BET y t-plot (tabla 1), los parámetros texturales fueron calculados por el método t-plot (14, 20), empleando como material de referencia para el análisis de las isotermas el sólido comercial Degussa Aluminumoxid C (14).

Como puede observarse en la tabla 1, los sólidos analizados presentan áreas externas pequeñas comparadas con el área total obtenida por los métodos BET y t-plot, lo que sugiere que estos materiales poseen una elevada porosidad, resultado que está en completa concordancia con lo reportado en la bibliografía por Prokešová-Fojtíková *et al.* (22).

En cuanto al volumen total de poros, los datos no muestran una tendencia claramente definida cuando se correlacionan con el tipo de carbohidrato empleado, lo que probablemente se debe a que la técnica usada para medir dicha variable incluye tanto los poros intra-partículas como los poros extra o inter-partículas presentes en el sólido.

Por otra parte, el volumen de poro estructural fue calculado a partir de la isoterma de adsorción a presiones relativas P/Po igual a 0,6 y el volumen de poro textural fue calculado de la diferencia entre el volumen de poro total y el volumen de poro estructural (21), la relación entre ambos parámetros es mostrada en la tabla 2 observándose ligeras diferencias.

Tabla 1

Propiedades texturales de las muestras de γ -alúmina sintetizadas con los diferentes templantes

γ -Al ₂ O ₃	S _{BET} (m ² /g)	S _{Tot} (m ² /g)	V _{mi} (cm ³ /g)	V _{por} (cm ³ /g)	S _{ex} (m ² /g)	S _{meso} (m ² /g)	V _{meso} (cm ³ /g)	D _{BJH} (cm ³ /g)
Glucosa	291	280	0,0046	0,48	28	252	0,47	6,5
Lactosa	294	277	0,0052	0,51	28	249	0,50	6,5
Almidón	248	235	0,0027	0,36	21	227	0,36	6,4

Tabla 2
Porosidades de las alúminas sintetizadas

γ -Al ₂ O ₃	V _{TOTAL} (cm ³ /g)	V _{EST} (cm ³ /g)	V _{TEX} (cm ³ /g)	V _{TX} /V _E (cm ³ /g)
Glucosa	0,48	0,24	0,24	1,0
Lactosa	0,51	0,24	0,27	1,1
Almidón	0,36	0,19	0,17	0,9

Puede apreciarse en general que según los resultados de las tablas 1 y 2 no se vislumbran diferencias significativas en las propiedades texturales de las alúminas sintetizadas con los monosacáridos y disacáridos como agentes orientadores. Pero por el contrario si existen con los sólidos obtenidos con el polisacárido. Esto podría atribuirse a la estructura compleja del polisacárido y al proceso de hidrólisis que ocurre posteriormente sobre éste, generando moléculas de monosacáridos, disacáridos, etc., las cuales sin duda contribuyen en la génesis del sólido sintetizado.

La característica química principal de los hidratos de carbono es la presencia de un grupo funcional de tipo carbonilo (aldehído o cetona) y de varios grupos hidroxilo. En particular, las aldosas pueden ser oxidadas en medio ácido diluido (medio de síntesis) para formar derivados de ácidos carboxílicos. Se ha demostrado (23), que estas moléculas orgánicas, las cuales tienen grupos funcionales -OH, pueden coordinarse con los átomos de aluminio de la superficie del óxido metálico, lo cual ocurre por sustitución de las moléculas de agua, formando un complejo átomo de aluminio-monosacárido (23). En el caso del procedimiento propuesto en este trabajo, es muy posible que se estén formando ácidos carboxílicos en el medio de síntesis y fuese esa sustancia la que estaría actuando como el agente director de la estructura (15).

Las sustancias usadas como agentes orientadores (glucosa, lactosa y almidón), tienen similitudes entre sí; pero igualmente presentan grandes diferencias: la glucosa,

por ser la unidad estructural de todos los carbohidratos no experimenta hidrólisis, a diferencia de ello la molécula de lactosa por su condición de disacárido, al hidrolizarse en medio ácido puede generar una molécula de glucosa y una de galactosa (24). Finalmente el almidón es un polisacárido con una estructura más compleja que los dos carbohidratos anteriores. En este caso es importante considerar que la descomposición del polisacárido, va acompañada de cambios irreversibles en propiedades tales como: absorción de agua, hinchazón del grano, fusión de la parte cristalina, aumento en la viscosidad y la solubilidad del gránulo (24, 25), ello comienza con un proceso de gelatinización seguido por reacciones de hidrólisis, lo que conlleva a que el gránulo de almidón se degrade en unidades moleculares más sencillas como monosacáridos, disacáridos, etc., las cuales son sin duda necesarias para formar el complejo que contribuiría a la génesis del sólido, ello pudiera explicar la menor área superficial específica y la distribución de poros obtenida en la alúmina sintetizada con almidón como agente templante.

3. Espectroscopía infrarroja

Se efectuó un análisis por IRFT a los diferentes agentes templantes utilizados, a las muestras sintetizadas y secadas a 388 K, y a las alúminas calcinadas a 873 K, todo ello con la finalidad de observar las interacciones del carbohidrato o sus derivados formados con los átomos de aluminio presentes en el medio de síntesis. Los espectros de infrarrojo de los agentes templantes empleados (glucosa, lactosa y almidón) y los sólidos sin-

tetizados sin calcinar, son presentados en las figuras 3 y 4.

En el espectro presentado en la figura 4 se aprecian bandas de absorción alrededor de 1660 cm^{-1} y entre $1420\text{-}1440\text{ cm}^{-1}$ (26,27), las cuales son asignadas a los modos vibracionales de tensión de grupos carboxilatos (COO^-) que posiblemente fueron generados en el medio de síntesis (glucosa en medio ácido) y se enlazaron con los átomos de aluminio presentes en la superficie de la boehmita formada como intermediario a partir del alcóxido de aluminio (15, 26-27).

Las bandas observadas en los carbohidratos (figura 3), correspondientes a la región de $1160\text{-}900\text{ cm}^{-1}$ son asignadas a los modos vibracionales de tensión de los grupos (C-O), (C-C). Estas señales muestran alteración en los espectros IR de las muestras sintetizadas (figura 4); disminuyendo en intensidad para aquellos sólidos preparados con glucosa y almidón. No obstante, la muestra sintetizada con lactosa muestra una banda en 1076 cm^{-1} de fuerte intensidad (15, 26, 18). Estas bandas pueden estar superpuestas con la absorción correspondiente a las vibraciones de flexión de grupos hidroxilos desprotonados (15, 26, 18).

Las bandas a 900 cm^{-1} observadas en la figura 3, son debidas a los modos de vibración de flexión de los grupos $\delta(\text{C-C-H})$ y $\delta(\text{C-H})$ y a los modos de tensión $\nu(\text{C-C})$ y $\nu(\text{C-O})$. Las mismas son observadas a 860 cm^{-1} en los espectros de los sólidos sintetizados y muestran un decrecimiento en intensidad. En la Figura 4 se observan las bandas restantes de esta región a 560 cm^{-1} , las cuales son asignadas a las vibraciones de tensión $\nu(\text{Al-O})$ (15,18).

En la Figura 5 pueden observarse los espectros de los diferentes sólidos sintetizados y calcinados a 873 K .

Se evidencia que todos los espectros muestran esencialmente lo mismo no pudiendo apreciarse diferencias esenciales entre ellos, a no ser las intensidades de las

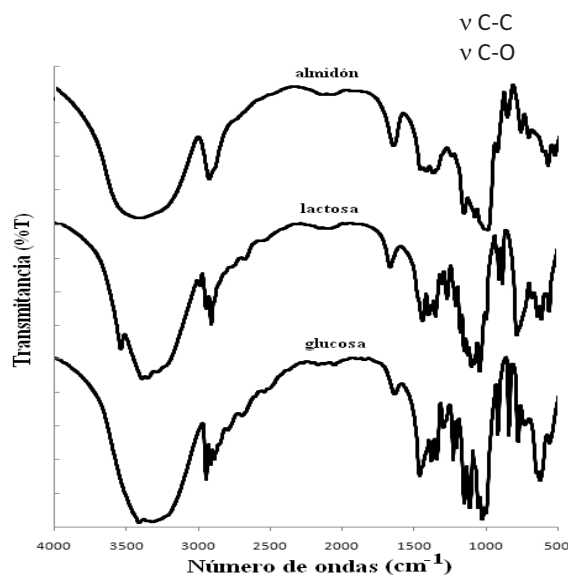


Figura 3. Espectro IR de los agentes templantes (glucosa, lactosa, almidón) empleados en la síntesis.

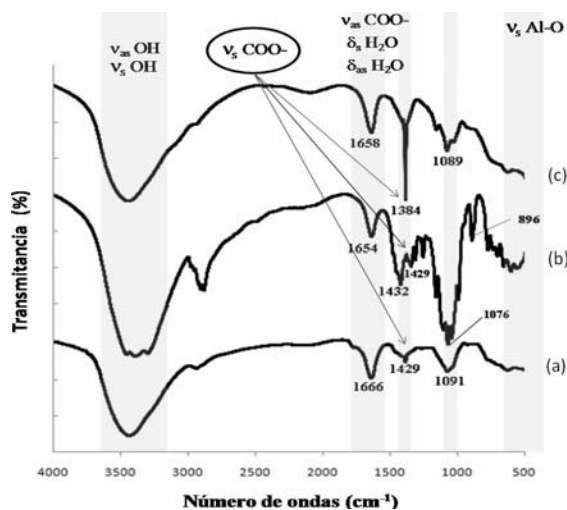


Figura 4. Espectro IR de las muestras secadas a 388 K , sintetizadas con a) glucosa b) lactosa c) almidón.

bandas ubicadas alrededor de 3447 y 1640 cm^{-1} .

Los sólidos presentan picos entre las regiones 500 y 750 cm^{-1} correspondientes a los modos de tensión de los grupos Al-O, y las ubicadas entre 890 y 800 cm^{-1} , las cua-

les son atribuidas a las vibraciones de tensión de los grupos aluminio-oxígeno de coordinación tetraédrica. Estas bandas de absorción, anteriormente mencionadas son características de los óxidos de aluminio. Adicionalmente, las señales a 3447 y 1640 cm^{-1} son indicativas de la presencia de humedad en la muestras, lo que sin duda está en concordancia con la naturaleza hidrofílica de los sólidos sintetizados.

4. Microscopía electrónica de barrido

En las figuras 6 a 8 se presentan las micrografías (MEB) de las γ -alúminas preparadas con los diferentes carbohidratos. En ellas puede observarse que los granos de los

sólidos obtenidos presentan morfología heterométrica e irregular. El sólido preparado utilizando glucosa (figura 6) como agente orientador tiende a formar granos con tamaños entre 200 y 300 μm .

Por el contrario, la alúmina sintetizada con agente templante lactosa dio como resultado granos con diámetros entre 20 y 150 μm (figura 7). Finalmente observamos, que la alúmina sintetizada empleando almidón como agente templante conduce a la obtención de sólidos de baja cristalinidad, compuestos de aglomerados de partículas con tamaños de grano mayor a los 200 μm . Estos resultados se encuentra en concordancia con lo observado en los estudios de

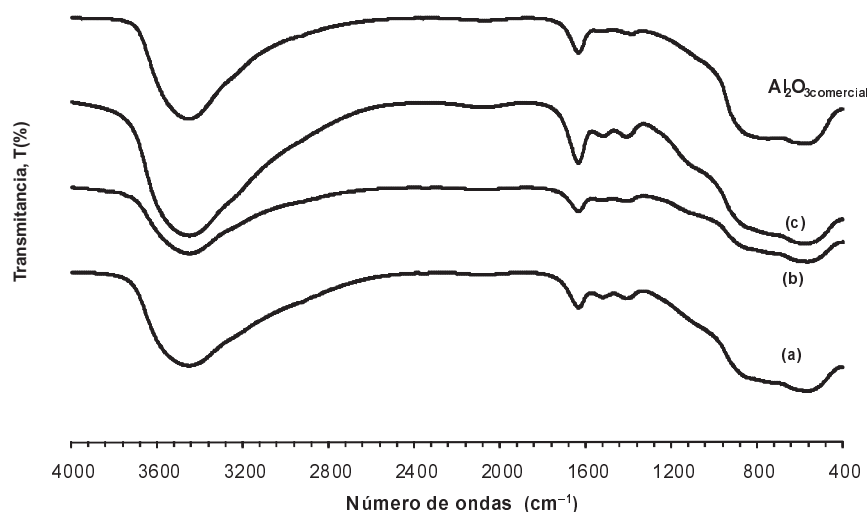


Figura 5. Espectro IR de las alúminas calcinadas a 873 K, sintetizadas con a) glucosa b) lactosa c) almidón.

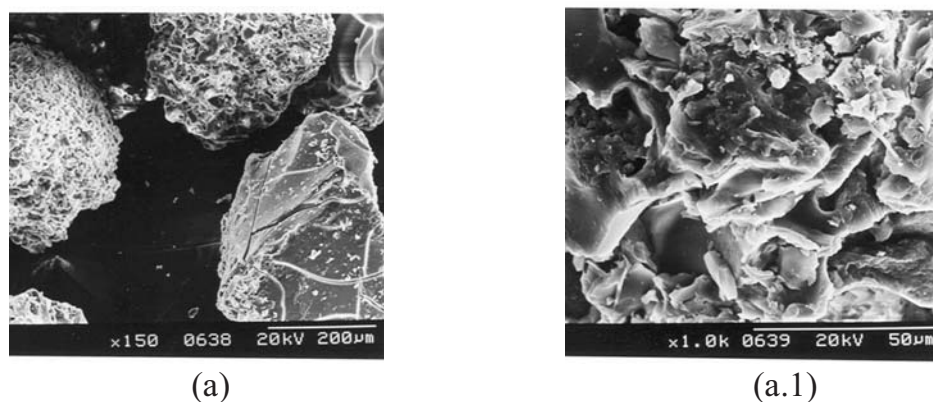


Figura 6. Micrografías (MEB) de las alúminas sintetizadas con el templante glucosa (a, a.1).

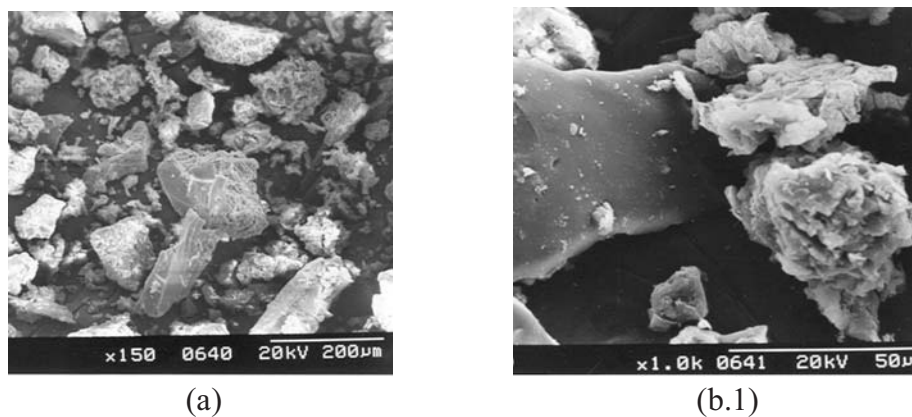


Figura 7. Micrografías (MEB) de las alúminas sintetizadas con el templante lactosa (b, b.1).

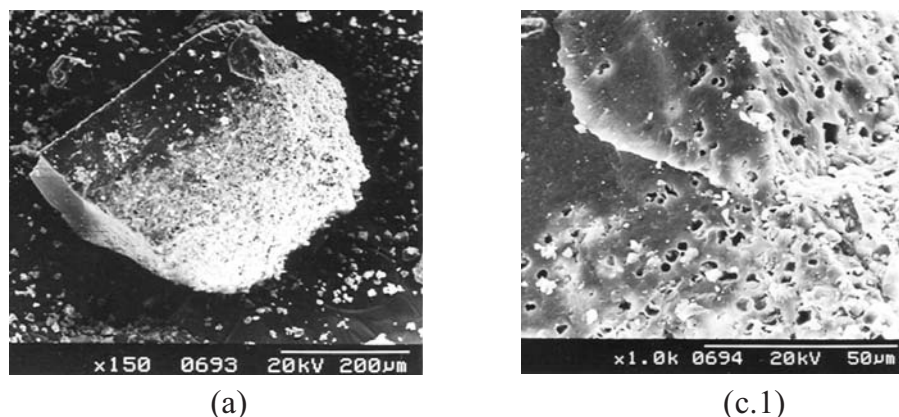


Figura 8. Micrografías (MEB) de las alúminas sintetizadas con el templante almidón (c, c.1).

fisorción de nitrógeno, correspondiendo el área superficial específica más baja a las alúminas sintetizadas empleando almidón como agente templante.

Conclusiones

La técnica de DRX permitió identificar los sólidos sintetizados y su fase cristalina como gamma alúmina. Adicionalmente, con la información presentada, puede decirse que el empleo de los diferentes carbohidratos como agente templante no afecta el producto final de la síntesis, ya que en todos los casos se logró obtener γ -alúminas.

La estructura del agente templante parece afectar las propiedades texturales de los sólidos sintetizados debido a las posibles

diferencias en los complejos formados entre el ácido carboxílico-átomo de aluminio en el medio de síntesis.

Los materiales obtenidos poseen altas áreas superficiales (alrededor de los 290 m^2/g) y tamaños de poro uniformes, sobre todo cuando el agente orientador es la glucosa. Los sólidos preparados con los agentes orientadores glucosa y lactosa, resultaron ser los de mayor área superficial específica.

Agradecimientos

Los autores agradecen al proyecto CDCH-UCV (PG-08-00-6075-2005) por el soporte financiero prestado durante la realización de este trabajo.

Referencias bibliográficas

1. XU B., XIAO T., YAN Z., SUN X., SLOAN J. GONZÁLEZ-CORTÉS S., ALSHAHRANI F., GREEN M.L.H. *Microp Mesop Mater* 91: 293-295. 2006.
2. NIESZ K., YANG P., SOMORJAI G. A. *Chem Commun* 15: 1986-1987. 2005.
3. KIM Y., KIM C., KIM P., YI J. *Journal of Non-Crystalline Solids* 351: 550-556. 2005.
4. www.wipo.int/pctdb/en/wo.jsp?IA=ES 20010001122. Fecha de consulta: 25-04-2009.
5. BRINKER C., SCHERER G. *Sol Gel Science: The physics and chemistry of sol-gel processing*. Academic Press, New York (USA) 108. 1990.
6. MÁRQUEZ C., GONZÁLEZ V., DÍAZ I., GRANDE M., BLASCO T., PÉREZ J. *Microp Mesop Mater* 80: 173-182. 2006.
7. TANNENBAUM R. *Materials Research Bulletin* 40:1506-1512. 2005.
8. LEE H.C., KIM, H.J., RHEE C.H, LEE, K.H., LEE J.S., CHUNG H. *Microp Mesop Mater* 79: 61-68. 2005.
9. INOUE M., KONDO Y., INUI T. *Inorg Chem* 27: 215. 1988
10. LIVAGE J., HENRY M., SANCHEZ C. *Prog Solid St Chem* 18: 2591. 1988.
11. YOLDAS B.E. *Am Ceram Soc Bull* 3(54/90):289-290. 1975.
12. YOLDAS B.E. *Am Ceram Soc Bull* 3(54/88): 286-289. 1975.
13. YOLDAS B.E. *J Mater Sci* 10:1856-1860. 1975.
14. MONTES C., GONZÁLEZ L.M., SANTA-MARÍA D.C. Efectos de las microondas en las propiedades texturales de las alúminas sol-gel. *Anais do XX SICAT-Simpósio Ibero Americano de Catálise*. 1-8.8 Gramados (Brasil). 2006.
15. LIU Q., WANG A., WANG X., ZHANG T. *Microp Mesop Mater* 92:10-21. 2006.
16. HIDBER P.C., GRAULE T.J., GAUCKLER L.J. *J AmCeram Soc* 79: 1857-1867. 1996.
17. ZHANG L., RAGHAVAN S., MEIKLE S., HUDSON G. *J Electrochem Soc* 146: 1442-1447. 1999.
18. TONKOVIC M., BILINSKI H. *Polyhedron* 14(8): 1025-1030. 1995.
19. SCHILLING C.H., SIKORA M., TOMASIK P., LI C., GARCÍA V. *J Eur Cer Soc* 22: 916-921. 2002.
20. GREGG S.J., SING K.S.W. *Adsorption, Surface Area and Porosity*. Academic Press. London (England). 1991.
21. TANEV P.T., PINNAVAIA, T.J. *Chem Mater* 8: 2068-2079. 1996.
22. PROKEŠOVÁ-FOJTÍKOVÁ P., MINTOVA S., ČEJKA J., ILKOVÁ N., ZUKAL A. *Microp Mesop Mater* 92:154-160. 2006.
23. KIELY DONALD E. *Nitric acid removal from oxidation products*. United States Patent 6049004. 2000.
24. STANEK M., CERNEY J., KOCOUREK J., PACAK J. *The Monosaccharides*. Academic Press. New York (USA). 744 pp. 1963.
25. RODRÍGUEZ P., SAN MARTÍN M. E., GONZÁLEZ DE LA CRUZA. G. *Superficies y Vacío* 13: 61-65. 2001.
26. SILVERSTEIN R., CLAYTON B., MORRILL T. *Spectrometric identification of organic compounds*. Tercera edición. John Wiley and Sons. New York (USA). 73-75. 1998.
27. NAINI A.A., RINGROSE S.L., SU Y., JACOBSON R.A., VERKADE J.G. *Inorg Chem* 32: 1290-1296. 1993.