

Obtención de materiales mesoporosos de silicio y su uso como soportes de catalizadores orgánicos

Obtaining mesoporous silicon materials and their use as supports for organic catalysts

Gonzalez-Quintanilla Luis¹; Preciado-Díaz Daniela¹; Rodríguez-Martínez Wily¹; Camacho-Ramírez Abygail²; Reyes-Luna Alfonso²; Guerra-Contreras Antonio³.

¹ Licenciatura en Química, Universidad de Guanajuato, Campus Guanajuato, División de ciencias Naturales y Exactas

² Posgrado en Ciencias Químicas, División de Ciencias Naturales y Exactas, Universidad de Guanajuato

³ Departamento de Química, División de Ciencias Naturales y Exactas, Universidad de Guanajuato

ld.gonzalezquintanilla@correo.mx¹; d.preciadodiaz@ugto.mx¹; wg.rodriguezmartinez@ugto.mx¹; acamachoramirez@ugto.mx; a.reyes.luna@ugto.mx²; ja.guerra@ugto.mx³.

Resumen

Las sílicas mesoporosas ordenadas son materiales con múltiples aplicaciones por sus propiedades físicas, entre las que destacan su considerable superficie de contacto por gramo de material, hidrofobicidad, estabilidad hidrotérmica y su estructura porosa uniforme y ordenada. Entre ellas, destacan la MCM-41 y SBA-15. El uso de MCM-41 y SBA-15 como soportes de organocatalizadores permite conferirles nuevas propiedades físicas que resulten de mayor conveniencia para su uso, como formar catalizadores de fase heterogénea. En este trabajo se presenta la síntesis y caracterización de MCM-41 y SBA-15 mediante métodos hidrotermales convencionales, para luego funcionalizarlas con difenil prolinol mediante distintas metodologías de funcionalización. Los materiales obtenidos fueron caracterizados mediante espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), fisisorción y Resonancia Magnética Nuclear. Los catalizadores heterogéneos resultantes fueron evaluados en reacciones de Diels Alder de formacualitativa.

Palabras clave: MCM-41, SBA-15, catalizadores de fase heterogénea, funcionalización, Reacción de Diels Alder.

1. Introducción

La IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry), clasifica a los materiales porosos en tres clases, esto dependiendo del tamaño de su poro, es decir, el diámetro o la distancia entre paredes opuestas en un sólido.[1] La tabla 1 muestra la clasificación de los materiales en función al tamaño del poro

Tabla 1.- Clasificación de los materiales en función al tamaño de poro

TIPO DE PORO	MICROPOROSO	MESOPOROSO	MACROPOROSO
TAMAÑO DE PORO	< 2 nm	2-50 nm	> 50 nm

Los materiales comúnmente utilizados son los mesoporosos, debido a sus propiedades que incluyen; grandes áreas superficiales, poros modificables, altas porosidades, estabilidad mecánica y estabilidad térmica [2]

La presencia de los grupos silanol en la superficie de las paredes de las OMS facilita la funcionalización con diferentes grupos funcionales ya sea covalentemente o por interacciones físicas haciendo a las sílices funcionalizadas versátiles y adecuadas para realizar tareas específicas. En específico, en el área de catálisis, soportar un catalizador homogéneo en un material como las OMS les confiere propiedades físicas diferentes como flexibilidad, hidrofobicidad y nuevas propiedades eléctricas al material lo que lo convierte en un catalizador heterogéneo que en comparación con la catálisis homogénea presenta las ventajas de aumentar la velocidad de reacción a comparación de un catalizador homogéneo, además de que es fácilmente separable, un centro activo inmovilizado que evita ciertos procesos de desactivación [3]Las metodologías para soportar catalizadores puede ser in situ o post modificación [2] En el presente trabajo se realizará el acoplamiento del catalizador difenil prolinol a las sílices MCM-41 y SBA-15 mediante la reacción de Piers Rubinsztajn y condensación de alcoholes con el objetivo de obtener un organocatalizador de fase heterogénea.

2. Materiales

TEOS (Ortosilicato de tetraetilo), **CTAB** (Bromuro de cetiltrimetilamonio), **Sol. NH_4OH 2 M** (Hidróxido de amonio), **P123** (Pluronic 123), **Sol. HCl 2 M** (Ácido clorhídrico), **NaF 0.1 M** (Fluoruro de sodio), **Sol. TIZAB** (), **Sol. $\text{C}_2\text{H}_3\text{NaO}_2$ 15%** (Acetato de sodio), **difenil prolinol**, 1,1,3,3,tetrametildisiloxano (TMDS), **BCF** (Tris(pentafluorofenil) borano), **1,3-dihidotetrametil disiloxano**, **5-Metil-2,4-hexadienal**, **2-oxo-N-(prop-2-in-1-il)-2H-cromeno-3-carboxamida** y **ácido benzoico**. Como solventes, fueron empleados **CHCl_3** (Cloroformo), **CH_2Cl_2** (Diclorometano), **tolueno** y **CDCl_3** (Cloroformo deuterado).

3. Metodología

3.1. Síntesis de sílicas

La síntesis de MCM-41 y SBA-15 se llevó a cabo tomando como referencia las proporciones y procedimientos propuestos Thianne Barbosa y colaboradores, con modificaciones tal como se indica a continuación:

3.1.1. Síntesis de MCM-41

Barbosa y colaboradores, Ortosilicato Bromuro (CTAB), Hidróxido En un matraz bola de 250 mL se añadieron 50 ml de agua destilada y 1.1626 g de CTAB en agitación vigorosa hasta disolver por completo al surfactante. Tras esto, se añadió un volumen de 100 mL de NH_4OH 2 M al matraz, para finalmente adicionar 3.6 mL de TEOS gota a gota, que tras dos horas de reacción se obtiene el sol gel de MCM-41. [5]

La sílica fue filtrada por gravedad y lavada con tres volúmenes de agua destilada, para luego ser introducida a la estufa a 120° C por toda la noche y posteriormente ser introducida a la mufla, donde será calcinada a 550° C por a) 6 horas o b) 17 horas.

3.1.2. Síntesis de SBA-15

En resumen, se añadieron 50 mL de sol. HCl 2 M a un matraz balón de 250 mL, bajo agitación vigorosa y en baño de aceite a 45° C. En seguida se añadió 1.801 g de P123 y se mantuvo en agitación durante 24 horas. Tras esto, se añadieron 4.1 mL de TEOS, manteniendo las condiciones de reacción durante 24 horas, permitiendo la condensación de TEOS alrededor de las micelas, adoptando así la forma de. estas [8][9]. Transcurrido el periodo anterior, se dejó envejecer el producto de reacción a modificando la temperatura 80° C por 24 horas para obtener el sol gel def SBA-15. [5]

La sílica fue filtrada por gravedad y lavada con tres volúmenes de agua destilada, para luego ser introducida a la estufa a 120° C por toda la noche y posteriormente ser introducida a la mufla, donde será calcinada a 550° C por a) 6 horas o b) 17 horas.

3.2. Funcionalización

Las metodologías de funcionalización de las sílices se llevaron a cabo en base la propuesta de funcionalización de James M y colaboradores, en donde describen la silación de alcoholes empleando al tris(pentafluorofenil) borano como catalizador.[6]

3.2.1. Cuantificación de OH en sílica.

Tras la obtención de las sílicas, se procedió a cuantificar los moles de OH por gramo de sílica en su superficie mediante cuantificación indirecta con fluoruro. Se realizó una curva de calibración con el equipo Thermo Scientific Orion Fluoride Ion Selective Electrode, electrodo selectivo a ion fluoruro. Se prepararon las siguientes concentraciones: 0.1, 0.5, 1, 5, 10, 20, 25, 50, 100, 150, 200, 250, 500, 750 y 1000 ppm de NaF. Se añadió la 20 mL de una solución de NaF de concentración conocida a 20 mL de agua, ajustando el pH de la dilución a 5.5 con solución TIZAB y acetato de sodio al 15%. Las mediciones se realizan en pH de 5.5 para evitar la complejación de los iones F^- con protones a pH menores y para evitar que a mayores pH exista sobrestimación de OH por los oxidrilos de un medio básico. [7]. En seguida

se introdujo el electrodo de ion selectivo para medir los valores de mV de cada una de las diluciones. Después se construyó la gráfica de Concentración vs mV para obtener la ecuación de recta.

Una vez obtenida la curva de calibración, se llevó a cabo la medición de OH en la superficie de cada sílica, añadiendo 0.250 mg de sílica a una dilución 1:1 de 20 mL de NaF 100 ppm y 20 ml de agua destilada. La diferencia de concentración de F⁻ se obtiene por la extrapolación del valor obtenido de mV en la curva de calibración. Dicho valor es equivalente a la concentración de OH en la superficie de la sílica debido a que el flúor desplaza al OH en la sílica, volviéndose indetectables para el equipo de medición.

3.2.2. Funcionalización directa

Se realizó el anclaje químico del difenil prolinol directamente a la sílica mediante una condensación entre los grupos OH de ambos compuestos. Para ello, se añadieron 20 mg de difenil prolinol disuelto en 0.5 mL de Tolueno y 46 µL de Tris(pentabromofenil) borano (BCF) como catalizador de la reacción de Piers Rubinsztajna 25 mg de sílica dispersa en 1.5 ml de Tolueno con agitación vigorosa. La reacción se llevó a cabo durante 24 horas bajo el tratamiento a) temperatura ambiente y b) 45° C.

3.2.3. Funcionalización por pasos

En este método, la sílica fue primeramente acoplada con 1,1,3,3-tetrametildisiloxano (TMDS) en su superficie, compuesto que funcionará como linker entre la sílica y el Difenil prolinol. Como procedimiento, a 25 mg de sílica dispersa en 1.5 mL de Tolueno, se añaden 50 µL de TMDS, 46 µL de BCF y se mantiene en reacción por 24 horas. Tras este periodo, se adicionan 20 mg de difenil prolinol disuelto en 0.5 mL de tolueno y 46 µL de BCF, que se mantendrá en reacción durante 24 horas. Se emplearon dos tratamientos de temperatura durante todo el proceso de reacción que fueron a) a temperatura ambiente y b) a 45° C.

3.2.4. Funcionalización por pasos (inversa)

Para este método de funcionalización, se adicionan primero al Difenil prolinol con el TMDS, que posteriormente se adicionan a la sílica. Para la metodología, se añadieron 50 µL de TMDS a 20 mg de Difenil prolinol y 46 µL de BCF, manteniendo en agitación por 24 horas. Tras esto, se añadieron 25 mg de la sílica dispersa en 1.5 ml de Tolueno y 46 µL de BCF, dejando la reacción durante 24 horas en agitación. Se emplearon dos tratamientos de temperatura durante todo el proceso de reacción que fueron a) a temperatura ambiente y b) a 45° C.

3.3. Aplicación

3.3.1. Reacción de Diels Alder en presencia de difenil prolinol soportado en MCM-41 y SBA-15

El catalizador soportado fue empleado para llevar a cabo una reacción de Diels Alder, usando como reactivos la cumarina **C1** y un aldehído diinsaturado **Ald1**, con ácido benzoico y las sílicas condifenil prolinol soportado. Para ello, se realizó el siguiente protocolo para cada sílica: En un vial, se añadieron 10 mg del catalizador soportado, 1 mg de Ácido benzoico, 0.3 ml de Cloroformo deuterado y 7.5 µL de Ald1. Transcurridos 10 minutos de reacción y en agitación, se adicionaron 10 mg de **C1**, manteniendo la reacción en agitación por 48 horas.

3.3.2. Cromatografía de capa

Se realizó cromatografía de capa fina a forma de dar seguimiento a la reacción y observar la formación de producto de forma comparativa a una reacción de Diels Alder con los mismos reactivos y usando al Difenil prolinol en fase homogénea, así observando cualitativamente la funcionalidad del catalizador soportado.

6. Resultados y discusión

6.1 Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR).

Se empleó FTIR con el objetivo de analizar las sílicas puras y funcionalizadas. En la figura 1 se muestra el espectro de FTIR de las sílicas SBA-15 y MCM-41 con diferentes tiempos de calcinación. Se puede observar las bandas características de estas sílicas mesoporosas, como el enlace Si-O-Si entre los 1070 cm⁻¹ y los 1000 cm⁻¹ al igual que la banda de Si-OH entre los 1000 cm⁻¹ y 960 cm⁻¹ en las cuatro sílicas que se muestran en la figura 1 las cuales corresponden a los dos

compuestos de sílicas sintetizados. Otra banda de absorción que se observó es la del grupo OH, la cual hay una significativa disminución en la sílica MCM-41 a 17H de calcinación referente a la MCM-41 de 6H.

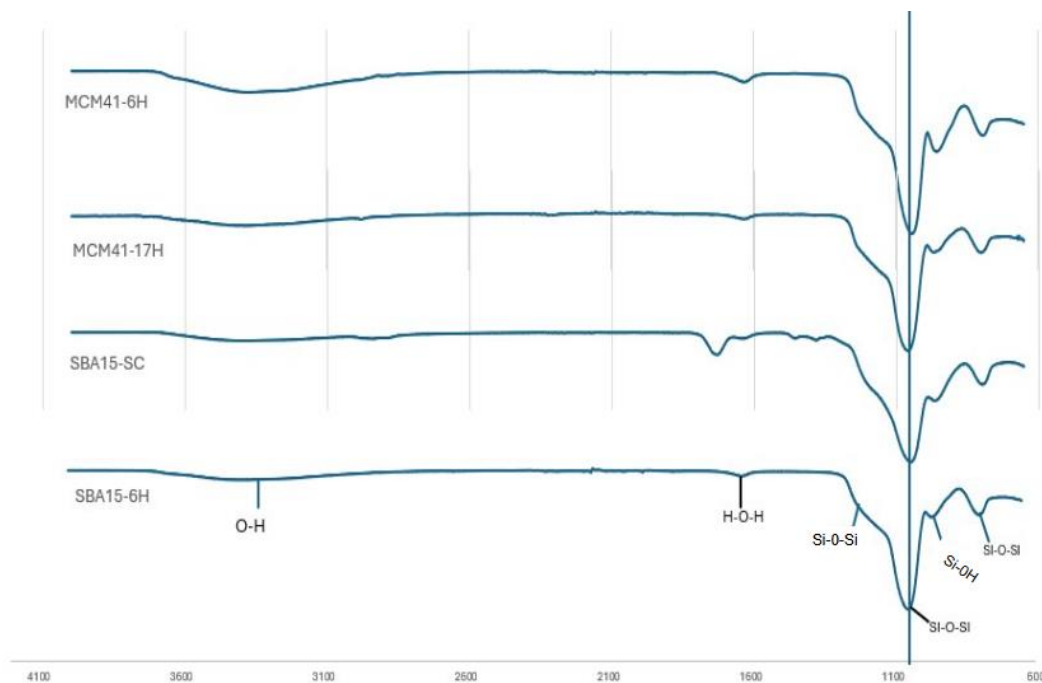


Figura 1. Espectros FT-IR de SBA-15 y MCM-41 calcinadas.

Mediante la técnica de FTIR se analizaron las bandas características del Difenil prolinol con base en en las principales señales de los carbonos doble enlace simétricos y asimétricos entre los 1550 cm^{-1} y 1500 cm^{-1} también encontrar las señales de los enlaces C-H que son parte de la molécula del ciclo y de los dos compuestos aromáticos que al momento de estar anclada la molécula con el linker deberían seguir presentes otras de las señales son de N-H en 3370 cm^{-1} por último se tienen ambas señales de O-H en 3348 cm^{-1} y en 1396 cm^{-1} las cuales deberían de desaparecer al tener el nuevo enlace O-Si dentro de los resultados de la reacción al tener un nuevo compuesto de la sílica, linker y el Difenil prolinol anclado a la molécula se pudo analizar las bandas características del linker de los enlaces Si-O-Si que están en una región de entre los 1000 cm^{-1} y los 1130 cm^{-1} también se tienen las señales de los enlaces Si-CH₃ que se muestran las bandas fuertes entre los 1245 cm^{-1} a los 1275 cm^{-1} junto a otras bandas en la región $750\text{ a }865\text{ cm}^{-1}$.

Las figuras 2 y 3 contienen los espectros que fueron funcionalizados con una metodología directa tanto de la sílica MCM-41 y SBA-15 a 6H de calcinación. La MCM-41 se encuentra con la reacción a temperatura ambiente y a 45° podemos observar en los espectros que contienen señales características de la sílice al igual del compuesto Difenil prolinol con bandas de absorción de Si-O-Si entre los 1030 cm^{-1} y los 1090 cm^{-1} también las bandas de absorción de los dobles enlaces de los anillos aromáticos y los enlaces C-H del ciclo en la región de los 707 cm^{-1} y en la región de 1450 cm^{-1} a los 1490 cm^{-1} lo que nos puede dar una idea de que la sílica se está acoplado con el catalizador ya que no encontramos la banda característica de Si-OH que es muy importante al poder especular que el nuevo enlace C-O-Si ya que también no se encuentra con precisión la banda de absorción de -OH estas observaciones se compraran con respecto a nuestros espectros de referencia que se encuentra en las dos imágenes en la parte superior tenemos la MCM-41 sin funcionalizar y el Difenil prolinol

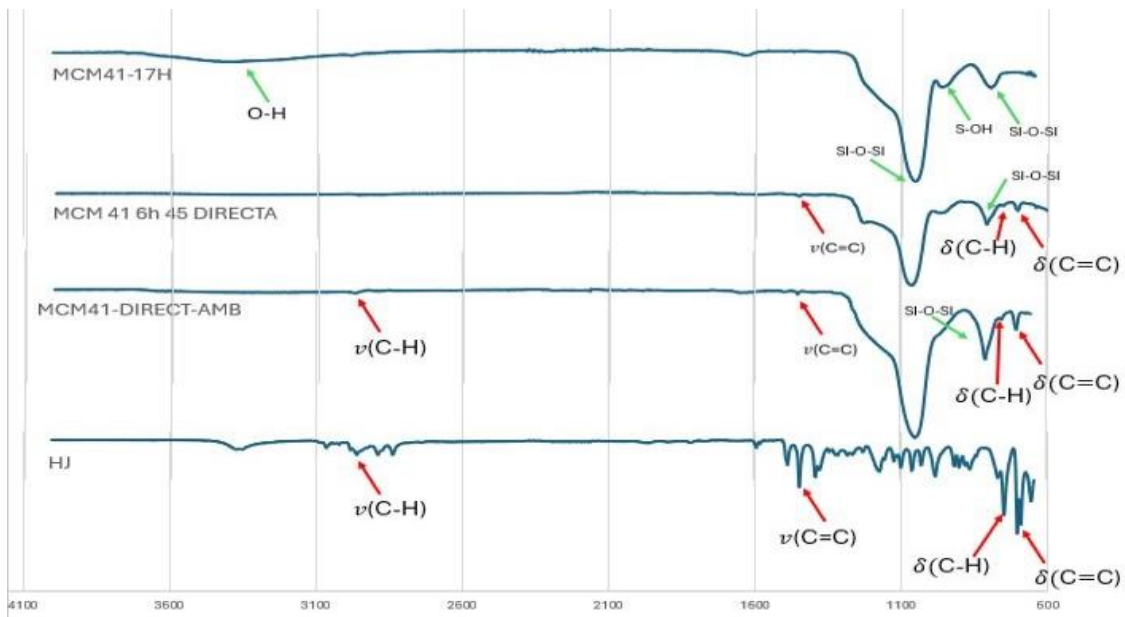


Figura 2. Espectros FT-IR de MCM-41 sin funcionalizar, MCM-41 funcionalizada método directo (RT/45°) y Difenil prolinol.

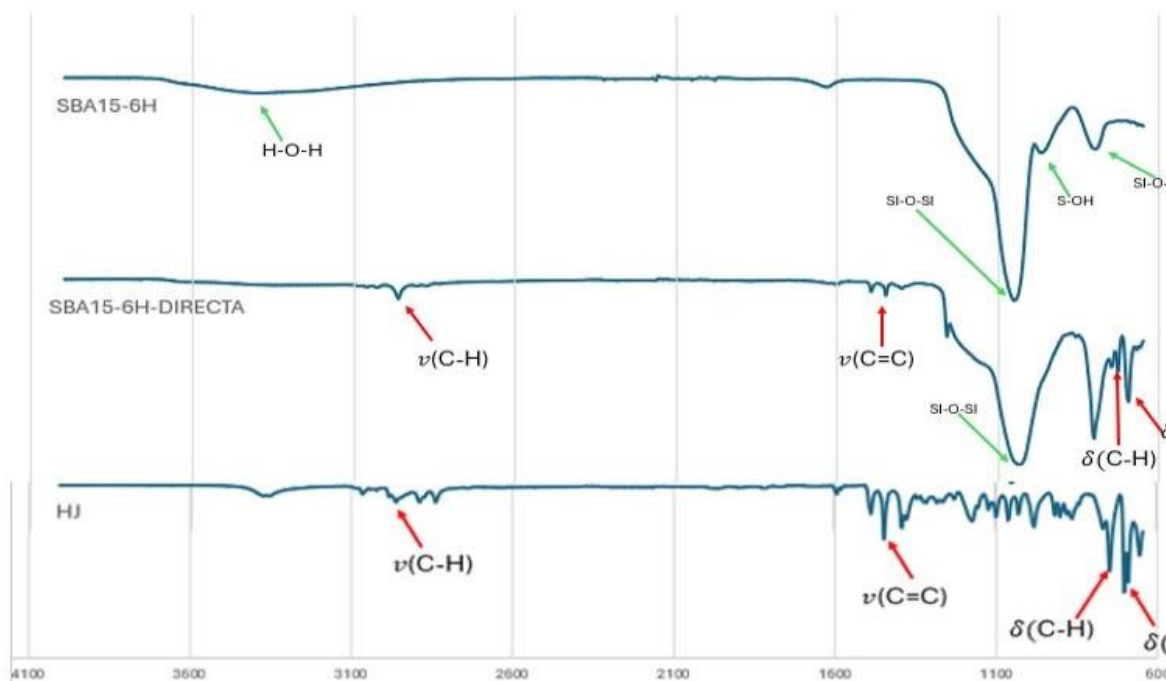


Figura 3. Espectros FT-IR de SBA-15 sin funcionalizar, SBA-15 funcionalizado método directo (RT) y Difenil prolinol.

Al tener ambas referencias de las sílicas funcionalizadas podemos observar en la figura 3 en donde tenemos la comparación de la sílice de SBA-15 sin funcionalizar, SBA-15 funcionalizada a temperatura ambiente con la ruta de síntesis directa y el catalizador HJ. Al tener la referencia de nuestros dos compuestos de partida analizamos los espectros de las bandas de absorción de nuestra muestra de una SBA-15 funcionalizada donde se encuentra bandas significativas de los anillos aromáticos del compuesto Difenil prolinol, también las señales de los grupos metilos y la banda de absorción de los enlaces Si-O-Si con mucho mejor intensidad que las funcionalizaciones de la muestra de MCM-41, estas señales

en ambos compuestos son importantes ya que nos pueden dar una idea que ambos compuestos de partida si pudieran estar anclados.

Los siguientes espectros son referentes a dos metodologías por pasos de MCM-41 con 17H de calcinación y de MCM-41 6H de calcinación con los tres componentes principales agregados al mismo tiempo de inicio de la reacción la cual se etiqueto como 3C, también tendremos un espectro de referencia de la sílice con el linker sin el Difenil prolinol.

Las bandas de nuestra sílice y nuestro linker muestran la señal con baja intensidad de nuestro enlace Si-CH₃ referente a nuestro linker en la región de 700 cm⁻¹ a los 880 cm⁻¹.

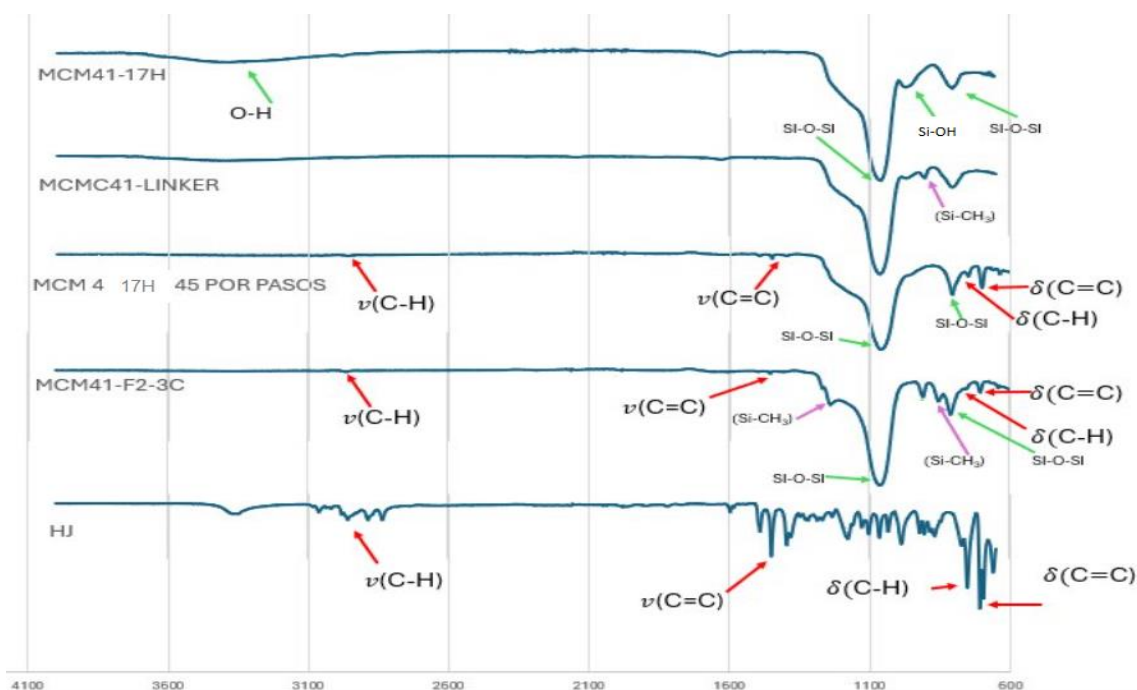


Figura 4. Espectros FT-IR de MCM-41 sin funcionalizar, MCM-41 funcionalizada método por pasos, funcionalización 3C, sílice MCM-41 con Linker y Difenil prolinol.

En los siguientes espectros podemos ver las bandas características del Difenil prolinol basándonos en las principales señales de los carbonos doble enlace simétricos y asimétricos entre los 1550 cm⁻¹ y 1500cm⁻¹ también podemos encontrar las señales de los enlaces de nuestros enlaces C-H que son parte de nuestra molécula del ciclo y de los dos compuestos aromáticos que al momento de estar anclada la molécula con nuestro linker deberían seguir presentes. Tenemos las señales de N-H en 3370 cm⁻¹ por último tenemos ambas de señales de O-H en 3348 cm⁻¹ y en 1396 cm⁻¹ las cuales deberían de desaparecer al tener el nuevo enlace O-Si. Nuestro siguiente compuesto tenemos al linker anclado a la molécula podemos analizar las bandas características de nuestro linker de los enlaces Si-O-Si que están en una región de entre los 1000 cm⁻¹ y los 1130 cm⁻¹ también tenemos las señales de los enlaces Si-CH₃ que se muestran las bandas fuertes entre los 1245 cm⁻¹ a los 1275 cm⁻¹ junto a otras bandas en la región 750 a 865 cm⁻¹ por la parte del compuesto Difenil prolinol tenemos señales con un poco de intensidad por parte de los anillos aromáticos en la región de los 707 cm⁻¹ y en la región de 1450 cm⁻¹ a los 1490 cm⁻¹ podemos también observar la desaparición de las señales de OH lo cual nos da una idea de la nueva formación de los enlaces de C-O-Si.

En los resultados que obtuvimos en IR-FT observamos que la metodología 3C la cual se llevó a reaccionar el linker, sílice y Difenil prolinol a temperatura ambiente contiene señales características de la sílice al igual del compuesto Difenil prolinol encontrando en una buena intensidad con las bandas de absorción de Si-O-Si entre los 1030 cm⁻¹ y los 1090 cm⁻¹ también las bandas de absorción de los dobles enlaces de los anillos aromáticos y los enlaces C-H del ciclo lo que nos puede dar una idea de que la sílice se está acoplando con el catalizador ya que no encontramos la banda característica de

Si-OH que es muy importante al poder especular que el nuevo enlace C-O-Si ya que también no se encuentra con precisión la banda de absorción de -OH de la molécula Difenil prolinol en donde se daría la funcionalización exitosa. Podemos observar las mismas bandas características en las demás metodologías de funcionalización a las cuales se les hizo IR-FT a una intensidad más baja. A continuación, tenemos la comparación de la sílice de SBA-15 sin funcionalizar, SBA-15 funcionalizada a temperatura ambiente con la ruta de síntesis directa y el catalizador HJ.. Al tener la referencia de nuestros dos compuestos de partida analizamos los espectros de las bandas de absorción de nuestra muestra de una SBA-15 funcionalizada tenemos bandas significativas de los anillos aromáticos del compuesto Difenil prolinol, también las señales de los grupos metilos y la banda de absorción de los enlaces Si-O-Si que son importantes ya que nos pueden dar una idea que ambos compuestos de partida si pudieran estar anclados

Otras de las pruebas que se realizaron fueron del compuesto Difenil prolinol y el Difenil prolinol con nuestro linker para poder observar si tenemos un anclaje y sus bandas características de ambos compuestos los cuales nos ayudan de referencia en nuestros espectros de las reacciones para funcionalizar las silicas en nuestra figura 5.

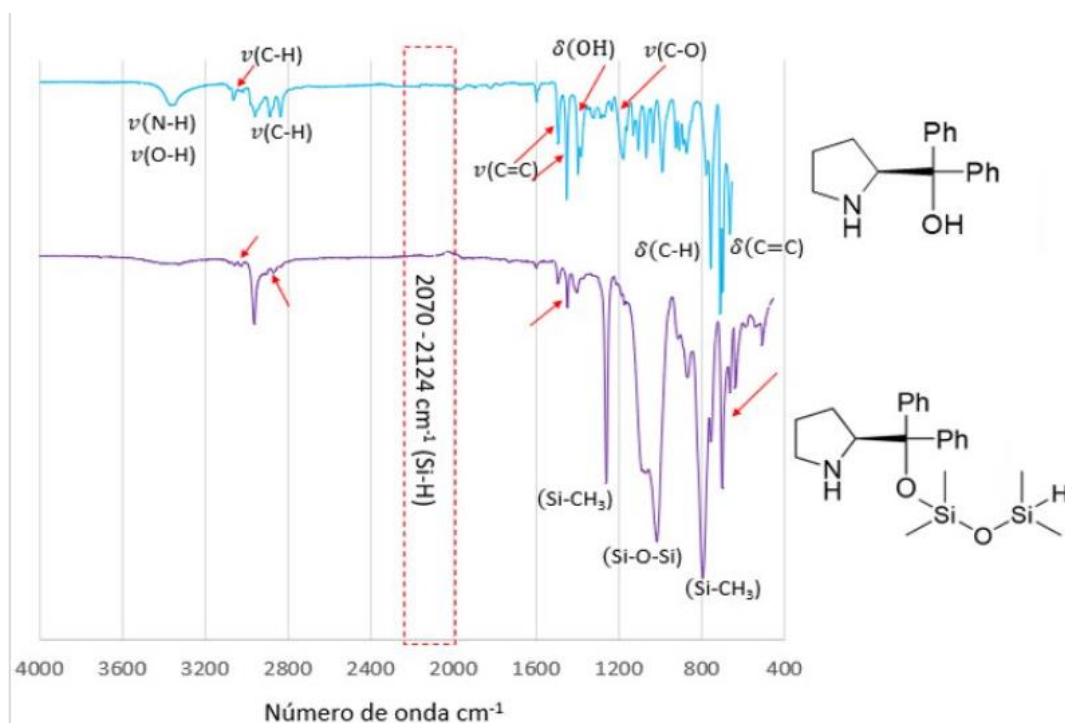


Figura 5. Espectro FT-IR Difenil prolinol y Difenil prolinol con linker.

Con los espectros anteriores analizamos los resultados de las bandas de absorción de las sílices MCM-41 Y SBA-15 funcionalizadas en las diferentes metodologías. Con las bandas características de ambas muestras pudimos analizar bandas de absorción que son clave para nosotros para analizar la formación de nuestro nuevo compuesto con el linker, sílica y del Difenil prolinol. Con los anteriores compuestos pudimos notar bandas características del Difenil prolinol al igual que el linker y nuestras sílicas, podemos tener la información de que están nuestros compuestos sin embargo de nos asegura por completo el anclaje de estos y la estructura correcta. En la prueba que se hizo del linker y el difenil prolinol que es el segundo espectro de nuestra imagen anterior tenemos que por la parte del compuesto Difenil prolinol existen bandas características con un poco de intensidad por parte de los anillos aromáticos en la región de los 707 cm^{-1} y en la región de 1450 cm^{-1} a los 1490 cm^{-1} podemos también observar la desaparición de la señales de OH lo cual podemos asociar a la formación del enlace C-O-Si, pero también desaparece nuestra señal en la misma región de nuestro enlace N-H lo cual puede también hacer referencia a una segunda opción de estructura enlazada en ciclo. Con base a estos datos se analizaron diferentes muestras de ambas sílicas para poder discutir los resultados

6.2 Espectroscopia de ^1H RMN

Otra de nuestras técnicas que utilizamos para poder analizar nuestros compuestos fue la resonancia magnética nuclear a un protón donde se llevaron a analizar dos muestras la primera es de la molécula Difenil prolinol donde tenemos las señales correspondientes a los grupos funcionales de los anillos aromáticos entre los 7 a 7.5 ppm que al integrar nos dan 10 protones, tenemos los espectros del protón con el carbono quiral que une el ciclo con el carbono con los dos fenilos y el grupo -OH, tenemos en el espectro en la región de 4 a 4.5 ppm tenemos el protón del -OH entre 4.5 a 5 ppm al igual que los protones del ciclo del Pirrolidin entre 1 a 3 ppm al momento de hacer la integración nos da un número de 19 protones. Analizando nuestra muestra de la reacción con el Difenil prolinol más el linker 1,1,3,3-tetrametil-disiloxano tenemos resultados favorables al encontrar las mismas señales de los grupos fenil, el protón del carbono quiral así mismo desaparece la señal del grupo -OH donde se espera el anclaje de nuestro siloxano y las señales características de los grupos metilos del linker, al analizar detalladamente los espectros de los protones del Pirrolidin notamos que también desapareció una señal que nos da una referencia de un anclaje de nuestro linker de forma cíclica ya que el protón del enlace N-H desaparece y justamente esperaríamos encontrar 18 protones al pensar que tenemos la estructura 2 de la figura 6 pero al hacer la integración tenemos señales de la formación de la figura 3 de nuestra figura 6.

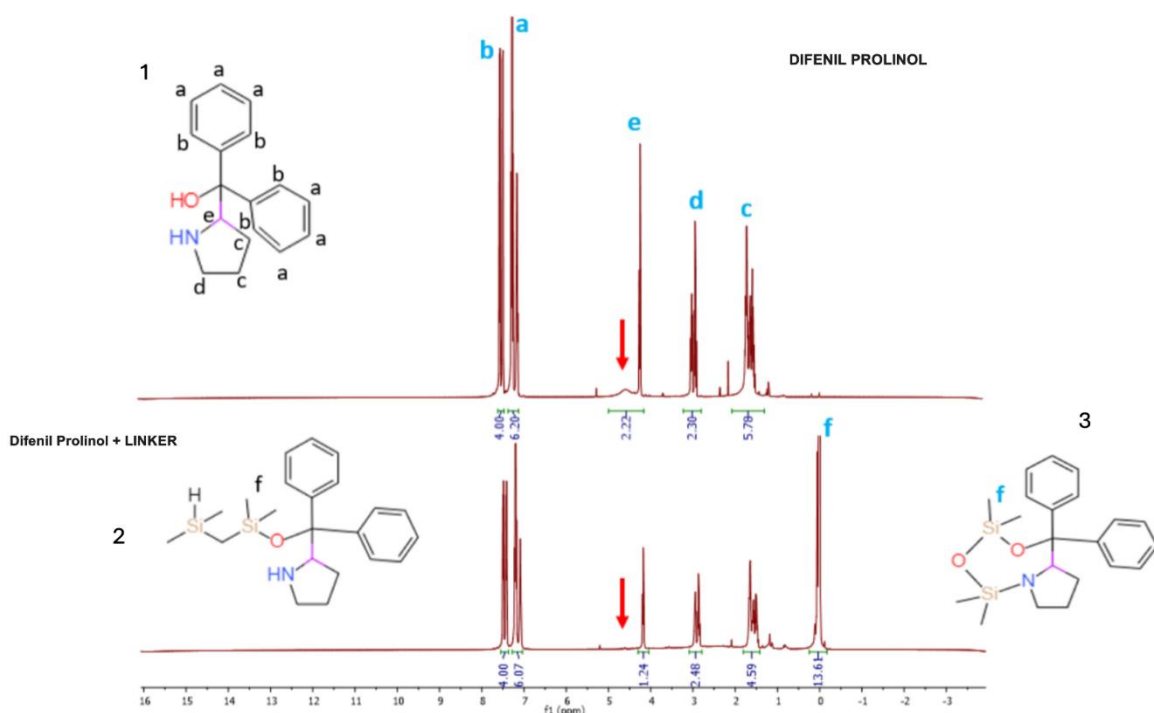


Figura 6. Espectros RMN Espectroscopia de ¹H RMN.

6.3 Fisorción.

Se empleo la técnica de fisorción para analizar los poros de nuestras silicas sin funcionalizar y ya funcionalizadas para poder comparar los datos aportados por el análisis de las muestras si existe un cambio en el tamaño de los poros de la silica ya funcionalizada que está determinada por el volumen y diámetro de los poros dependiendo de la silica ya que cada una tiene diferentes estructuras en el arreglo espacial de sus poros. Esperamos una reducción en lo que es el tamaño de poros que esto no puede indicar que nuestros compuestos se están anclando correctamente o que solo estén sobre puesto el Difenil prolinol en la porosidad de nuestras silicas.

En la imagen 7 podemos ver las gráficas de nuestros resultados de las muestras de la silica MCM-41 funcionalizada en la metodología directa y por pasos comparando con una MCM-41 sin funcionalizar ambas de 6H de calcinación. También tenemos los resultados de una SBA-15 6H de calcinación sin funcionalizar la cual comparamos con las demás silicas en la forma que estas sus espectros ya que a comparación de una MCM-41 sin funcionalizar que es la gráfica color naranja vemos que tiene más señales la SBA-15 gracias a su ya mencionada estructura de sus poros los cuales están en diferentes orientaciones que la MCM-41.

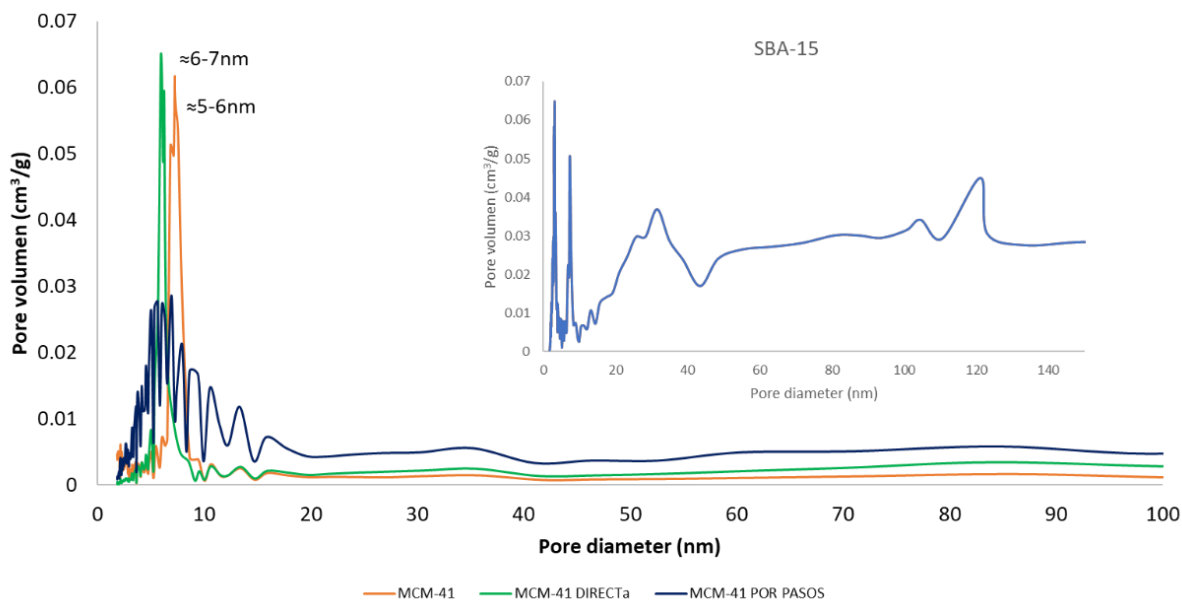


Figura 7. Espectros Fisorción MCM-41 y SBA-15.

Los resultados en gráficas que se encuentran en la figura 7 nos señalan que en la MCM-41 Directa hay un aumento de en el tamaño del poro lo cual puede ser referente a que haya sufrido una modificación en la funcionalización lo cual no descarta que puedan existir los enlaces acoplados del linker y el Difenil prolinol en la silica, ya que este pudo tener una deformación a lo que es la MCM-41. En cuanto a las señales a la reacción por pasos de la MCM-41, el tamaño del poro se reduce a los espectros a bajos, pero las demás señales pueden indicar que diferentes poros toman tamaños distintos, este analisis nos abre otro panorama de una posible funcionalización de los tres compuestos para formar nuestro catalizador sin embargo pueden que solo estén los compuestos sin estar enlazados.

Muestra	Tamaño de Poro (nm) (BHJ)	Volumen de Poro	Área superficial
MCM-41	Ad=5.54 Des=5.70	0.06	518.19
MCM-42 DIRECTA	Ad=6.12 Des=5.37	0.065	260.73
MCM-41 POR PASOS	Ad=5.59 Des=5.31	0.028	351.64
SBA-15	Ad=6.42 Des=6.31	varios	854.62

Tabla 2. Datos de las características de los poros de análisis de fisorción de MCM-41 y SBA-15.

En la tabla 2 tenemos más datos que nos ayudan a comprender la estructura que están tomando las silicas con las metodologías de funcionalización, vemos que la superficie de área se reduce para ambas funciones de MCM-41 directa y por pasos, lo cual también nos da una afirmación de que si tenemos nuevos compuestos en los poros de la silica pero no de qué forma están en el poro si enlazados o solamente sobre nuestra superficie del poro.

Finalmente, agradecemos a la Universidad de Guanajuato por ser sede de conocimiento e impulsar a sus estudiantes a realizar proyectos y así enriquecer al acervo científico, pero sobre todo el acervo, conocimiento y experiencia personal.

Bibliografía/Referencias

- [1] J. Florek, R. Guillet-Nicolas, and F. Kleitz, "Ordered mesoporous silica: synthesis and applications," p. 60.
- [2] Posada John Alexander, Hernán Giraldo Oscar, and Ariel Cardona Carlos, "Synthesis and characterization of functionalized mesostructured silicas with acid sulphonic groups," *Departamento de Ingeniería Química, Universidad Nacional de Colombia sede Manizales, Cra. 27 N.º 64-60, Manizales, Colombia*, 2010.
- [3] Josué Jonathan Machorro López, "Desarrollo de Catalizadores Heterogéneos de Titanato de Sodio para la Reacción de Transesterificación de Triglicéridos en la Generación de Biodiésel," Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica, S.C., Querétaro, 2020.
- [4] Lady Johana Cárdenas Cuevas, "Síntesis, funcionalización y caracterización de SBA-15 para la adsorción de fenol, p-nitrofenol y p-clorofenol desde solución acuosa," Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, Colombia, 2021.
- [5] Thianne Silva Batista Barbosa, Thiago Rodrigo Barbosa Barros, Tellys Lins Almeida Barbosa, and Meiry Gláucia Freire Rodrigues, "Green Synthesis for MCM-41 and SBA-15 Silica Using the Waste Mother Liquor," *Springer Nature B.V.*, 2021.
- [6] James M. Blackwell, Katherine L. Foster, Victoria H. Beck, and Warren E. Piers, "B(C₆F₅)₃-Catalyzed Silylation of Alcohols: A Mild, General Method for Synthesis of Silyl Ethers," 1999.
- [7] Thermo Scientific, "Thermo Scientific Orion Fluoride Ion Selective Electrode."