



ESCUELA UNIVERSITARIA DE  
INGENIERIA TECNICA  
INDUSTRIAL DE ZARAGOZA



**PROYECTO FINAL DE CARRERA**

**“ESTUDIO DE LA  
COAGULACIÓN EN  
SUSPENSIONES  
ACUOSAS DE  
SÍLICE”**

ALUMNA: *BEATRIZ ALDUÁN*  
ESPECIALIDAD: *QUÍMICA*  
DIRECTORES: *MARIO MORA ALFONSO*  
*HIPPOLYTE AMAVEDA*  
CONVOCATORIA: *MAYO 10*



## Estudio de la Coagulación en Suspensiones Acuosas de Sílice

---



*Mi más sincero agradecimiento a  
Mario Mora y Hippolyte Amaveda  
por la oportunidad que me han brindado  
de realizar, guiarme y ayudarme en  
la elaboración de este proyecto,  
y a mi familia y amigas por apoyarme  
hasta el final.*



## Índice

<b>Capítulo 0:</b> Objetivo del proyecto.....	5.
<b>Capítulo 1:</b> Introducción.....	7.
1.1. Sílice.....	8.
1.1.1. Definición, abundancia y obtención.....	8.
1.1.2. Estructura.....	10.
1.1.3. Aplicaciones y usos.....	11.
1.1.3.1. Gel de sílice o desecante.....	11.
1.1.3.2. Material refractario.....	13.
1.1.3.3. Cerámica.....	13.
1.1.3.4. Vidrio.....	14.
<b>Capítulo 2:</b> Caracterización Reológica y medida del Potencial Zeta.....	18.
2.1. Reología.....	19.
2.1.1. Definición.....	19.
2.1.2. Aplicaciones de la reología.....	19.
2.1.3. Viscosidad.....	20.
2.1.3.1. Tipos de viscosidad.....	21.
2.1.4. Fluidos.....	22.
2.1.4.1. Tipos de fluidos.....	23.
2.1.4.1.1. Newtoniano.....	23.
2.1.4.1.2. No newtoniano.....	24.
2.1.4.1.3. Viscoelásticos.....	27.
2.2. Potencial Electrocinética o Potencial Zeta.....	28.
2.2.1. Definición.....	28.
2.2.2. Potencial Electrocinética función del pH.....	30.
2.2.3. Aplicaciones del potencial Electrocinética.....	32.
2.2.4. Procesamiento por Ruta Coloidal.....	34.
2.2.4.1. Técnica de procesado.....	36.



2.2.4.1.1. Slip casting.....	36.
2.2.4.1.2. Dip coating.....	37.
2.2.4.1.3. Screen printing.....	37.
2.2.4.2. Tape casting o colage en cinta.....	38.
2.2.4.2.1. Componentes de una suspensión.....	39.
2.2.4.2.1.1. Polvo cerámico.....	39.
2.2.4.2.1.2. Disolvente.....	39.
2.2.4.2.1.3. Dispersante.....	40.
2.2.4.2.1.4. Aglomerante.....	47.
2.2.4.2.1.5. Plastificante.....	48.
<b>Capítulo 3:</b> Aparatos que han sido empleados en la preparación de suspensiones de sílice.....	49.
3.1. Reómetro.....	50.
3.2. pH-metro.....	54.
3.3. Medidor potencial Zeta.....	55.
3.4. Ultrasonidos.....	56.
3.5. Microdureza.....	57.
3.6. Horno.....	59.
3.7. Balanza.....	59.
<b>Capítulo 4:</b> Características de los componentes que han sido usados en las suspensiones de sílice.....	61.
4.1. Polvo cerámico.....	62.
4.2. Silicasol.....	64.
4.3. Formamida.....	65.
4.4. NH <sub>4</sub> Cl.....	66.
4.5. NH <sub>3</sub> .....	68.
4.6. HCl.....	69.
<b>Capítulo 5:</b> Suspensiones de sílice en medio básico y medio ácido.....	72.
5.1. Caracterización de la sílice en medio acuoso y del silicasol.....	73.



---

5.2. Suspensiones en Medio Básico.....	75.
5.2.1. Suspensiones de sílice con amoniaco y cloruro de amonio..	75.
5.2.1.1. Componentes usados en la suspensión.....	76.
5.2.1.2. Proceso para la preparación de la suspensión.....	82.
5.2.1.3. Análisis y discusión de los resultados.....	83.
5.2.2. Suspensiones de sílice con silicasol y cloruro de amonio.....	87.
5.2.2.1. Componentes usados en la suspensión.....	87.
5.2.2.2. Proceso para la preparación de la suspensión.....	90.
5.2.2.3. Análisis y discusión de los resultados.....	92.
5.3. Suspensiones en Medio Ácido.....	98.
5.3.1. Suspensiones de sílice con acido clorhídrico y formamida.....	98.
5.3.1.1. Componentes usados en la suspensión.....	99.
5.3.1.2. Proceso para la preparación de la suspensión.....	102.
5.3.1.3. Análisis y discusión de los resultados.....	104.
5.3.2. Suspensiones de sílice con acido clorhídrico, cloruro de amonio y formamida. ....	106.
5.3.2.1. Componentes usados en la suspensión.....	107.
5.3.2.2. Proceso para la preparación de la suspensión.....	110.
5.3.2.3. Análisis y discusión de los resultados.....	111.
<b>Capítulo 6:</b> Conclusión.....	113.
<b>Capítulo 7:</b> Bibliografía.....	116.



# 0. OBJETIVO DEL PROYECTO



## **0. Objetivo del Proyecto**

El objetivo de este proyecto es obtener una suspensión estable y homogénea a partir de polvos de Sílice ( $\text{SiO}_2$ ) en un medio acuoso y posteriormente desestabilizarla.

Se van analizar dos medios dispersantes siendo uno el agua y el otro el silicasol. Para la optimización del dispersante se ha seleccionado como figura de mérito la curva del potencial zeta con respecto al pH. Aquella suspensión que se encuentre en un pH correspondiente a un potencial fuera del intervalo de potencial zeta 30 a -31 mV se considerara estable.

A partir de este momento, se procederá a desestabilizar la suspensión mediante la adición de una serie de sustancias siendo estas amoniaco, cloruro de amonio y formamida llevándose a cabo en un medio básico o acido.

Para complementar estos estudios se realizaran, además, análisis microestructural de muestras sólidas, esto se realiza con un microscopio electrónico de barrido (SEM).



# 1. INTRODUCCIÓN



# **1. Introducción**

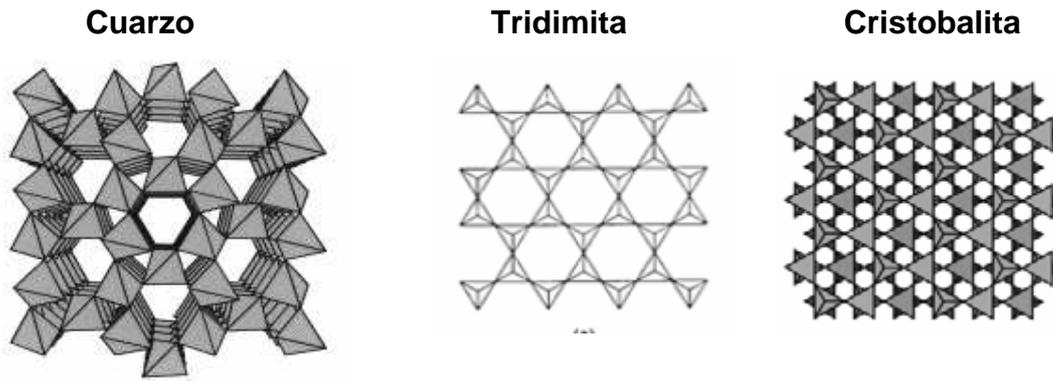
## **1.1. Sílice**

### **1.1.1. Abundancia, propiedades, características y obtención...**

La sílice desde épocas muy remotas y hasta nuestros días ha sido uno de los minerales más usados en todo el mundo. Ha sido usado por los mayas, aztecas, egipcios fenicios, es más desde la prehistoria el hombre ha hecho uso de este mineral para darle infinidad de usos desde hacer monumentos dedicados a sus dioses cosa que era de relevante importancia en aquellos tiempos, así como en la confección de ciertas armas que le servían para defenderse de los animales y además les servían para pelear en los combates, también ya desde entonces la utilizaban para hacer diversos artículos de porcelana vidrio, y ahora cemento para la construcción.

El óxido de silicio (IV) o dióxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ ) es un compuesto de silicio y oxígeno, llamado comúnmente sílice. Es un material de naturaleza inorgánica ( $\text{SiO}_2$ ) que resulta de la policondensación de los grupos silanol ( $-\text{Si}-\text{OH}$ ) del ácido silícico ( $\text{Si}(\text{OH})_4$ ).

Es el mineral más abundante en la naturaleza, cristaliza en tres formas distintas, en función de la organización de los tetraedros tenemos el cuarzo, tridimita y cristobalita. También puede estar en forma insoluble, soluble y coloidal. Ocho elementos componen cerca del 99 % de la textura de la corteza terrestre. Estos elementos se asocian para formar los minerales. Estos silicatados y la sílice predominan en la mayoría de las rocas comunes, excepto la caliza.



***Figura 1: Formas cristalinas de la sílice***

El principal mineral silíceo es el cuarzo, es la forma más estable. Este también lo encontramos en la calcedonia y el ópalo ya que la sílice constituye toda una familia de minerales. El cuarzo lo podemos ver en la mayoría de las rocas magmáticas sedimentarias y metamórficas. Es un elemento característico de los granitos y las cuarcitas.

La sílice es un anhídrido de ácido caracterizado por su gran estabilidad que puede adoptar varias formas cristalinas pero la más estable es la  $\text{SiO}_2$ . Es muy poco reactivo, solo reacciona con el ácido fluorhídrico y con el hidróxido de sodio fundido. La reacción con el ácido fluorhídrico se usa para grabar diseños en el vidrio. Esto es debido a que tiene mucha resistencia química a temperatura ambiente.

Una características importantes es que es un material duro, rígido, resistente y con un alto punto de solubilidad gracias a su fuerte red tridimensional de enlaces covalentes.

Además se usa principalmente como material óptico. Es transparente a la luz visible y ultravioleta, y su coeficiente de expansión es muy pequeño. Por esto las lentes construidas con este material no se comban con los cambios de temperatura.



**Figura 2: Sílice**

La podemos encontrar en distintas tonalidades, siendo estas blancas, transparentes, amarillas, rosas, etc. También hay que decir que tiene un brillo característico, ya que en algunos, este es reluciente y en otros translucido u opaco.

### **1.1.2. Estructura**

El dióxido de silicio sólido contiene un sistema de enlaces covalentes silicio-oxígeno en una red molecular gigante. Cada átomo de silicio está unido a cuatro átomos de oxígeno y cada átomo de oxígeno está ligado a dos átomos de silicio formando tetraedros en el que el silicio ocupa el centro y los átomos de oxígeno son los vértices.

Los enlaces sencillos silicio-oxígeno tienen carácter de doble enlace parcial a consecuencia del traslape de los orbitales "d" vacíos del silicio con los orbitales "p" llenos del oxígeno. A causa de estos enlaces deslocalizados, la energía de enlace es de 452 kJ/ mol.

Ya se sabe que los enlaces múltiples en los compuestos de elementos del periodo 3 en adelante tienen energías de enlace que no son mucho mayores que las energías de los enlaces sencillos correspondientes (debido a un pobre traslape  $p_{\pi}-p_{\pi}$ ), por ello en el caso del silicio cuatro enlaces sencillos



(con carácter de enlace múltiple parcial) son mucho mas preferibles que dos dobles enlaces convencionales.

El cuarzo, la tridimita y la cristobalita poseen estructuras de alta y baja temperatura con transformaciones de una a otra rápidas y reversibles, con temperaturas de inversión muy definidas, siendo posible los cambios de una a otra sin desintegración física del cristal. Las formas de baja temperatura poseen una menor simetría que sus correspondientes formas de alta.

### **1.1.3. Aplicaciones y usos**

La sílice es un materia gracias a su estructura y sus propiedades es muy utilizado en la industria cerámica. También es considerado uno de los mejores desecantes de ahí su aplicación como tal.

#### **1.1.3.1. Gel de sílice o desecante**

El gel de sílice es una forma granular, porosa, incolora y amorfa de dióxido de silicio hecho a partir de silicato sódico. A pesar de su nombre es un gel sólido y duro.

Se prepara eliminando parte del agua de un precipitado gelatinoso de ácido silícico,  $\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , el cual se obtiene añadiendo ácido clorhídrico a una disolución de silicato de sodio.

Su gran porosidad de alrededor de  $800 \text{ m}^2/\text{g}$ , le convierte en un absorbente de agua, por este motivo se utiliza para reducir la humedad en espacios cerrados; normalmente hasta un cuarenta por ciento. Es un producto que se puede regenerar una vez saturado, si se somete a una temperatura de entre  $120\text{-}180 \text{ C}^\circ$ . Calentándolo desprenderá la humedad que haya absorbido por lo que puede reutilizarse una y otra vez sin que ello afecte a la capacidad de absorción, ésta solo se verá afectada por los contaminantes que posea el fluido absorbido.



Este gel no es tóxico, inflamable ni químicamente reactivo. Sin embargo, las bolsitas de bolitas de gel, llevan un aviso sobre su toxicidad en caso de ingestión. Se debe a que el cloruro de cobalto que se suele añadir para indicar la humedad del gel, sí es tóxico. El cloruro de cobalto reacciona con la humedad, cuando está seco es de color azul y se vuelve rosa al absorber humedad.

El gel de sílice, también conocido como Silicagel, es un producto absorbente, catalogado como uno de los que mayor capacidad de absorción de los que se conocen actualmente. Es una sustancia química de aspecto cristalino, porosa, inerte, no tóxica e inodora, de fórmula química molecular  $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ , insoluble en agua ni en cualquier otro solvente, químicamente estable, sólo reacciona con el ácido fluorhídrico y el álcali.

Bajo diferentes métodos de fabricación, se consiguen diferentes tipos de gel de sílice con diversas estructuras del poro, pudiendo llegar algunos a absorber hasta un 40% de su propio peso en agua.

Gracias a su composición química única y a su estructura física, el gel de sílice posee unas características incomparables con otros materiales similares, por ejemplo la alta absorción, funcionamiento termal estable, característica física estable, fuerza mecánica relativamente alta, etc.

Según el diámetro del poro se categoriza el gel de sílice como de poro fino o macro poroso, cada uno de ellos con una capacidad diferente de absorción en función de la humedad relativa, por lo que la elección del tipo debe ajustarse según las condiciones de utilización.

El gel de sílice también puede diferenciar la adsorción de diferentes moléculas actuando como un absorbente selectivo.



### **1.1.3.2. Material Refractario**

El material refractario es capaz de resistir las condiciones del medio en el que está inmerso sin alteraciones importantes en sus propiedades físico-químicas, durante un período económicamente rentable. Las condiciones del medio no incluyen únicamente el efecto de la temperatura, sino también la resistencia al ataque por fundidos, al choque térmico y, en general, todas aquellas solicitaciones a las que vaya a estar sometido el material en servicio.

Hay una gran variedad de materiales refractarios, estos se encuentran divididos en cuatro grupos: ácidos, básicos, neutros y especiales con base en su comportamiento químico. Los que nos interesan son los materiales refractarios ácidos que están compuestos por silicio, sílice, etc.

La sílice pura a veces se utiliza para contener metal derretido. Los refractarios de arcilla por lo general son relativamente débiles, pero poco costosos.

### **1.1.3.3. Cerámicas**

Hay muchos tipos de cerámicas dependiendo del material que se use para su fabricación. La sílice es uno de los constituyentes de las cerámicas debido a su abundancia en la corteza terrestre y por las propiedades que aporta.

Las cerámicas son usadas a menudo como aislantes debido a su baja conductividad eléctrica y térmica. Son fuertes y duros, aunque frágiles y quebradizos. Hoy en día, con nuevas técnicas de procesamiento se consiguen cerámicas que sean suficientemente resistentes a la fractura para poder ser utilizadas en aplicaciones de carga.



Hay dos grupos de cerámicas, unas basadas en su estructura, que son las cerámicas estructurales y las otras basadas en sus comportamientos y funciones, que son las cerámicas funcionales.

Las cerámicas estructurales son usadas para construcción, vajilla y productos afines, envases, artículos sanitarios y de laboratorio, entre otros, sustituyendo a materiales que forman parte de estructuras mecánicas o que están sometidas a esfuerzos térmicos o de fatiga o a ataques químicos o a ambientes corrosivos. Por otro lado las cerámicas funcionales son usadas en la electrónica, electricidad, bioquímica, nuclear por su comportamiento aislante, óptico, superconductor, etc.

#### **1.1.3.4. Vidrio**

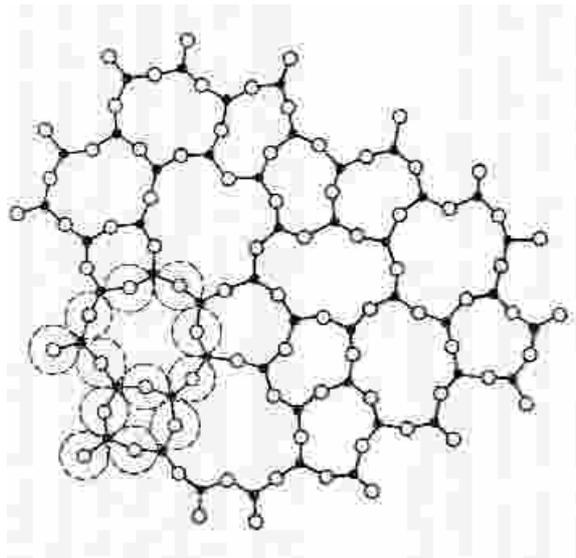
El vidrio se considera como un cuerpo en estado vítreo que se caracterizan por presentar un aspecto sólido con cierta dureza y rigidez y que ante esfuerzos externos moderados se deforman de manera generalmente elástica al igual que los líquidos, estos cuerpos son óptimamente isótropos, transparentes a la mayor parte del espectro electromagnético de radiación visible.

Además si se calientan, su viscosidad va disminuyendo paulatinamente, como la mayor parte de los líquidos, hasta alcanzar valores que permiten su deformación bajo la acción de la gravedad, tomando la forma del recipiente que los contiene como verdaderos líquidos.

No obstante, no presentan un punto claramente marcado de transición entre el estado sólido y el líquido o "punto de fusión". Todas estas propiedades han llevado a algunos investigadores a definir el estado vítreo no como un estado de la materia distinto, sino simplemente como el de un líquido subenfriado o líquido con una viscosidad tan alta que le confiere aspecto de sólido sin serlo.



Los cuerpos en estado vítreo no presentan una ordenación interna determinada, como ocurre con los sólidos cristalinos. Sin embargo en muchos casos se observa un desorden ordenado, es decir, la presencia de grupos ordenados que se distribuyen en el espacio de manera total o parcialmente aleatoria.



***Figura 3: SiO<sub>2</sub> en estado vítreo.***

Existen varias clases de vidrios, todas ellas tienen la sílice como parte de materia prima. La diferencia está en las sustancias que se añaden, las cuales les proporcionan propiedades diferentes a cada tipo.

El **vidrio de sílice** es el que mayor cantidad de sílice contiene, ya que está formado con un 96% de sílice. Es el más duro y el más difícil de trabajar, esto es porque tiene una estabilidad tan grande y una temperatura de reblandecimiento tan elevada (1 500°C) que soportan temperaturas hasta de 900°C durante largo tiempo. A temperaturas más altas que éstas pueden producirse una desvitrificación y la superficie se ve turbia. Por todas estas propiedades se utilizan en la fabricación de material de laboratorio, que requiere una resistencia excepcional al calor, como sucede con los crisoles, los tubos de protección para termopares, los revestimientos de hornos, las lámparas germicidas y los filtros ultravioletas



La sílice es un material elástico casi perfecto. Cuando se deforma debido a una fuerza externa, rápidamente regresa a su forma original. No pierde su estructura química ni siquiera con el calor, razón por la cual este tipo de vidrio es el más cotizado.

Luego tenemos el **vidrio de sódico-calcico** que está formado por sílice, sodio y calcio principalmente. El sodio le da cierta facilidad de fusión y el calcio la provee de estabilidad química. Este vidrio sin el calcio sería soluble hasta en agua y prácticamente no serviría para nada.

Este tipo de vidrio es el que se funde con mayor facilidad y el más barato. Por eso la mayor parte del vidrio incoloro y transparente tiene esta composición. Las ventanas de los edificios, desde la más grande hasta la más pequeña están hechas con este vidrio. Lo único que cambia de una diminuta ventana a un ventanal de enormes dimensiones es el espesor.

El siguiente es el **vidrio de plomo** que es igual que el vidrio de sódico-calcico cambiando el oxido de calcio por el oxido de plomo.

Es transparente y muy denso, lo cual le hace tener mayor poder de refracción y de dispersión. Se puede trabajar mejor porque funde a temperaturas más bajas. Su coeficiente de dilatación calorífica es muy elevado, lo cual quiere decir que se expande mucho cuando se aumenta la temperatura y por lo tanto no tiene gran resistencia al choque térmico. Posee excelentes propiedades aislantes, que se aprovechan cuando se emplea en la construcción de los radares y en el radio. Absorbe considerablemente los rayos ultravioletas y los rayos X, y por eso se utiliza en forma de láminas para ventanas o escudos protectores.

Por ultimo tenemos el **vidrio de borosilicato** el cual esta compuesto de sílice y oxido de boro. Es prácticamente inerte, más difícil de fundir y de trabajar. Tiene alta resistencia a cambios bruscos de temperatura, pero no tan alta como la del vidrio de sílice puro, pues aun cuando presenta el mismo tipo



## Estudio de la Coagulación en Suspensiones Acuosas de Sílice



---

de vibración, la longitud de los enlaces varía más cuando está presente el boro y el material tiene un coeficiente de dilatación mayor.



# 2. CARACTERIZACIÓN REOLOGICA Y MEDIDA DEL POTENCIAL ZETA



## **2. Caracterización Reológica y** **Medida del Potencial Zeta**

### **2.1. Reología**

#### **2.1.1. Definición**

La reología es la ciencia del flujo que estudia la deformación de la materia bajo la influencia de una fuerza mecánica. Se refiere, especialmente, al comportamiento del material que no puede describirse por los modelos lineales simples de la hidrodinámica y elasticidad. Algunas de estas desviaciones son debidas a la presencia de partículas coloidales o a la influencia de superficies. Su estudio es esencial en muchas industrias, incluyendo las de plásticos, pinturas, alimentación, tintas de impresión, detergentes o aceites lubricantes, por ejemplo.

La reometría es la determinación experimental de las propiedades reológicas.

#### **2.1.2. Aplicaciones de la Reología**

- Control de calidad de los alimentos: este control se realiza en la propia línea de producción. Es determinante para la aceptación de productos como patatas fritas, cereales, quesos, aperitivos, yogures, dulces, chocolates, cremas, etc.
- Estudio de la textura y consistencia de productos alimenticios: dichas propiedades son muy importantes a la hora de que un producto sea del agrado del consumidor.



- Producción de pinturas: una pintura debe ser esparcida de forma fácil pero sin que escurra.
- Producción de productos cosméticos y de higiene corporal: la duración de una laca sobre el pelo, la distribución de la pasta de dientes por toda la boca, la forma de cómo se esparce una crema, etc. Todas estas características se estudian con la reología para obtener la mayor eficacia del producto.
- Producción de medicamentos: se estudia su estabilidad química, su tiempo de caducidad y su facilidad de extrusión, entre otras.
- Caracterización de elastómeros y de polímeros tipo PVC.
- Estabilidad de emulsiones y suspensiones.
- Caracterización de gasolinas y otros tipos de hidrocarburos.
- Caracterización de metales (en situaciones de elevada temperatura), y de cristales líquidos.
- Control de sustancias que sean transportadas a lo largo de un recipiente cilíndrico (para evitar la reopexia).
- Estudio del magma en vulcanología: cuanto más fluido sea el magma más tendencia va a tener el volcán a que provoque una erupción.

### **2.1.3. Viscosidad**

La viscosidad se puede definir como una medida de la resistencia a la deformación del fluido. Es el débil rozamiento entre capas adyacentes que se produce en los líquidos y fluidos. Es lo que les confiere sus propiedades diferentes a las de los gases o sólidos y se mide en Pa·s. Dicho concepto se



introdujo anteriormente en la Ley de Newton, que relaciona el esfuerzo cortante con la velocidad de deformación (gradiente de velocidad).

$$\tau = D \cdot \mu \quad (\text{Ecuación 1) donde:}$$

$\tau$  : Esfuerzo cortante [mPa].

$\mu$  : Viscosidad [mPa·s]

$D$ : Velocidad de deformación [s<sup>-1</sup>]

Las unidades de viscosidad más utilizadas son los milipascales por segundo [mPa·s].

Además, el sistema cegesimal aún se sigue usando, siendo la unidad de medida el centiPoise [cp].

### 2.1.3.1. Tipos de viscosidad

Existen tres tipos de viscosidad: la viscosidad dinámica “ $\mu$ ”, la viscosidad cinemática y la viscosidad aparente.

La viscosidad dinámica o absoluta, se ha visto anteriormente en la ecuación 1. Si se representa la curva de fluidez (esfuerzo cortante frente a velocidad de deformación) se define también como la pendiente en cada punto de dicha curva.

En cambio, la viscosidad aparente “ $\eta$ ” se define como el cociente entre el esfuerzo cortante y la velocidad de deformación. Este término es el que se utiliza al hablar de viscosidad para fluidos no newtonianos.

Por último existe otro término de viscosidad “ $\nu$ ”, denominado viscosidad cinemática, que relaciona la viscosidad dinámica con la densidad del fluido



utilizado. Las unidades más utilizadas de esta viscosidad son los centistokes [cst].

1 stoke = 100 centistokes =  $\text{cm}^2/\text{s}$

Su ecuación es la siguiente:

$$\nu = \frac{\mu}{\rho} \quad (\text{Ecuación 2}) \text{ Siendo:}$$

$\nu$  : Viscosidad cinemática.

$\mu$ : Viscosidad dinámica.

$\rho$ : Densidad del fluido.

## 2.1.4. Fluidos

Un fluido se define como una sustancia que se deforma continuamente bajo la aplicación de esfuerzos cortantes.

Las características reológicas de un fluido son uno de los criterios esenciales en el desarrollo de productos en el ámbito industrial. Frecuentemente, éstas determinan las propiedades funcionales de algunas sustancias e intervienen durante el control de calidad, los tratamientos (comportamiento mecánico), el diseño de operaciones básicas como bombeo, mezclado y envasado, almacenamiento y estabilidad física, e incluso en el momento del consumo (textura).

Las propiedades reológicas se definen a partir de la relación existente entre fuerza o sistema de fuerzas externas y su respuesta, ya sea como deformación o flujo. Todo fluido se deforma en mayor o menor medida al someterse a un sistema de fuerzas externas. Dicho sistema de fuerzas se representa matemáticamente mediante el esfuerzo cortante " $\tau_{xy}$ ", mientras que



la respuesta dinámica del fluido se cuantifica mediante la velocidad de deformación "D".

### 2.1.4.1. Tipos de fluidos

Existen 3 tipos de fluidos:

- Newtonianos (proporcionalidad entre el esfuerzo cortante y la velocidad de deformación).
- No Newtonianos (no hay proporcionalidad entre el esfuerzo cortante y la velocidad de deformación)
- Viscoelásticos (se comportan como líquidos y sólidos, presentando propiedades de ambos).

La relación entre el esfuerzo cortante aplicado y la velocidad viene dada por la ecuación:

(Ley de viscosidad de Newton)

$$\tau_{xy} = \mu \cdot \frac{du}{dt} \quad (\text{Ecuación 3}) \text{ siendo:}$$

$\tau_{xy}$  = esfuerzo cortante (mPa)

$\mu$  = viscosidad dinámica del fluido (mPa·s)

$du/dy$  = velocidad de deformación del fluido (s<sup>-1</sup>) = D

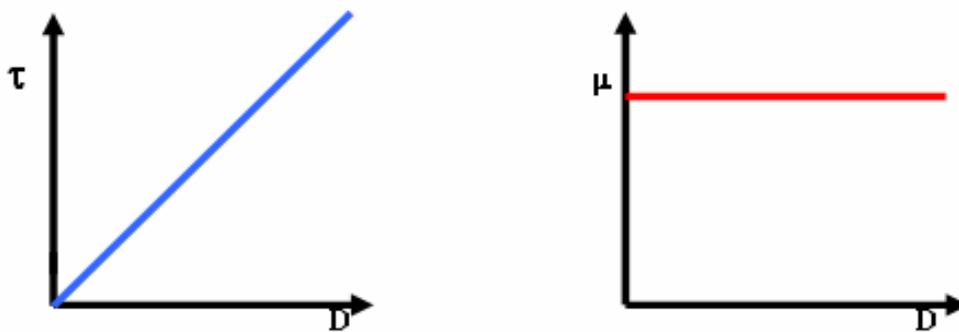
#### 2.1.4.1.1. Fluido Newtoniano

Un fluido newtoniano se caracteriza por cumplir la Ley de Newton, es decir, que existe una relación lineal entre el esfuerzo cortante y la velocidad de deformación (ecuación anterior). Si por ejemplo se triplica el esfuerzo cortante,



la velocidad de deformación se va a triplicar también. Esto es debido a que el término  $\mu$  (viscosidad) es constante para este tipo de fluidos y no depende del esfuerzo cortante aplicado.

Hay que tener en cuenta también que la viscosidad de un fluido newtoniano no depende del tiempo de aplicación del esfuerzo, aunque sí puede depender tanto de la temperatura como de la presión a la que se encuentre.



***Figura 4: Curvas de fluidez y de viscosidad para un fluido newtoniano.***

Como se puede observar en la curva de fluidez, el valor de la viscosidad  $\mu$  es la tangente del ángulo que forman el esfuerzo de corte y la velocidad de deformación, la cual es constante para cualquier valor aplicado. Además se observa en la curva de viscosidad que la viscosidad es constante para cualquier velocidad de deformación aplicada.

La ecuación que modela un fluido newtoniano es la vista anteriormente. Ejemplos de este tipo de fluidos son el agua, el aceite, etc.

#### 2.1.4.1.2. Fluido NO Newtoniano

Los fluidos no newtonianos son aquellos en los que la relación entre esfuerzo cortante y la velocidad de deformación no es lineal.

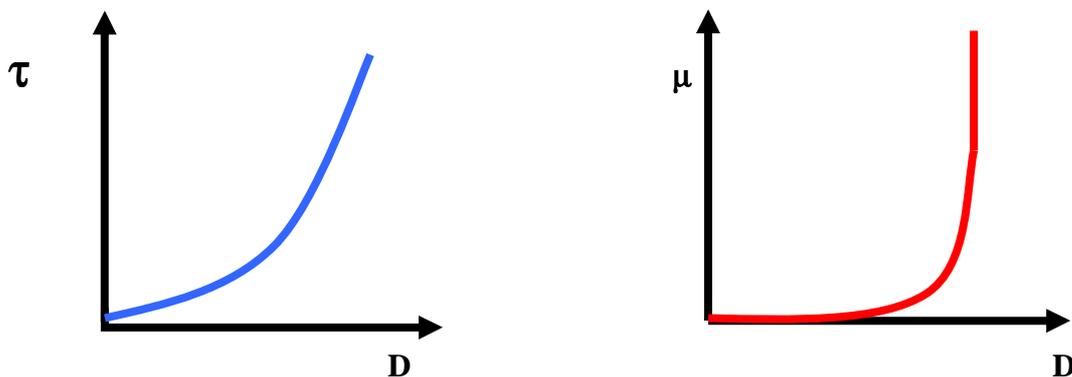


Estos fluidos se caracterizan porque su viscosidad no permanece constante cuando la temperatura y la composición permanecen invariables, sino que depende del esfuerzo cortante o gradiente de velocidad y, a veces, del tiempo de aplicación del esfuerzo. Ello es debido a que la constitución física varía al someter el producto a los efectos de rozamiento a lo largo del tiempo. Dado que en este tipo de fluidos la viscosidad no permanece constante, se emplean valores de viscosidad aparente para describir su comportamiento.

Los **fluidos independientes del tiempo** se clasifican en tres grupos: plásticos, pseudoplásticos y dilatantes, y se caracterizan por que la viscosidad aparente sólo depende de la temperatura, de la composición del fluido y del esfuerzo cortante o gradiente de velocidad aplicado, pero nunca del tiempo de aplicación de éste último.

**- Pseudoplásticos:**

Se caracterizan porque su viscosidad aparente decrece cuando aumenta el gradiente de velocidad de deformación. Cuando se realiza una curva de fluidez de líquidos con viscosidad pseudoplástica, las curvas ascendentes y descendentes son idénticas, es decir, una curva transcurre sobre la otra.



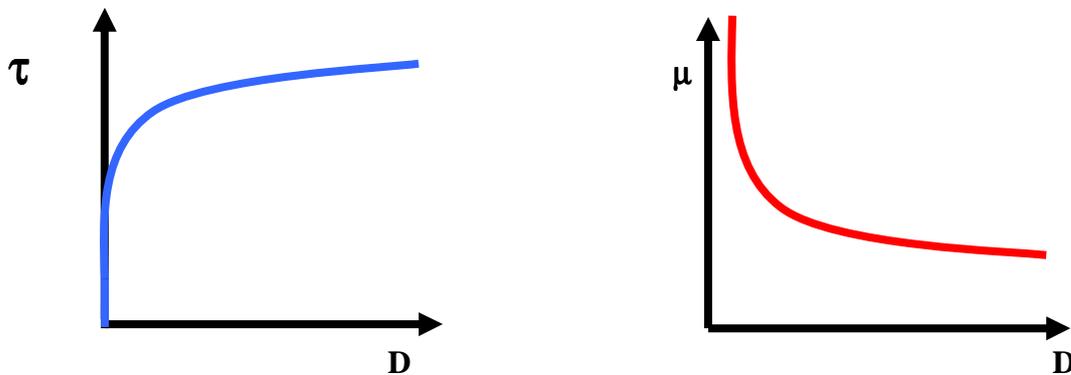
***Figura 5: Curvas de fluidez y de viscosidad para un fluido dilatante.***

**- Plásticos:**

Son aquellos que no fluyen hasta que no son sometidos a un esfuerzo cortante límite determinado, llamado esfuerzo de deformación plástica o límite de fluidez. Se consideran fluidos plásticos tanto los sólidos como los líquidos.



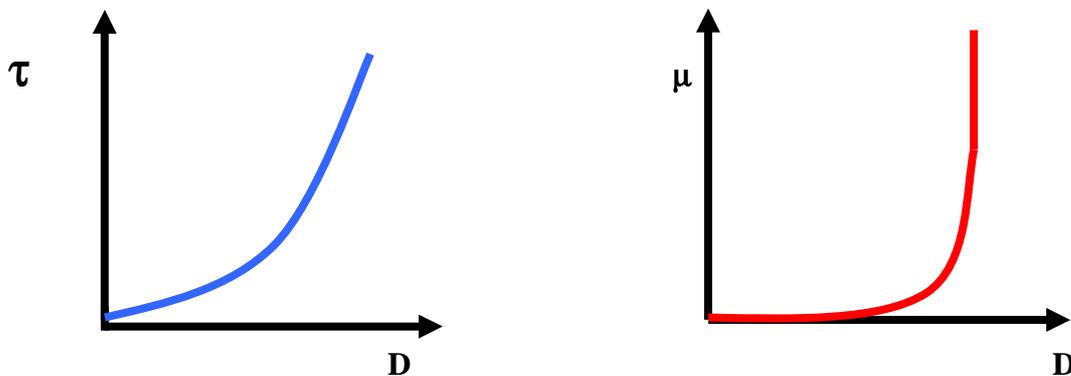
La curva de fluidez de estos no empieza en el cero, sino que transcurre un tramo sobre la ordenada para separarse en límite de fluidez de está.



**Figura 6:** Curvas de fluidez y de viscosidad para un fluido plástico

**- Dilatantes:**

Tienen la característica de que al aumentar el gradiente de velocidad aumenta la viscosidad aparente. La dilatación en líquidos es rara. Como este comportamiento en general complica el proceso, es aconsejable reducir la dilatancia mediante las variaciones adecuadas en la formulación de las sustancias.



**Figura 7:** Curvas de fluidez y de viscosidad para un fluido dilatante.

Los **fluidos dependientes del tiempo** son aquellos en los que la viscosidad aparente depende, además de la velocidad de deformación, del tiempo de actuación de dicha velocidad. Los fluidos no newtonianos con propiedades dependientes del tiempo se subdividen en fluidos tixotrópicos y reopéticos.



**- Tixotrópicos:**

Son todos aquellos que al aplicarles una velocidad de deformación constante, muestran una disminución del esfuerzo cortante y de la viscosidad aparente con el tiempo. Esto es debido al cambio continuo de la estructura del material, que puede ser en cualquier caso reversible o irreversible. La tixotropía indica una continua ruptura o reorganización de la estructura dando como resultado una disminución de la resistencia al flujo.

La tixotropía se presenta en líquidos no newtonianos que al finalizar el cizallamiento solo recuperan su viscosidad inicial tras un periodo de tiempo. Estos líquidos presentan también en su mayoría un límite de fluidez.

**- Reopécticos:**

Tienen un comportamiento al flujo contrario a los tixotrópicos, es decir, la viscosidad aparente aumenta con el tiempo en que la muestra es sometida a un determinado gradiente de velocidad y la viscosidad original solo puede recuperarse transcurrido un periodo de tiempo después de finalizado el cizallamiento.

#### 2.1.4.1.3. Fluidos viscoelásticos

Los fluidos viscoelásticos se caracterizan por presentar a la vez tanto propiedades viscosas como elásticas. Esta mezcla de propiedades puede ser debida a la existencia en el líquido de moléculas muy largas y flexibles o también a la presencia de partículas líquidas o sólidos dispersos.

La ecuación que describe el comportamiento viscoelástico está basada en el modelo de Maxwell:

$$\tau + \lambda \cdot \dot{\tau} = \eta \cdot D \quad (\text{Ecuación 4}) \text{ donde,}$$

$\tau$  = esfuerzo cortante aplicado

$\lambda$  = tiempo de relajación



$\tau$  = gradiente de esfuerzos cortantes ( $\mu/G$ )

$\eta$  = viscosidad aparente

$D$  = velocidad de deformación

Ejemplos de fluidos viscoelásticos son la nata, la gelatina, los helados, etc.

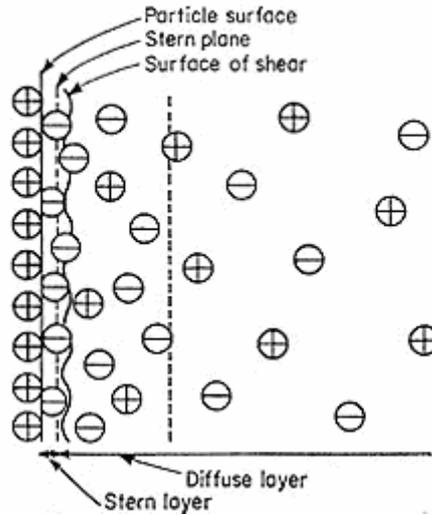
## 2.2. Potencial Zeta o Potencial Electrocinético

### 2.2.1. Definición

El potencial Zeta es el potencial eléctrico que existe en el plano de corte de la partícula, con una distancia corta de la superficie. Además es uno de los parámetros fundamentales que controla la interacción de las partículas en suspensión.

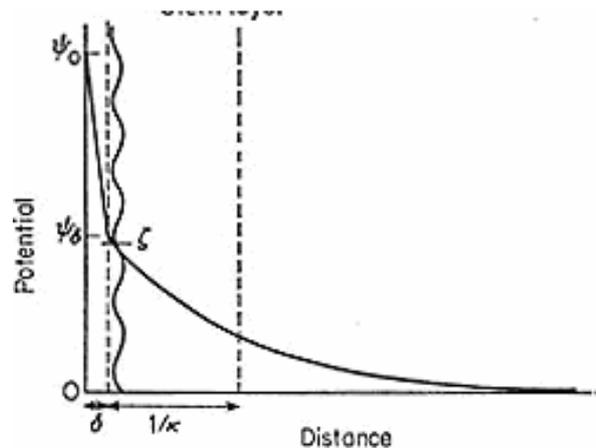
Las partículas coloidales dispersas en una solución están cargadas eléctricamente gracias a sus características iónicas y características de bipolaridad. El desarrollo de una red de carga eléctrica en la superficie de la partícula puede afectar la distribución de iones en una región interfacial vecina, y provocar un aumento de la concentración de iones de carga contraria a la partícula cerca de la superficie. Cada partícula dispersa en una solución se rodea de iones cargados con carga opuesta que se denomina capa fija. Fuera de esta capa fija, existen distintas composiciones de iones de polaridad opuesta, formando un área nebulosa. De esta manera se crea una capa doble eléctrica en la región de interfase partícula- líquido.

La capa doble consiste en dos partes: una región interna que incluyen iones unidos fuertemente a la superficie y una externa, o región de difusión donde la distribución de iones se determina por un balance de fuerzas electrostáticas y movimiento termal aleatorio.



**Figura 8: Representación Doble Capa.**

De esta forma, el potencial en esta región decae con la distancia desde la superficie, hasta que a cierta distancia se vuelve cero (ver figura 9).



**Figura 9: Representación del Potencial vs. Distancia.**

Cuando se suministra un voltaje a una solución con partículas dispersas, las partículas son atraídas por el electrodo de polaridad opuesta, acompañados de la capa fija y parte de la capa doble difusa. El potencial en el límite entre la unidad, en el plano mencionado de corte, entre la partícula con su atmósfera iónica y el medio que le rodea, se denomina potencial zeta.

El potencial zeta es una función de la superficie cargada de una partícula, cualquier capa adsorbida en la interfase y la naturaleza y



composición del medio en el que la partícula está suspendida. Es importante porque puede ser medido de una manera muy simple, mientras que la carga de la superficie y su potencial no pueden medirse.

El potencial zeta puede calcularse con la fórmula siguiente Smoluchowski's:

$$\zeta = \frac{4\pi\eta}{\epsilon} \times U$$

$\zeta$ = Zeta Potential ( <i>mV</i> )
$\eta$ = Viscosity of Solution
$\epsilon$ = Dielectric Constant
$U = \frac{v}{V/L}$ : Electrophoretic Mobility
$v$ = Speed of Particle ( <i>cm/sec</i> )
$V$ = Voltage ( <i>V</i> )
$L$ = The distance of Electrode

El principio de determinación del potencial zeta es muy simple. Se aplica un campo eléctrico controlado por medio de electrodos inmersos en una muestra en suspensión; esto provoca que las partículas cargadas se muevan a través del electrodo de polaridad opuesta. Las fuerzas viscosas que actúan en la partícula en movimiento tienden a oponerse a este movimiento, estableciéndose un equilibrio entre ambas fuerzas de atracción electrostática y la resistencia de viscosidad.

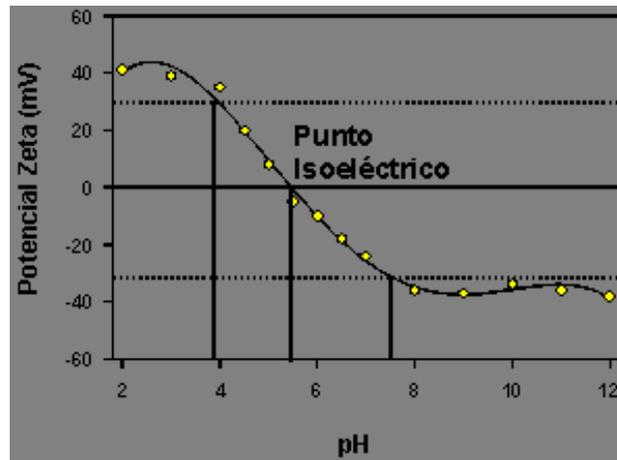
El potencial zeta puede ser una manera efectiva de controlar el comportamiento del coloide puesto que indica cambios en el potencial de la superficie y en las fuerzas de repulsión entre los coloides.

### 2.2.2. Potencial Zeta en función del pH

El potencial zeta es determinado por la naturaleza de la superficie de la partícula y el medio de dispersión. El pH es a menudo un parámetro importante, y esta gráfica muestra una acción típica del efecto del pH.



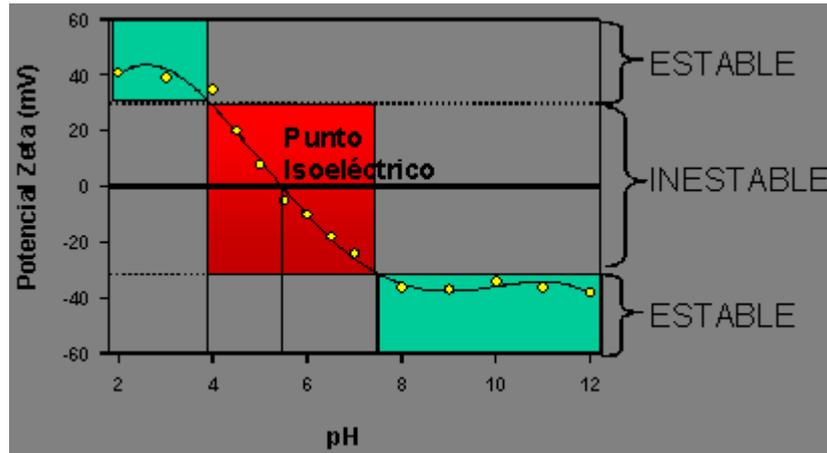
En la figura 8 se aprecia como la curva pasa través del potencial zeta en cero, en el eje de las "X", y a este punto se le llama punto isoeléctrico. Esto significa que las partículas no experimentan repulsión, por lo que la aglomeración puede ser un efecto a esperarse.



**Figura 10: Punto Isoelectrico.**

De hecho puede existir cierta atracción cerca del valor isoelectrico, y como regla si queremos asegurarnos que exista repulsión entre las partículas, debemos asegurarnos de que el valor de potencial zeta en mayor a +30mV o menor a -30mV en el caso de la grafica que muestra la figura 8.

Basándonos en la gráfica de la figura 11 (*parte inferior*), se ve la región de inestabilidad en cuanto al pH, correspondiente en este caso entre pH 4 hasta pH 7.5 y también las regiones de estabilidad, que se encuentra a pH menor a 4 y mayor a 7.5.



**Figura 11:** Zonas estables e inestables en función del pH

### 2.2.3. Aplicaciones del Potencial Zeta

El potencial zeta se aplica a una amplia lista de materiales en los que se encuentran las cerámicas, pinturas, productos farmacéuticos y a diversos procesos como la fabricación del papel.

#### Arcillas y cerámicas

La doble capa eléctrica de partículas de arcillas tiene un efecto significativo sobre sus características de sedimentación, floculación y viscosidad. Además de las cerámicas, las arcillas son parte esencial de los papeles, perforación de pozos, pegamentos, ungüentos, gomas y plásticos sintéticos. La mayoría de estos sistemas son dispersiones de arcillas en agua y otros líquidos. La química del coloide de barro es importante en casi todas las aplicaciones donde se usan arcillas y líquidos, como en los problemas de consolidación de la tierra, nutrición de las plantas, preparación y modelado de cerámicas y en la perforación de pozos de petroleros.



## Minerales

Se separan muchos elementos de los minerales tales como cobre, plomo, zinc y tungsteno del mineral al mezclarlos con un colector y al suspenderlos en agua. Luego se les somete a flotación. Se inyecta aire a la mezcla y el colector hace que las partículas se adhieran a las burbujas y así puedan recubrir la superficie de la burbuja. La eficiencia de este proceso depende del grado de adsorción entre el colector y el mineral, el cual puede ser controlado por el potencial zeta de las partículas. Otra interesante aplicación de los estudios de potencial zeta ha sido la minimización de la viscosidad de los barros de carbón.

## Productos Farmacéuticos

Las propiedades físicas de los productos farmacéuticos afectan los resultados esperados del producto. Una suspensión satisfactoria no se endurece y se mantiene aún cuando se guarda en el gabinete. Con coloides finos esto puede lograrse agregando un agente de suspensión para incrementar el potencial zeta y producir una máxima repulsión entre las partículas adyacentes. Un sistema de alta dispersión sedimentará muy lentamente pero las partículas que lleguen a sedimentarse se aglomerarán, propiciando el endurecimiento.

Algunas veces la forma mas efectiva de acercarse a una suspensión satisfactoria es formando una débil suspensión floculada. Las partículas suspendidas forman una "madeja" aglomerada unida por fuerzas de Van der Waals. Las partículas floculadas sedimentan rápidamente formando unas ligeras masas adheridas con grandes sedimentos en lugar de formarse una pasta. Una floculación débil requiere un potencial zeta de casi cero.



## Pinturas

Los pigmentos de las pinturas deben estar muy bien dispersos, para obtener una pintura de buena calidad. Si los pigmentos se aglomeran, entonces la pintura parecerá tener grandes partículas de pigmentos y la calidad del color disminuye. El brillo y la textura también son afectados por el grado de dispersión de las partículas en la pintura. Las medidas del potencial zeta pueden ser utilizados en este caso para controlar la composición de la pintura y la cantidad de aditivos necesarios para una dispersión óptima.

## Fabricación de Papel

La retención de fibras y finos puede ser aumentado mediante el control del potencial zeta. El potencial zeta reduce la cantidad de sedimentos producidos por la planta de tratamiento de desagüe y también reduce la carga en sistemas de reciclaje de agua tratada.

La medición del potencial zeta asiste igualmente al fabricante de papel a comprender el efecto de varios ingredientes del papel, así como también las características físicas de las partículas del papel.

### **2.2.4. Método de la ruta coloidal**

La ruta coloidal es una técnica de conformado de materiales cerámicos que depende principalmente de las propiedades del material de partida y de la forma y tamaño de las piezas que se desea obtener. Además de la ruta coloidal existen también otras técnicas como la técnica de pulvimetalurgia, llamada así por su origen común con la metalurgia de polvos metálicos.

En concreto la ruta coloidal es un proceso físico-químico de fabricación que se inicia a partir de una disolución que contiene partículas dispersas llamadas coloides con un tamaño que puede variar desde los nanómetros



hasta las decenas de micras. Estas partículas se encuentran dispersas en un medio líquido en el que son normalmente insolubles. El sistema se consolida en forma de gel de mayor o menor estabilidad con la eliminación de la mayor parte del disolvente y además se puede conformar según la geometría final que se desea obtener.

El procesado por ruta coloidal permite operaciones que producen materiales con algunas características que no se pueden conseguir mediante los otros métodos convencionales.

La inhomogeneidad de los materiales preparados por estas técnicas es lo suficientemente pequeña como para conseguir que la densidad de las cerámicas sea alta tras sinterizados cortos.

Existen varias técnicas de procesamiento según el procedimiento empleado. Todas ellas se basan en conseguir una mezcla líquida homogénea y estable en el tiempo a partir de polvos del material cerámico, de la cual se pueda volver a obtener el material en forma sólida y con la geometría deseada, normalmente en forma de lámina, recubrimiento o formas que no se pueden obtener fácilmente mediante compactación.

Para obtener una suspensión coloidal, los polvos cerámicos deben ser insolubles en el medio líquido, ya sea acuoso u orgánico. A veces es necesario añadir una serie de aditivos para que la estabilicen. Estos aditivos se clasifican en diferentes grupos según la función que tengan. Los dispersantes son unos aditivos que por mecanismos electrostáticos, estéricos o por combinación de ellos se oponen a las fuerzas atractivas de tipo Van der Waals entre las partículas de polvo cerámico, manteniéndolas separadas entre sí. De esta forma se evita la formación de aglomerados disminuyendo así la viscosidad de la suspensión. Con ellos se logra obtener una suspensión homogénea concentrada con la menor viscosidad posible. También hay otros tipos de aditivos como los aglomerantes y plastificantes que dan consistencia y flexibilidad a la pieza una vez que se ha secado el disolvente.



### 2.2.4.1. Técnicas de procesado por ruta coloidal

Para elegir un método de conformado (proceso para conseguir la forma final del producto), se debe tener en cuenta la geometría del material, la cantidad a producir, la reproducibilidad, la homogeneidad, la aplicación y la calidad de las propiedades del producto final que se quiere conseguir.

En el caso de las cerámicas superconductoras se procesan de varias formas: láminas, cintas, cables, materiales de grandes volúmenes en forma cilíndrica, etc.

Existen diferentes métodos para la obtención de piezas en verde, pero los más habituales son cuatro, el colado en molde poroso (slip casting), el colaje en cinta (tape casting), la inmersión (dip coating) y el screen printing.

Todos éstos tienen en común el empleo de una suspensión compuesta de aditivos orgánicos (dispersantes, disolventes, aglomerantes y plastificantes) y un polvo superconductor y además tras la obtención de la pieza, la lámina o recubrimiento por cualquiera de los métodos, se debe realizar un tratamiento térmico que elimine los aditivos que se han añadido durante el procesado y realizar la sinterización a alta temperatura para lograr la densificación del material. La lámina o recubrimiento sólido obtenido deben tener un espesor y una densidad uniformes a lo largo de toda su longitud y anchura.

#### 2.2.4.1.1. Slip casting

El método de colado en molde consiste en verter la suspensión en un molde de escayola de forma que el disolvente se filtra a través de las paredes, quedando una pieza de material sólido compacto en su interior.

La suspensión, por lo general sin aglomerante o con una pequeña adición de éste, se vierte inmediatamente en el molde de escayola y se cierra para evitar la evaporación del disolvente. El yeso absorberá el disolvente



gracias a su porosidad. La duración de este proceso dependerá de la facilidad que tenga el disolvente utilizado para absorberse en el yeso y el espesor de material que quiera obtenerse.

#### 2.2.4.1.2. Dip coating

El moldeado por inmersión consiste en sumergir un sustrato en un recipiente que contiene la suspensión del material con el que se quiere realizar el recubrimiento, siendo este de unas 10-50 micras.

El recubrimiento consta de tres etapas:

- 1) El sustrato que se quiere recubrir se sumerge en la suspensión. El tiempo que permanece en reposo permite que el material se impregne o adsorba las partículas de la suspensión.
- 2) Se retira el sustrato a una velocidad controlada para que quede impregnado en la superficie.
- 3) Secado del recubrimiento, que puede forzarse mediante aire caliente o un tratamiento térmico en horno.

El proceso se repite varias veces hasta conseguirle espesor deseado.

#### 2.2.4.1.3. Screeng printing

Se denomina método de pintado de la muestra o impresión con máscara. Se emplea una pantalla de poliéster en forma de malla. Se recubre la máscara y se deposita la tinta del material superconductor. La tinta pasa a través de las áreas abiertas, recubriendo las zonas deseadas. Este recubrimiento suele ser de entre 3 y 100 micras.



## 2.2.4.2. Tape casting o colage en cinta

Este método, también llamado técnica Doctor Blade, se emplea habitualmente para el conformado de láminas cerámicas superconductoras gruesas (entre decenas de micras y varios milímetros) de dimensiones mucho mayores que en el caso de los otros procedimientos, autosoportadas a partir de suspensiones de una forma directa

El proceso consiste básicamente en la preparación de una suspensión de polvos inorgánicos en medio líquido, acuoso o no acuoso. Dicho medio está compuesto por disolventes, dispersantes, plastificantes y aglomerantes. Cuando se evapora el disolvente, las partículas coalescen para dar lugar a una pieza verde con densidad elevada. Se pueden realizar las láminas tan anchas como sea la cuchilla del carro y tan largas como se quiera.

La lámina se obtiene depositando la suspensión sobre una superficie lisa y enrasándola con una cuchilla que se desplaza a una altura fija. Se pueden distinguir dos variantes: carro fijo con cinta móvil y carro móvil con cinta fija.

La superficie debe de estar limpia y pulida y estar fabricada con un material que sea compatible con los componentes de la suspensión, que ni los adsorba ni se disuelva en ellos, ni que el aglomerante se adhiera a ella, ya que en el caso de quedar excesivamente adherido, la separación posterior será dificultosa, y con riesgo de rotura para la lámina. Los materiales más utilizados como superficie sobre la que se fabrica la lámina son el acero inoxidable, teflón, mylar, celofán, poliéster, polipropileno o acetatos.

A continuación la lámina se seca en una estufa o en un evaporador por corriente de aire a un ritmo controlado y lento. El secado se realiza a una temperatura cercana pero inferior a la de ebullición del disolvente. El resultado es una lámina densa y resistente pero flexible, que se puede cortar con las dimensiones deseadas.



Así pues, este procesado consta de 5 etapas:

- Molienda y mezclado.
- Deaireación, ya que las burbujas de aire pueden causar defectos.
- Colado.
- Secado, conformado y extracción de orgánicos.
- Sinterizado.

#### 2.2.4.2.1. Componentes de una suspensión

Las suspensiones son mezclas heterogéneas formadas por un sólido en polvo o pequeñas partículas no solubles (fase dispersa) que se dispersan en un medio líquido (dispersante).

##### 2.2.4.2.1.1. Polvo cerámico

Es el ingrediente más importante de la mezcla, y a partir del cual se obtendrá la pieza final en el caso de que se procese. Los parámetros fundamentales que se necesitan conocer para obtener una buena suspensión son la distribución de tamaño de partículas, su forma, la superficie específica y la densidad.

##### 2.2.4.2.1.2. Disolvente

El disolvente es la base de la suspensión, el que le confiere la fluidez y aglutina a todos los componentes que intervienen en el proceso. La elección del disolvente está supeditada a las propiedades físicas y químicas del material que va a contener. También influye el dispersante y aglomerante utilizados, debido a la interacción que tendrán con el disolvente. Un requisito importante del disolvente es que posea un punto de ebullición bajo para que su eliminación pueda realizarse mediante evaporación, sin riesgo de afectar al resto de



aditivos, evitando que se evaporen, quemén o reaccionen de alguna manera. Otro requerimiento es que también debe disolver fácilmente al dispersante y al resto de ingredientes.

El agua es el disolvente más utilizado por su facilidad de manejo, seguridad y bajo coste, a pesar de que sus propiedades no son las más adecuadas para la mayoría de suspensiones, por su alto punto de ebullición, alta tensión superficial y su incompatibilidad con muchas sustancias orgánicas o inorgánicas con las que reacciona, descompone u oxida.

Los disolventes orgánicos basados en alcoholes o cetonas resultan en ocasiones mucho más apropiados por tener puntos de ebullición menores y disolver fácilmente muchos compuestos orgánicos. El etanol y el isopropanol son los disolventes más empleados por la buena combinación de sus propiedades. También resulta útil a veces usar mezclas aceotrópicas de disolventes. Una mezcla aceotrópica es una mezcla de dos o más compuestos químicos en una proporción tal que no puede variarse mediante evaporación. Esto se debe a que el vapor resultante posee la misma composición química que la mezcla original en fase líquida. Las mezclas aceotrópicas de varios líquidos se comportan como uno solo, combinando las propiedades de todos ellos.

### **2.2.4.2.1.3. Dispersante**

El dispersante o surfactante es el componente que permite que el polvo permanezca disperso en el disolvente sin que aparezcan aglomerados que puedan precipitar y disminuyendo la viscosidad. Actúa separando físicamente las partículas mediante diversos mecanismos.

Los dispersantes son aditivos activos que modifican activamente la superficie de las partículas, dándole las características deseadas, tales como una carga superficial o una superficie química específica. Actúan como separadores de partículas, dejando las partículas separadas unas de otras.



La estabilidad de la suspensión depende de las siguientes fuerzas de interacción entre partículas:

- Choques entre partículas.
- Fuerzas de van der Waals.
- Fuerzas entrópicas.
- Interacción electrostática.
- Fuerzas estéricas.

Las fuerzas que favorecen la estabilización son las estéricas, que actúan por interposición entre partículas, y las electrostáticas, basadas en la repulsión entre cargas del mismo signo. Por otra parte, las principales fuerzas que tienden a desestabilizar las suspensiones son la gravedad (o las fuerzas de flotación, si la densidad del sólido es menor que la del líquido) y las fuerzas atractivas de Van der Waals. La estabilidad se consigue cuando en el equilibrio de fuerzas las componentes repulsivas superan a las atractivas.

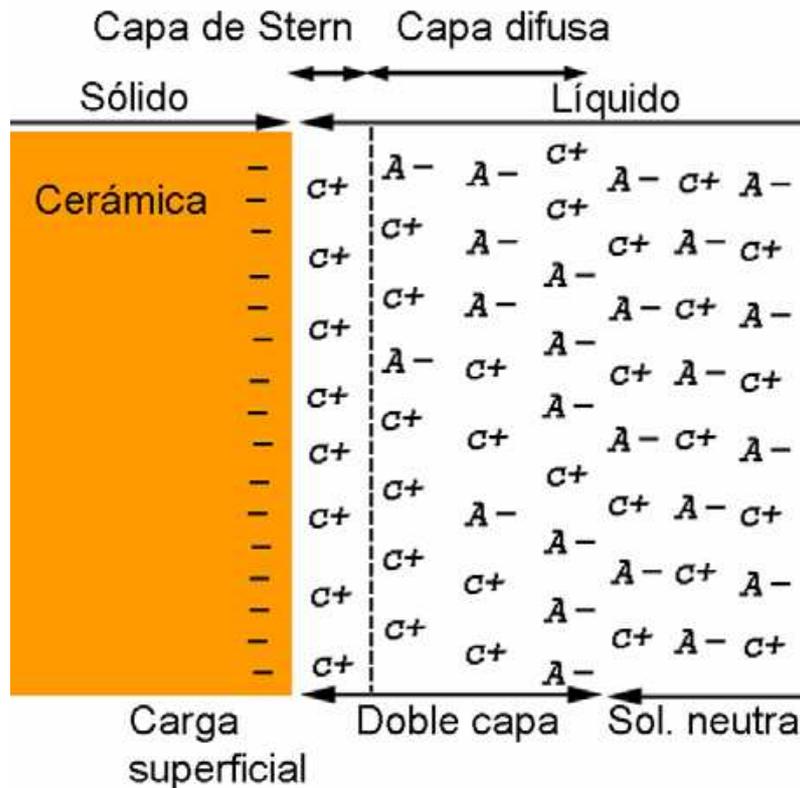
Precisamente, la solución se desestabiliza en el momento en el que la gravedad, ayudada por la energía cinética de las partículas, es capaz de superar las barreras impuestas por las fuerzas estabilizantes. La atracción mediante fuerzas de Van der Waals crece al disminuir la distancia media entre partículas, lo que también aumenta el número medio de choques. La agregación entre partículas para formar coágulos y posteriormente flóculos provoca que los efectos de las fuerzas atractivas sean aún mayores, de forma que el cambio es irreversible. Las suspensiones coloidales desestabilizadas y con un gran contenido en sólidos forman geles viscoelásticos.



Existen tres mecanismos de actuación de un dispersante:

1. Electrostático.

Consiste en la modificación de las cargas superficiales de las partículas. La mayoría de las sustancias adquieren una carga eléctrica superficial en contacto con un medio polar (por ejemplo el agua) que se puede describir a través de la doble capa, un modelo físico sobre el comportamiento de los iones de disoluciones y suspensiones en las cercanías de superficies cargadas. Este modelo se basa en la existencia de dos capas de iones que rodean las superficies de las partículas, la más cercana, de iones de signo opuesto a la carga superficial (capa de Stern) y a continuación una más amplia de signo contrario, y que se va diluyendo conforme se aleja de la partícula hasta volver a ser la mezcla neutra de iones de la disolución (capa difusa), tal y como se muestra en la siguiente figura:



**Figura 12:** Doble capa eléctrica sobre una superficie.

C<sup>+</sup>=cationes, A<sup>-</sup>=aniones



El equilibrio de esta capa condiciona al potencial de repulsión de las superficies, asociado a las siguientes reacciones de equilibrio:



Esta relación se verifica muy bien para medios acuosos, donde las partículas adquieren carga mediante estas reacciones de equilibrio y el mecanismo electrostático es factible. Este mecanismo de dispersión también puede ocurrir en el caso de los disolventes orgánicos, donde las partículas también pueden adquirir carga dependiendo de la relación ácido-base entre las mismas y el disolvente. Las partículas de óxido suelen tener una superficie básica, por lo que si el disolvente es un orgánico ácido, puede ocurrir un intercambio de protones entre el medio ácido y las partículas básicas y éstas adquirir cargas. Si el medio orgánico es básico esta reacción no se establecerá.

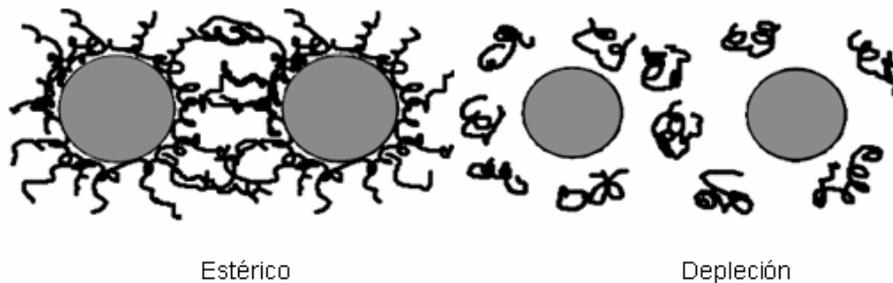
Mediante la adición de electrolitos se puede modificar el potencial de la superficie para aumentarlo, o disminuirlo hasta llegar a cero, y volver a cargar la capa con cargas de signo opuesto, según el objetivo que se desea alcanzar. De esta forma, existe un valor de pH con el que se alcanza un potencial nulo en la superficie de la partícula. Se define el punto isoeléctrico como el valor del pH de un medio disperso con una suspensión coloidal en el cual el soluto no se mueve al aplicar un campo eléctrico. Dependiendo de los grupos funcionales que contenga el electrolito, el potencial puede volverse más positivo o negativo dependiendo de la ganancia o pérdida de iones  $H^+$ . El potencial zeta, abreviatura de potencial electrocinético, es el potencial entre el plano formado por la capa de Stern y la capa difusa y los puntos alejados del fluido. Expresa la energía potencial eléctrica en la doble capa eléctrica que rodea las superficies de los coloides de la suspensión.



## 2. Estéricos.

El impedimento estérico consiste en el apantallado de las superficies frente a otras partículas presentes en la disolución mediante las largas cadenas del polímero empleado como dispersante. Este efecto está asociado al hecho de que los átomos ocupan espacio y el solapamiento de orbitales electrónicos conlleva un coste de energía.

Existen dos mecanismos de estabilización polimérica o mediante interposición: la estabilización estérica y el mecanismo de depleción. A continuación se muestran esquemáticamente ambos sistemas de estabilización.



***Figura 13: Esquema de los mecanismos de estabilización: estérico y por depleción***

La estabilización estérica de las partículas coloidales se consigue al agregarse macromoléculas a la superficie mediante adsorción química. Las largas cadenas separan a las partículas de polvo.

La estabilización mediante depleción se consigue mediante macromoléculas que no se adsorben en la superficie, sino que están libres en la disolución. La concentración de macromoléculas en el medio disminuye en las cercanías de las partículas, de forma que hay un gradiente de densidad negativo. Para que el polímero se acerque a las superficies es necesario que se comprima o se distorsione, de forma que disminuye la energía libre. Lo mismo ocurre cuando las partículas se aproximan entre sí. Cuando la distancia entre partículas es menor que el diámetro medio de las moléculas del polímero,



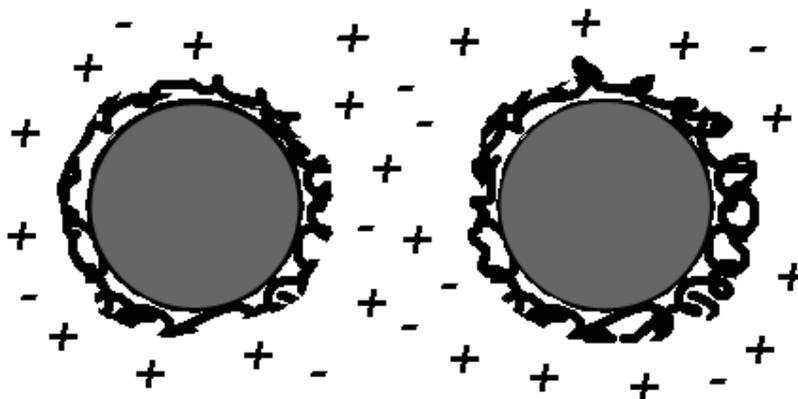
éstas últimas se ven expulsadas de la zona, permitiendo la unión entre las partículas y por tanto la floculación. Para evitar este proceso se requieren concentraciones grandes de polímero, como las empleadas en moldeo por inyección. La estabilidad solo aumenta al aumentar la concentración del dispersante depletivo.

La combinación de depleción y estabilización estérica es muy común cuando hay grandes concentraciones de polímero libre en la dispersión.

### 3. Electroestéricos.

Actúa mediante el efecto combinado de los dos anteriores. El origen de la componente electrostática puede ser una carga neta en la superficie de las partículas o cargas asociadas a los polímeros adheridos a la superficie (polielectrolitos). También son posibles las combinaciones de estabilización mediante depleción y estabilización electrostática y estérica.

La estabilización electroestérica es el mecanismo más eficiente porque conjuga todas las ventajas de los mecanismos anteriores. A distancias cortas es más importante la repulsión estérica y a distancias grandes la repulsión electrostática.



***Figura 14: Esquema del mecanismo de estabilización electroestérico.***

Los mecanismos de interposición, ya sean estéricos, electroestéricos o de depleción, requieren de moléculas poliméricas con cadenas largas. Sin



embargo, existen sustancias con moléculas más pequeñas, con pesos moleculares inferiores a 3000, que también promueven la estabilización de suspensiones mediante su adsorción en superficie. Estos dispersantes, que son los más utilizados, se denominan surfactantes o tensoactivos. Normalmente contienen dos partes dentro de sus moléculas, una porción liófila (o hidrófoba), que suele ser una cadena polimérica no necesariamente larga, unida a otra parte liófila (o hidrófila), un grupo funcional que mejora su solubilidad en agua. Los surfactantes tienen la capacidad de adsorberse sobre las superficies o interfaces de los líquidos y otros medios que pueden ser otros líquidos, gases o sólidos. En este último caso los surfactantes controlan la interfase sólido/líquido, mejorando el mojado de las partículas sólidas en el líquido en el que están inmersas. Forman micelas con la parte liófila o liófila hacia el interior, dependiendo del caso.

Las moléculas de surfactante se adhieren a la superficie de las partículas y modifican de esta forma sus propiedades. Los surfactantes también pueden proporcionar una carga eléctrica superficial, de forma que la separación se produce mediante repulsión electrostática.

Debido a que el dispersante debe entrar en contacto con todas las superficies del polvo, este aditivo es el primero que debe ser añadido al disolvente, para que no tenga que competir con el resto por la superficie libre. El efecto que logra es aumentar la cantidad de sólido que se puede añadir a la suspensión, de forma que aumente la densidad de ésta, manteniendo a su vez la fluidez. Además, al reducir la cantidad de disolvente el tiempo de secado por evaporación disminuye, y los cambios dimensionales durante el proceso son menores, con menor riesgo de aparición de defectos, un mejor empaquetamiento de las partículas y una menor porosidad en la pieza final.



#### **2.2.4.2.1.4. Aglomerante**

Una vez obtenida la suspensión estable, hay que procesarla en forma de láminas. Para ello es necesario añadir otros dos componentes, que son el aglomerante y plastificante.

La misión del aglomerante es proporcionar consistencia a la suspensión con el fin de que el polvo no se disgregue una vez que se haya retirado el disolvente. Su objetivo es contrario al del dispersante, mientras que aquel separa las partículas para evitar su aglomeración, el aglomerante las une para evitar que el conjunto se disgregue. El aglomerante solo se debe añadir una vez que el dispersante esté completamente distribuido por la superficie de las partículas y haya realizado su función. Las cantidades de cada componente ya han debido ser determinadas en las proporciones necesarias para obtener una suspensión concentrada, homogénea y estable, con sus propiedades reológicas optimizadas (comportamiento fluidificante y menor viscosidad), que de lugar a un material consistente y libre de defectos a ser posible.

El aglomerante tiene que ser compatible con el polvo y el disolvente, es decir, que se disuelva en el disolvente y que cree enlaces resistentes y estables entre las partículas pero que permita que la pieza tenga flexibilidad una vez se haya secado. Conviene que pueda cumplir sus funciones con una cantidad mínima. Además debe ser estable a la temperatura usada durante la evaporación del disolvente, pero no debe requerir temperaturas excesivamente altas para su eliminación y no debe dejar residuos tras ella, ya que contaminarían la pieza final.

Los aglomerantes más usados son polímeros de cadena larga, que permiten una cohesión interna así como la adhesión a otras superficies externas pero con cierto grado de flexibilidad. Además, estos polímeros presentan una buena adhesión sobre materiales cerámicos. Se pueden agrupar en dos tipos principales: los polivinilos y los poliacrilatos.



#### **2.2.4.2.1.5. Plastificante**

El último elemento en formar parte de la suspensión es el plastificante. Se añade normalmente a la vez que el aglomerante, o inmediatamente antes. Su función es aumentar la flexibilidad del conjunto sólido cohesionado por el aglomerante, facilitando su manipulación y almacenaje.

Existen dos grandes grupos de plastificantes, los plastificantes de tipo I y de tipo II. Esta clasificación se basa en el mecanismo con el que actúan estos aditivos.

El tipo I actúa disminuyendo la temperatura de transición vítrea del aglomerante por debajo de la temperatura ambiente, de forma que aumenta su comportamiento plástico. El tipo II únicamente facilita el desplazamiento de las cadenas en la matriz como si fueran un lubricante. Su interposición impide la unión entre cadenas por reticulación o mediante enlaces de Van der Waals.

La flexibilidad óptima se obtiene con la selección del sistema plastificante/aglomerante apropiado y con las proporciones adecuadas. El aumento de la proporción de plastificante mejora la flexibilidad de la lámina pero, por otro lado, disminuye la fuerza intramolecular del aglomerante provocando una posible adhesión de la lámina sobre la cinta o sustrato donde se deposita.



# 3. APARATOS QUE HAN SIDO EMPLEADOS EN LA CARACTERIZACIÓN Y PREPARACIÓN DE SUSPENSIONES DE SÍLICE



### 3. Aparatos que han sido empleados en la caracterización y preparación de suspensiones de sílice

Hay que distinguir los aparatos empleados para la *caracterización* de las suspensiones de sílice como reómetro, pHmetro, potencial Zeta y microdurímetro y los aparatos empleados para la *preparación* como ultrasonido, horno térmico, balanza, etc.

#### 3.1. Reómetro

En este caso, se aplica un esfuerzo y se determina la deformación resultante y, si llega a alcanzarse el flujo estacionario, la velocidad de cizalla. Estas dos concepciones de medida se conocen como reómetros de velocidad controlada y de esfuerzo controlado o, abreviadamente reómetros **CR** (controlled rate) y **CS** (controlled stress). Existen diversos equipos comerciales que pueden medir tanto en modo **CR** como en modo **CS** (Haake, Bohlin, TA, etc). Los reómetros que operan en modo **CS** poseen mayor sensibilidad para diferenciar el comportamiento reológico a muy bajas velocidades de cizalla, por el contrario el **CR** trabaja con altas velocidades de cizalla. Siempre es mejor utilizar un reómetro **CS** para evaluar procesos controlados por stress y utilizar un reómetro **CR** para evaluar procesos controlados por la velocidad de cizalla.

Características de los reómetros:

- Caracterización reológica completa
- Medición de la elasticidad



- Medición de límite de fluidez
- Habitualmente con cojinete de aire: sin rozamiento interno

El reómetro del que se dispone en el laboratorio es el llamado RheoScope que se muestra a continuación.



***Figura 15: Reómetro RheoScope***

### **3.1.1. Sistemas de medición.**

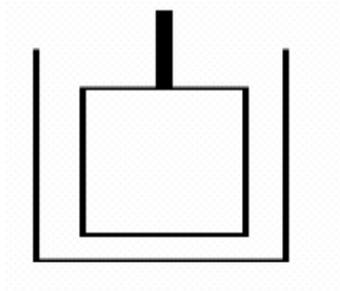
Los reómetros usan diferentes tipos de sensores dependiendo de los rangos de velocidades de deformación y de la geometría del flujo.

Existe una amplia gama de geometrías de sensores de medida para adecuar el instrumento a las propiedades de la muestra. La fiabilidad de los resultados depende de diversos criterios que deben ser tomados en consideración: 1) la relación de radios, 2) efecto de las caras terminales, relacionado con las superficies superior e inferior del rotor.



**- Sensores cilíndricos**

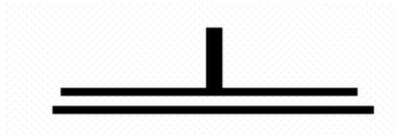
- Líquidos de baja viscosidad (gran superficie del rotor)
- Líquidos de partículas muy pequeñas.
- Sistemas con cargas (ranura amplia)
- El flujo es estacionario, isoterma y laminar



***Figura 16: Sensor cilíndrico***

**- Placa-Placa**

- Mediciones dinámicas (oscilación)
- Materiales no homogéneos (partículas, fibras)



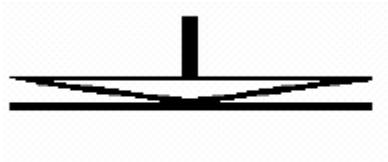
***Figura 17: Sensor placa – placa***

El flujo entre placas paralelas no es homogéneo. Este tipo consta de un disco estacionario y otro que gira con una velocidad angular y se debe asumir que no hay un deslizamiento en las paredes ni fuerzas inerciales.



- **Cono – Placa**

- Substancias de viscosidad media
- Fácil de limpiar
- Sin partículas
- Altas velocidades de cizalla



**Figura 18: Sensor cono – placa**

Los sistemas cono–placa se usan para muestras de mayor viscosidad. Una de las mayores limitaciones de la geometría cono – placa es que la ranura de separación entre el rotor y el vaso de medición aumenta continuamente desde la punta hasta el radio exterior.

- **Doble cono**

Los fabricantes de reómetros, tratando de atender las necesidades de todos sus usuarios, han diseñado una gran variedad de herramientas para ser usados en intereses muy dispares y muestras de muy distinta naturaleza. Un sensor interesante, aunque menos conocido que los anteriores, es el constituido por una cavidad cilíndrica estacionaria y un rotor en forma de doble cono. La pieza inferior, es un cilindro de pequeña altura, que se puede asimilar al empleado en el sensor de cilindros concéntricos, ya que hay paredes laterales que impiden la migración de la muestra a alta cizalla.



## 3.2. pH-metro

Los pH-metro son aparatos eléctricos que nos permiten medir de forma mucho más exacta la concentración de protones de una disolución. Se trata de un instrumento que nos mide la diferencia de potencial eléctrico en una pila electroquímica. El electrodo de medida de pH usado es el llamado electrodo de vidrio y su potencial frente al electrodo de referencia depende de la concentración de protones de la disolución en la que se encuentre sumergido.

El pH es una medida utilizada por la ciencia para evaluar la acidez o la alcalinidad de una solución. Por lo general, la medida se realiza en estado líquido, pero también se puede utilizar para gases.

El pH posee una escala propia que indica con exactitud un valor. La tabla que se muestra a continuación, que va de pH = 0 a pH= 14.

El pH 7 es el que simboliza la neutralidad. Si el pH es < 7 la solución es considerada ácida; por el contrario, si el pH es > 7, la solución se considera alcalina. Mientras más ácida la solución, más cerca del 0 estará; y mientras más básica o alcalina el resultado se aproximará a 14.

Se define el pH de acuerdo a la siguiente expresión teórica:

$$\text{pH} = - \log [\text{H}^+]$$

Los electrodos para que den una medida correcta tiene que ser calibrados periódicamente, así se asegura la precisión. Por eso se utilizan buffers de calibraje (disoluciones reguladoras de pH conocido).



También necesitan llevar acabo una serie de pasos para su buen mantenimiento, como:

- Entre muestra y muestra debe de ser enjuagados con agua destilada y posteriormente se coloca sobre un trozo de papel para quitar restos de agua pero no se debe de secar con trapos, ya que se podría cargar electromagnéticamente el electrodo.
- El electrodo debe estar sumergido en una disolución 4M de KCl.
- El electrodo debe estar siempre húmedo.



***Figura 19: pH-metro***

### **3.3. Potencial Z**

El equipo usado para medir el potencial zeta consta de un ordenador con un programa concreto para medir potenciales instalado y el aparato que aparece en la foto inferior y donde se introducen las muestras, el aparato esta compuesto por unos electrodos y unos cristales que son los que llevaran a



cabo la aplicación de la diferencia de potencial y correspondiente medida del potencial Zeta.

Se usan unas celdas, las cuales se llenan con la muestra. Hay que tener cuidado para no producir ninguna burbuja y en el caso de que se formen hay que eliminarlas antes de introducirlas entre los electrodos.

Hay varios tipos de celda dependiendo del tipo de muestra a la que se le realiza la medida se usara una celda u otra. Estas celdas tiene k estar dos de sus caras limpias de liquido, huellas y manchas, para evita una medida erróneo.



***Figura 20: Medidor de  
Potencial Zeta***

### **3.4. Ultrasonidos**

Un ultrasonido es una onda acústica o sonora cuya frecuencia está por encima del espectro audible del oído humano.

Los ultrasonidos, son utilizados tanto en aplicaciones industriales (medición de distancias, caracterización interna de materiales, ensayos no destructivos y otros), como en medicina (ver por ejemplo ecografía, fisioterapia, ultrasonoterapia).



También se usa aparatos con ondas de ultrasonido para la limpieza de materiales y para la ruptura de aglomerados en suspensiones. Con esto último conseguimos una mejor disolución del sólido en un líquido.

Aplicar ultrasonidos suele usarse para la preparación de suspensiones, consiguiendo romper los aglomerados formados y así favorecer la disolución del polvo cerámico en el líquido correspondiente.

Tiene una ruleta que marca el tiempo de aplicación de ultrasonidos y otra que aplica cada ultrasonido con intervalos más cortos. Nosotros aplicamos 3min de ultrasonidos.

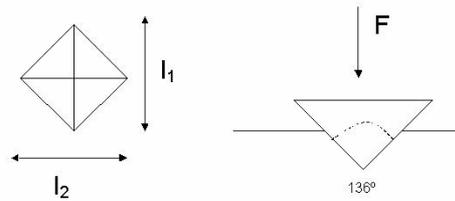
Es recomendable que la suspensión este en un vaso de plástico u otro material plástico para evitar que se rompa o raje.

### **3.5. Microdurimetro**

Este ensayo consiste en generar una huella muy pequeña para medir la dureza de zonas de pequeño tamaño. Esto se hace aplicando cargas muy pequeñas. Son ensayos de precisión.

Tenemos dos clases de ensayos de microdureza. El Vickers q utiliza un indentador piramidal de base cuadrada cuyo campo de aplicación es de 1 a 1000 gramos.

Este tipo de ensayo consiste en medir las diagonales de la impresión cuadrada, en la imagen corresponden a  $l_1$  y  $l_2$ .



**Figura 21: Huella en ensayo Vickers**

El otro ensayo es el ensayo knoop. Utiliza como indentador una pirámide de diamante con ángulos entre aristas de  $172^{\circ} 30'$  y  $130^{\circ}$ . En este ensayo se calcula la superficie a partir de la diagonal principal.

El microduremetro es el aparato con el cual realizas la huella para ello le tienes que indicar la carga que quieres aplicar, el lugar donde hacer la marca y el tipo de ensayo que vas a realizar dependiendo del penetrador que uses.

Una vez realizada la marca mides las diagonales y directamente te da la medida de la dureza.

La medida de dureza hay que tener en cuenta que es un dato comparativo, por ello no tiene unidades.



**Figura 22: Microdurimetro**



## 3.6. Horno Eléctrico

Un horno es un aparato de cocción que consta de un sistema cerrado, capaz de generar elevadas temperaturas.

Estos aparatos constan de un buen aislamiento térmico, un programa para aumentar o disminuir la temperatura con un amplio rango de temperatura de los 0 °C hasta los 60 °C, una puerta de acceso con un accionamiento rápido y una pantalla digital donde se aprecia la temperatura que tiene el interior.

Suele usarse en laboratorios para cocer, secar y endurecer materiales y se lleva acabo de una manera perfecta gracias al control de la temperatura que este aparato permita llevar.



***Figura 23: Horno de laboratorio.***

## 3.7. Balanza

La balanza es un aparato usado para pesar pequeñas cantidades de masa que se utiliza en los laboratorios para hacer pruebas o análisis de determinados materiales.

Este aparato garantiza una pesada con tres cifras decimales, lo cual le caracteriza con una gran precisión, además dispone de una opción de tarado que facilita la pesada en el propio material a usa posteriormente y evitar los trasvases de un material a otro produciendo perdidas en el camino.



## Estudio de la Coagulación en Suspensiones Acuosas de Sílice



Hay muchas variedades y tipos de balanzas, pero esta es una de las que mayor precisión dan en la medida.



**Figura 24: Balanza**



# 4. CARACTERÍSTICAS DE LOS COMPONENTES QUE HAN SIDO UTILIZADOS EN LA SUSPENSIONES DE SÍLICE



## 4. Características de los componentes que han sido utilizados en las suspensiones de sílice.

### 4.1. Polvo cerámico

El polvo cerámico usado para la realización del proyecto tiene un color blanquecino. Esta compuesto por sílice ( $\text{SiO}_2$ ) fundida.

La densidad de este polvo es de  $2.33 \text{ g/cm}^3$  y su superficie específica es de  $3,241 \text{ m}^2/\text{g}$ .

Este polvo contiene una serie de impurezas:

Na: 0,5 %

Al: 1,17 %

Cl: 0,25 %

En lo que se refiere al tamaño se puede citar lo siguiente:

- El 10% de las partículas tienen un tamaño medio de grano  $d_{10} = 0,705 \mu\text{m}$
- El 50% de las partículas tienen un tamaño medio de grano  $d_{50} = 5,760 \mu\text{m}$
- El 90% de las partículas tienen un tamaño medio de grano  $d_{90} = 35,87 \mu\text{m}$

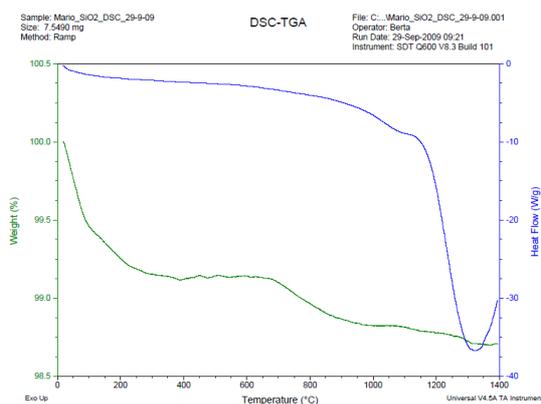


## Estudio de la Coagulación en Suspensiones Acuosas de Sílice



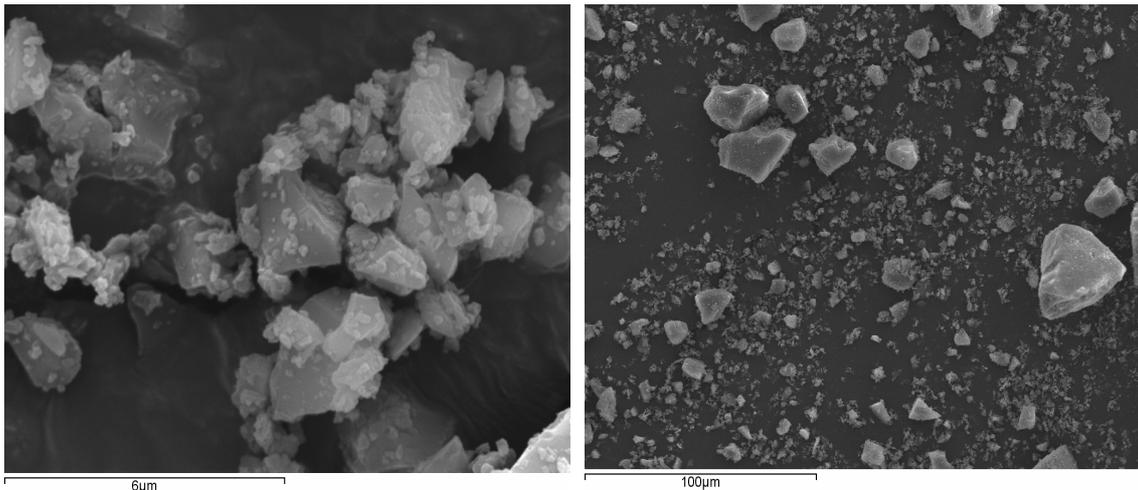
Al polvo de sílice se le realizó varios análisis, algunos resultados ya los hemos reflejado antes. Otro de los análisis fue un análisis calorimétrico hasta 1400°C a 10°/min.

El resultado que obtuvimos se representa en la figura 25 que a continuación aparece. Corresponden a los análisis calorimétricos del material compuesto y del polvo de sílice entregado, respectivamente (en verde se representa la masa en % y en azul el flujo de calor en W/g, ambas magnitudes en función de la temperatura). Se observan dos picos endotérmico (adsorción de calor) entorno a 1000 (muy pequeño) y 1300 °C (grande), respectivamente. Dado que la sílice funde a 1700 °C, y que ambos picos se observan igualmente, tanto en el compuesto como en el polvo aislado, estos deben estar asociados con las transformaciones de fases habituales de la sílice, específicamente cambio de estructura cristalina de cuarzo a tridimita (conlleva ruptura de enlaces y consumo de energía). Entre aproximadamente 500-800 °C se observa en ambas muestras un aumento de masa que seguramente guardará relación también con transformaciones de fase que no consumen energía (movimiento de átomos).



**Figura 25: Resultado grafico del análisis calorimétrico del material**

Por ultimo realizamos un análisis microestructural (SEM) del polvo de sílice tal y como es usado en este proyecto. Los resultados se muestran en las gráficas siguientes. Se observa que existe una distribución de tamaños de partículas que va desde la micra hasta las decenas de micra.



**Figura 26:** Imagen obtenida con el microscopio electrónico de barrido del polvo cerámico (SEM).

## 4.2. Silicasol

Silicasol, también conocido por hidrosol de sílice, es una solución coloidal de alta hidratación molecular de partículas de sílice dispersas en agua. Es inodoro, insípido y no tóxico. Su fórmula química molecular es  $m\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ .

Gracias a la medida de sus partículas que oscila entre las 10 y 20 milimicras, el área específica de superficie es muy amplia. Al ser las partículas de Silicasol transparente no afectan al color de los objetos.

Además ofrece una excelente dispersión y penetración cuando se mezcla con otros materiales, esto es debido a su baja viscosidad.

Cuando la humedad contenida en el hidrosol se evapora, las partículas coloidales quedan adheridas firmemente a la superficie y concavidades por lo que produce un excelente adhesivo.

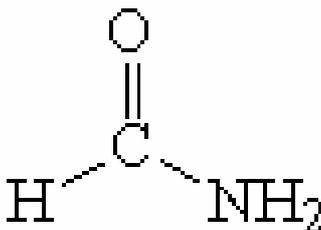


**Aplicaciones:**

- Es un agente de vínculo para materiales refractarios por su resistencia a altas temperaturas (1.500 a 1.600 C°).
- En la elaboración de materiales de abrigo en paredes exteriores. Mejora las propiedades de protección en condiciones adversas, resistencia al polvo, resistencia al fuego,...
- Como agente de apresto en la industria textil, en combinación con agentes óleos sirve para tratar la lana y el pelo de conejo, mejora las propiedades del hilado rompiendo las roturas.
- En la industria del papel puede ser utilizado como anti-adhesivo en el papel celofán, pre-tratamiento del papel fotográfico, antideslizante para sacos de cemento,...
- En fundición se utiliza para moldes de precisión, mejorando el pulimento y las condiciones de funcionamiento con un coste reducido.
- Como componente de tratamiento en la producción de placas de silicio. También como componente dispersador o deslizante (ceras para el suelo).

### **4.3. Formamida**

La formamida es un compuesto orgánico que se encuentra en estado líquido a temperatura ambiente. Es una sustancia líquida, viscosa, transparente e incolora con un olor que le caracteriza. Su fórmula química es  $(\text{CH}_3)_2\text{-N-CHO}$ .



**Figura 27: Formamida**

Es una sustancia miscible en agua y etanol, con un pH de 4-5. Sus puntos de fusión y ebullición respectivamente son 2°C y 210°C. La densidad es 1,13 g/l.

La formamida es una sustancia que no podemos tenerla cerca de fuentes de calor ni próximo a temperaturas elevadas, además tenemos que tener cuidado en presencia de agentes oxidantes y materiales que desprendan agua por ello es necesario almacenarlo bien cerrado en ambientes secos, cuyo local este bien ventilado y protegido de la luz.

Al calentarla intensamente a una temperatura igual o superior a 200°C se descompone produciendo amoníaco, agua, monóxido de carbono y cianuro de hidrógeno.

Es utilizado como disolvente para reacciones químicas, además es una sustancia polar que facilita las reacciones que siguen mecanismos polares. También tiene más aplicaciones como en la fabricación de fibras de plástico y otras más.

## 4.4. Cloruro de Amonio

El cloruro de amonio o sal amoníaco es una sal de amonio cuya fórmula química es  $\text{NH}_4\text{Cl}$ .



Según sus propiedades físicas se suele encontrar en estado sólido, cuya coloración varía entre incoloro y blanco. Es inodoro e higroscópico en diversas formas. Su punto de sublimación es de 350°C. Su densidad relativa (agua = 1) es 1,5. La presión de vapor que genera es de 0.13 kPa a 160°C. Su masa molecular es de: 53.49 g/mol.

En el laboratorio usamos un cloruro de amonio sólido cuyo peso molecular es 53,5 g/mol. (Véase en la figura 28).



**Figura 28:  $\text{NH}_4\text{Cl}$  usado en el laboratorio.**

Esta sustancia se descompone al calentarla intensamente o al arder, produciendo humos tóxicos e irritantes de óxidos de nitrógeno, amoníaco y cloruro de hidrógeno. La disolución en agua es un ácido débil. Reacciona violentamente con nitrato amónico y clorato potásico, originando peligro de incendio y explosión. También reacciona con concentrados de ácidos para formar cloruro de hidrógeno y concentrados de bases fuertes para formar amoníaco. Además reacciona con sales de plata para formar compuestos sensibles al choque. Es una sustancia que ataca al cobre.

Es una sustancia soluble en agua, formando una disolución acida, también es soluble en amoníaco líquido, metanol, etanol y glicerol. Insoluble en éter y acetato de etilo. Además es toxica que puede ser inhalada y ingerida. Se recomienda almacenarla en lugares secos lejos de productos químicas como



nitrate de amonio, chlorate de potasio, ácidos, álcalis y sales de plata porque reacciona violentamente con ellos.

Una de sus aplicaciones es como catalizador en la síntesis de Strecker. Otras son en celdas electrolíticas, capados de zinc, en procesos de galvanizado, etc.

## 4.5. Amoniaco

El amoníaco es un compuesto químico que, a temperatura ambiente, es un gas incoloro, mas ligero que el aıra y tiene un olor muy penetrante y nauseabundo que irrita los ojos y las vías respiratorias.

El utilizado en el laboratorio tiene una concentración del 30% p/p, con una densidad de 0,895 kg/l y cuyo peso molecular es de 17g/mol.

Este compuesto se produce naturalmente por descomposición de la materia orgánica y también se fabrica industrialmente. Se disuelve fácilmente en el agua y se evapora rápidamente. Generalmente se vende en forma líquida.

Debido a un par de electrones desapareados, es una molécula con una estructura piramidal trigonal. En disolución acuosa se puede comportar como una base y formarse el ion amonio ( $\text{NH}_4^+$ ). El amoniaco es el camino para hacer activo al nitrógeno que permite obtener muchos compuestos. Además arde al aire con formación de  $\text{N}_2$  y  $\text{H}_2\text{O}$  a una temperatura de  $900^\circ\text{C}$ .

Más del 80% del amoníaco producido en plantas químicas es usado para fabricar abonos y para su aplicación directa como abono. El resto es usado en textiles, plásticos, explosivos, en la producción de pulpa y papel, alimentos y bebidas, productos de limpieza domésticos, refrigerantes y otros productos. También se usa en sales aromáticas.



El amoníaco es fácilmente biodegradable. Las plantas lo absorben con gran facilidad eliminándolo del medio, por otra parte si se encuentra en ríos u otros lugares en concentraciones altas causa graves daños.

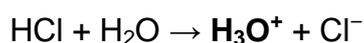
## 4.6. Ácido Clorhídrico

El ácido clorhídrico es una disolución acuosa del gas cloruro de hidrógeno (HCl). Es muy corrosivo y ácido. Se emplea comúnmente como reactivo químico y se trata de un ácido fuerte que se disocia completamente en disolución acuosa.

A temperatura ambiente, el cloruro de hidrógeno es un gas ligeramente amarillo, corrosivo, no inflamable, más pesado que el aire, de olor fuertemente irritante. Cuando se expone al aire, el cloruro de hidrógeno forma vapores corrosivos densos de color blanco. El cloruro de hidrógeno puede ser liberado por volcanes.

El cloruro de hidrógeno tiene numerosos usos. Se usa para limpiar, tratar y galvanizar metales, curtir cueros, y en la refinación y manufactura de una amplia variedad de productos. El cloruro de hidrógeno puede formarse durante la quema de muchos plásticos. Cuando entra en contacto con el agua, forma ácido clorhídrico. Tanto el cloruro de hidrógeno como el ácido clorhídrico son corrosivos.

Químicamente es un ácido monoprótico, lo que significa que puede disociarse sólo una vez para ceder un ion  $H^+$  (un protón). En soluciones acuosas, este protón se une a una molécula de agua para dar un ion hidrónio, ( $H_3O^+$ ):



El otro ion formado es  $Cl^-$ , el ion cloruro. El ácido clorhídrico puede entonces ser usado para preparar sales llamadas *cloruros*, como el cloruro de



sodio. El ácido clorhídrico es un ácido fuerte, ya que se disocia casi completamente en agua.

Las propiedades físicas del ácido clorhídrico, tales como puntos de fusión y ebullición, densidad, y pH dependen de la concentración o molaridad de HCl en la solución ácida. (Véase en tabla 1)

El ácido clorhídrico usado en el laboratorio tiene una concentración del 37% y un peso molecular de 36,5 g/mol.

Concentr. (m/m) kgHCl/ kg	Densidad Kg/l	Molaridad M	pH	Viscosidad mPa·s	Punto de fusión	Punto de ebullición
36%	1,179	11,64	-1,1	1,99	-30°C	61°C
38%	1,189	12,39	-1,1	2,10	-26°C	48°C

**Tabla 1: Características del HCl al 36 y 38% de concentración.**

Es una sustancia irritante y corrosiva para cualquier tejido con el que tenga contacto. La exposición breve a bajos niveles produce irritación de la garganta. La exposición a niveles más altos puede producir respiración jadeante, estrechamiento de los bronquiolos, coloración azul de la piel, acumulación de líquido en los pulmones e incluso la muerte. La exposición a niveles aún más altos puede producir hinchazón y espasmos de la garganta y asfixia.

El ácido clorhídrico se utiliza sobre todo como ácido barato fuerte y volátil. El uso más conocido es el de desincrustante para eliminar residuos de caliza (carbonato cálcico:  $\text{CaCO}_3$ ).

Otra importante aplicación del ácido clorhídrico de alta calidad es en la regeneración de resinas de intercambio iónico. El intercambio catiónico suele utilizarse para remover cationes como  $\text{Na}^+$  y  $\text{Ca}^{2+}$  de soluciones acuosas, produciendo agua desmineralizada. En la industria alimentaria se utiliza en la producción de la gelatina. En metalurgia a veces se utiliza para disolver la



## Estudio de la Coagulación en Suspensiones Acuosas de Sílice



---

capa de óxido que recubre un metal, previo a procesos como galvanizado, extrusión, u otras técnicas.



# 5. SUSPENSIONES DE SÍLICE EN MEDIO ÁCIDO Y BÁSICO



## **5. Suspensiones de sílice en medio ácido y básico**

Las suspensiones son mezclas heterogéneas formadas por un sólido en polvo (soluto) o pequeñas partículas no solubles (fase dispersa) que se dispersan en un medio líquido o gaseoso (fase dispersante o dispersora). Cuando uno de los componentes es agua y los otros son sólidos suspendidos en la mezcla, son conocidas como suspensiones mecánicas.

Las características de las suspensiones que hay que tener en cuenta son que las partículas son mayores que las de las disoluciones y los coloides, lo que permite observarlas a simple vista y que las partículas se sedimentan si la suspensión se deja en reposo.

En toda suspensión, los componentes se pueden separarse por medio de centrifugación, decantación, filtración y evaporación.

En este caso, hemos preparado una serie de suspensiones de sílice tanto para medio básico como para medio ácido y poder ver en que medio se lleva mejor la suspensión.

Es necesario preparar los componentes que se van a utilizar, ya que en cada uno de estos medios se usan algunos reactivos distintos.

### **5.1. Caracterización del silicasol y de la sílice en medio acuoso.**

En este caso se preparó dos muestras, una de ellas consistía en silicasol solamente y la otra en polvo de sílice en medio acuoso, para comparar la influencia del silicasol y midiendo el potencial Z en función del pH.



## Estudio de la Coagulación en Suspensiones Acuosas de Sílice

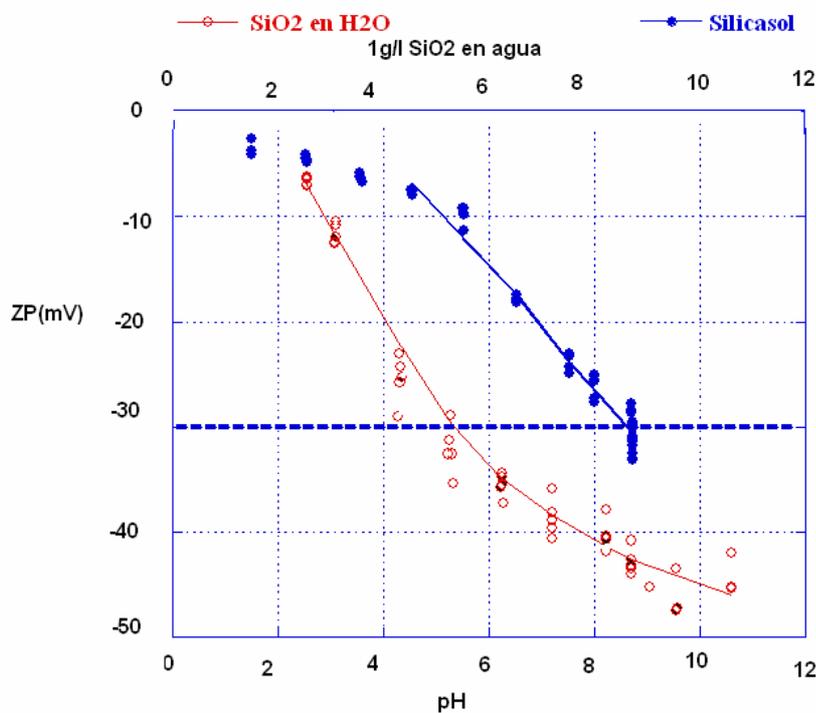


La primera muestra, solamente contiene silicasol por lo que se tomo un volumen pequeño, la cantidad necesaria para llenar la celda que se usa en la medición del potencial Z y pH.

En la otra muestra, se llevo acabo la preparación sílice en agua con una concentración de 1g/l de  $\text{SiO}_2$ , para ello se tomo un volumen de 20 ml de agua y junto al dato de la concentración se calculo la cantidad de sólido a disolver.

Se pesaron 0,02g de sólido en la balanza y se echaron en un vaso de precipitados que ya contenía el agua, se mezclaron bien gracias a un agitador magnético y en el momento en el que todo el polvo estaba suspendido se tomo el volumen necesario para llevar a cabo la medida del potencial Z y pH.

El resultado de las medidas de las dos muestras se ve reflejado en la gráfica siguiente:



***Gráfica 1: Potencial Z vs. pH de las muestras de silicasol y de  $\text{SiO}_2$  en agua.***



En la grafica 1, se observa que, mientras la muestra que contiene 1 g/l de sílice en agua parece presentar un IEP entorno a pH 2, el silicasol no manifiesta esta magnitud. La suspensión de  $\text{SiO}_2$  en agua es estable en un amplio rango de pH, a partir de 6. Por el contrario, el silicasol es estable solo a  $\text{pH} > 9$ .

## **5.2. Suspensiones en Medio Básico.**

Por medio básico, en el mundo de la química, se entiende al intervalo, dentro de la escala de pH, que va del valor 8 al 14, en el que predomina la concentración del grupo  $\text{OH}^-$  frente a la concentración de  $\text{H}^+$ . La escala de pH esta compuesta por los número que van del 1 al 14.

En este medio hemos estado realizando varios ensayos con distintos sustancias como dispersantes. Primero se realizaron los ensayos con amoniaco como dispersante y posteriormente se uso silicasol.

### **5.2.1. Suspensión de sílice con amoniaco y cloruro de amonio.**

En este caso, se quiso estudiar la influencia del cloruro de amonio en la suspensión de polvo de sílice. Para ello se realizo varias suspensiones a las que se le añadió a cada una el mismo volumen de sal pero de distinta concentración.

También se estudio la influencia que la solución tampón formado por amoniaco y la sal tenia algún efecto sobre la suspensión.



### 5.2.1.1. Componentes usados en la suspensión.



La concentración que se ha preparado es de 1M. Se ha partido de una botella de amoniaco a una concentración al 30% que había en el laboratorio.

Para la preparación de la disolución de amoniaco se tomo una referencia volumétrica de 1 litro. Los datos que la botella nos proporciono fuero de peso molecular y densidad. Estos datos se indican en la etiqueta de la botella y son:

$$\rho = 0,895\text{g/ ml} \quad \text{PM} = 17 \text{ g/mol}$$

Con estos datos se llevaron a cabo los cálculos necesarios para la preparación de la disolución.

- Cálculo del *número de gramos* de amoniaco en 1 litro de disolución.

$$\boxed{\text{n}^\circ \text{ moles soluto} = \text{Molaridad} \cdot \text{Volumen de disolución}} \quad (5)$$

$$\text{n}^\circ \text{ moles soluto} = 1\text{M} \cdot 1 \text{ litro de don} = 1 \text{ mol de NH}_3$$

$$1 \text{ mol NH}_3 \cdot 17\text{g/mol} = 17 \text{ g de NH}_3$$

- Cálculo del *volumen de disolución* que hay que coger de la botella de amoniaco al 30%.

$$\boxed{\% \text{Volumen} = \frac{g_{\text{SOLIDO}}}{g_{\text{DISOLUCION}}}} \quad (6)$$

$$g \cdot \text{don} = \frac{17 \text{ g} \cdot \text{NH}_3}{0,3 \frac{g \cdot \text{NH}_3}{g \cdot \text{don}}} = 56,67 \text{ g} \cdot \text{don}$$



$$\rho = \frac{g_{DISOLUCION}}{Volumen_{DISOLUCION}} \quad (7)$$

$$ml \cdot don = \frac{56,67 g \cdot don}{0,895 \cdot \frac{g \cdot don}{ml \cdot don}} = 63,43 ml \cdot don$$

Así pues, se cogieron **63,43 ml** de NH<sub>3</sub> al 30% a los que se les añadió H<sub>2</sub>O destilada hasta llegar al volumen de 1 litro.

#### Tratamiento en la preparación de las disoluciones de NH<sub>4</sub>Cl

Para obtener la disolución de amoníaco primeramente fue necesario disponer del material que a continuación se ira nombrando, que este limpio y seco.

A continuación se empezó a preparar el reactivo, para ello echamos una cierta cantidad de amoníaco al 30% en un vaso de precipitados, del cual extraíamos con la pipeta la cantidad calculada anteriormente (63,43 ml) y la vertíamos en un matraz aforado. Se uso un matraz de capacidad un litro para poder disponer de amoníaco para varios ensayos y así no tener que estar preparando cada vez que tuviéramos que usarlo. El matraz se enrasaba con agua destilada. Por último se coloco un tapón y se agita durante unos minutos para conseguir una buena homogenización.

#### NH<sub>4</sub>Cl

En este caso el cloruro de amoníaco del que disponemos se encuentra en estado sólido. Este es necesario tenerlo en estado líquido, cuando se usa el amoníaco como dispersante, por lo que tuvimos que disolverlo en agua. La



## Estudio de la Coagulación en Suspensiones Acuosas de Sílice



cantidad de sólido que se disolvió fue calculada previamente y dependía de la concentración que se quería preparar.

Se realizaron varios ensayos por lo que se preparó una cantidad considerable para poder llevar a cabo varias suspensiones. Estas se diferenciaban en la concentración de cloruro amonio en la disolución.

Las concentraciones de las disoluciones con las que se realizaron las pruebas, con amoníaco como dispersante, fueron **1M, 2M, 3M, y 4M**. Para ello se preparó la disolución de mayor concentración con un volumen suficientemente grande para poder preparar las demás disoluciones a partir de ella.

Inicialmente teníamos una sustancia sólida, cuyo peso molecular es 53,5g/mol. A partir de ella se preparó un volumen de 300 ml de disolución 4M.

Con estos datos se llevó a cabo los cálculos necesarios para la obtención de las cantidades necesarias para la preparación de la disolución.

- Cálculo de los *gramos* de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  que hay que pesar, para ello se usó la fórmula número 1, escrita anteriormente.

$$n^{\circ} \text{ moles soluto} = 4\text{M} \cdot 0,3 \text{ litro de don} = 1,2 \text{ mol de } \text{NH}_4\text{Cl}$$

$$1,2 \text{ mol } \text{NH}_3 \cdot 53,5 \text{ g/mol} = 64,2 \text{ g de } \text{NH}_4\text{Cl}$$

Se tomaron **64,2 g** de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  y se añadió  $\text{H}_2\text{O}$  hasta el volumen establecido.

La preparación del resto de las disoluciones se llevó a cabo a partir de la disolución de concentración 4M, que acabamos de preparar. Posteriormente se llevó a cabo la preparación del resto de las muestras en **cuatro vasos** de precipitados de capacidad **100 mililitros de volumen**. En cada vaso se



preparo la disolución con una concentración distinta de la sal. Los cálculos que se necesitaron realizar son los siguientes:

- Cálculo del *volumen* a coger de la disolución de concentración 4M para preparar la de 1M.

$$\text{Volumen}_1 \cdot \text{Molaridad}_1 = \text{Volumen}_2 \cdot \text{Molaridad}_2 \quad (8)$$

$$100\text{ml} \cdot 1\text{M} = \text{Vol}_2 \cdot 4\text{M}$$

$$\text{Vol}_2 = 25\text{ml NH}_4\text{Cl de concentración 4M}$$

Se cogieron **25 ml** de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  de concentración 4M y se añadió  $\text{H}_2\text{O}$  hasta llegar a un volumen de 100ml.

Estos cálculos se repiten para las distintas concentraciones, dando unas cantidades a tomar que se muestran en el cuadro siguiente:

Concentración	Volumen de $[\text{NH}_4\text{Cl}] = 4\text{M}$	Volumen $\text{H}_2\text{O}$	Volumen total
1M	25ml	75ml	100ml
2M	50ml	50ml	100ml
3M	75ml	25ml	100ml
4M	100ml	0	100ml

***Tabla 2: Volúmenes a tomar de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  de la disolución 4M para la preparación del resto de las disoluciones***

#### Tratamiento en la preparación de las disoluciones de $\text{NH}_4\text{Cl}$

Para llevar acabo la preparación de las disoluciones con  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , lo primero que se hizo fue pesar en una balanza la cantidad de cloruro amonio calculado.



Para ello se colocó un vaso de precipitados con una capacidad volumétrica superior a 300ml, en la balanza, después se presionó el botón de tara, el cual, coloca el marcador de la balanza a cero. Así no se tiene en cuenta el peso del vaso en la pesada.

Posteriormente íbamos echando poco a poco el sólido de cloruro amonio con la ayuda de una espátula hasta llegar a alcanzar el peso calculado.

Después se le añadió agua destilada hasta llegar a enrasarlo, obteniendo un volumen de 300ml. Como últimos pasos, fue introducirle un imán en su interior y colocar el vaso en un agitador magnético durante un tiempo para conseguir disolver todo el sólido y obtener una completa homogeneidad.

A partir de esta disolución de concentración 4M, se prepararon el resto de las muestras.

Los ensayos se realizaron con disoluciones de distintas concentraciones pero todas ellas tenían volúmenes iguales, siendo estos de 100 mililitros. Con este dato y los que ya tenemos se calcularon las cantidades a tomar para preparar las distintas muestras.

Esta preparación consistió en coger de la disolución 4M un volumen calculado con la pipeta, echarlo en un vaso de precipitados de capacidad 100 ml y enrasarlo con agua destilada. Cuando ya se tiene esto echo, se le colocara un imán en su interior y se dejaba en agitación unos minutos para conseguir una homogeneidad en todas sus partes.

Estos pasos se repetirán con el resto de las muestras a preparar, siendo la cantidad a coger con la pipeta de la disolución inicial cada vez menor, cuanto menor sea la concentración que se quiere conseguir.

Los volúmenes a tomar para el resto de disoluciones se indican en la tabla 2 (*capítulo 5.2.1.1*).



## Polvo de SiO<sub>2</sub>

La sílice es el componente principal que se uso para preparar las suspensiones. La cantidad que se echo a cada muestra se tuvo que calcular previamente aplicando unas ecuaciones que nos relacionan la masa de sólido a añadir con el volumen total de la suspensión que se prepara.

La sílice que se va a utilizar se llama D3005 comercialmente. De esta sustancia sabemos que la densidad es 2,33 g/cm<sup>3</sup>, dato que se introduce en la formula para obtener una ecuación que nos relaciona la masa del sólido, en este caso la masa de la sílice, con el volumen total a utilizar.

La formula a usar es:

$$\%Volumen = \frac{Volumen_{SOLIDO}}{Volumen_{SOLIDO} + Volumen_{LIQUIDO}} \quad (9)$$

$$\%Volumen = \frac{m_{SOLIDO}}{m_{SOLIDO} + Volumen_{LIQUIDO} \cdot \rho_{SOLIDO}} \quad (10)$$

$$m_{SOLIDO} = \frac{Volumen_{LIQUIDO} \cdot \rho_{SOLIDO} (\%Volumen)}{(1 - \%Volumen)} \quad (11)$$

$$m_{SOLIDO} = Volumen_{LIQUIDO} \cdot \rho_{SOLIDO} \left( \frac{\%Volumen}{1 - \%Volumen} \right) \quad (12)$$

La ecuación número 12 (*parte superior*) es la que al final se usa y en la que sustituiremos los datos de volumen líquido por el volumen total de la muestra analizar, la densidad del sólido por la densidad de la sílice y el porcentaje en volumen por el valor del porcentaje que elijamos para estas muestras.



El porcentaje de volumen que se escogió fue del **35 %**, con esto la ecuación 12 quedaría de la siguiente manera con los datos sustituidos:

$$m_{SOLIDO} = 2,33 \frac{g}{cm^3} \cdot \left( \frac{0,35}{1-0,35} \right) \cdot Volumen_{LIQUIDO} \quad (13)$$

$$m_{SOLIDO} = (1,25) \cdot Volumen_{LIQUIDO} \quad (14)$$

El volumen de líquido correspondiente al volumen total de la muestra es de **50ml** para el caso del amoniaco como dispersante, de manera que se obtiene un valor de **62,5 g** de polvo de sílice añadir a la suspensión. Esta cantidad de sólido fue la que se añadió a todas las muestras por igual ya que el volumen total de todas las muestras era el mismo. La forma en la que se añadió la sílice se explicará más adelante.

### 5.2.1.2. Proceso para la preparación de la suspensión.

La suspensión en medio básico está compuesta por amoniaco, cloruro de amonio y polvo de sílice.

El volumen que se preparó de muestra fue un volumen total de **50ml**, de los cuales **25ml corresponden amoniaco y los otros 25ml a cloruro de amonio**. Estos últimos 25 ml de la sal fueron de distinta concentración en cada muestra.

Así pues obtendremos cuatro muestras analizar, en la que se encontraban cada una a una concentración distinta de cloruro de amonio.

La preparación consistió en coger la cantidad que se fijó de cada sustancia con la pipeta y verterla en los vasos de precipitados. Cuando se



encontraban las dos sustancias juntas se colocaba un imán y se aplica agitación para obtener una homogeneidad en el vaso.

Después de unos minutos con agitación se llevo acabo la primera medida de pH, sin retirarle la agitando.

Posteriormente se procedió a la adicción del polvo de sílice calculado. Este paso se lleva a cabo cuidadosamente, añadiendo cantidades pequeñas con la cuchara o espátula a la muestra así favorecíamos la disolución del polvo en el liquido.

De vez en cuando, entre adicciones de polvo de sílice se le aplicaba ultrasonidos, durante 3 min. Con esto lo que se perseguía era romper algún aglomerado que se pueda producir y así favorecer la solubilidad de la sílice.

En el momento en el que se añada todo el polvo de sílice y este, esté disuelto, se tomo el tiempo y se dejo agitando durante dos horas.

Al cumplirse las dos horas, se metieron las muestras en la mufla, la cual se encontraba aproximadamente a 60°C. Esta había sido encendida un tiempo antes para darle tiempo a que alcanzara la temperatura. Las muestras se dejaron en su interior y cada 15min, tiempo que más tarde se ira ampliando a 30 min y por último cada hora, se irán sacando para medirles el pH y después se volverán a introducir en la mufla.

### **5.2.1.3. Análisis y discusión de los resultados.**

La teoría nos dice que el pH de las muestras inicialmente tiene que estar alrededor de 9,2, por ello, lo primero que realizamos es una medida del pH de cada muestra para ver por donde se sitúa.

Los datos de pH inicial que se han medido de las cuatro muestras se recoge en el cuadro siguiente:



[NH <sub>3</sub> ]	[NH <sub>4</sub> Cl]	pH
1M	1M	9,37
1M	2M	9,04
1M	3M	8,87
1M	4M	8,75

**Tabla 3: pH inicial de las cuatro suspensiones preparadas.**

Estos datos reflejados en la tabla 3, muestran que el pH disminuye conforme aumenta la concentración de NH<sub>4</sub>Cl en la muestra, lo cual está de acuerdo con la teoría dado que:

$$pOH = pK_b + \log\left(\frac{[BH^+]}{[B]}\right) \quad (15)$$

$$pH = 14 - pOH \quad (16)$$

Como se deduce de la expresión 15 (*numerador del cociente dentro del log*), a medida que aumenta la concentración de la sal, el pOH incrementa su valor, disminuyendo, por tanto, el pH de la solución.

A pesar del esfuerzo realizado por obtener suspensiones de sílice con cada una de estas disoluciones, sólo se pudo obtener con éxito aquella cuyo pH se situaba en 9,37. Con el resto de las disoluciones era imposible estabilizar la cantidad de sílice fijada. Esto es debido a que al aumentar la concentración de iones de la sal en la disolución, el espesor de la doble capa (*capítulo 2.2.4*) disminuye.

Esto se explica porque al incrementar la concentración de NH<sub>4</sub>Cl aumenta la concentración de NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, que reacciona con los OH<sup>-</sup> consumiéndolos. De esta manera disminuye la concentración de los OH<sup>-</sup> y el pH decrece.



## Estudio de la Coagulación en Suspensiones Acuosas de Sílice



Con el objetivo de variar el pH de las muestras, éstas fueron sometidas a un calentamiento a la temperatura de 60 °C durante un período de tiempo. Debido a la activación térmica de la reacción del ión amonio con el agua se produce amoníaco en forma de gas e iones hidroxilos ( $\text{H}_3\text{O}^+$ ), lo cual conduce al desplazamiento del pH desde la región básica hacia la neutra o, incluso, ácida.

Este comportamiento del pH se controló midiéndolo en cada muestra cada 15 minutos que más tarde este tiempo se alargaría a 30 minutos y finalmente las medidas se hicieron cada hora.

También se observó que se formaba una especie de capa superior como nata que con algo de agitación se dispersaba por las paredes del vaso de precipitados donde se encontraba.

Al final solo se consiguió una única muestra, siendo esta la de concentración 1M de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ . Para esta muestra en la que toda la cantidad de polvo de sílice que se añadió se consiguió suspender.

Por lo tanto, las medidas de pH sólo se pudieron tomar sobre esa única muestra. Estos datos se recogen en la tabla siguiente y son medidas tomadas cada cierto tiempo, siendo este de 15 minutos inicialmente y después se aumento a 30 minutos lo que la muestra pasaba dentro de la mufla desde una medida a otra de pH.



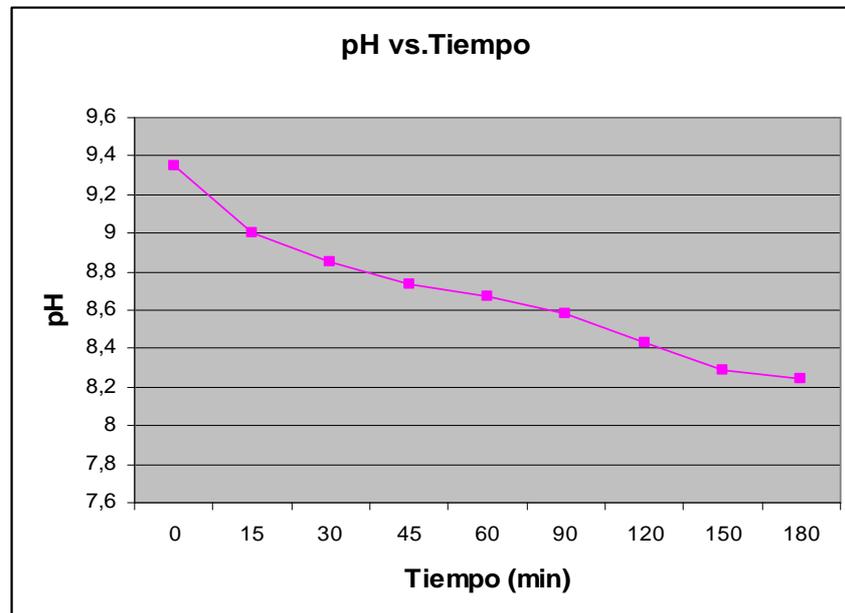
## Estudio de la Coagulación en Suspensiones Acuosas de Sílice



Tiempo (min)	pH
0	9,35
15	9
30	8,85
45	8,73
60	8,67
90	8,58
120	8,43
150	8,29
180	8,24

**Tabla 4:** Datos de pH frente al tiempo de la suspensión de sílice,  $NH_3$  y  $NH_4Cl$  1M a  $60^\circ C$

Con los datos de la tabla 4, se realizó la representación gráfica del pH frente al tiempo, en la que se aprecia como el pH disminuye conforme aumenta el tiempo que la muestra pasa dentro de la mufla.



**Gráfica 2:** pH frente al tiempo de la suspensión de sílice,  $NH_3$  y  $NH_4Cl$  1M.

En la gráfica 2, se aprecia bien lo que sucede con la muestra durante el paso del tiempo, en este caso solo se ha estado midiendo el pH. Se deduce



que cantidad de amoniaco evaporado no ha sido suficiente para variar mucho el pH.

## **5.2.2. Suspensiones de sílice con silicasol y cloruro de amonio.**

Este tipo de suspensiones fueron hechas con silicasol como medio dispersante. En ellas se quería ver el comportamiento del polvo de sílice en el silicasol.

### **5.2.2.1. Componentes usados en la suspensión.**

Silicasol.

El volumen de silicasol que se utilizó para cada suspensión fue de **40 ml**, los cuales se midieron con la ayuda de una probeta de capacidad de 100 ml y echando posteriormente el líquido en los vasos de precipitados donde se preparó la suspensión.

$\text{NH}_4\text{Cl}$

Como ya sabemos de la suspensión anterior esta sal la tenemos en estado sólido pero a diferencia de la otra suspensión, en este caso no es necesario disolverla previamente, ya que se disolverá en la suspensión. Por ello se calculó directamente la cantidad a añadir y esta se disolverá en el silicasol.

La cantidad que se añadió a cada solución dependió de las concentraciones de sal que se fijaron inicialmente y que se prepararon. Las concentraciones que se fijaron del cloruro de amonio, se llevaron a cabo pero



sin éxito, ya que se gelificaron muy pronto y no dio tiempo hacerles nada, incluso ni a echar el polvo de sílice.

Esto nos sirvió para poder llegar a la conclusión de que había que añadir la sílice antes que la sal y que la concentración de la sal debía ser más pequeña para que le cueste más tiempo llegar a gelificarse.

Entonces se decidió hacer cuatro muestras cuya concentración de sal en cada una de ellas fuera de **0,0625M; 0,125M; 0,1875M y 0,25M**. Las cuatro muestras tenían un **volumen de 40 ml**, sabiendo que el peso molecular del cloruro de amonio es de 53,5 g/mol se calculo la cantidad de sal que se añadió a cada muestra de la siguiente manera:

$$n^{\circ} \text{ moles soluto} = 0,0625M \cdot 0,04 \text{ litro de don} = 0,0025 \text{ mol de } \text{NH}_4\text{Cl}$$

$$0,0025 \text{ mol } \text{NH}_4\text{Cl} \cdot 53,5 \text{ g/mol} = \mathbf{0,13 \text{ g de } \text{NH}_4\text{Cl}}$$

En la muestra de concentración de sal del 0,0625M la cantidad de cloruro de amonio que se añadió fue de **0,13 g**. Esto se añadió a la solución formada por silicasol y polvo de sílice.

Para el resto de las muestras, se lleva acabo los mismo pasos pero con el dato correspondiente a la concentración de la sal de la muestra a preparar, siendo los resultados la cantidad de la sal que se recoge en la tabla 5 que se ve seguidamente.



Concentración de sal en la suspensión	Cantidad de NH <sub>4</sub> Cl (g)	Volumen Silicasol (ml)
0,0625M	0,13	40
0.125M	0,27	40
0,1875M	0,40	40
0.25M	0,54	40

**Tabla 5:** Gramos de cloruro de amonio para cada muestra.

### Polvo de SiO<sub>2</sub>

Para calcular la cantidad de polvo que vamos a usar para la suspensión hay que tener en cuenta el área específica de la sílice, siendo esta de 3,24 m<sup>2</sup>/g y la densidad de la sílice, siendo de 2,33g/m<sup>3</sup>.

El porcentaje en volumen que vamos a obtener en la suspensión es del 25%, a partir de esto se usara la ecuación 12:

$$m_s = V_l \cdot \rho_{silice} \left[ \frac{\%V}{1 - \%V} \right]$$

A dicha ecuación se le sustituye los datos conocidos, quedándose la cantidad de polvo en función del volumen total del líquido.

$$m_s = V_l \cdot 2,33 \frac{g}{cm^3} \left[ \frac{25}{1 - 25} \right] = 0,78 \cdot V_l \quad \rightarrow \quad m_s = 0,78 V_l$$

El volumen total de líquido en estas muestras es de 40 ml, valor que sustituimos en la ecuación anterior:

$$m_s = 0,78 V_l = 0,78 (40ml) = \mathbf{31,2 \text{ g de SiO}_2}$$



El resultado fue de **31,2 g de  $SiO_2$**  se echaron a cada uno de los cuatro vasos. Estas muestras se dejaron agitando y de vez en cuando se le aplicaba ultrasonido durante 3 min.

### **5.2.2.2. Proceso para la preparación de la suspensión.**

Este tipo de suspensiones se realizan en medio básico y los componentes son polvo de sílice, cloruro de amonio y silicasol.

Se llevaron a cabo cuatro muestras, en todas ellas había las mismas sustancias, la diferencia estaba en la concentración de una de ellas, siendo esta el cloruro de amonio.

El volumen que se preparo de muestra fue un volumen total de **40ml** correspondientes a silicasol, ya que es la única sustancia líquida porque tanto el cloruro de amonio y el polvo de sílice son sólidas.

Primeramente se prepara cuatro vasos de precipitados limpios y secos donde se llevara acabo la solución. A cada uno de estos vasos se les añade el volumen fijado de silicasol, este, esta en una botella de manera que nos ayudamos de un matraz aforado de 100 ml para echar la cantidad exacta de silicasol.

Así pues obtendremos cuatro muestras analizar, en la que se encontraban cada una a una concentración distinta de cloruro de amonio.

La preparación consistió en coger la cantidad que se fijo de cada sustancia con la pipeta y verterla en los vasos de precipitados. Cuando se encontraban las dos sustancias juntas se colocaba un imán y se aplica agitación para obtener una homogeneidad en el vaso.



## Estudio de la Coagulación en Suspensiones Acuosas de Sílice



Después de unos minutos con agitación se llevo acabo la primera medida de pH, sin retirarle la agitando.

Posteriormente se procedió a la adicción del polvo de sílice calculado. Este paso se lleva a cabo cuidadosamente, añadiendo cantidades pequeñas con la cuchara o espátula a la muestra así favorecíamos la disolución del polvo en el líquido.

Después se cogen otros cuatro vasos de precipitados distintos y se coloca de uno en uno en la balanza, que ha sido previamente encendida, se le da al botón de tara para que ponga el marcador a cero y no tenga en cuenta en la pesada el peso del vaso. A cada uno de estos se les añade la cantidad de polvo de sílice que se ha calculado anteriormente para la suspensión.

Además en la balanza también se lleva a cabo la pesada del cloruro de amonio, que como hemos dicho anteriormente es sólido. Para esto se usa cuatro trozos pequeños de papel albal. Se tara primero el trozo de papel y después se pesa el cloruro de amonio, se usa este tipo de material porque la cantidad de sal que se va a pesar es pequeña.

En el momento que ya tenemos las dos sustancias sólidas pesadas, se lleva a cabo la adicción de cada una en el líquido.

Se coloca los cuatro vasos que contienen el silicasol en cuatro agitadores distintos y se les añade un imán para que ayude a la disolución de las sustancias.

Primero se añadió el polvo de sílice, con la ayuda de una cucharita o espátula se fue adicionando pequeñas cantidades al líquido. De vez en cuando, se le aplicaba 3 minutos de ultrasonidos para romper los pequeños aglomerados formados y favorecer la solubilidad de la sílice.



En el momento en el que se añada todo el polvo de sílice y este esté disuelto, se procedió a la adicción de la sal sin dejar de agitar las muestras.

El cloruro de amonio se añade igual que la sílice, en pequeñas cantidades, sin dejar de agitar y aplicando ultrasonidos.

Cuando ya se tiene todo disuelto se coge el tiempo y se deja agitando durante dos horas.

Al cumplirse las dos horas, se someten a un calentamiento con los propios agitadores. Cada cierto tiempo se mira la temperatura y se le mide el pH siempre y cuando la temperatura de la muestra no supere los 60°C ya que la membrana del pH no aguanta temperaturas superiores. Así durante hora y media.

Finalmente se toma una cierta cantidad de cada una de las muestras y se les mide el potencial Z y al resto de suspensión se les somete a temperaturas superiores a 60°C hasta que solidifican y así conseguir una muestra sólida para poder realizar ensayos de microdureza.

### **5.2.2.3. Análisis y discusión de los resultados.**

Durante la preparación de las muestras, en el momento de aplicarle ultrasonidos se apreció la formación de aglomerados en las dos suspensiones que tienen mayor concentración de sal. Esto significa que esta empezando a gelificarse, hecho que posteriormente sucedió, primero en la de mayor concentración, 0,25M y posteriormente la que le sigue en concentración, 0,1875M. Estos resultados concuerdan con medidas efectuadas con posterioridad en otro proyecto fin de carrera, donde se determinó que una concentración superior a 0.15M de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  en suspensiones de sílice en silicasol, ya es capaz de desestabilizar la suspensión, variando el potencial zeta desde -50 hasta -27 mV, valor que corresponde a una suspensión desestabilizada.



Posterior a las dos horas que han estado las muestras agitándose, se realiza la primera medida de pH al resto de las suspensiones, correspondiente a 0,0625M y 0,125M de concentración de sal. También se preparo una muestra más, que solo llevaba silicasol y el polvo de sílice, sin sal y con las mismas cantidades de los componentes de la suspensión anteriores. Las medidas de pH inicial fueron:

Muestra	pH	T <sup>a</sup> (°C)
Patrón	9,83	22
Muestra 1: [NH <sub>4</sub> Cl]=0,0625M	8,96	22
Muestra 2: [NH <sub>4</sub> Cl]=0,125M	8,60	22

***Tabla 6: Datos de pH inicial de las muestras***

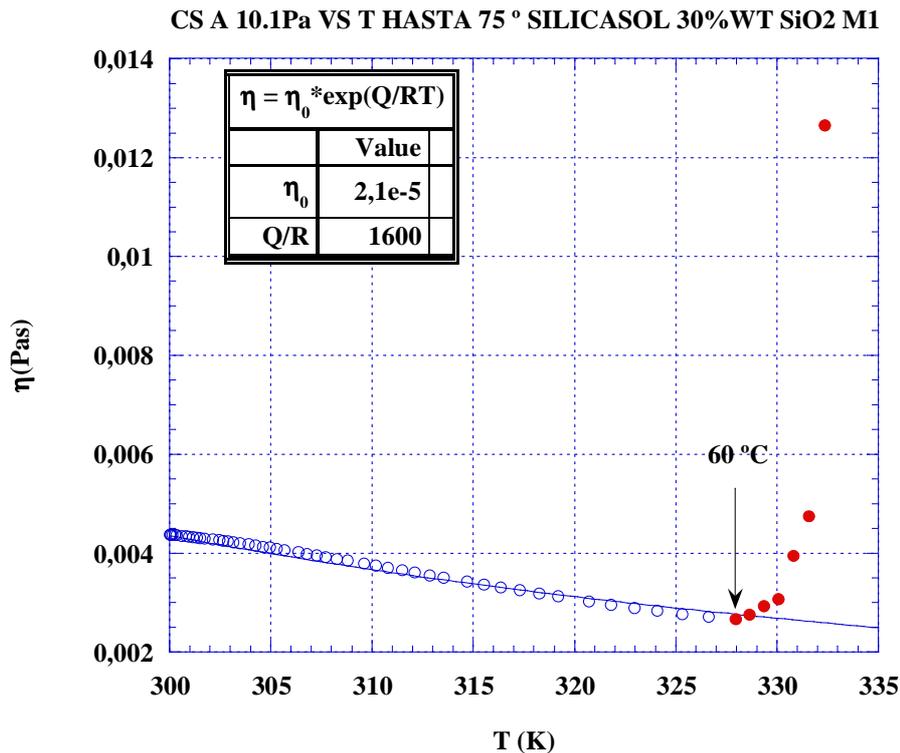
Después se empezó a calentar los tres vasos de precipitados que contenía cada uno a muestra 1, muestra 2 y el patrón. Cada 5, 10 o 15 min se media el pH y la temperatura de cada una de ellas, siendo las medidas, las que reflejan la tabla siguiente.

Tiempo (min)	pH			T <sup>a</sup> (°C)
	Patrón	Muestra 1	Muestra 2	
0	9,83	8,96	8,6	55
5	8,45	8,7	9,62	55
15	8,26	8,46	9,45	55
30	x	-	9,27	55
35	x	-	9,22	55
40	x	8,3	9,2	55
45	x	8,23	9,1	55
55	x	8,25	-	55
65	x	8,15	9,1	55
75	x	8,09	-	55
85	x	8,05	9,05	55

***Tabla 7: Medida del pH de cada muestra con respecto al tiempo.***



Las “x” significan que en ese momento no se realizó medida, en el caso del patrón fue porque gelificó. En el caso de la muestra 1 y muestra 2 los “-” son momentos en los que la suspensión alcanzaba temperaturas de 60°C o superiores y a esa temperatura no se pueden medir el pH porque la membrana del electrodo del pHmetro no es capaz de soportar temperaturas superiores a 60°C y se estropea.

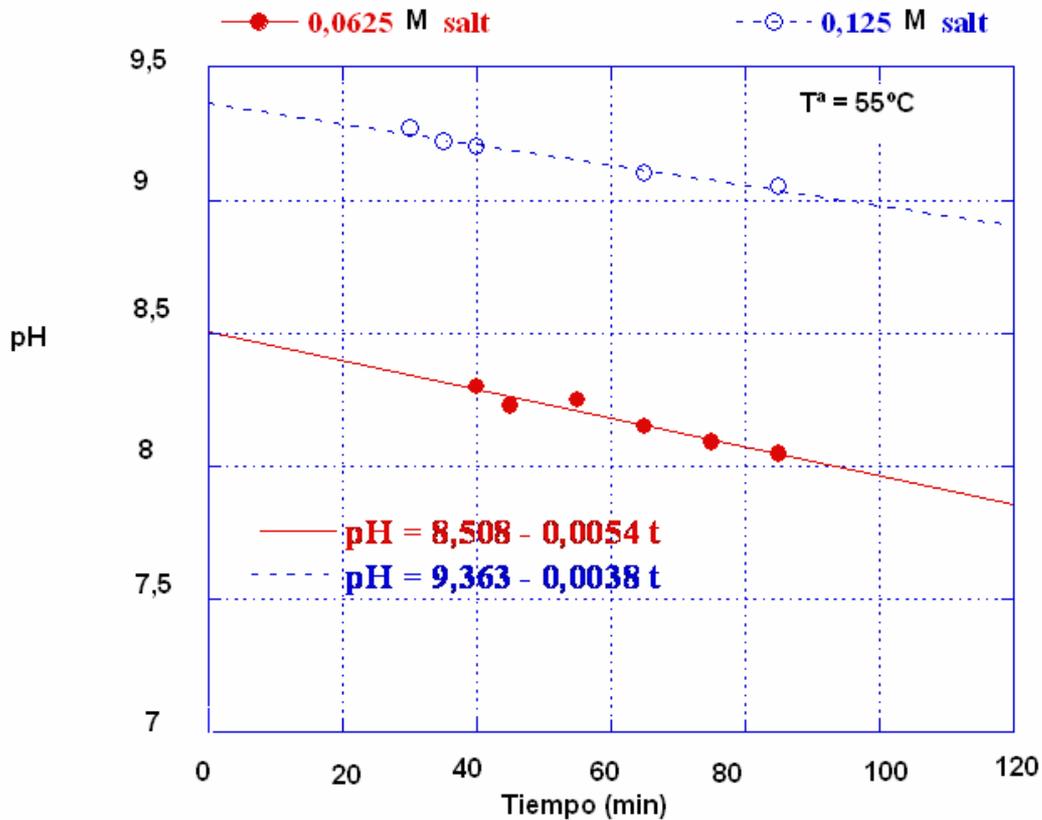


**Gráfica 3: Viscosidad vs.  $T^a$  de la muestra patrón de silicasol.**

El resultado anterior de la gelificación del silicasol a 60 °C se comprobó mediante caracterización reológica de este coloide. La gráfica 3 nos muestra la variación de la viscosidad del silicasol en función de la temperatura obtenida en modo CS. Se observa el decrecimiento típico exponencial de los fluidos con el aumento de la temperatura hasta aproximadamente 60 °C, a partir del cual la viscosidad aumenta bruscamente debido a la coagulación del silicasol (*círculos en rojo*).



La representación grafica de los datos de la tabla 7 (*capítulo 5.2.2.3.*) se muestra seguidamente:



***Gráfica 4: Representación del pH de las muestras frente al tiempo a 55°C.***

En la grafica 4 se aprecia como va disminuyendo el pH conforme pasa el tiempo.

Posteriormente a estas muestras se les midió el potencial zeta. Para llevar a cabo esta medida fue necesario diluir las muestras hasta obtener unas concentraciones de 0,1 g/l de sílice. La forma de la que se hizo fue muy sencilla, consistía en coger 3ml de cada muestra y añadirle 20ml de silicasol. Los resultados de los potenciales fueron:



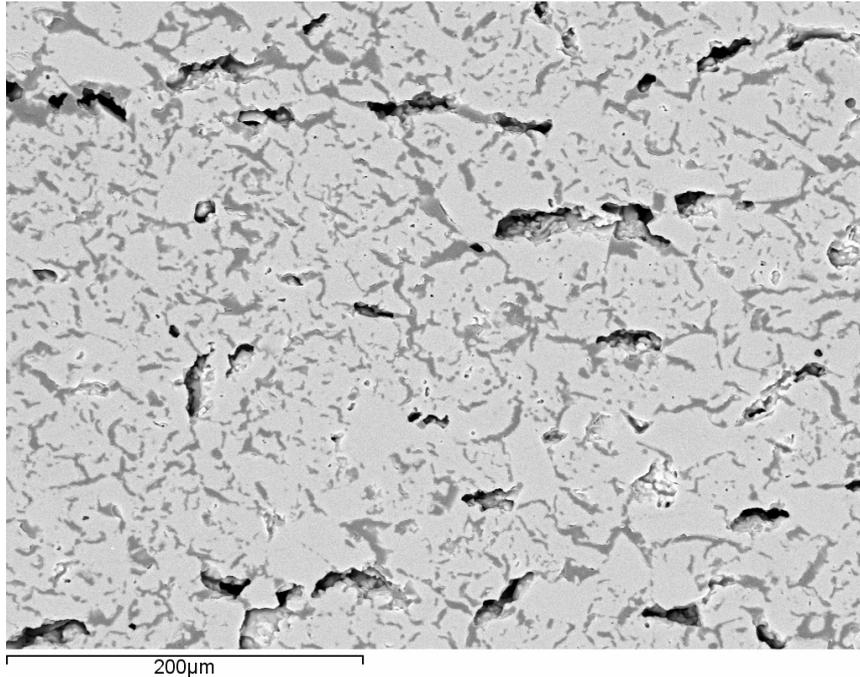
Muestra	Potencial Zeta (mV)
Patrón	-68,4 ± 7,25
Muestra 1: [NH <sub>4</sub> Cl]=0,0625M	-48,4 ± 3,6
Muestra 2: [NH <sub>4</sub> Cl]=0,125M	-39,10

***Tabla 8: Potencial Z de las muestras***

En la tabla 8, se aprecia como va disminuyendo el potencial conforme aumenta la concentración del cloruro de amonio esto es debido a que disminuya el espesor de la doble capa y la interacción entre partículas es menor.

Por último se calentaron a altas temperaturas la muestra 1 y 2 durante un tiempo corto y posteriormente se retiraron de la fuente de calor y se dejaron enfriar. Se observó que en el fondo había un sólido muy duro, más duro que en las otras muestras, en este caso no éramos capaces de romperlo dándole con la espátula. Esto es debido a que se evaporó todo el disolvente.

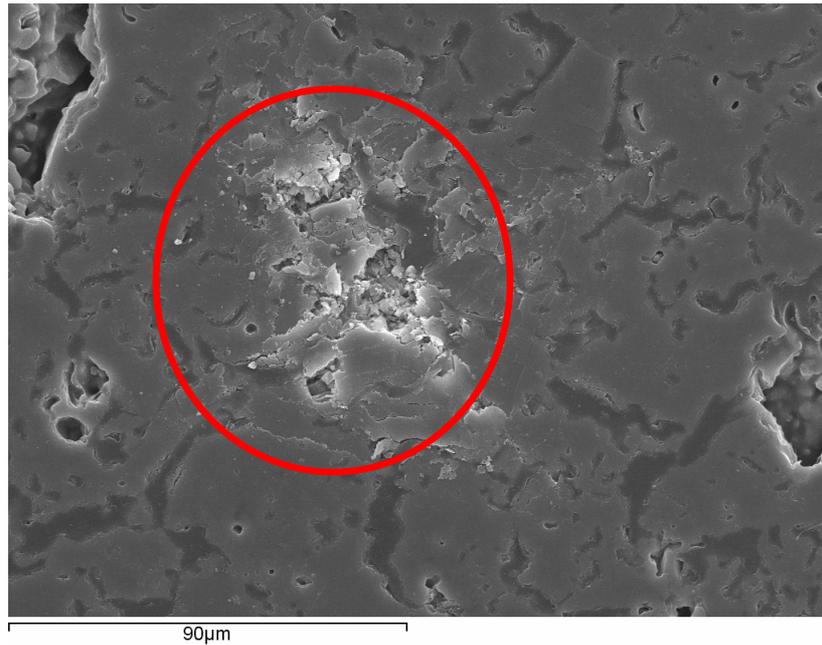
De las dos muestras gelificadas a las que no les pudimos hacer análisis, se recogió unas pequeñas piezas sólidas que junto con otro trozo de la muestra patrón. Todas las piezas sólidas fueron sometidas a un calentamiento a 1000°C y posteriormente se intentó medir la dureza vicker pero esto no se consiguió porque la muestra es demasiado porosa y muy frágil. Esto se ve en la figura 29.



***Figura 29: Imagen echa con el microscopio electrónico de la muestra que no contiene sal.***

También puede ser el material así porque en la etapa de sinterizado no se hizo a una temperatura algo inferior al punto de fusión de la sílice siendo de unos 1700°C, ya que la temperatura fue muy inferior, 1000°C. Además la etapa de extrusión se realizo con una jeringa y no se aplico la presión suficiente para compactar toda la muestra sólida.

Fueron sometidas a una carga de 1kg pero esto no fue suficiente para poder hacer una huella para poder medir la dureza. Solo se consiguió hacer una marca deforme como se aprecia en la figura 30 (*circulo rojo*).



***Figura 30:*** Imagen echa con el microscopio electrónico de la muestra cuya concentración de sal es de 0,25M

### **5.3. Suspensiones en Medio Ácido.**

Posteriormente se realizaron los ensayos en medio ácido, en este caso los reactivos que fueron usados y que hubo que prepararlos en las concertaciones necesarias son acido clorhídrico y cloruro amonio. La diferencia con el medio básico, es el uso de una sustancia llamada formamida, es un disolvente polar que se usa para favorecer reacciones químicas.

#### **5.3.1. Suspensiones de sílice con acido clorhídrico, cloruro de amonio y formamida.**

Estas suspensiones se realizaron en medio ácido debido al uso del ácido clorhídrico. Con esto se vio si es factible este medio para la desestabilización de suspensiones de polvo de sílice.



### 5.3.1.1. Componentes usados en la suspensión.

Formamida.

Esta sustancia no es necesario prepararla ya que comercializa preparada. En el laboratorio se dispone de una botella de esta sustancia por lo que se usara dicha botella, además la cantidad a utilizar es muy pequeña.

Se prepararon varias suspensiones, todas ellas del mismo volumen total y con las mismas sustancias, la diferencia fue la cantidad de formamida que se le añadió a cada una.

El porcentaje de formamida que se echo a cada muestra fue de 2%, 2,5%, 3% y 4% del volumen total que forma la suspensión.

En este caso el volumen total fue de 70 ml, por lo que las cantidades de formamida que se usaron se recogen en la tabla siguiente:

% Formamida	Volumen de formamida (ml)
2%	1,4
2,50%	1,75
3%	2,1
4%	2,8

***Tabla 9: Volúmenes de formamida  
añadir en las suspensiones***



## HCl

El ácido clorhídrico es una de las sustancias que se usan y fue necesario preparar.

La concentración que se preparó fue de **1M**, partiendo de que se dispone en el laboratorio de una botella de ácido clorhídrico a una concentración al 37% p/p.

Para la preparación de esta disolución se tomó como referencia volumétrica, una cantidad de **250 mililitros**. En este caso no fue necesario preparar un volumen grande porque las cantidades a usar no fueron elevadas.

Se recogieron los datos de peso molecular y densidad de la disolución de partido, es decir, de la disolución de concentración 37%. Estos datos están indicados en la etiqueta de la botella y son:

$$\rho = 1,19 \text{ g/ml}$$

$$PM = 36,5 \text{ g/mol}$$

Gracias a estos datos se llevan a cabo los cálculos necesarios para obtener las cantidades que fueron tomadas para la preparación de la disolución. Para realizar estos cálculos se usaron las fórmulas 1, 2 y 3 escritas en el apartado de *preparación de amoníaco en el punto 5.1.1.1.1*.

Así pues para obtener la disolución de amoníaco de concentración **1M** se cogieron **7,7 ml** de HCl al 37% p/p y se le añade H<sub>2</sub>O destilada hasta llegar al volumen de 250 mililitro.

### Tratamiento en la preparación de las disoluciones de HCl

Para obtener la disolución de ácido clorhídrico se siguieron los mismos pasos que en el caso de la preparación del amoníaco en el caso del medio básico, lo único que cambia es el material que se usó, ya que en este caso los



volúmenes que se prepararon fueron distintos por lo que la capacidad y graduación del material era menor.

El primer paso es disponer del material que a continuación se ira nombrando, que este limpio y seco.

A continuación se echa una cierta cantidad de ácido clorhídrico al 37% en un vaso de precipitados, del cual se cojera con la pipeta la cantidad calculada anteriormente. Este paso se realiza para evitar contaminar el resto de la sustancia que se queda en la botella, ya que se uso poca cantidad y el resto puede guardarse para ser usada en posteriores ocasiones.

La sustancia calculada se echara en un vaso de precipitados, se uso un vaso de capacidad 300 mililitros al cual se le añadió agua destilada hasta enrasarlo.

Por ultimo se coloco un imán en el vaso y se puso en un agitador magnético durante unos minutos para conseguir una buena mezcla de las sustancias.



Como ya sabemos de la preparación de otras suspensiones, la sal la tenemos en estado sólido. En este caso a diferencia de los anteriores, el sólido hay que disolverlo previamente, es decir, es necesaria la preparación de una disolución de la sal.

Se preparo una disolución de cloruro de amonio de concentración **1M** y el volumen que queremos preparar es de **60ml**, el cual es suficiente para llevar acabo las suspensiones.

Sabiendo que el peso molecular del cloruro de amonio es 53,5 g/mol, la concentración de la disolución a preparar y el volumen de disolución, aplicamos



la ecuación 5, dando un resultado de 0,06 moles de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , al cual se le multiplica por el peso molecular dándonos el número de gramos de sal, siendo de **3,21 g**. Esta cantidad se echa en un vaso de precipitados, al cual se le añade los 60 ml de agua destilada, un imán y se coloca en un agitador hasta que el sólido se haya disuelto completamente.

### Polvo de $\text{SiO}_2$

Esta sustancia la tenemos en polvo y es la misma que se usa para el caso del medio básico en el apartado 5.1, por lo tanto las ecuaciones para calcular la cantidad son las mismas.

En este caso se calculo para un **35% en peso**, usando un volumen total de 70ml, y todo esto sustituido en la ecuación 12 (*capítulo 5.2.1.1.*), la cantidad de polvo de sílice que se añadió fue de **87,5 g**.

El polvo se fue añadiendo en pequeñas cantidades a la disolución con la ayuda de una cuchara o espátula de laboratorio. La disolución en la que se añade el polvo de sílice se encontraba en agitación para favorecer la dispersión del polvo y formar una suspensión homogénea.

### 5.3.1.2. Proceso para la preparación de la suspensión.

Esta muestra esta compuesta por ácido clorhídrico, formamida y polvo de sílice.

Primero se fijo el volumen que formo la muestra a tratar. En este caso se preparo cuatro muestras o suspensiones con un volumen de muestra de **70 mililitros correspondientes a 58 mililitros de HCl y 12 mililitros de  $\text{NH}_4\text{Cl}$** .



Estas muestras se diferenciaban en la cantidad de formamida que se les añadió. Los porcentajes que se les echo fueron de **2%, 2,5%, 3%, y 4%** en volumen.

Los pasos a seguir en la preparación es aproximadamente la misma que para el medio básico. Consistiendo en coger la cantidad que se ha fijado de cada sustancia con pipetas distinta, una para cada sustancia para evitar contaminación al verterla en los vasos de precipitados y evitar así resultados erróneos. Cuando estén las dos sustancias juntas se metió un imán y se le aplico agitación para obtener una mezcla en todas las partes de la muestra.

Después de que lleve unos minutos en agitación se lleva acabo la primera medida de pH, sin retirarle la agitando.

Posteriormente se procede a la adicción del polvo de sílice, añadiendo la cantidad calculada antes. Este paso se lleva a cabo cuidadosamente, adicionando cantidades pequeñas con la cuchara o espátula a la muestra que esta en agitación.

De vez en cuando, entre adicciones de polvo de sílice se le aplica ultrasonidos, esto romper los aglomerados que se pueda haber producido y así mejoramos la solubilidad.

En el momento en el que se ha añadido todo el polvo de sílice y este esté disuelto, se toma el tiempo y se deja agitando durante dos horas.

Al cabo de las dos horas, se añade la cantidad de formamida correspondiente a cada muestra manteniendo la agitación. Finalmente se introducen en la mufla, que se encuentra aproximadamente a **60°C**, donde se dejen durante un tiempo.

De la mufla se fueron sacando una a una las muestras cada hora, se les midió el pH y después fueron introducidas en la mufla de nuevo hasta la



siguiente medición, así durante *5 mediciones*. Al cabo de esas cinco medidas, las muestras ya no se sacaron de la mufla hasta haber pasado 15 horas, momento en el fueron extraídas y para medirles el pH a todas ellas.

### 5.3.1.3. Análisis y discusión de los resultados.

Estas suspensiones preparadas contienen la misma cantidad todas ellas de HCl y NH<sub>4</sub>Cl pero distinta cantidad de formamida, cada una contiene, en % en volumen del líquido, un 2%; 2,5%; 3% y 4% respectivamente

En este caso la muestra tiene un volumen total de **70 mililitros** por lo que las cantidades que se echaron de formamida se recogen en la tabla 9.

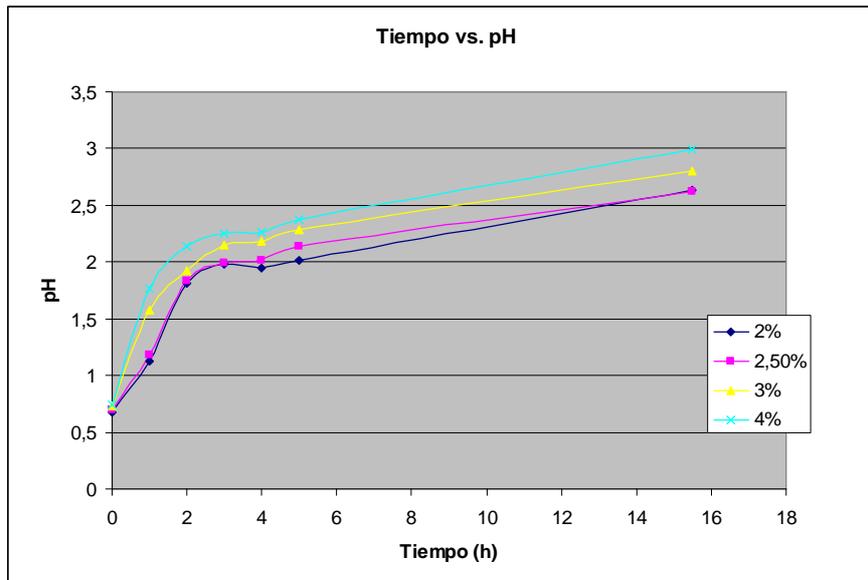
A todas estas muestras antes de introducirlas en la mufla, se les realizo una medida de pH y de conductividad siendo esta el primer dato a tiempo 0. Posteriormente fueron introducidas en la mufla, que se encontraba a unos 65°C aproximadamente. Las muestras fueron sacándose de la mufla cada hora para medirles el pH y la conductividad. Todos los datos que se recogieron están plasmados en la tabla siguiente.

Tiempo (h)	2%		2,50%		3%		4%	
	pH	Conduc.	pH	Conduc.	pH	Conduc.	pH	Conduc.
0	0,68	334	0,7	333	0,73	332	0,74	330
1	1,13	317	1,18	304	1,57	283	1,77	272
2	1,81	275	1,84	274	1,93	263	2,14	256
3	1,98	263	1,99	265	2,15	253	2,25	249
4	1,95	261	2,01	258	2,18	249	2,26	244
5	2,02	255	2,14	254	2,29	244	2,38	239
15,5	2,63	232	2,62	223	2,8	212	2,99	202

**Tabla 10: Datos de pH y conductividad de las cuatro muestras a distintos tiempos.**

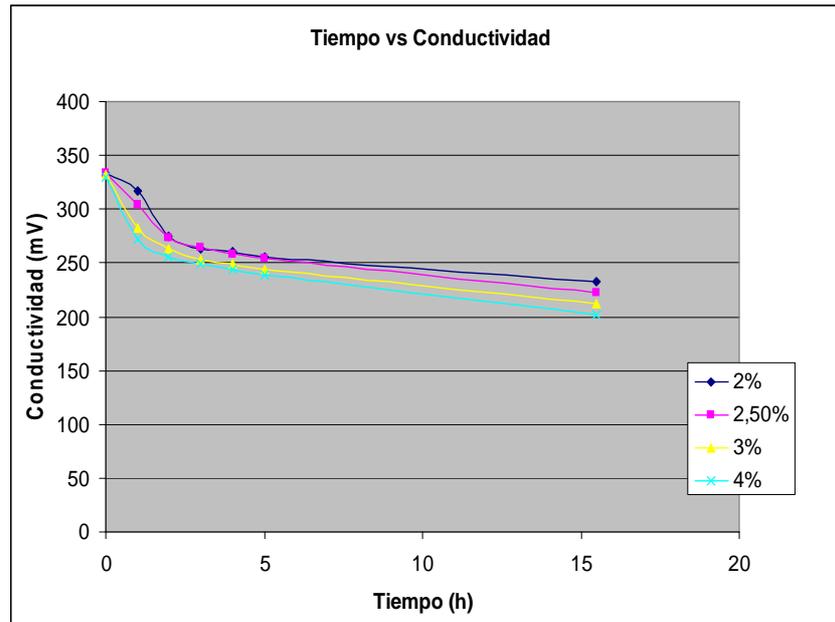


A continuación se ve todos estos datos de la tabla 10 (*parte superior*), en dos gráficas, una Tiempo vs. pH y la otra Tiempo vs. Conductividad que se muestran a continuación. Además, en ellas podemos ver claramente una tendencia, distinta en cada caso, ya que en una es ascendente tendiendo a mantenerse constante (*Grafica 6*) y la otra es descendente (*Grafica 7*).



***Grafica 6: Representación del pH frente al tiempo de las cuatro muestras.***

En esta grafica 6 (*parte superior*), apreciamos que mientras mayor es la concentración de formamida, mayor es el pH de las muestras, aunque este aumento es ligero. Parece que tiende a un valor constante, no se aprecia mucho debido a que se necesitaría un tiempo más largo de espera y de toma de medidas para poder afirmar la teoría.



***Grafica 7: Representación de la conductividad vs. al tiempo de las cuatro muestras.***

En esta otra grafica 7 (*parte superior*), se ve claramente como a mayor cantidad de formamida añadida menor es la conductividad.

### **5.3.2. Suspensiones de sílice con acido clorhídrico, cloruro de amonio y formamida.**

Este tipo de solución es igual que en el caso anterior, la diferencia esta en que en este momento el porcentaje de formamida que se añade es menor, un 1% con respecto al volumen de líquido y las cantidades de los componentes son mayores por lo tanto el volumen total de la suspensión es mayor.



### 5.3.2.1. Componentes usados en la suspensión.

Formamida.

Esta sustancia como hemos dicho anteriormente se comercializa preparada. En el laboratorio se dispone de una botella que es la que se usara, además la cantidad a utilizar es muy pequeña.

Se preparo una suspensión con una cantidad de formamida del **1%** con respecto al volumen del líquido.

En este caso el volumen total fue de **120 ml**, por lo que la cantidad de formamida que se uso fue de **1,2ml**.

HCl

El acido clorhídrico en la concentración que fue usada tubo que ser preparada, porque en el laboratorio se dispone en una concentración diferente a la que nosotros queremos.

La concentración que se preparo fue de **1M**, partiendo de que se dispone en el laboratorio de una botella de acido clorhídrico a una concentración al 37% p/p.

Para la preparación de esta disolución se tomo como referencia volumétrica, una cantidad de **100 mililitros**. En este caso no fue necesario preparar un volumen grande porque la cantidad a usar no era elevada.

Los datos necesarios y las ecuaciones usadas para el cálculo de la cantidad de HCl a coger de la botella que se dispone en el laboratorio para poder preparar la disolución que vamos a usar posteriormente son las mismas que fueron usadas en el apartado de *preparación de amoniaco en el punto 5.1.1.1.1.*



Así pues para obtener la disolución de amoníaco de concentración **1M** se cogieron **3,067 ml** de HCl al 37% p/p y se le añade H<sub>2</sub>O destilada hasta llegar al volumen de 100 mililitro.

Tratamiento en la preparación de las disoluciones de HCl

Para obtener la disolución de ácido clorhídrico se siguieron los mismos pasos que en el caso de la preparación del amoníaco en el caso del medio básico, lo único que cambia es el material que se uso, ya que en este caso el volumen que se preparo fue distinto por lo que la capacidad y graduación del material era menor.

El primer paso es disponer del material que a continuación se ira nombrando, que este limpio y seco.

A continuación se echa una cierta cantidad de ácido clorhídrico al 37% en un vaso de precipitados, del cual se cojera con la pipeta la cantidad calculada anteriormente. Este paso se realiza para evitar contaminar el resto de la sustancia que se queda en la botella, ya que se uso poca cantidad y el resto puede guardarse para ser usada en posteriores ocasiones.

La sustancia calculada se echara en un vaso de precipitados, se uso un vaso de capacidad 100 mililitros al cual se le añadió agua destilada hasta enrasarlo.

Por ultimo se coloco un imán en el vaso y se puso en un agitador magnético durante unos minutos para conseguir una buena mezcla de las sustancias.



Como ya sabemos de la preparación de otras suspensiones, la sal la tenemos en estado sólido. En este caso a diferencia de los anteriores, el sólido



hay que disolverlo previamente, es decir, es necesaria la preparación de una disolución de la sal.

Se preparo una disolución de cloruro de amonio de concentración **1M** y el volumen que queremos preparar es de **50ml**, el cual es suficiente para llevar acabo las suspensiones.

Sabiendo que el peso molecular del cloruro de amonio es 53,5 g/mol, la concentración de la disolución a preparar y el volumen de disolución, aplicamos la ecuación 5 (*capítulo 5.2.1.1.*), dando un resultado de 0,06 moles de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , al cual se le multiplica por el peso molecular dándonos el número de gramos de sal, siendo de **2,68 g**. Esta cantidad se echa en un vaso de precipitados, al cual se le añade los 50 ml de agua destilada, un imán y se coloca en un agitador hasta que el sólido se haya disuelto completamente.

### Polvo de $\text{SiO}_2$

Esta sustancia la tenemos en polvo y es la misma que se usa para el caso del medio básico en el *apartado 5.1*, por lo tanto las ecuaciones para calcular la cantidad son las mismas.

En este caso se calculo para un **35% en peso**, usando un volumen total de **120ml**, y todo esto sustituido en la ecuación 12 (*capítulo 5.2.1.1.*), la cantidad de polvo de sílice que se añadió fue de **150 g**.

El polvo se fue añadiendo en pequeñas cantidades a la disolución con la ayuda de una cuchara o espátula de laboratorio. La disolución en la que se añade el polvo de sílice se encontraba en agitación para favorecer la dispersión del polvo y formar una suspensión homogénea.



### 5.3.2.2. Proceso para la preparación de la suspensión.

Lo primero para preparar la suspensión fue fijar el volumen de la muestra a tratar. En este caso se preparó cuatro muestras o suspensiones con un volumen de muestra de **120 mililitros** correspondientes a **100 mililitros de HCl** y **20 mililitros de NH<sub>4</sub>Cl**.

A todo lo anterior hay que añadirle la cantidad de formamida calculada anteriormente.

Los pasos a seguir en la preparación es aproximadamente la misma que para el medio básico. Consistiendo en coger la cantidad que se ha fijado de cada sustancia con pipetas distinta, una para cada sustancia para evitar contaminación al verterla en los vasos de precipitados y evitar así resultados erróneos. Cuando estén las dos sustancias juntas se metió un imán y se le aplicó agitación para obtener una mezcla en todas las partes de la muestra.

Después de unos minutos agitándose y se aprecie que está todo bien mezclado se procede a la adición del polvo de sílice, añadiendo la cantidad calculada antes. Este paso se lleva a cabo cuidadosamente, adicionando cantidades pequeñas con la cuchara o espátula a la muestra que está en agitación.

De vez en cuando, entre adicciones de polvo de sílice se le aplica ultrasonidos, esto romper los aglomerados que se pueda haber producido y así mejoramos la solubilidad.

En el momento en el que se ha añadido todo el polvo de sílice y este esté disuelto, se toma el tiempo y se deja agitando durante dos horas.



Al cabo de las dos horas, se añade la cantidad de formamida correspondiente a la muestra manteniendo la agitación. Posteriormente se realiza la primera medida de pH y finalmente se introduce en la mufla, que se encuentra aproximadamente a **50°C**, donde se dejaron durante un tiempo.

De la mufla se fue sacando la muestra cada 15 min que mas tarde se amplio a 30 min, se le midió el pH y después se volvió a meter en la mufla de nuevo hasta la siguiente medición, así durante una hora y quince minutos. Al cabo de ese tiempo, la muestra se colocó en una placa calefactora donde se calentó a una temperatura superior a 50°C durante un periodo corto de tiempo y posteriormente se enfrió con la finalidad de ver como variaba el pH.

### **5.3.2.3. Análisis y discusión de los resultados.**

Aquí se ha preparado una sola suspensión compuesta por HCl,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  y formamida. A diferencia de las suspensiones del apartado anterior, apartado 5.2.1. en este caso la cantidad de cada sustancia es distinta por lo tanto el volumen final es distinto.

En este caso la muestra tiene un volumen total de **120 mililitros** de los cuales 100 ml son de HCl y 20 de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , además se le añade un 1% de formamida con respecto al volumen total.

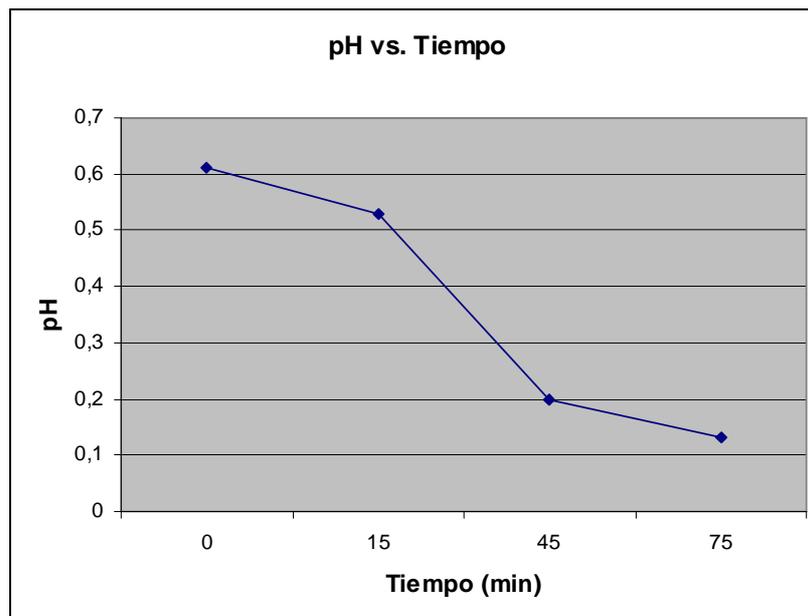
La muestra fue introducida en la mufla, que se encontraba a unos 50°C aproximadamente, durante dos horas inicialmente y a partir de ese tiempo se le empezó a realizar medidas de pH cada 15min y posteriormente cada 30 min. Todos los datos que se recogieron están plasmados en la tabla siguiente.



Tiempo (min)	pH
0	0,61
15	0,53
45	0,20
75	0,13

***Tabla 11: Datos de pH vs Tiempo de la muestra con 1% de formamida a 50°C***

A continuación se ve todos estos datos de la tabla 11 en una gráfica, Tiempo vs. pH. En ella podemos ver claramente una tendencia descendente.



***Grafica 8: Representación del pH frente al tiempo de la muestra con 1% de formamida a 50°C.***

En esta grafica 8, apreciamos que conforme aumenta el tiempo el pH va disminuyendo. Esto no debería pasar ya que el pH debería ir aumentando.

Después de la hora y cuarto, la muestra se saco de la mufla y se coloco en una placa calefactora para calentarla a mayor temperatura de 50°C y posteriormente enfriarla para ver como variaba el pH.



## 6. CONCLUSIÓN



## 6. Conclusión

A través de este proyecto se han conseguido preparar suspensiones estables de polvo de sílice y posteriormente desestabilizarlas con la adición de sustancias, siendo estas amoniaco, formamida y silicasol. Dependiendo de cual se añada se llevara la estabilización en un medio básico o en un medio acido.

En resumen las conclusiones obtenidas son los siguientes:

- La suspensión de polvo de sílice en agua tiene un mayor rango de pH en la que es estable, en comparación con las de silicasol. La sílice en agua como medio dispersante es estable a partir de  $\text{pH}=6$ , en cambio el silicasol solo es estable a  $\text{pH}=9$ .

### Medio Básico:

- Al aumentar la concentración de la sal de cloruro de amonio que se añade en la suspensión formada por amoniaco y sílice, se incrementa la concentración de iones, disminuyendo el espesor de la doble capa y haciendo imposible estabilizar la cantidad de sílice fijada. Esto impide la formación de suspensiones con concentraciones altas de sal.
- La variación del pH durante tres horas calentando a unos  $60^{\circ}\text{C}$  la suspensión formada por sílice, amoniaco y cloruro de amonio, ambos de concentración 1M, es insuficiente. El pH disminuye lentamente para conseguir desestabilizar la suspensión.
- Conforme se disminuye la concentración de la sal de cloruro de amonio que se añade en la suspensión formada por sílice, silicasol y cloruro de amonio, mayor es el tiempo de gelificación de la muestra llegando a tener que calentar la suspensión.



## Estudio de la Coagulación en Suspensiones Acuosas de Sílice



### Medio Ácido:

- Cuanto mayor cantidad de formamida se añade a la suspensión formada por sílice, cloruro de amonio, ácido clorhídrico y formamida, mayor es el pH. Además cuanto mayor es el porcentaje de formamida adicionado mayor es el incremento de pH con el tiempo.



# 7. BIBLIOGRAFÍA



## 7. Bibliografía

### Libros de consulta

- ❖ *Reología de suspensiones cerámicas*  
Autor: Rodrigo Moreno Botella  
Consejo superior de investigaciones científicas

### Artículos

- ❖ *Ceramic forming using enzyme catalyzed reactions*; L.J. Gauckler, Th Graule, F Baader.
- ❖ *Structural homogenization in a fibrous insulator containing an inorganic binder*; E.V. Vazhenin, V.A. Gorodetskii, T.V. Dobrova, G. A. Palii, E. M. Grishpum and M.Z. Nagisnskii.
- ❖ *Hydrolysis-assisted solidification of alumina slurry dispered in silica sol without de-airing process*; Deyu Kong, Hui Yang, Su Wei, Zheng Jianjun, Jiabang Wang.

### Paginas web

- ❖ [http://www.unizar.es/dctmf/jblasco/pfc\\_reologia/anexo1.doc](http://www.unizar.es/dctmf/jblasco/pfc_reologia/anexo1.doc).
- ❖ <http://www.sciencedirect.com/>
- ❖ [www.wikipedia.org](http://www.wikipedia.org)
- ❖ <http://www.quiminet.com>
- ❖ [http://bibliotecadigital.ilce.edu.mx/sites/ciencia/volumen3/ciencia3/137/html/sec\\_5.html](http://bibliotecadigital.ilce.edu.mx/sites/ciencia/volumen3/ciencia3/137/html/sec_5.html)
- ❖ <http://www.lenntech.es>
- ❖ <http://www.geldesilice.com/inicio/9.asp>
- ❖ <http://www.textoscientificos.com>



## Estudio de la Coagulación en Suspensiones Acuosas de Sílice

---

