

## Uso de soportes para la producción de aerogeles de sílice

Soto López Ismael\*, Solano Ramírez Nereida, Cruz Hernández Mónica, Meléndez Balbuena Lidia, López Olivares Guadalupe, Castro Lino Alejandra

Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Departamento de Química Inorgánica Ext 7376. Avenida San Claudio No. 1FCQ9, Puebla, Puebla. C.P. 72540.

\*Autor para correspondencia: issolo2015@yahoo.com

### Recibido:

13/mayo/2018

### Aceptado:

16/agosto/2018

### Palabras clave:

Aerogel, sílice, soporte

### Keywords:

Airgel, silica, support

### RESUMEN

El aerogel es un gel donde se ha sustituido el contenido líquido por aire o algún tipo de gas sin alterar la estructura que está compuesta de una red ramificada de nanoestructuras interconectadas, presentan porosidad de no menos del 50%. Es un material amorfo de muy baja densidad generalmente un poco más pesado que el aire; se le considera como un aislante térmico y acústico, presenta resistencia a altas y bajas temperaturas. Los aerogeles obtenidos en este trabajo han demostrado que por sí mismos no mantienen estable su estructura cuando se sustituye el líquido por el aire, por ello se decidió darles un soporte que les dé la estabilidad requerida en cada caso; es por esto que se utilizó la impregnación del gel en fibra de vidrio, fieltro y derivados de acrilato, dando como resultado materiales híbridos con propiedades agregadas a las iniciales como son: mayor estabilidad estructural, ligeros, aislantes, moldeables, etc.

### ABSTRACT

The aerogel is a gel where the liquid content has been replaced by air or some type of gas without altering the structure that is composed of a branched network of interconnected nanostructures, have porosity of not less than 50%. It is an amorphous material of very low density generally a little heavier than air; It is considered as a thermal and acoustic insulator, it has resistance to high and low temperatures. The aerogels obtained in this work have shown that by themselves they do not keep their structure stable when the liquid is replaced by air, so it was decided to give them a support that gives them the stability required in each case; this is why the impregnation of the gel in fiberglass, felt and acrylate derivatives was used, resulting in hybrid materials with properties added to the initials such as: greater structural stability, lightweight, insulators, moldable, etc.

## Introducción

El método sol-gel se desarrolló como una alternativa tecnológica para la preparación de vidrios y cerámicos a temperaturas considerablemente bajas. El sistema inicial representa una solución donde diferentes procesos de polimerización y policondensación conllevan a la formación gradual de una red sólida (Klein, 1988; Ramírez et al., 2010).

Inicialmente éste proceso producía sólidos, vidrios, fibras ópticas, objetos grandes como espejos o lentes formados con precisión a baja temperatura, siendo esto su mayor ventaja comparado con los otros métodos de obtención. Dicho método se clasifica dentro de los llamados procedimientos suaves de síntesis de materiales que con el tiempo ha sido mejorado y reorientado para la obtención de materiales con tamaño de partícula hasta del orden nanométrico los cuales presentan un gran potencial tecnológico (De León, 2008).

La técnica sol-gel para la síntesis de óxidos evita la formación de productos derivados de una sal, además de facilitar mayor control sobre la síntesis de dicho material.

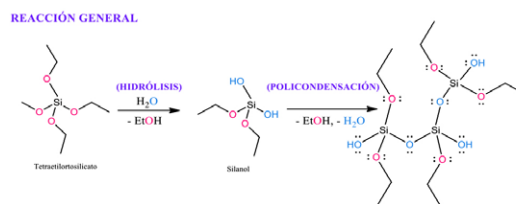
Si un gel se seca solo éste se reducirá a una fracción de su tamaño original, esta reducción genera el colapso de la estructura del gel. El componente sólido del gel es "microporoso", ya que el punto de contacto entre el líquido y vapor del líquido en evaporación, emplea grandes fuerzas de tensión superficial que colapsa la estructura del poro. Hay que reemplazar el líquido (disolvente) por aire sin permitir que la superficie del líquido se pierda por el interior del gel (Villegas, 1990).

Si se mantiene el líquido bajo una presión superior a la presión de vapor y se aumenta la temperatura, dicho líquido se convertirá en un gas al alcanzar una temperatura crítica sin que se den dos fases de manera simultánea, dicho líquido es un fluido supercrítico (Kistler, 1932), el agua de los geles húmedos también se pueden sustituir con disolventes líquidos de tipo orgánico miscibles, por ejemplo sustituyendo el agua por alcohol (R-OH), al convertir el alcohol en un fluido supercrítico permite la evaporación, por otra parte el resultado de una búsqueda de minimizar el tiempo de obtención de aerogeles fue uno de los mayores avances dentro de la ciencia del aerogel, el tiempo de obtención de aerogeles fue uno de los mayores avances dentro de la ciencia del aerogel, concretamente en cuanto a la aplicación de química de Sol- Gel.

Sin embargo, los primeros aerogeles, eran extremadamente frágiles y absorbían humedad fácilmente, limitando sus

aplicaciones prácticas, así que Levantis y sus colegas decidieron entretejer hilos de sílice y poliuretano, para mejorar la fortaleza del aerogel, pero el material resultante aún era demasiado frágil, lo que los llevó a unir químicamente los hilos de las partículas del aerogel con poliisocianato, uno de los dos componentes del poliuretano. El material definitivo resultó ser como otros aerogeles, tan ligeros como el aire, pero su resistencia aumento 100 veces y se hizo casi insensible a la humedad (Hernández, 2009).

La propuesta de mecanismo de reacción que da lugar a la polimerización química de los silicatos para la formación y obtención de geles húmedos precursores consta de dos etapas: hidrólisis y policondensación.



En la hidrólisis se propone que el TEOS, alcohol y ácido como catalizador, uno de los oxígenos se hace reaccionar con agua para que adquiera una carga parcial positiva, misma que origina un ion hidroxilo (-OH), mismo que buscará estabilizar su carga reaccionando con el silicio y de este modo se forma el silanol liberando el alcohol correspondiente. En la policondensación se plantea que formado el silanol en el medio puede dar inicio la polimerización por dos moléculas que se combinan para formar una más grande, mientras se libera una molécula más pequeña (Carey, 2006), generando así el encadenamiento de las moléculas para formar una red tridimensional del gel.

Debido a que la suspensión coloidal se mezcla con diferentes materiales de soporte como poliuretano, fibra de vidrio, fieltro y acrilatos para entretejer sus hilos con los del silicato y así originar una mayor fortaleza y rigidez en el aerogel, menor densidad para que sean tan ligeros comparados con el aire, pero de alta resistencia térmica y además sean inertes a la humedad.

## Objetivos

Síntesis de aerogeles de silicio sobre diferentes tipos de soportes para darles estabilidad estructural.

Caracterizar el material obtenido por diferentes métodos como microscopía electrónica de barrido (MEB), difracción de rayos X (DR-X) y espectroscopía de infrarrojo (IR).

## Metodología

La síntesis se inicia con la formación de una suspensión coloidal utilizando la técnica Sol- Gel que dará origen a un gel, que posteriormente será sometido a diferentes procesos para hacerle la remoción de disolvente por aire y así obtener aerogeles.

Se hace reaccionar con agitación tetraetilortosilicatos (TEOS) (1ml), metanol (3 ml), agua (1 ml) y ácido clorhídrico como catalizador en una parrilla eléctrica por 90 minutos. Se adiciona metanol (10 ml) e hidróxido de amonio (10 µl) y se continúa con agitación por 60 minutos. La solución se vacía en las jeringas previamente sin punta y se dejan reposar para su posterior gelificación y manipulación del gel una vez formado. Las jeringas se tapan con parafilm y se procede al intercambio gaseoso para obtener aerogeles.

Continuando con el procedimiento se lleva a cabo un intercambio disolvente-aire donde se proponen diferentes rutas de intercambio que van desde inmersión en nitrógeno líquido, uso de láser, mufla, estufa, soplete, entre otros, como puede apreciarse en la figura 1.



Figura 1. Rutas de síntesis para la elaboración de aerogeles.

Para la introducción del soporte se necesita de la suspensión coloidal que se impregna a diferentes materiales de soporte como poliuretano, fibra de vidrio, fieltro y acrilatos donde se entretejen sus estructuras con los del silicato para originar materiales con mayor fortaleza y rigidez, menor densidad, pero de alta resistencia térmica y además inertes a la humedad.

Las muestras con fibra de vidrio se llevaron a una mufla a 135°C por 40 minutos y a temperatura de 130°C por 55 minutos.

En las muestras con fieltro también se utiliza una estufa a temperatura de 100°C por 20 minutos y posteriormente de nuevo a 135°C por 10 minutos. La siguiente muestra se trata con una parrilla a 200°C por 40 minutos.

A una suspensión coloidal de silicatos que antes de ser envasada para su gelificación se mezcla con poliuretano y se trata en la estufa a 100°C durante 20 minutos.

En una jeringa se agrega la suspensión coloidal de TEOS y se mezcla con 0.5 ml de cianoacrilato y se lleva a la estufa a 65°C durante 20 minutos.

## Resultados y discusión

Los resultados obtenidos se muestran en la figura 2 para los diferentes soportes, con fibra de vidrio fue una estructura rígida, flexible, liviana y traslúcida, al ser sometidas a pruebas de fuego directo presentan buen aislamiento térmico (resistencia térmica) y baja conductividad.

Mientras que para las muestras de fieltro queda un material rígido y liviano, que generalmente enciende muy rápido en presencia de fuego, en este caso soporta dichas temperaturas.

Para las muestras con poliuretano se observa un material rígido, opaco, liviano y resistente al calor, mientras que para el cianoacrilato se tiene un material rígido, cristalino, liviano y también presenta resistencia al calor.



Figura 2. Pruebas realizadas con los diferentes materiales de soporte.

### Microscopía Electrónica de Barrido

Entre las caracterizaciones que se han hecho hasta ahora son espectroscopia infrarroja (IR), microscopia electrónica de barrido (SEM) y difracción de rayos X. Las micrografías muestran que las estructuras obtenidas son posiblemente amorfas, partículas pequeñas rugosas en forma de hojuelas que forman grandes aglomerados con gran porosidad. Se observan además partículas con tamaños inferiores a 1  $\mu\text{m}$  y partículas más grandes de hasta 5  $\mu\text{m}$ .

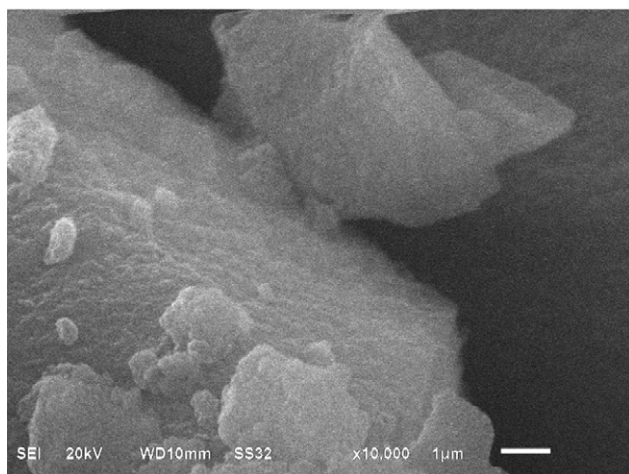
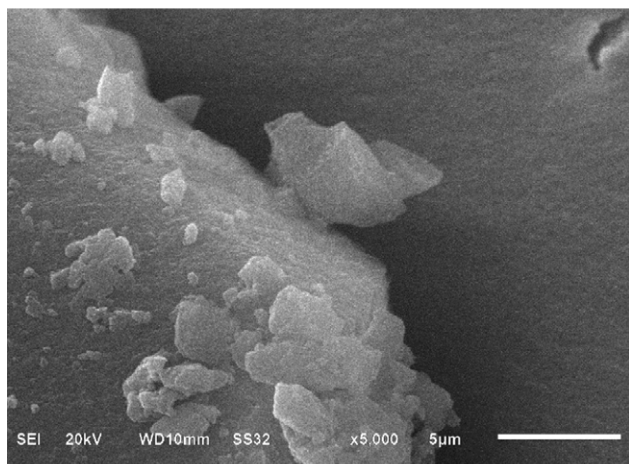


Figura 3. Micrografías del material obtenido.

### Espectroscopía de Infrarrojo

El espectro de Infrarrojo de la figura 4 muestra bandas alrededor de 1080 y 462  $\text{cm}^{-1}$  que se asocian al modo de vibración stretching y bending correspondientes al enlace Si-O que posiblemente forman puentes siloxanos, también se observa una banda alrededor de 801  $\text{cm}^{-1}$  que puede ser del enlace Si-O no puentado.

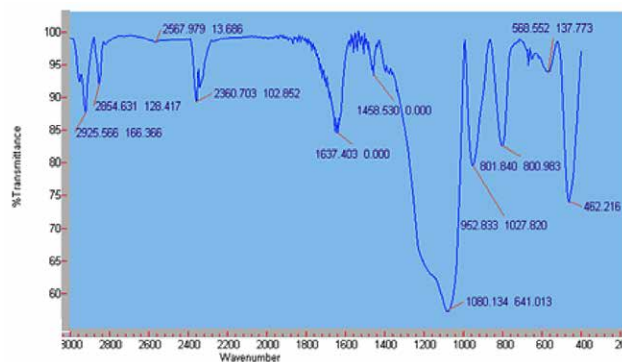


Figura 4. Espectro de Infrarrojo del material soportado.

### Difracción de Rayos-X

El estudio de difracción de rayos X, muestra un material amorfo, en el que se presenta una pequeña curva gaussiana en el intervalo de 2 Theta igual a 20.3, correspondiente al  $\text{SiO}_2$  amorfo.

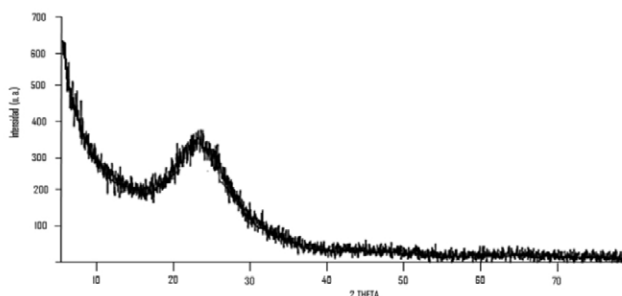


Figura 5. Difractograma de rayos X.

### Conclusiones

Se sintetizaron materiales tipo aerogel donde se pudo observar que dichos materiales por si solos tienden a ser frágiles y pierden volumen, que al soportarlos con distintas estructuras tienden a conservar su volumen y presentan mejores propiedades, en estructuras como poliuretano, fibra de vidrio, fieltro y acrilatos demuestran propiedades físico- químicas como mayor aislante térmico, baja densidad, baja conductividad, rigidez, translucidez, que al ser destruido no forma añicos ni puntas, sino que se pulveriza.

El difractograma demuestra el alto grado de desorden en su estructura lo que nos hace concluir que el material es totalmente amorfo y poroso lo que hace darle las características esperadas como aislante y liviano, lo que se confirma en el IR y SEM.



Con lo estudiado hasta ahora nos damos cuenta de la importancia de estos tipos de materiales, así como las aplicaciones que pueden llegar a tener, por lo que se sugiere seguir con el estudio de dichos materiales buscando obtener mejores resultados con respecto a sus propiedades y posteriormente darles una aplicación.

## Referencias

Askeland D.R., Phulé P.P., (2004). Ciencia e ingeniería de los materiales, 4ta. Edición. México: Thomson.

Barrett E.P., Joyner L.G., Halenda P.P., (1951). *J. Am. Chem. Soc.*, 73, 373.

Carey, F. A. (2006). Química orgánica. México, D.F.: McGraw-Hill interamericana.

Chang, R. (2010). Química. México, D. F.: McGraw-Hill/interamericana editores, S.A. de C.V.

Hernández A. (2009). Síntesis y caracterización de diferentes derivados de aerogeles. Tesis de licenciatura, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, México.

Ramírez Palma M., & Huirache Acuña R., & Espinosa Acosta G., & Hernández Padrón G. (2010). Estado del arte del proceso sol-gel en México. *Ciencia Ergo Sum*, 17 (2), 183-188.

Villegas M. A. Aerogeles, (1990). *Bol. Soc. Esp. Cerám. Vidr.* 29, 315-329.

S.S. Kistler, (1932). *J. Phys. Chem.*, 36(1), pp 52-64.