



## SINTESIS Y CARACTERIZACION DE AEROGEL MEDIANTE LA TECNICA DE SOL-GEL

<sup>1</sup>Nereida Solano Ramírez, <sup>1</sup>Ismael Soto López, <sup>1</sup>Abraham Jiménez Hernández <sup>1</sup>Iraís Guadalupe Yee Gutiérrez, <sup>1</sup>Lidia Meléndez Balbuena.

<sup>1</sup>Departamento de Química Inorgánica de la Facultad de Ciencias Químicas, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla,

<sup>1</sup>Facultad de Ciencias Químicas, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Issolo2003@yahoo.com.mx

### RESUMEN

Los Aerogeles<sup>1</sup> son sustancias coloidales de muy baja densidad y altamente poroso. Su composición es tan simple y sorprendente ya que el 99% es aire, resultando menos denso que el vidrio y al tacto tiene una consistencia de espuma, pero lo más sorprendente es que es capaz de soportar mil veces su propio peso, tiene apariencia fantasmagórica al grado de que se le conoce como “*Humo Sólido*” ya que su apariencia es casi transparente y ahumada, cuando se logra romper no produce añicos (fragmentos) y puntas, sino que se vuelve un polvo como el talco. La síntesis de los aerogeles consiste en el método de preparación *Sol-GeP*, en el cual se prepara un sol, la gelificación del mismo y la remoción del disolvente para formar el sólido cristalino.

### INTRODUCCIÓN

Los primeros aerogeles datan de 1931. Steven. S. Kistler <sup>4</sup> del *College of the Pacific* de Stockton (California) consiguió demostrar que un “*gel*” contenía una red sólida y continua del mismo tamaño y forma un gel húmedo. La formación de aerogeles comprende dos pasos: la formación de un gel húmedo y el secado del gel húmedo para formar un aerogel.

Si se permite que un gel se seque solo, éste encogerá hasta una pequeña fracción de su tamaño original, esta reducción de tamaño trae consigo una fuerte ruptura del gel. Kistler supuso, que el componente sólido del gel era “*Microporoso*”, y que el punto de contacto entre el líquido y el vapor del líquido en evaporación empleaba grandes fuerzas de tensión superficial que colapsaban la estructura del poro. Kistler <sup>4</sup> descubrió que en la producción del aerogel, hay que reemplazar de algún modo el líquido por aire sin permitir que la superficie del líquido se pierda por el interior del gel. Si se mantiene el líquido bajo una presión siempre superior a la presión de vapor y aumentamos la temperatura, dicho líquido se convertirá en un gas al alcanzar una temperatura crítica sin que se den dos fases de manera simultánea, el agua de los geles acuosos también se puede sustituir con líquidos orgánicos miscibles, por ejemplo sustituyendo el agua por alcohol, al convertir el alcohol en un fluido supercrítico y permitir su 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, concretamente en cuanto a la aplicación de la química del sol-gel en la preparación del aerogel de sílice.

El avance fue reemplazar el silicato de sodio que utilizaba Kistler por un alcóxido (tetrametilortosilicato, TMOS). Al hidrolizar TMOS en una solución de metanol se producía un gel en sólo un paso (denominado «*alcogel*»). Con ello se elimina el paso del intercambio de agua por alcohol y la presencia de sales inorgánicas en el gel.

En 1983 Arlon Hunt<sup>3</sup> encontró que el compuesto TMOS, era tóxico, y que podía sustituirse por tetraetilortosilicato (TEOS) que es un reactivo más seguro y fácil de conseguir, la calidad y la producción de los aerogeles no disminuye, al mismo tiempo el *Microstructured Materials Group* del Laboratorio de Berkeley descubrió que el alcohol del interior del gel podría reemplazarse por *dióxido de carbono* líquido antes de llevarse a cabo el secado supercrítico sin dañar el aerogel. Esto significa un avance importante en cuanto a la seguridad, ya que el punto crítico del CO<sub>2</sub> (31 °C y 1050 psi) tiene lugar bajo unas condiciones mucho menos agudas que el punto crítico del metanol (240°C y 1600 psi).



Los reactivos más utilizados son el Tetrametilortosilicato<sup>6</sup> (TMOS,  $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$ ) y el ortosilicato tetraetilo (TEOS,  $\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_4$ ). Sin embargo, se pueden utilizar otros alcoxilos que contengan varios grupos funcionales orgánicos para que el gel adquiera diferentes propiedades. La química sol-gel basada en alcoxilos evita la formación mayor de los productos derivados de la sal, además de posibilitar un mayor control sobre el producto final.

Los aerogeles son materiales que son considerados como inertes en reacciones catalíticas, la incorporación de un segundo catión a estos materiales les provee características fisicoquímicas que son muy superiores al compararlos con los óxidos puros.<sup>2</sup>

## TEORÍA

Los diferentes materiales de sílice porosa tienen un amplio número de aplicaciones. Una de las rutas de síntesis involucra un proceso sol-gel. La síntesis se inicia con la formación de una suspensión coloidal de partículas sólidas o sol, la cual puede ser posteriormente sometida a una transición de fase mediante desestabilización, precipitación o supersaturación, con el fin de obtener una masa sólida. Uno de los productos obtenidos en esta transición es conocido con el nombre de gel de sílice, donde además de la fase sólida existe un subproducto denominado solvente que puede ser agua o alcohol.

La química sol-gel basada en alcoxilos evita la mayor formación de productos derivados de la sal, además de facilitar mayor control sobre el producto final. Esta reacción se lleva a cabo en etanol; la densidad final del aerogel depende de la concentración de los monómeros de alcóxilo de silicona que hay en la solución. La estequiometría de la reacción precisa dos moles de agua por cada mol de TEOS, en la práctica, esta cantidad de agua tiene como consecuencia una reacción incompleta.<sup>1</sup>

La cinética de la reacción es poco práctica por su lentitud a temperatura ambiente, por lo que a menudo se necesitan varios días para llevarla a cabo totalmente. Para acortar el proceso se añaden catalizadores ácidos o básicos, a medida que progresan las reacciones de condensación, el sol se convertirá en un gel rígido, las reacciones de hidrólisis y de condensación del reactivo a menudo se consideran completas cuando el sol alcanza el punto de gel, el punto de gel no es más que el momento en que las especies de sílice que se encuentran bajo el proceso de polimerización abarcan el volumen del contenedor donde está el sol, en ese momento la columna de sílice del gel contiene una importante cantidad de grupos alcoxilos sin reaccionar. Aún puede darse hidrólisis y condensación hasta que se complete la gelación, la red de sílice será más fuerte si se le da el tiempo suficiente. Una vez madurado el gel y al secarlo sin condiciones de presión y temperatura, se debe extraer todo el agua que queda dentro de los poros, una vez más, el tiempo que se necesita para este proceso depende del grosor del gel. Cuando se utilizan condiciones supercríticas se extrae el líquido remanente dentro del gel, dejando sólo la red de sílice entrelazada, el proceso se puede llevar a cabo mediante la evaporación de etanol por encima de su punto crítico o mediante un intercambio del solvente con  $\text{CO}_2$  seguido de una evaporación supercrítica, este proceso se debe llevar a cabo en una autoclave especialmente diseñada para este fin.<sup>2</sup>

## PARTE EXPERIMENTAL

**1.- Preparar la solución alcalina o sol.** Combinar 0.5 ml de TEOS con 0.5 ml de etanol en un vaso de precipitados de vidrio. Homogeneizar la solución. Etiquetar solución como "solución alcalina" o "solución A".

**2.- Preparar solución catalizadora.** Combinar 5 ml de hidróxido de amonio concentrado con 2.5 ml de etanol en un vaso de precipitados. Etiquetar "solución catalizadora" o "solución B".

**3.- Mezcla de soluciones.** Verter el catalizador (solución B) dentro del alcaloide (solución A) y homogeneizar con una varilla de vidrio hasta que todo se haya combinado totalmente.

**5.- Obtención del alcogel.** Verter el sol dentro de jeringas sin agujas o émbolo, dejar reposar hasta que se forme el alcogel. De este modo, se puede extraer el gel finalizado empujándolo fuera de la jeringa con el émbolo.



#### CONCLUSIONES:

Se logró la síntesis de materiales que han coincidido con lo reportado en la bibliografía y además los análisis por Fisisorción, difracción de RX, Espectroscopia de Infrarrojo por Transformadas de Fourier<sup>7</sup> y el cálculo de la densidad así lo demuestran.

#### BIBLIOGRAFÍA

- 1.-A.G. Caldwell. Ind. and Eng. Chem."Thermal Conductivity of Silica Aerogel.", 26, pp 658 (1934).
- 2.-Gleiter, H. Nanostructured materials : state of the art and perspectives. Nanostructured Mater. 1995, Ed 6, pp 3–14.
- 3.-Hunt, Arlon J., and Michael R. Ayers. "Light scattering studies of UV-catalyzed gel and aerogel structure." Journal of Non-Crystalline Solids 225 (1998): pp 325-329
- 4.-Kistler S. Physical Chem "Coherent Expanded Aerogels." Vol 36,Year 52 (1932).
- 5.-Martín Sánchez L.Preparación, Caracterización y aplicación de aerogeles de carbono nanocompuestos con metales como catalizadores y electrocatalizadores de reacciones orgánicas,Universitat Autònoma de Barcelona. Departamento de Química, España, pp120-235(1996)
- 6.-N. Minju, P. Abhilash, Balagopal N. Nair, A. Peer Mohamed, S. Ananthakumar,Amine impregnated porous silica gel sorbents synthesized from water–glass precursors for CO2 capturing.
- 7.- R. Castañeda J. Estudio de las propiedades de transporte en materiales porosos mediante espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR). Universidad Nacional de Colombia. (pp. 5,6.) (2012).
- 8.-Rao, C. N. R.; Sood, a K.; Subrahmanyam, K. S.; Govindaraj, a. Graphene: the new Two-dimensional nanomaterial. Angew. Chem. Int. Ed. Engl. 2009, No.48, pp7752–77
- 9.-Rodríguez R. Síntesis y caracterización de óxidos mixtos de sílice- circonia sintetizados por el método sol-gel. Universidad Autónoma Metropolitana – Iztapalapa, México. (pp 24-27). (2003).
- 10.-Sherlock S., E.G. Appel."Aerogel Catalysts: Thoria, Preparation of the Catalyst and Conversion of Organic Acids to Ketones." Ind. and Eng. Chem., 26, pp 388 (1934).