

# Comparación de técnicas de caracterización estructural aplicadas a la sílice precipitada sintética (SAS)

Carlota Mur<sup>1</sup>, Fernando Cacho<sup>2</sup>, José Ángel Peña<sup>1</sup>, Jorge Pérez<sup>2</sup>, Miguel Menéndez<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Grupo de Catálisis e Ingeniería de Reactores (CREG)

Instituto de Investigación en Ingeniería de Aragón (I3A)

Universidad de Zaragoza, Mariano Esquillor s/n, 50018, Zaragoza, Spain.

Tel. +34-976762707, e-mail: [carlotamur@unizar.es](mailto:carlotamur@unizar.es)

<sup>2</sup> Industrias Químicas del Ebro (IQE). Pol Malpica 97, 50016 Zaragoza, Spain.

## Resumen

Se comparan técnicas de caracterización estructural y morfológica, incluyendo adsorción de nitrógeno (BET, BJH), porosimetría de mercurio y microscopía electrónica de transmisión, aplicadas a sílice precipitada sintética con distintas distribuciones de tamaño. Se evalúan correlaciones entre métodos y representaciones gráficas, analizando su complementariedad y limitaciones según la estructura del material.

## Introducción

La sílice precipitada sintética es un material ampliamente utilizado en aplicaciones industriales y tecnológicas debido a su elevada superficie específica, porosidad ajustable y amplia distribución de tamaños de poro. La correcta caracterización de sus propiedades estructurales y morfológicas resulta esencial para garantizar su idoneidad en cada aplicación específica. Por ejemplo, para su uso como soporte catalítico en procesos heterogéneos, la accesibilidad a los sitios activos depende de la distribución y el tamaño de los poros; como agente reforzante en compuestos de elastómeros, la interacción entre las partículas de sílice y la matriz polimérica está fuertemente influenciada por la morfología y el tamaño de partícula.

En este trabajo se comparan distintas técnicas de caracterización aplicadas a muestras de sílice con diferentes distribuciones de tamaño de partícula: adsorción de nitrógeno (BET, por sus siglas en inglés de *Brunauer-Emmett-Teller*, para la determinación de la superficie específica, y BJH, correspondiente al método *Barrett-Joyner-Halenda*, para la distribución de mesoporos), porosimetría por intrusión de mercurio (especialmente útil para caracterizar meso y macroporos) [1], y microscopía electrónica de transmisión (TEM), que permite observar la morfología y el grado de aglomeración a escala nanométrica. Se analiza la correlación entre los resultados obtenidos por cada método[2],

considerando las distintas escalas de tamaño de poro definidas por la IUPAC (Tabla 1), así como las representaciones gráficas derivadas de cada técnica.

**Tabla 1. Clasificación por tamaño de poro conforme a la normativa de la IUPAC.**

Tipo de poro	Diámetro de poro
Microporo	< 2 nm
Mesoporo	2-50 nm
Macroporo	> 50 nm

## Resultados

Las sílices precipitadas a temperatura ambiente pueden no flocularse correctamente, presentando una forma en fase gel en lugar de la precipitada, con una distribución de poros característica. Además, dependiendo del pH de precipitación, las muestras pueden tener cambios estructurales. En la Tabla 2 se muestra el análisis por los diferentes métodos de caracterización.

**Tabla 2. Resultados de las medidas para sílices con dos pH.**

pH	Área BET (m <sup>2</sup> /g)	Dp (nm)	Área BJH (m <sup>2</sup> /g)	Área Hg (m <sup>2</sup> /g)	ρ (g/mL)
8	443	6	219	224	0,50
9	346	8	223	165	0,64

El diámetro de partícula (Dp) se calcula a partir de la aproximación [Eq.1], que asume que las partículas presentan morfología esférica. Comparado con los resultados obtenidos por TEM, tras 6 medidas aleatorias de las muestras (Tabla 3 y Figura 1), se puede observar como el valor calculado con el área BET, al tener una mayor contribución de los microporos, proporciona un menor tamaño de partícula que el determinado por TEM.

$$Dp (nm) = \frac{6000}{\text{Área}_{BET} \cdot \text{densidad} \left( \frac{g}{cm^3} \right)} \quad [\text{Eq. 1}]$$

Tabla 3. Medidas diámetro de partícula con TEM.

pH	Medidas TEM			
	$\overline{D_p}$	SD	Min	Máx
8	10	2	7	13
9	14	3	11	17

Si se analizan los diferenciales de volumen de poro utilizando el método BJH y la porosimetría de Hg (Figura 2), se observa como la estructura de pH 8 es más susceptible a la compresión, lo que se observa por el desplazamiento de la moda entre las técnicas. La porosimetría de Hg determina un tamaño de poro de 8 nm y el método BJH de 10 nm.

Por otro lado, se comparan dos sílices precipitadas a pH 9 para dos temperaturas (25-60 °C). Los resultados se muestran en la Tabla 4 y en la Figura 3.

Tabla 4. Resultados de las medidas para sílices con dos temperaturas.

T (°C)	Área BET (m <sup>2</sup> /g)	Dp (nm)	Área BJH (m <sup>2</sup> /g)	Área Hg (m <sup>2</sup> /g)	$\rho$ (g/mL)
25	346	8	223	165	0,64
60	266	11	244	196	0,21

La representación del volumen diferencial de poro frente al logaritmo del tamaño de poro permite una visualización más equilibrada de la distribución, reduciendo el peso relativo de los volúmenes asociados a poros muy pequeños y facilitando así el análisis global de la porosidad en toda la muestra.

## Conclusiones

La combinación de técnicas como BET, BJH, porosimetría de Hg y TEM permite una caracterización completa de la sílice. Cada método aporta información complementaria sobre la estructura y su morfología.

## REFERENCIAS

- [1] D. Julve, J. Ramos, J. Pérez, y M. Menéndez, «Analysis of mercury porosimetry curves of precipitated silica, as an example of compressible porous solids», *J Non Cryst Solids*, vol. 357, n.o 4, pp. 1319-1327, feb. 2011, doi: 10.1016/j.jnoncrsol.2010.12.042.
- [2] K. Liu y M. Ostadhassan, «The impact of pore size distribution data presentation format on pore structure interpretation of shales», *Advances in Geo-Energy Research*, vol. 3, n.o

## FIGURAS

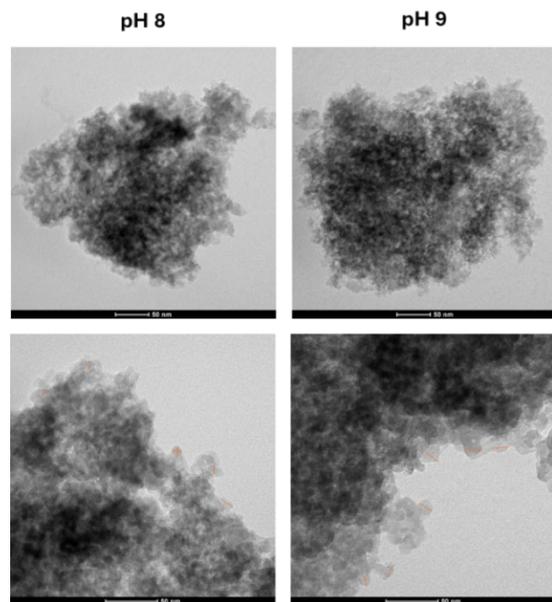


Figura 1. Imágenes TEM de sílices con dos pH.

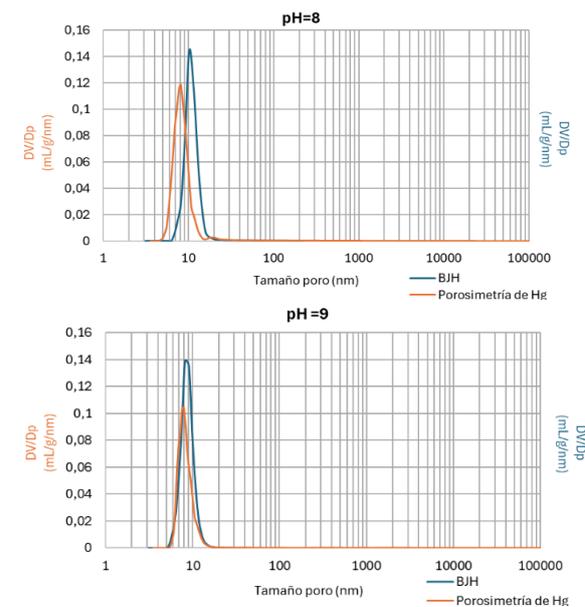


Figura 2. Resultados BJH y porosimetrías de Hg de sílices con dos pH.

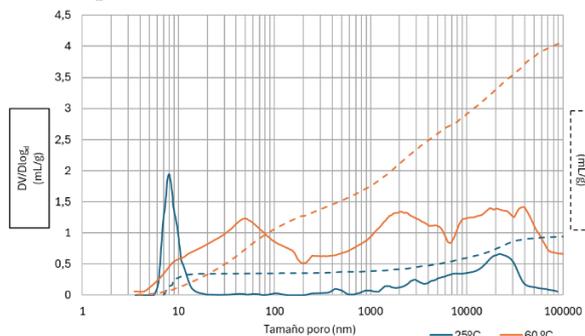


Figura 3. Resultados porosimetrías de Hg de sílices con dos temperaturas.