

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

Carlota Mur¹, Fernando Cacho², José Ángel Peña¹, Jorge Pérez², Miguel Menéndez¹

¹ 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.

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

Tel. +34-976762707, e-mail: carlotamur@unizar.es

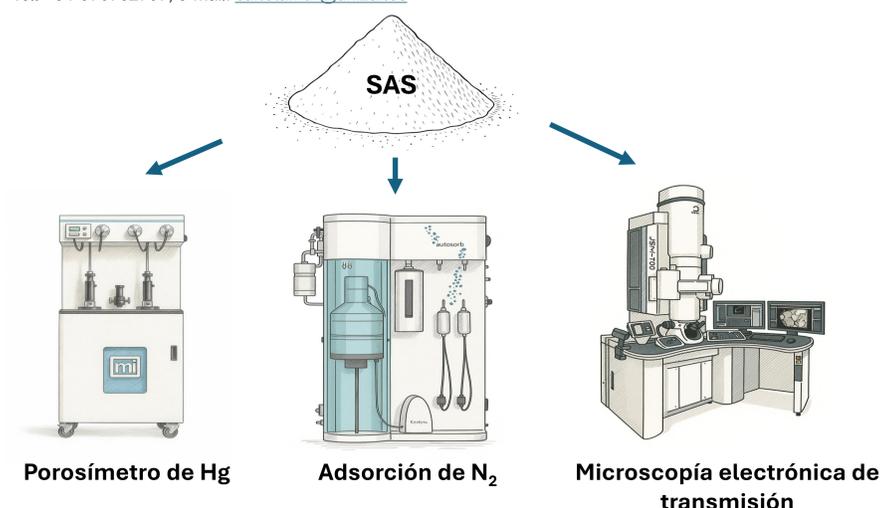


Figura 1. Técnicas de caracterización utilizadas para la caracterización estructural de la SAS.

INTRODUCCIÓN

Se comparan técnicas de caracterización estructural y morfológica (Figura 1), incluyendo adsorción de nitrógeno (BET, BJH), porosimetría de mercurio y microscopía electrónica de transmisión (TEM), aplicadas a sílice precipitada sintética con distintas distribuciones de tamaño (Figura 2). Se evalúan correlaciones entre métodos y representaciones gráficas, analizando su complementariedad y limitaciones según la estructura del material.

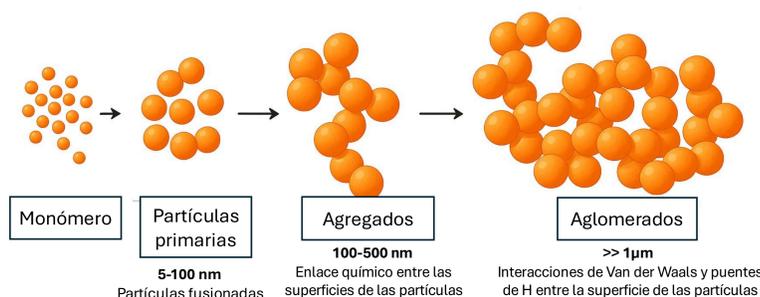


Figura 2. Aglomeración de las partículas de SAS.

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Se comparan distintas técnicas de caracterización aplicadas a muestras de sílice [1]:

- **Adsorción de N₂**
 - BET (*Brunauer-Emmett-Teller*): Área superficial específica de BET.
 - BJH (*Barrett-Joyner-Halenda*): Área BJH y distribución de mesoporos.
- **Porosimetría de Hg**: Área Hg y distribución de meso y macroporos.
- **Microscopía electrónica de transmisión (TEM)**: la morfología y el grado de aglomeración a escala nanométrica.

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

Se analiza la correlación entre los resultados obtenidos por cada método considerando las distintas escalas de tamaño de poro (Tabla 1) de las sílices precipitadas sintéticas, así como las representaciones gráficas derivadas de cada técnica [2].

RESULTADOS

• Sílice precipitada a pH 8-9 y 25 °C

Los resultados principales se muestran en la Tabla 2, estos indican que el diámetro de partícula (D_p), calculado por la Ecuación 1 asumiendo esferas, es menor que el valor obtenido por TEM (Tabla 3 y Figura 3) debido a la contribución de los microporos en el área BET.

La Figura 4 presenta las curvas de porosimetría por intrusión de Hg, y en la Figura 5 se evidencia que la muestra a pH 8 muestra un mayor desplazamiento de la moda entre métodos, reflejo de su mayor susceptibilidad a la compresión.

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

Tabla 2. Resultados de las medidas para sílices precipitadas a dos pH.

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

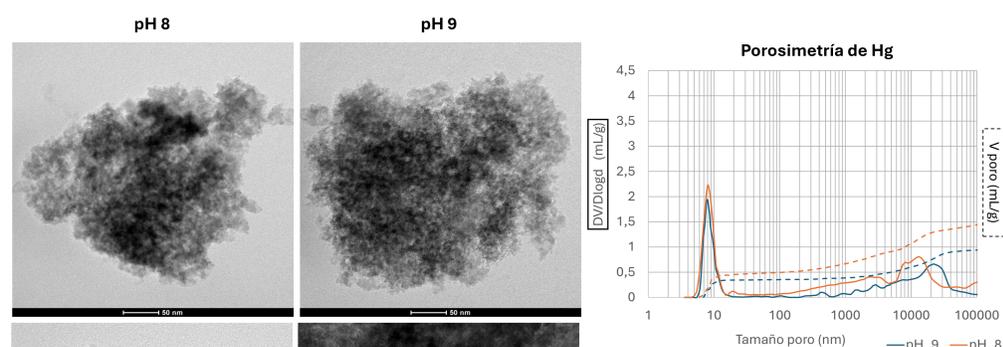


Figura 3. Imágenes TEM de las sílices precipitadas a dos pH.

Figura 4. Porosimetría de Hg a pH 8-9.

Tabla 3. Resultados de las medidas por TEM.

pH	Medidas TEM			
	\bar{D}_p	SD	Min	Máx
8	10	2	7	13
9	14	3	11	17

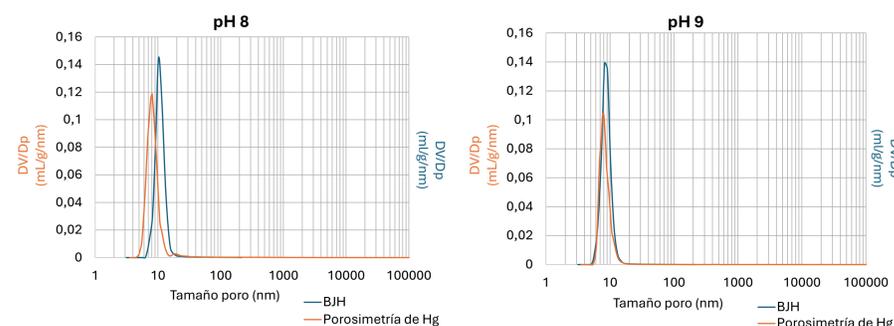


Figura 5. Resultados de las porosimetrías de Hg y del BJH de las sílices precipitadas a pH 8 y 9.

• Sílice precipitada a pH 9 y 25-60 °C

Los resultados se recogen en la Tabla 4. Al representar el volumen diferencial de poro frente al logaritmo del tamaño de poro (Figuras 6 y 7), se atenúa la influencia de los poros más pequeños y se obtiene una visión más equilibrada de la distribución, lo que facilita el análisis global de la porosidad de la muestra.

Tabla 4. Resultados de las medidas para sílices precipitadas a dos T(°C).

T (°C)	Área BET (m ² /g)	D _p (nm)	Área BJH (m ² /g)	Área Hg (m ² /g)	ρ (g/mL)
25	346	8	223	165	0,64
60	266	11	244	196	0,21

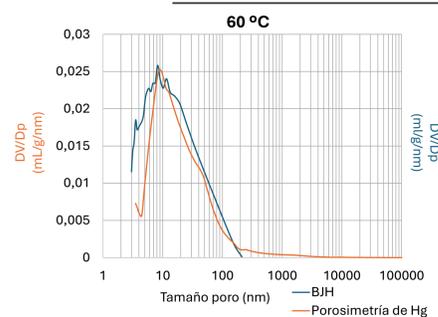


Figura 6. Resultados de las porosimetrías de Hg y del BJH de la sílice precipitada a 60 °C.

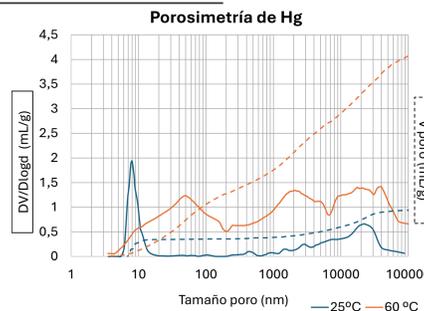


Figura 7. Porosimetría de Hg a dos temperaturas.

Por otro lado, en la Figura 8 y la Tabla 6 se presentan las microfotografías TEM y sus datos.

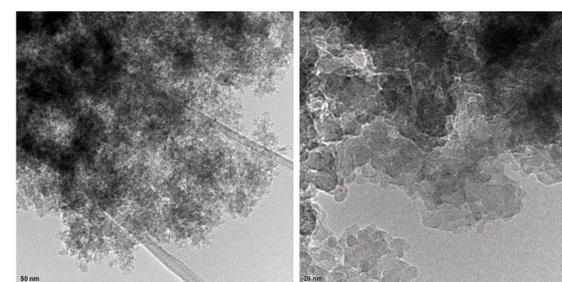


Figura 8. Imágenes TEM de la sílice precipitada a 60 °C.

Tabla 5. Resultados de las medidas por TEM de la sílice precipitada a 60 °C.

T (°C)	Medidas TEM			
	\bar{D}_p	SD	Min	Máx
60	11	2	6	14

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.jnoncryst.2010.12.042.
- [2] K. Liu y M. Ostad Hassan, «The impact of pore size distribution data presentation format on pore structure interpretation of shales», *Advances in Geo-Energy Research*, vol. 3, n.o 2, pp. 187-197, jun. 2019, doi: 10.26804/ager.2019.02.08.

AGRADECIMIENTOS:

se agradece la financiación recibida de la AEI (proyecto PLEC2022-009239) y de la EU por los fondos Next Generation. También agradecemos la financiación recibida del Gobierno de Aragón para el mantenimiento del grupo CREG (T43-23R) vía Fondos FEDER.

