

SÍNTESIS DE AEROGEL PARA LA FORMULACIÓN DE MATERIALES AISLANTES APLICADOS A LA INDUSTRIA DE LA CONSTRUCCIÓN

Suárez Natalia^{A,B}

^AInstituto de Investigaciones en Catálisis y Petroquímica INCAPE-UNL-CONICET

^BFacultad de Ingeniería Química UNL

Área: Ingeniería

Sub-Área: Materiales

Grupo: Y – Becaria BIT de la Fundación Banco Santa Fe

Palabras clave: aerogeles de sílice, materiales aislantes.

INTRODUCCIÓN

Los aerogeles son una clase de materiales de estado sólido que se caracterizan por su baja densidad. También son conocidos como humo sólido y se componen de partículas con dimensiones típicas por debajo de las 100 micras y tamaños de poro en el orden de los 20 nm de diámetro, o menos. Los aerogeles tienen una amplia variedad de propiedades excepcionales, tales como muy baja conductividad térmica ($\approx 0,01$ W/mK), alta porosidad ($\approx 99\%$), entre otros. De particular interés comercial es la potencial utilización de estos materiales en aplicaciones de aislamiento térmico, donde se aprovecharía la conductividad térmica extremadamente baja de estos materiales para su uso como aislantes térmicos con el fin de la mejora de la eficiencia energética.

OBJETIVOS

- Síntesis de polvo/granulado hidrófobo tipo aerogel de sílice a partir de silicato de sodio basado en el método de los co-precursores y secado a presión ambiente.
- Caracterización del material obtenido: densidad, superficie específica, tamaño de poro, hidrofobicidad, estabilidad térmica.
- Desarrollo de formulaciones de recubrimientos/revestimientos que contengan aerogel de sílice en su composición. Caracterización de estos materiales.

METODOLOGÍA

Primera etapa: Síntesis y preparación de aerogel

Se preparó una solución de silicato de sodio al 5% en peso a partir de silicato de sodio neutro ($\text{Na}_2\text{O} \cdot 3,3\text{SiO}_2$). La acidificación de esta solución se logró con el agregado de ácido nítrico al 68%. Como segunda opción, se utilizó una resina de intercambio iónico (Amberlite IR 120 Na). Luego de la acidificación, sea con ácido nítrico o con la resina de intercambio iónico, el pH de la solución fue menor a 2.

A continuación, se agregó un co-precursor, HMDS, en condiciones de agitación constante (agitación magnética) y a temperatura ambiente. Debido a su carácter alcalino, también cumple el rol de aumentar el pH. Cuando éste supera el valor de 3-4 tiene lugar la gelación, es decir, se forma un gel de sílice el cual al mismo tiempo es

Proyecto: BIT 2016 – Síntesis de aerogeles para la formulación de materiales aislantes aplicados a la industria de la construcción.

Director del proyecto: Dra. Silvina Regenhardt. Codirector del proyecto: Dr. Camilo Meyer.

Director del becario/tesista: Dra. Silvina Regenhardt.

modificado superficialmente por el HMDS transformando su superficie en hidrófoba. Este paso se logró en cuestión de minutos, entre 5-10 minutos.

Formado el gel, se agregó normal hexano (relación volumétrica de solución de silicato de sodio:n-hexano = 1:1,2) de modo de reemplazar el agua contenida en los poros del mismo por un solvente que sea más fácilmente eliminable durante el posterior secado. Esta etapa tuvo una duración de 2,5-3 hs como mínimo y al finalizar la misma fue posible eliminar el mismo volumen de agua que de solución de silicato inicial.

El secado se realizó a presión ambiente en dos etapas. La primera, a alrededor de 60°C para eliminar lentamente el solvente y la segunda a 180°C para dar lugar al polvo de aerogel de sílice.

Resultados

En la **Tabla 1** se resumen los resultados obtenidos. Para comparar, también se caracterizó en las mismas condiciones, muestras de aerogel comercial referenciadas como AGC_1 y AGC_2. Las mismas sólo variaban en granulometría, AGC_1 tiene un tamaño de partícula de 2-40 µm mientras que para AGC_2 es de 0,01-1,2 mm.

Muestra	AG_1	AG_2	AG_3	AG_4	AG_5	AGx10	AGC
Masa de material [g]	4,66	4,05	2,82	3,08	4,58	44	
Densidad [kg/m ³]	140	360	320	320	160	220	120-180
Superficie específica [m ² /g]	338,79	631,3	676,89	630,35	406,7	511,07	600-800
Volumen de poro [cm ³ /g]	0,439	0,925	0,728	1,114	0,817	0,99	2,639
Tamaño de poro [nm]	5,18	5,86	4,3	7,07	8,03	8,61	16,99
Hidrofobicidad	si	si	si	si	si	si	si

Tabla 1. Resumen de resultados de los aerogeles preparados.

Densidad y propiedades texturales. AG_1 y AG_2 se sintetizaron bajo condiciones similares, variando sólo el contenido de HMDS. Cuando éste es agregado en exceso se obtiene un material de baja densidad pero con propiedades texturales pobres, AG_1, en comparación con AG_2.

El uso de una resina de intercambio iónico para la obtención de ácido silícico mejora las propiedades texturales pero el material obtenido presenta una mayor densidad y un menor rendimiento en masa (AG_3 y AG_4 en comparación con AG_1 y AG_2).

Controlando el agregado del co-precursor (haciéndolo gota a gota) y la forma y duración de la agitación (reemplazando la agitación magnética por una agitación orbital) fue posible eliminar una gran cantidad de agua durante el intercambio de solvente. Como consecuencia, fue posible obtener un material de baja densidad, AG_5, y mejorar los valores de superficie específica, tamaño y volumen de poros, siendo éstos más cercanos a los valores del aerogel comercial.

Luego, se aumentó en 10 veces la escala con la que se venía trabajando. Estas muestras, denominadas AGx10, se prepararon con un tiempo de envejecimiento de 5 minutos, lo que resultó positivo desde el punto de vista de la caracterización textural.

Hidrofobicidad. Todas las muestras preparadas mostraron un comportamiento hidrófobo, describiendo la formación de una gota de agua sobre el polvo de aerogel, como se puede ver en la **Figura 1**.



Figura 1. Verificación de la hidrofobicidad del material sintetizado y comercial.

Estabilidad térmica. En las muestras comerciales ensayadas se observó la pérdida de hidrofobicidad al exponerlas a una $T=400^{\circ}\text{C}$ durante una hora en atmósfera de aire. Esto se evidenció dejando caer unas gotas de agua sobre la muestra AGC_2, observándose que las mismas mojaron el material. También se observó una disminución de la masa del material ensayado térmicamente del orden del 4%. Es probable que esta disminución de masa se deba a la desaparición de los grupos $-\text{CH}_3$ terminales que son los responsables de la hidrofobicidad del material. La muestra AGx10, retuvo la hidrofobicidad. El agua no moja al material luego de exponerlo a alta temperatura, verificando que el mismo continúa siendo hidrófobo tal como lo era antes del tratamiento. Esto se comprueba, además, comparando el peso inicial y final de la muestra, el cual no mostró variación apreciable luego del ensayo.

Segunda etapa: Preparación de formulaciones para revestimientos

Se fabricaron revestimientos tipo losetas utilizando como materias primas: cemento, aerogel, granito de diferente granulometría y agua. Se usó aerogel sintetizado en el laboratorio (AGx10) para la muestra L1 y aerogel comercial (AGC_2) para L2. Además, se prepararon recubrimientos tipo pinturas que se aplicaron sobre losetas comerciales que se utilizaron como referencia para evidenciar los efectos del material fabricado. Se utilizó como base un látex comercial (para exteriores) al agua blanco al cual se le agregaron distintas cantidades de aerogel en polvo: P1 y P2 conteniendo 1% en peso y 2,5% en peso de aerogel sintetizado en el laboratorio (AGx10), respectivamente; y P3 y P4 conteniendo 1% en peso y 2,5% en peso de aerogel comercial (AGC_1). Una quinta muestra, P, representa a la pintura blanca.

Resultados

El agregado de aerogel en la formulación de losetas cementicias disminuye la densidad de las mismas y su temperatura superficial pero también afecta negativamente su resistencia a la flexión, como se puede ver en la **Tabla 2**.

Muestra	Densidad (kg/m^3)	ΔT ($^{\circ}\text{C}$) *	Resistencia a la flexión (daN/cm^2)
Referencia	1900	0	37
Loseta con aerogel sintetizado	1437	3,5	5,31
Loseta con aerogel comercial	1440		7,3

Tabla 2. Resumen de propiedades de los revestimientos cementicios preparados.

* Diferencia de temperatura tomada respecto de la referencia.

Las probetas fabricadas tanto con aerogel sintetizado como con aerogel comercial, mostraron una densidad del mismo orden. Esto indica que el comportamiento de los aerogeles fabricados en el laboratorio es similar al comercial cuando se los agrega a estos elementos constructivos, lo que representa una ventaja en una primera instancia pero influye fuertemente en las propiedades mecánicas. De acuerdo con Gao y col (2014), las partículas de aerogel son lo suficientemente estables durante la hidratación del cemento pero las mismas se hallan separadas de los materiales circundantes por una distancia de varios micrones. Estas separaciones pueden servir como capilares donde el aire y/o agua pueden ser transportados o condensados. Esto conduce a suponer que la estructura interna de las losetas presenta una microporosidad y que por tal motivo su resistencia a la flexión alcanza valores tan bajos.

También se estudió la evolución temperatura superficial tanto de las losetas como de

las pinturas cuando las mismas eran expuestas a radiación de una lámpara IR. Se ensayaron las muestras L1 y L2 junto con una loseta comercial tomada de referencia y dos muestras más. Una de ellas, L3, conteniendo dióxido de titanio (TiO₂) en su composición y la otra, L4, correspondiente a una baldosa de cerámica roja. Con estas muestras se buscó estudiar la variación de la temperatura superficial en función del color de modo de verificar si las propiedades aislantes de los aerogeles contribuyen a disminuir la temperatura superficial o si el efecto evidenciado en las mediciones al sol proviene solo de su aspecto blanco.

Si bien la baldosa roja, L4, no es de base cementicia, su temperatura fue la mayor del grupo, estabilizándose a los 45 °C, **Figura 2**, esto muestra claramente que el color de las muestras tiene influencia en la temperatura superficial. La loseta comercial se halla medio grado centígrado por debajo de la roja y la muestra con agregado de TiO₂ en el bulk, L3, alcanzó un valor de 43,6 °C. En base a esto se destaca el rol importante que juega el color de la superficie de la pieza, especialmente el blanco, que contribuye a disminuir la absorción o absorción superficial de la loseta, la cual depende del color y el acabado de los materiales. En cuanto a las muestras con aerogel, se observa que ambas convergen a una misma temperatura al llegar al estado estacionario alrededor de los 41 °C lo que representa una disminución de aproximadamente 3,5 °C respecto de la loseta de referencia. Esto indica que el color de los aerogeles junto con sus propiedades aislantes reducen la temperatura superficial del elemento analizado al ser agregados en todo el bulk del elemento constructivo estudiado.

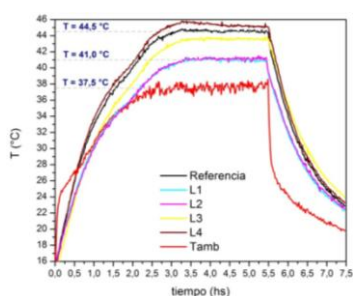


Figura 2. Evolución de la temperatura superficial de las losetas sometidas a radiación IR.

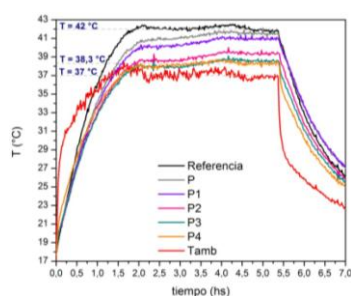


Figura 3. Evolución de la temperatura superficial de las losetas pintadas sometidas a radiación IR.

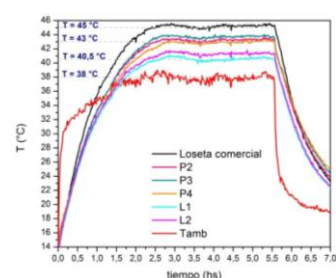


Figura 4. Evolución de la temperatura superficial de losetas y losetas pintadas sometidas a radiación IR.

En el caso de las pinturas, **Figura 3**, también se evidenció una disminución de la temperatura superficial. Al aplicar una pintura blanca sobre la loseta, la disminución de la temperatura ronda los 0,5 °C. Sin embargo, al agregar un 1% en peso del aerogel preparado en el laboratorio en la composición, P1, se logra una disminución de 1 °C, valor que llega hasta una diferencia de 2,5 °C si se aumenta el contenido de aerogel a 2,5 % en peso, P2. Para las pinturas preparadas con el aerogel comercial, con el agregado de solo un 1% en peso de este material ya se logra un tope en la disminución de la temperatura, la cual es de 3,7 °C.

En la **Figura 4**, se ensayaron losetas y pinturas en paralelo. Se concluye que si bien al aplicar una pintura con aerogel en su formulación se logra disminuir la temperatura superficial las losetas comerciales, el efecto es mayor si el material es adicionado en el bulk de las mismas.

BIBLIOGRAFÍA BÁSICA

Gao T., Jelle B.P., Gustavsen, A., Jacobsen S., 2014. Aerogel-incorporated concrete: An experimental study. Constr. Build. Mater. 52, 130–136.