

Figura 1. Esquema de la planta de precipitación de la sílice.

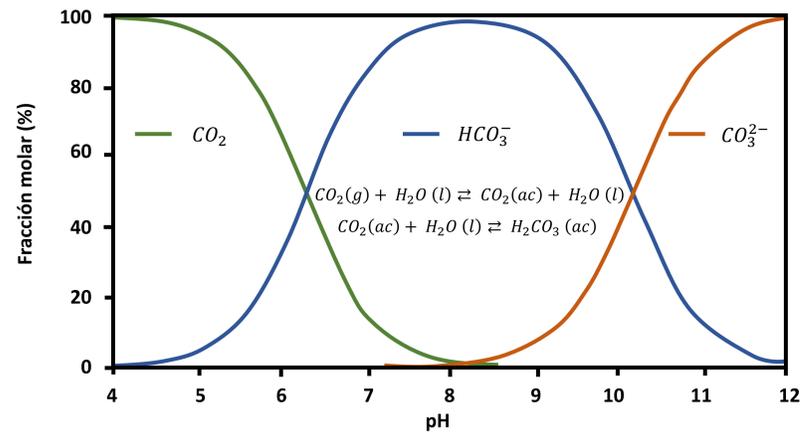


Figura 2. Equilibrios químicos presentes en la reacción.

INTRODUCCIÓN

La precipitación convencional de sílice a partir de silicato de sodio conlleva el uso de ácidos minerales, fuertes y corrosivos a alta temperatura. Este trabajo explora la posibilidad de sustituir el ácido por CO₂ durante la precipitación del silicato de sodio a temperatura ambiente,^[1] con el objetivo de reducir la huella de carbono asociada al producto final y promoviendo los objetivos de la economía circular.^[2]

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

La precipitación se lleva a cabo en un tanque agitado en modo discontinuo (*batch*) donde se añade una disolución alcalina con un caudal variable mientras se borbotea CO₂ con un caudal constante ^[3]. La reacción se lleva a cabo a 25 °C, con un pH=8-9 y un 2-8 % en peso de NaHCO₃ en el lecho inicial de reacción.

Finalizado el tiempo de precipitación, se deja madurar la suspensión durante 30-120 minutos. Después, se filtra la sílice y se lava con H₂O destilada hasta obtener la conductividad deseada en las aguas de filtrado. Por último, si es conveniente, se redispersa el producto y se somete a un proceso de acidulado, se lava y se seca en la estufa.

RESULTADOS

• Sílice precipitada pH=8-9

Tabla 1. Rendimiento del CO₂ obtenido en las precipitaciones a pH=8-9 y caracterización de los sólidos correspondientes.

pH	η_{CO_2} (%)	Área Hg (m ² /g)	Área BET (m ² /g)	$\rho_{aparente}$ (g/mL)	Conductividad (μS/cm) (5% sólido)	pH (5% sólido)
8	48	224	443	0,5	280	9,73
9	100	165	346	0,6	506	9,95

*Calculado según la estequiometría de la reacción
 $0,135 Na_2O \cdot 0,453 Si_2O + 0,269 CO_2 + x H_2O \rightarrow 0,453 SiO_2 + 0,269 NaHCO_3 + y H_2O$

A pH=9 el rendimiento del CO₂ es mayor, la densidad aparente del producto obtenido es más alta y las áreas de superficie específica son menores.

• Sílice precipitada pH=8 + Lavado acidulado

Tabla 2. Caracterización del sólido obtenido tras la precipitación a pH=8 y una última etapa de lavado acidulado a pH=7,5-4,5.

pH filtración	Área Hg (m ² /g)	Área BET (m ² /g)	$\rho_{aparente}$ (g/mL)	Conductividad (μS/cm) (5% sólido)	pH (5% sólido)
-	224	443	0,5	280	9,73
7,5	332	602	0,5	96	9,20
4,5	92	733	0,5	16	7,48

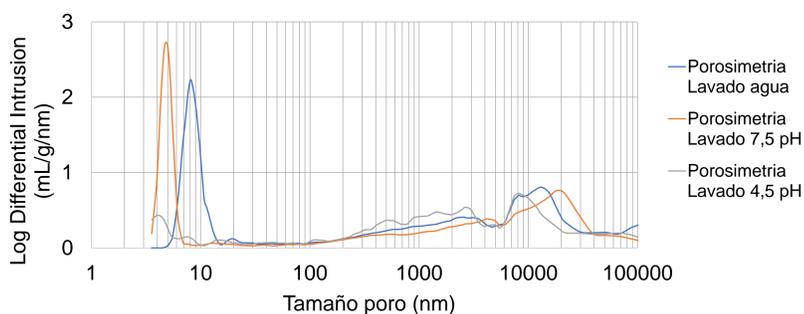


Figura 3. Porosimetría de Hg de los 3 sólidos obtenidos precipitados a pH 8

Se puede deducir de la caracterización de los sólidos (Tabla 2 y Tabla 3) y las porosimetrías de Hg (Figura 3 y Figura 5), que la sílice precipitada bajo estas condiciones no ha terminado de formarse, ya que al lavarla en medio ácido los agregados de sílice se fragmentan, obteniéndose tamaños de partículas muy pequeños.

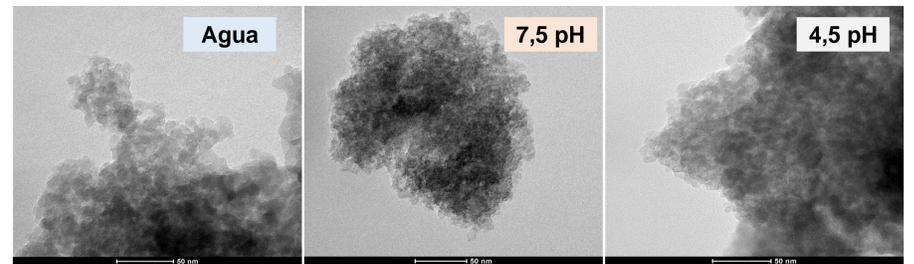


Figura 4. Imágenes de TEM (Microscopía electrónica de transmisión) de los sólidos lavados con agua y ácido (pH=7,5 4,5)

• Sílice precipitada pH=9 + Lavado acidificado

Tabla 3. Caracterización del sólido obtenido tras la precipitación a pH=8 y una última etapa de lavado acidulado a pH=7,5-4.

pH filtración	Área Hg (m ² /g)	Área BET (m ² /g)	$\rho_{aparente}$ (g/mL)	Conductividad (μS/cm) (5% sólido)	pH (5% sólido)
-	165	346	0,6	506	9,95
7,5	356	522	0,6	140	9,09
4	57	665	0,7	107	7,08

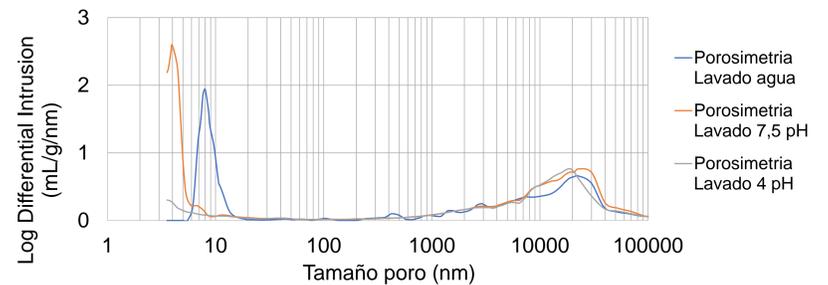


Figura 5. Porosimetría de Hg de los 3 sólidos obtenidos precipitados a pH=9 con diferentes lavados.

• Sílice precipitada pH=9 + Diferentes caudales CO₂

Tabla 4. Caracterización del sólido obtenido a diferentes caudales CO₂ y su rendimiento correspondiente del CO₂.

Q _{CO2} (L/min)	η_{CO_2} (%)	Área Hg (m ² /g)	Área BET (m ² /g)	$\rho_{aparente}$ (g/mL)	Conductividad (μS/cm) (5% sólido)	pH (5% sólido)
0,2	56	375	405	0,2	568	10,2
0,5	100	338	376	0,6	452	10,4
1,0	100	165	346	0,6	506	10,0

*Calculado según la estequiometría de la reacción
 $0,135 Na_2O \cdot 0,453 Si_2O + 0,269 CO_2 + x H_2O \rightarrow 0,453 SiO_2 + 0,269 NaHCO_3 + y H_2O$

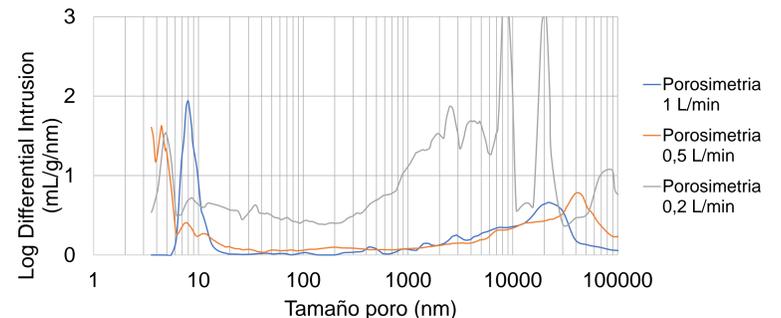


Figura 6. Porosimetría de Hg de los 3 sólidos obtenidos a diferentes caudales de CO₂

Trabajar a un menor caudal de CO₂ empeora el rendimiento del CO₂ aunque se obtiene una sílice más estructurada ^[4].

CONCLUSIONES

- El rendimiento del CO₂ es mayor a pH=9 que pH=8 debido a su solubilidad
- La acidificación de la sílice puede modificar su estructura
- Disminuir el caudal de CO₂ proporciona una sílice más estructurada y menos densa

REFERENCIAS

- [1] A. Mujkanović and M. Jovanović, "Synthesis of precipitated silica from sodium silicate solution by carbonation method," *Periodicals of Engineering and Natural Sciences (PEN)*, vol. 9, no. 2, pp. 808–819, 2021, doi: 10.21533/PEN.V9I2.1878.
- [2] MITERD, *Plan Nacional Integrado de Energía y Clima 2021-2032*. 2020
- [3] X. Cai et al., "Synthesis of silica powders by pressured carbonation," *Chemical Engineering Journal*, vol. 151, no. 1–3, pp. 380–386, 2009, doi: 10.1016/j.cej.2009.03.060.
- [4] G. yan Hu, S. ming Jin, and K. Liu, "Precipitation of silica by CO₂ bubbles/microbubbles and kinetics research," *J Clean Prod*, vol. 428, no. September, 2023, doi: 10.1016/j.jclepro.2023.139322.

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.

