

INFLUENCIA DEL CAMBIO DEL SOLVENTE Y CANTIDAD DE



PRECURSOR EN LA SÍNTESIS DE $\text{SiO}_2@Fe_xO_y$



Emeli Guerra,¹ Ana Laura Di Virgilio,¹ Pablo M. Arnal²

¹CEQUINOR, Bv. 120 N1465, La Plata, Argentina; ²CETMIC, Centro de Tecnología de Recursos Minerales y Cerámica, Camino Centenario y 506, CC 49, B1897ZCA, M. B. Gonnet – La Plata, Argentina.

Correo electrónico de contacto: arnal@quimica.unlp.edu.ar aldivirgilio@biol.unlp.edu.ar

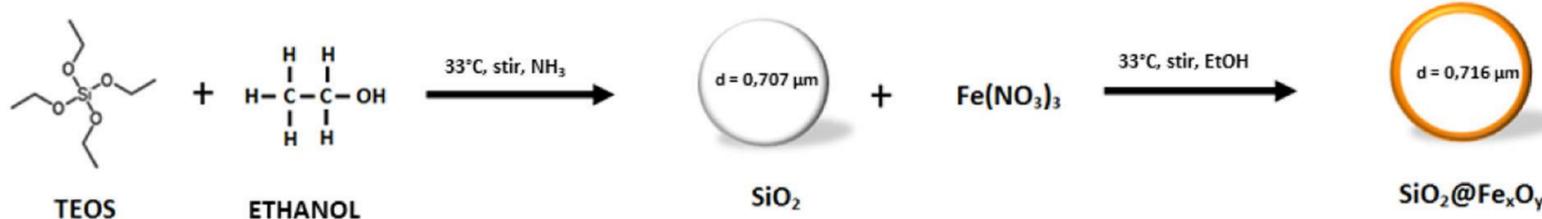
INTRODUCCIÓN

La síntesis de 1 g de partículas coloidales esféricas con estructura núcleo-cáscara cuya distribución de diámetros es monodispersa (500 nm) requiere formar una cáscara con un espesor nanométrico en cada una de las aproximadamente 1×10^{13} partículas (≈ 10 billones de partículas!). Un trabajo reciente reportó una síntesis de partículas $\text{SiO}_2@Fe_xO_y$ [1]. Aunque ese trabajo ofrece una síntesis más sencilla y verde que trabajos previos, requiere el uso de etanol absoluto y aprovecha sólo parte del precursor de hierro usado en la construcción de la cáscara nanométrica.

METODOLOGÍA

En este trabajo, investigamos con un diseño factorial 2^2 la influencia de dos factores (el alcohol usado como solvente y la cantidad de hierro usada como precursor) sobre la formación de las partículas $\text{SiO}_2@Fe_xO_y$. Investigamos la influencia de reemplazar etanol absoluto por etanol 96° y de cuadruplicar la cantidad de precursor de hierro en la síntesis sobre el diámetro de las partículas formadas.

Un diseño factorial implica realizar cuatro síntesis. Cada síntesis se realizó por duplicado. La distribución de diámetros fue calculada a partir de imágenes de microscopía electrónica de barrido con un procedimiento desarrollado ad hoc. Los datos fueron analizados con un ANOVA ($\alpha = 0,20$) con ayuda del software Infostat [2]. Distribución normal e independiente de los errores, así como igualdad de varianzas fueron comprobados con Q-Q plot y test de Fischer (2 colas, $\alpha = 0,05$), respectivamente.



RESULTADOS

Los resultados obtenidos en este trabajo indican que (a) el cambio de etanol absoluto por etanol 96°, (b) el cuadruplicado de la concentración del precursor de hierro y (c) ambos cambios simultáneos no influyen significativamente sobre el diámetro de las partículas formadas (ANOVA, p-valor > 0,20).

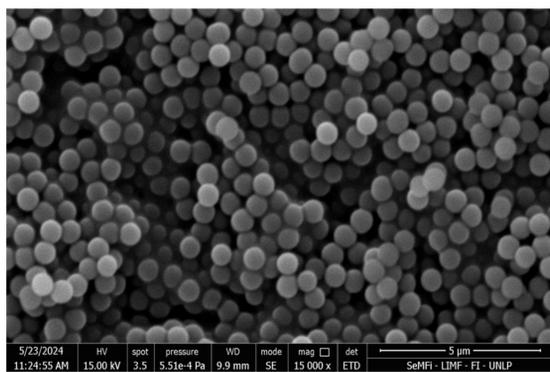


Fig.1. Imagen de MEB del producto sólido obtenido luego de la síntesis.

Factor	Replicados		
A	B	1	2
-	-	0,7473080916	0,7172436583
-	+	0,7189803481	0,7213940991
+	-	0,7451193427	0,7207291306
+	+	0,7263782775	0,7125693445

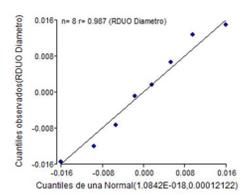


Fig. 2. Residuos vs los cuantiles teóricos, diámetros expresados en micrómetros.

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado Medio	F ₀	p-valor
Solvente	2.1E-09	1	2.1E-09	1.0E-05	0.9976
Concentración de sal	0.0003	1	0.0003	1.5390	0.2826
Interacción	9.3E-07	1	9.3E-07	0.0044	0.9504
Error	0.0008	4	0.0002		
Total	0.0012	7			

Variable	Grupo (1)	Grupo (2)	n (1)	n (2)	Var (1)	Var (2)	F	p
Diámetro	{0.96;0.14}	{0.96;0.70}	2	2	4.5E-04	2.9E-06	155.14	0.1020
Diámetro	{0.96;0.14}	{100.00;0.14}	2	2	4.5E-04	3.0E-04	1.52	0.8678
Diámetro	{0.96;0.14}	{100.00;0.70}	2	2	4.5E-04	9.5E-05	4.74	0.5482
Diámetro	{0.96;0.70}	{100.00;0.14}	2	2	2.9E-06	3.0E-04	0.01	0.1256
Diámetro	{0.96;0.70}	{100.00;0.70}	2	2	2.9E-06	9.5E-05	0.03	0.2203
Diámetro	{100.00;0.14}	{100.00;0.70}	2	2	3.0E-04	9.5E-05	3.12	0.6559

CONCLUSIONES

Estos resultados permiten concluir dos ideas importantes. Primero, podemos usar un solvente mucho más barato en la síntesis sin afectar la formación de la cáscara. Este ahorro es una importante ventaja a la hora de sintetizar. Segundo, la formación de la cáscara parece tener un cuello de botella en su formación que no es la cantidad de hierro disuelto en el solvente. En el solvente de la dispersión permanece una considerable cantidad de hierro.

En resumen, este trabajo muestra que es posible abaratar la síntesis de $\text{SiO}_2@Fe_xO_y$ al reemplazar etanol absoluto por etanol 96°. Además, sugiere que la cáscara de Fe_xO_y se forma con un mecanismo complejo en el cual la concentración de hierro tiene poca influencia sobre el espesor de la cáscara.

REFERENCIAS

- [1] F. Leis, L. A. Long, A. L. Di Virgilio, and P. M. Arnal, "Green chemical synthesis for well-defined and sharply distributed $\text{SiO}_2@Fe_xO_y$ particles," *J Solgel Sci Technol*, vol. 98, no. 3, pp. 541–548, Jun. 2021, doi: 10.1007/s10971-021-05521-1.
- [2] J. A. Di Rienzo, F. Casanoves, M. Balzarini, L. Gonzalez, M. Tablada, and C. W. Robledo, "InfoStat. Software estadístico. Versión estudiantil," 2014. [Online]. Available: <http://www.infostat.com.ar/>