

# DISEÑO Y SÍNTESIS DE MATERIALES "A MEDIDA" MEDIANTE EL MÉTODO SOL-GEL

Curso 2015/2016

(Código: 21151126)

## 1. PRESENTACIÓN

### IDENTIFICACIÓN DE LA ASIGNATURA

NOMBRE Diseño y síntesis de materiales "a medida" mediante el método sol-gel

CÓDIGO: 151126

TITULACIÓN: Master en Ciencia y Tecnología Química

CENTRO: Facultad de Ciencias

TIPO: Optativa N° total de créditos: 6 ECTS PERIODO: Primer semestre

IDIOMA: La asignatura se imparte en español, pero gran parte de la bibliografía a consultar se encuentra en inglés.

COORDINADORA: María Luisa Rojas Cervantes ([mrojas@ccia.uned.es](mailto:mrojas@ccia.uned.es))

Tfno: 91-3987352 Ubicación: Despacho 102, Facultad de Ciencias

### PROFESORADO:

Eloísa Ortega Cantero ([eortega@ccia.uned.es](mailto:eortega@ccia.uned.es))

Tfno: 91-3987348 Ubicación: Despacho 317, Facultad de Ciencias

Eva Castillejos López ([castillejoseva@ccia.uned.es](mailto:castillejoseva@ccia.uned.es))

Tfno: 91-398 6874 Ubicación: Despacho 339, Facultad de Ciencias

El proceso sol-gel es un método de síntesis en el cual, partiendo de precursores moleculares como alcóxidos metálicos o sales inorgánicas, se obtiene un esqueleto del óxido mediante reacciones de hidrólisis y polimerización a baja temperatura, lo cual permite la síntesis de fases metaestables del óxido e incluso de sólidos mixtos organoinorgánicos. Las especiales características de los soles y geles permiten la síntesis de fibras, láminas, cadenas, geles y polímeros tridimensionales. Una característica particular del proceso sol-gel es la posibilidad que ofrece de controlar el proceso de síntesis desde el precursor molecular al producto, lo cual supone la posibilidad de sintetizar nuevos materiales organoinorgánicos.

La asignatura se encuentra organizada en seis temas, donde se contemplan los diferentes aspectos relacionados con la metodología sol-gel. En el tema 1 se realiza una introducción al proceso, explicando las diferentes reacciones que se encuentran implicadas en el mismo, describiendo también las rutas no-hidrolíticas, que, aunque en menor medida que las



hidrolíticas, también se emplean en esta metodología. Los temas 2 y 3 tratan de los procesos que ocurren posteriormente a la formación del gel, y que implican tratamientos con el tiempo y con la temperatura, para conducir al secado y calcinación de los geles, que conducen al producto final buscado. Un apartado especial merece el estudio de los diferentes factores y parámetros que están implicados en toda la metodología sol-gel y que influyen en las características físicoquímicas de los materiales intermedios y finales sintetizados. De ahí que se dedique un tema en exclusiva a dicho estudio (tema 4). En el tema 5 se hace una presentación de los diferentes y variados tipos de materiales que pueden ser preparados mediante esta metodología, dedicando especial atención a los geles porosos y su aplicación como catalizadores y soportes catalíticos. Por último, el tema 6 se dedica al estudio de las técnicas que están implicadas tanto en el estudio de las transiciones que ocurren en los productos intermedios, como en la caracterización de los productos finales.

## 2.CONTEXTUALIZACIÓN

Se trata de una asignatura optativa, al igual que el resto de las asignaturas que se ofertan en el master, y que puede ser cursada con independencia del resto de asignaturas que se hayan elegido. Sin embargo, es recomendable elegir asignaturas del mismo módulo para conseguir una formación más específica en el área de conocimiento ofertada en el módulo.

La asignatura III.1. "Diseño y síntesis de materiales *a medida* mediante el método sol-gel" se encuadra en el módulo III. "Química Inorgánica e Ingeniería Química" del Máster en Ciencia y Tecnología química. El enfoque de este Máster es mixto, ya que, aunque está orientado fundamentalmente a la iniciación en tareas de investigación (orientación investigadora), que se desarrollarán posteriormente con la realización de la Tesis doctoral, posibilita también la especialización académica sin requerir necesariamente la realización de un trabajo de investigación por parte del estudiante (orientación académica).

Desde un enfoque puramente académico, al cursar esta asignatura, el estudiante va a adquirir una serie de conocimientos teóricos y específicos sobre aspectos concretos relacionados con la metodología sol-gel (etapas, parámetros de síntesis, tipos de materiales, fundamentos de las técnicas de caracterización...). Pero además, a través de la realización de las prácticas de laboratorio y de la interpretación y resolución de los diagramas obtenidos con las distintas técnicas de caracterización, la asignatura le va a proporcionar una serie de herramientas experimentales, que le van a capacitar para poder abordar la realización de un proyecto de investigación. En este sentido, los aspectos tratados en la asignatura guardan estrecha relación y son contemplados en algunas de las líneas de investigación que se desarrollan en el Departamento de Química Inorgánica y Química Técnica y que se ofertan para la realización de dicho proyecto, que son las siguientes:

- Adsorción de contaminantes del medio acuoso
- Química verde y catálisis heterogénea. Tecnologías de uso sostenible
- Materiales porosos, química fina y química verde
- Preparación y caracterización de materiales porosos (carbones, óxidos, arcillas, composites) y aplicaciones catalíticas
- Materiales como catalizadores en procesos de química fina y descontaminación
- Técnicas experimentales de estudio de superficies. Proceso de producción y almacenamiento de hidrógeno.

La asignatura III.1. "Diseño y síntesis de materiales *a medida* mediante el método sol-gel" se encuadra en el módulo III. "Química Inorgánica y Química Técnica", junto con otras cinco asignaturas, que tratan sobre diferentes contenidos relacionados con las áreas de conocimiento del módulo. Existe una estrecha relación entre esta asignatura y otras que se ofertan en el mismo módulo. Así, el tema 6 de la asignatura, que trata sobre técnicas de caracterización, permite introducir al alumno en una serie de técnicas utilizadas en el estudio de estos materiales sintetizados, cuyos conocimientos pueden ser ampliados, cursando la asignatura III.2 "Difracción de rayos X, análisis térmico y adsorción de gases para la caracterización de sólidos". Pero además, otro de los aspectos que se trata en la asignatura es el de la síntesis de materiales de tipo catalizadores y soportes catalíticos. Estos materiales sintetizados mediante el método sol-gel pueden ser usados como sólidos inorgánicos que actúan como catalizadores en reacciones de Química verde, estudiándose estos aspectos con más detalle en la asignatura III.5 "Aplicación de sólidos inorgánicos en Química verde". Y al tratarse además de catalizadores, es recomendable ampliar los conocimientos con la asignatura III.6 "Química de superficies y principios de catálisis heterogénea", que se cursa en el segundo semestre. Si se considera además, que la metodología sol-gel puede ser aplicada en la síntesis de materiales de tipo carbonoso, se justifica además su relación en este módulo con la asignatura III.4. "Presente y futuro del carbón en el medio ambiente".



### 3. REQUISITOS PREVIOS RECOMENDABLES

No es necesario ningún requisito diferente a los generales de acceso a este programa de posgrado orientado tanto a la investigación como a la formación académica, dependiendo de si los estudiantes cursan o no, respectivamente, la asignatura de proyecto de investigación.

El Programa está dirigido preferentemente a:

- Licenciados en Ciencias Químicas e Ingenieros Químicos, aunque pueden acceder al programa desde el amplio espectro de titulaciones afines, que conforman las áreas generales de Ciencias experimentales y de la Salud.
- Estudiantes graduados en Química e Ingeniería Química, que hayan superado un mínimo de 240 ECTS.

Será necesario tener conocimientos básicos de inglés científico, ya que la mayor parte del material que se proporcionará a lo largo del curso se encuentra editado en dicho idioma.

### 4. RESULTADOS DE APRENDIZAJE

Con el curso de la asignatura el estudiante debe adquirir los siguientes objetivos:

1. Identificar las distintas etapas del proceso sol-gel y los fenómenos que ocurren en ellas (conocimientos)
2. Diferenciar los factores de síntesis que controlan el proceso sol-gel (actitudes)
3. Diseñar experimentos de síntesis con diferentes variables (habilidades y destrezas)
4. Describir ejemplos representativos de distintos tipos de materiales preparados por el método sol-gel (conocimientos)
5. Conocer los fundamentos físicos de las técnicas de caracterización de los materiales sintetizados (conocimientos)
6. Interpretar los resultados de los diagramas o espectros obtenidos con una determinada técnica de caracterización (habilidades y destrezas)
7. Relacionar la posible influencia de los parámetros de síntesis del proceso sol-gel con las características de los materiales obtenidos (conocimientos, habilidades y destrezas, actitudes)
8. Comparar y discutir las características físicoquímicas de los materiales obtenidos por distintos procedimientos de secado (actitudes)
9. Utilizar las fuentes bibliográficas con capacidad de sintetizar y transmitir la información adquirida (habilidades y destrezas)
10. Desarrollar la capacidad de observación, análisis y síntesis (habilidades y destrezas)
11. Memorizar la terminología específica de la asignatura (conocimientos)

Existe una serie de competencias que permiten entrenar y evaluar al estudiante, y que se deben alcanzar con esta asignatura, que son las siguientes:

1. Capacidad de análisis y síntesis (interpersonal)
2. Razonamiento crítico (interpersonal)
3. Capacidad de aplicar los conocimientos a la práctica
4. Resolución de problemas



5. Habilidad para gestionar la información (instrumental-metodológica)
6. Conocimientos de informática
7. Conocimiento de una segunda lengua (inglés)
8. Comunicación escrita

Además, deberán cubrirse las siguientes competencias genéricas (Proyecto Tunning)

1. Capacidad de organizar y planificar (interpersonal) problemas
2. Habilidad para trabajar de forma autónoma (instrumental-metodológica)

## 5. CONTENIDOS DE LA ASIGNATURA

### TEMA 1. INTRODUCCIÓN AL PROCESO SOL-GEL

- 1.1. Definición
- 1.2. Reacciones implicadas: hidrólisis y condensación
- 1.3. Etapas del proceso sol-gel
- 1.4. Rutas no hidrolíticas
- 1.5. Geles de carbón
- 1.6. Ventajas e inconvenientes del método sol-gel

### TEMA 2. GELIFICACIÓN Y ENVEJECIMIENTO

- 2.1. Fenómeno de gelificación
  - 2.1.1. Teoría clásica
  - 2.1.2. Teoría de la percolación
- 2.2. Procesos de envejecimiento
- 2.3. Propiedades mecánicas: módulo elástico, viscosidad y fuerza
  - 2.3.1. Módulo elástico
  - 2.3.2. Viscosidad
  - 2.3.3. Fuerza

### TEMA 3. SECADO DE LOS GELES Y TRATAMIENTO TÉRMICO

- 3.1. Secado convencional (xerogeles)
- 3.2. Secado con fluidos supercríticos (aerogeles)
- 3.3. Estructura de los geles porosos: xerogeles y aerogeles
- 3.4. Otros métodos de secado
- 3.5. Tratamiento térmico. Cambios estructurales producidos durante el calentamiento
  - 3.5.1. Recubrimiento superficial de OH y OR
  - 3.5.2. Deshidroxilación
  - 3.5.3. Cambios estructurales producidos durante el calentamiento

### TEMA 4. FACTORES CONTROLANTES DEL PROCESO SOL-GEL

- 4.1. Introducción
- 4.2. Naturaleza del metal y polaridad del enlace metal-carbono
- 4.3. Naturaleza del grupo alcóxido
- 4.4. Relación de hidrólisis
- 4.5. Catálisis ácida o básica (pH)
- 4.6. El disolvente
- 4.7. Aditivos químicos
- 4.8. Surfactantes



## TEMA 5. APLICACIÓN EN LA SÍNTESIS DE DIFERENTES TIPOS DE MATERIALES

- 5.1. Propiedades únicas de los geles
- 5.2. Películas delgadas y recubrimientos
  - 5.2.1. Recubrimientos ópticos
  - 5.2.2. Películas
- 5.3. Monolitos
- 5.4. Polvos, granos y esferas
- 5.5. Fibras
- 5.6. Materiales compuestos o composites
  - 5.6.1. Híbridos organoinorgánicos
- 5.7. Geles porosos y membranas
  - 5.7.1. Soportes y catalizadores
- 5.8. Óxidos mixtos
  - 5.8.1. Geles derivados de alcóxidos
  - 5.8.2. Geles derivados de carboxilatos
  - 5.8.3. Termólisis de los geles derivados de alcóxidos
  - 5.8.4. Termólisis de los geles derivados de carboxilatos
  - 5.8.5. Cristalización del óxido

## TEMA 6. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

- 6.1. Estudio de la transición sol-gel
- 6.2. Estudio de la textura de los sólidos. Determinación de áreas superficiales y distribución de poros.
  - 6.2.1. Introducción
  - 6.2.2. Fisisorción
  - 6.2.3. Tipos de isothermas de fisisorción
  - 6.2.3. Métodos de medida
  - 6.2.4. Métodos para determinar la superficie de un sólido
  - 6.2.5. Distribución del tamaño de poro. Volumen de poro
- 6.3. Análisis térmico
  - 6.3.1. Definición y clasificación
  - 6.3.2. Factores que afectan a las curvas termogravimétricas
  - 6.3.3. Derivada de la curva de termogravimetría
  - 6.3.4. Análisis térmico diferencial (ATD)
  - 6.3.5. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)
- 6.4. Microscopías electrónicas
  - 6.4.1. Introducción
  - 6.4.2. Microscopía electrónica de transmisión (TEM)
  - 6.4.3. Microscopía electrónica de barrido (SEM)
  - 6.4.4. Preparación de las muestras
- 6.5. Resonancia Magnética Nuclear de Sólidos (RMN)
  - 6.5.1. Introducción y fundamento de la técnica
  - 6.5.2. Interacción núcleo-entorno estructural
  - 6.5.3. Aplicaciones de la RMN al estudio de análisis estructural
  - 6.5.4. Aplicaciones de la RMN en la síntesis de materiales

## 6.EQUIPO DOCENTE

- [ELOISA ORTEGA CANTERO](#)
- [MARIA LUISA ROJAS CERVANTES](#)
- [EVA CASTILLEJOS LOPEZ](#)

## 7.METODOLOGÍA

Adaptada a las directrices del EESS, de acuerdo con el documento del IUED. La metodología docente será la general del programa de posgrado.



La asignatura no tiene clases teóricas presenciales. Los contenidos teóricos se impartirán a distancia, de acuerdo con las normas y estructuras de soporte telemático de la enseñanza en la UNED. El estudiante contará con material didáctico expresamente redactado para este máster, preparado por el Equipo Docente. Además, se facilitarán lecturas complementarias relacionadas con la materia, en forma de documentación suministrada en formato electrónico. Todo este material forma parte de lo que se denomina lecturas y materiales de estudio en el Plan de trabajo de los alumnos que se detalla en el siguiente cuadro.

Por otra parte, el estudiante deberá realizar una serie de actividades, que computarán como horas de trabajo personal, y que aparecen en la columna "Actividades" del Plan de trabajo que se detallará en la guía docente a la que tendrá acceso el estudiante, una vez matriculado. La realización de estas actividades, que incluyen lectura y comentarios de artículos, diseños de experimentos de rutas de síntesis, realización de dos pruebas de evaluación a distancia y realización de un trabajo bibliográfico final, servirá para efectuar la evaluación del alumno.

Respecto a las prácticas de laboratorio (10 horas), en caso de realizarse, serán optativas y se realizarán en una sesión de un día completo en los laboratorios de la Facultad de Ciencias de la Sede Central de Madrid. La realización de las prácticas de las asignaturas de cada semestre está concentrada en una única semana.

A través de la plataforma virtual aLF se suministrará todo el material didáctico elaborado específicamente para el máster: documentación teórica y práctica, lecturas, artículos, enlaces a páginas Web.

## 8. BIBLIOGRAFÍA BÁSICA

ISBN(13): 9788436264968

Título: DISEÑO Y SÍNTESIS DE MATERIALES ¿A MEDIDA¿ MEDIANTE EL MÉTODO SOL-GEL (2012)

Autor/es:

Editorial: UNED

Buscarlo en librería virtual UNED

Buscarlo en bibliotecas UNED

Buscarlo en la Biblioteca de Educación

Buscarlo en Catálogo del Patrimonio Bibliográfico

### Comentarios y anexos:

Dado el carácter multidisciplinar de la materia y la metodología de enseñanza, el aprendizaje no se basará sólo en el estudio de un texto base, sino en la consulta de diversas fuentes de información (artículos, páginas Web, extractos de libros, etc.).

### Bibliografía recomendada

El libro de texto base con el que podréis seguir el curso se encuentra editado en forma de libro electrónico y puede comprarse a través de los siguientes enlaces:

<http://www.casadellibro.com/ebook-diseno-y-sintesis-de-materialesa-medidamediante-el-metodo-sol-gel-ebook/9788436264968/2021512>

[https://play.google.com/store/books/details/Mar%C3%ADa\\_Luisa\\_ROJAS\\_CERVANTES\\_Dise%C3%B1o\\_Y\\_S%C3%ADntesis\\_de\\_M?id=F-OkjCUfe0MC&feature=search\\_result#?t=W10](https://play.google.com/store/books/details/Mar%C3%ADa_Luisa_ROJAS_CERVANTES_Dise%C3%B1o_Y_S%C3%ADntesis_de_M?id=F-OkjCUfe0MC&feature=search_result#?t=W10)



Su precio es de alrededor de 11 euros.

El resto del material necesario para la realización de las distintas actividades de aprendizaje se le irá proporcionando al estudiante a lo largo del curso virtual.

Lecturas obligatorias comentadas

Se proporcionará una serie de artículos en inglés y en español que el estudiante tendrá que leer y resumir para ser evaluado.

## 9. BIBLIOGRAFÍA COMPLEMENTARIA

Comentarios y anexos:

Sol-gel science. The physics and chemistry of sol-gel processing

Autores: C. Jeffrey Brinker y George W. Scherer

Editorial: Academic Press, 1990.

## 10. RECURSOS DE APOYO AL ESTUDIO

Recursos de apoyo-curso virtual.

La plataforma de e-learning aLF proporcionará el adecuado interfaz de interacción entre el alumno y sus profesores. aLF es una plataforma de e-learning y colaboración que permite impartir y recibir formación, gestionar y compartir documentos, y crear y participar en comunidades temáticas.

Se ofrecerán las herramientas necesarias para que, tanto el equipo docente como el alumnado, encuentren la manera de compaginar tanto el trabajo individual como el aprendizaje cooperativo.

La tutorización de los alumnos se llevará a cabo a través de la plataforma de e-learning aLF o por cualquier otro medio de contacto (e-mail, teléfono, etc.,)

## 11. TUTORIZACIÓN Y SEGUIMIENTO

La tutorización de los alumnos se llevará a cabo a través de la plataforma de e-learning aLF o por cualquier otro medio de contacto (e-mail, teléfono, etc.,)

GUARDIA:

COORDINADORA: María Luisa Rojas Cervantes ([mrojas@ccia.uned.es](mailto:mrojas@ccia.uned.es))

Tfno: 91-3987352 Ubicación: Despacho 102, Facultad de Ciencias

Martes de 10,00 a 14,00 h

PROFESORADO:

Eloísa Ortega Cantero ([eortega@ccia.uned.es](mailto:eortega@ccia.uned.es))

Tfno: 91-3987348 Ubicación: Despacho 317, Facultad de Ciencias

Martes de 15,30 a 19,30 h

Eva Castillejos López ([castillejoseva@ccia.uned.es](mailto:castillejoseva@ccia.uned.es))



Tfno: 91-398 6874 Ubicación: Despacho 339, Facultad de Ciencias

Lunes de 15,00 a 19,00 h

## 12.EVALUACIÓN DE LOS APRENDIZAJES

Dadas las características de estos estudios, la evaluación se llevará a cabo de forma continua y personalizada con metodología a distancia, mediante la evaluabilidad de las diferentes actividades que a lo largo del curso debe realizar el alumno y que se detallan en el plan de trabajo, al que el alumno tendrá acceso, una vez matriculado. En la calificación final contará significativamente el trabajo de revisión bibliográfica que deberá realizar el estudiante sobre alguno de los aspectos relacionados con los temas que se estudian. En concreto se evaluarán 6 actividades, incluyendo el trabajo bibliográfico. Este contribuirá con un 40% a la calificación global y cada una de las restantes 5 actividades lo hará en un 12 %.

El trabajo definitivo se asignará una vez que el alumno haya estudiado el temario, ya que será entonces cuando tendrá una idea aceptable de la metodología sol-gel y su aplicación en el diseño y síntesis de materiales, y podrá elegir, con mejor criterio y con la ayuda del equipo docente, la tarea objetivo de este trabajo final.

Las actividades que se van a evaluar son del tipo:

- Lectura y análisis de los documentos proporcionados
- Diseños de experimentos de síntesis
- Realización de Pruebas de Evaluación a Distancia.
- Realización de actividad de prácticas de laboratorio (aunque no necesariamente presenciales)
- Traducción y realización de resúmenes sobre determinados artículos en inglés
- Búsqueda previa de artículos en las Webs de determinadas revistas sobre un tema concreto. Recopilación y selección de materiales
- Elaboración del trabajo bibliográfico final

Las competencias que permiten entrenar y evaluar estas actividades son las siguientes:

- capacidad de análisis
- capacidad de síntesis
- razonamiento crítico
- capacidad de aplicar conocimientos a la práctica
- resolución de problemas
- gestionar información de diversas fuentes
- conocimientos de informática
- conocimientos de inglés
- comunicación escrita.

El trabajo definitivo de revisión bibliográfica se asignará una vez que el alumno haya estudiado el temario, ya que entonces tendrá una idea adecuada de la metodología sol-gel y su aplicación en el diseño de materiales, y podrá elegir, con mejor criterio y con la ayuda del equipo docente la tarea objetivo de este trabajo final.





En concreto, las seis actividades que se evaluarán y su contribución en porcentaje a la calificación final serán:

- - Diseñar experimentos de ruta de síntesis no-hidrolítica del óxido  $0.4\text{ZrO}_2\text{-}0.6\text{TlO}_2$  : 12 %
- - Leer, traducir y elaborar un resumen del artículo sobre fluidos supercríticos: 12 %
- - Realización de la PED nº 1: 12 %
- - Realización de la PED nº 2: 12 %
- - Actividad prácticas de laboratorio: síntesis del  $\text{ZrO}_2$  e interpretación de un difractograma y un termograma de un complejo de cobre: 12 %
- - Trabajo bibliográfico final: 40 %

IMPORTANTE: En caso de que el estudiante no supere en febrero la asignatura con la evaluación continua, para poder superarla en septiembre tendrá que aprobar el examen presencial que se realizará en dicho mes, en la fecha que se programe en el calendario de Pruebas Presenciales. Para poderse presentar a dicho examen, será necesario que, al menos, haya entregado 3 de las 6 actividades de evaluación continua.

### 13.COLABORADORES DOCENTES

Véase equipo docente.

