Benemérita Universidad Autónoma de Puebla

Facultad de Ingeniería Química

Tesis

“Síntesis y caracterización de un recubrimiento a base de polimetilmetacrilato-sílice con potencial uso como aislante térmico”

Para obtener el título de

Ingeniero en Materiales

Presenta

Vanessa Marina Atlatenco Serrano

Director de Tesis

Dr. Efraín Rubio Rosas

Co-director de Tesis

Dr. Jenaro Leocadio Varela Caselis

Puebla, Pue. Junio 2024

Agradecimientos

Mi más profundo agradecimiento a mis asesores de tesis el Dr. Efraín Rubio Rosas y el Dr. Jenaro Leocadio Varela Caselis por su dedicación y paciencia infinita, su dirección académica fue fundamental al desarrollo de este trabajo.

Mi gratitud se extiende a la facultad de Ingeniería Química y a los docentes que hay en ella que me brindaron sus conocimientos y me ayudaron a formarme profesionalmente.

Agradezco también a la Dirección de Innovación y Transferencia de Conocimiento de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla por permitirme hacer uso de sus instalaciones para realizar la investigación presentada.

Dedicatoria

A mis padres Tomás y Guadalupe

por enseñarme el valor de la perseverancia y la determinación. Gracias por su paciencia y por acompañarme en cada paso de mi camino académico.

A mi hermana Kenia

Les agradezco por estar siempre en mi vida no sólo aportando buenas cosas, sino también por su gran apoyo en esta fuerte etapa de mi vida.

A mis amigos José, Nacho, Isaac, Alejandro, Gerardo y David

Gracias por ser parte de este proceso y estar en cada paso del camino. Aunque fuera para sacarme de la rutina o brindarme palabras de aliento, creyeron en mi aun cuando yo no lo hacía. No tengo como agradecerles por ser incondicionales.

RESUMEN

En la presente tesis se sintetizó un recubrimiento híbrido a base de polimetilmetacrilato-sílice con posibles propiedades aislantes, esto mediante la técnica sol-gel utilizando como precursor tetraóxido de silicio (TEOS) y como agente acoplante 3-(trimetoxisilano) propilmetacrilato esto se sintetizó a cuatro diferentes proporciones. El recubrimiento fue depositado en sustratos de vidrio y sometidos a un proceso de curado a 70 grados Celsius durante 24 horas.

Los recubrimientos fueron analizados por diferentes técnicas de caracterización las cuales fueron microscopía electrónica de barrido (SEM), espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y análisis termogravimétrico (TGA). Se evaluó su adhesión por medio de la norma ASTM D-3359-02.

Las pruebas obtenidas por medio de SEM muestran que las superficies de los recubrimientos no presentan poros, grietas o defectos visibles, el FTIR muestra que se encuentran los grupos funcionales de la parte orgánica e inorgánica del recubrimiento, el análisis de TGA muestra las pérdidas de masa y degradación química de los recubrimientos y la prueba de adhesión muestra que el recubrimiento con mayor adherencia fue el RH-100.

Índice

Capítulo I…… 8

1.Planteamiento del problema..... 8

1.1 Justificación 8

1.2 Objetivo general 9

1.3 Objetivos especificos…… 9

1.4 Hipótesis 9

1.5 Marco teórico..... 10

1.5.1 Recubrimiento..... 10

1.5.3 Recubrimiento Orgánico 10

1.5.4 Recubrimiento inorgánico 11

1.5.5 Recubrimientos metálicos. 11

1.5.6 Recubrimientos cerámicos..... 11

1.5.7 Recubrimientos híbridos 12

1.5.8 Recubrimientos aislantes térmicos 12

1.6 Material Híbrido..... 13

1.6.1 Clasificación de híbridos..... 14

1.6.2 Sistemas Híbrido Orgánico-inorgánicos..... 14

1.6.3 Clase I..... 14

1.6.4 Clase II..... 14

1.6.5 Clase III..... 15

1.7 Polímero..... 16

1.7.1 Polimetilmetacrilato (PMMA)..... 16

1.8 Sílice 18

1.9 Método sol-gel..... 18

1.9.1 Química sol-gel 19
1.10 Reacción sílice modificada con el agente acoplante 21
1.11 Agente Acoplante 21
1.12 Proceso de curado 22
1.13 Vidrio 22
1.14 Estado del arte 24
1.14.1 Propuesta 25
Capítulo ll 26
2. Metodología 25
2.1 Metodología general 26
2.2 Síntesis del recubrimiento 27
2.3Reactivos 28
2.4 Materiales 28
2.5 Métodos 28
2.5.1 Síntesis del recubrimiento 28
2.5.2 Preparación del sustrato 30
2.6 Caracterización Microestructural 31
2.6.1 Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) 31
2.6.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM) 32
2.6.3 Análisis termogravimétrico 32
2.6.4 Prueba de adhesión utilizando la norma ASTM D-3359-02 33
2.6.5 Prueba de transferencia de calor 35
Capitulo lll 37
3. Resultados y discusión 37
3.1 Microespectroscopia electrónica de barrido (SEM) 38

3.1.2 Corte transversal de los recubrimientos.....……39
3.2 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) 40
3.3 Análisis termogravimétrico (TGA) 45
3.4 Prueba de adhesión utilizando la norma ASTM D-3359-02 46
3.5 Prueba de transferencia de calor 47
Conclusiones..... 55
Bibliografía 56

Capítulo I

1. Planteamiento del problema

Uno de los problemas actuales que enfrenta la población mundial son las condiciones ambientales extremas que existen en regiones pobladas. Estas temperaturas extremas se adentran hasta el interior de la vivienda provocando, la pérdida del bienestar humano, enfermedades y gastos económicos debido a la adquisición de bienes y servicios para mitigar los cambios bruscos de temperatura son algunos problemas que se enfrentan.

La transferencia de energía hacia el interior de la vivienda, se da principalmente a través de los cristales de las ventanas, ya que los muros debido a sus dimensiones y composición tienen un coeficiente de transferencia de energía más bajo respecto a los cristales de las ventanas, lo que lleva a un aumento del uso de aire acondicionado. Por lo tanto, los recubrimientos para ventanas energéticamente eficientes se consideran uno de los pasos importantes para reducir la transferencia de calor entre ambientes interiores y exteriores.

Una solución a este problema es sintetizar un recubrimiento térmico con baja transferencia de energía para aplicarlo sobre una superficie de vidrio y así reducir la transferencia de energía hacia el interior de la vivienda.

1.1 Justificación

Para mitigar los efectos de las temperaturas extremas, la mayoría de la población adquiere bienes y servicios, los cuales tienen un costo. Por lo tanto, el desarrollo de este recubrimiento va a incrementar el bienestar de la población y al mismo tiempo habrá un ahorro por disminución del consumo de bienes y servicios para la población en general.

1.2. Objetivo general

Sintetizar un recubrimiento híbrido a base de polimetilmetacrilato-sílice con propiedades térmicas-aislantes, realizar su caracterización mediante técnicas físicas y evaluar su desempeño en sustratos de vidrio.

1.3 Objetivos específicos

- Sintetizar el recubrimiento polimetilmetacrilato–sílice a diferentes proporciones.
- Aplicar el recubrimiento sobre sustratos de vidrio
- Caracterizar las muestras utilizando diferentes técnicas analíticas como lo son TGA, FTIR y SEM.
- Evaluar el desempeño a la transferencia de calor de los recubrimientos.

1.4 Hipótesis

Los recubrimientos híbridos orgánico-inorgánico contienen materiales poliméricos los cuales por naturaleza son materiales aislantes, también contienen materiales cerámicos los cuales también tienen propiedades aislantes y son resistente a la degradación del ambiente. Por lo tanto, el recubrimiento híbrido polimetilmetacrilato-sílice tiene el potencial para aislar térmicamente la superficie de los vidrios y cristales de las ventanas.

1.5 Marco teórico

1.5.1 Recubrimiento

Un recubrimiento es un material puesto sobre la superficie (sustrato) de un objeto para mejorar algunas de sus propiedades. Un recubrimiento es un material que forma una película donde se aplica para protegerlo del ambiente, y que puede ser transparente o pigmentado.

1.5.2 Recubrimiento Orgánico

Un recubrimiento orgánico es una película de polímeros compuesta principalmente por carbono, hidrógeno y oxígeno. Estos elementos son fundamentales en la estructura de los seres vivos, lo que justifica el término "orgánico.

Los recubrimientos orgánicos son películas finas que están constituidas por materiales poliméricos que se enlazan o se entrecruzan para proporcionar la adhesión adecuada al sustrato mediante enlaces químicos fuertes (enlaces covalentes que proporcionan un alto nivel de protección), mezclados con una variedad de otros constituyentes incluyendo pigmentos, rellenos, solventes, agua, e innumerables aditivos.

Los componentes del recubrimiento son mezclados y aplicados sobre un sustrato. Cada constituyente desempeña una función que está conectada al uso final del recubrimiento o a las propiedades de la película final. Por lo general en este tipo de recubrimientos la cadena orgánica es la fase continua que se enlaza al pigmento o al relleno. Los pigmentos son usados para proporcionar una gran variedad de colores y protección contra la corrosión.

Por otro lado, los rellenos se utilizan para reemplazar algunos constituyentes dentro de la mezcla o también para abaratar o mejorar algunas propiedades del material, por lo tanto, la resistencia del recubrimiento y su eficiencia de protección dependen esencialmente de las características y propiedades de los componentes de la película seca.

Los solventes desempeñan alguna de las siguientes funciones: disolver o hacer miscibles todos los componentes orgánicos, control de la viscosidad, controlar el proceso de formación de la película.

Los aditivos son los componentes más versátiles y probablemente los más interesantes en la formación de un recubrimiento orgánico, ya que algunos controlan el flujo, proporcionan estabilidad en la interfaz, promueven la adhesión, matan microbios o formas de vida superior (actúan como antibacteriales), previenen la formación de espuma, etc.

1.5.3 Recubrimiento inorgánico

De manera general, los recubrimientos inorgánicos se pueden clasificar como recubrimientos metálicos y recubrimientos cerámicos (Bishop, 2010).

1.5.4 Recubrimientos metálicos.

Este tipo de recubrimientos pueden lograrse mediante la electrodeposición de metales como el níquel, zinc, cobre, cadmio, estaño, cromo, etc., se tienen dos tipos de recubrimientos metálicos considerando si el recubrimiento metálico es más o menos noble que el sustrato metálico. Cuando el recubrimiento metálico es más noble que el sustrato metálico, la corrosión se acelera en ciertas regiones del sustrato, es decir, donde no esté recubierto por ejemplo en los poros o en otras zonas del material; para evitar este fenómeno el recubrimiento debe estar libre de poros ya que tendrá mejor resistencia a la corrosión. Por otro lado, se puede tener un recubrimiento que sea menos noble que el sustrato metálico y de esta manera proporcionar una protección conocida como protección catódica, la cual ocurre cuando un metal es forzado a ser el cátodo de la celda corrosiva recubriéndolo de un metal que se corroa más fácilmente que él, de forma tal que esa capa que recubre al metal se corroa antes que el metal que está siendo protegido y así se evite la reacción corrosiva.

1.5.5 Recubrimientos cerámicos.

Una de las cualidades más importantes de los materiales cerámicos es su elevada resistencia al desgaste por lo que, pueden ser utilizados directamente como piezas

que necesiten ofrecer dicha característica o bien como recubrimiento de cualquier metal o sustrato inorgánico que permite responder a una mejora de su resistencia al desgaste (Gómez y Sánchez, 2003). Este tipo de recubrimientos resisten temperaturas muy elevadas y se debe a que las uniones atómicas de las cerámicas son mucho más fuertes que la de los metales. Por eso una pieza cerámica es muy eficaz, tanto en dureza como en resistencia a altas temperaturas y choques térmicos. Además, los componentes cerámicos resisten a los agentes corrosivos y no se oxidan. Los recubrimientos cerámicos están siendo ampliamente estudiados para poder explotar correctamente sus propiedades, de esta manera podemos encontrar recubrimientos cerámicos de alúmina que presentan muy buena resistencia y actúan como barrera al calor, teniendo una estabilidad química muy buena, esto es solo un ejemplo de las grandes aplicaciones que presentan los recubrimientos a base de cerámicos en la protección de ciertos sustratos.

1.5.6 Recubrimientos híbridos

Un revestimiento híbrido es un material que combina una estructura orgánica e inorgánica a nivel de nanoescala (10-9 nm), lo que da lugar a propiedades derivadas de ambas estructuras. Los componentes inorgánicos de estos materiales contribuyen a aumentar la resistencia al rayado y al desgaste, la estabilidad térmica, la resistencia química y la durabilidad general. Por otro lado, el componente orgánico mejora la densidad, la flexibilidad y la adherencia al sustrato. (Pedro Gómez-Romero, 2004)

Una de las ventajas significativas de los revestimientos híbridos es su capacidad para proporcionar una protección superior contra factores externos como el calor, la humedad y la corrosión. Esta característica los convierte en una opción ideal para diversas aplicaciones

1.5.7 Recubrimientos aislantes térmicos

Los materiales aislantes pueden definirse como aquellos que presentan una gran resistencia al flujo de calor, reduciendo la transferencia de este calor al lado opuesto. Como resultado, estos materiales proporcionan protección tanto contra el

frío como contra el calor. Los materiales aislantes se utilizan en diversas aplicaciones para proporcionar aislamiento térmico y mejorar la eficiencia energética. (Cano, 2017)

Los recubrimientos aislantes térmicos están diseñados para reducir el flujo de calor, impidiendo la transferencia de energía entre un sistema y su entorno. Mediante procesos de fabricación que implican la combinación de diversos compuestos, es posible conseguir una baja conductividad térmica, lo que en última instancia optimiza el rendimiento de un sistema. (Anthony Canto, 2018)

1.6 Material Híbrido

La definición más amplia es la siguiente: un material híbrido es un material que incluye dos componentes mezclados a escala molecular. Normalmente, uno de estos compuestos es inorgánico y el otro de naturaleza orgánica. (Kickelbick, 2007)

Así, se puede llamar material híbrido a cualquier sistema orgánico-inorgánico o biomineral en el cual, al menos unos de sus componentes, orgánico o inorgánico, está presente con una escala de tamaño de décimas a decenas de nanómetros. Los componentes que hacen a los híbridos pueden ser moléculas, oligómeros o polímeros, agregados e incuso partículas. Por lo que son considerados nanocompositos o incluso compositos a escala molecular.

Los materiales híbridos, como los híbridos poliméricos-cerámicos, no son simplemente una mezcla física de dos fases, sino que se caracterizan por una combinación íntima de las fases orgánica e inorgánica. Esto implica que las interfaces entre estas fases desempeñan un papel fundamental en las propiedades de los materiales híbridos y pueden generar características inusuales o mejorar su rendimiento. Los materiales híbridos orgánico-inorgánicos están despertando un gran interés en comparación con otros tipos de materiales híbridos, ya que aprovechan tanto la flexibilidad de las fases orgánicas como la rigidez y resistencia de la parte inorgánica. (Susheel Kalia, 2015)

1.6.1 Clasificación de híbridos

Los materiales híbridos pueden clasificarse de varias formas, según la composición relativa de sus componentes, la naturaleza de las interacciones químicas entre ellos o los enlaces químicos implicados. (Acosta, 2007)

La composición química es un lineamiento importante ya que la variación de este hace que los materiales híbridos tengan comportamientos fiscos-químicos característicos y propiedades sumamente diferentes.

1.6.2 Sistemas Híbrido Orgánico-inorgánicos

Aquí la fracción de cada componente en el sistema es del mismo orden de magnitud. Sistemas en los cuales uno de los componentes está presente a niveles mayores al 10% corresponden a esta categoría.

La naturaleza de los enlaces se utiliza como criterio para dividir estos materiales en clases distintas.

1.6.3 Clase I

Los compuestos orgánicos e inorgánicos están embebidos y solamente enlaces débiles (puentes de hidrógeno, interacciones de Van der Waals, balance hidrófobico-hidrofílico), dan la cohesión a la estructura en conjunto. Moléculas orgánicas, prepolímeros o incluso polímeros encapsulados en una matriz inorgánica. (Nadia Mamede José, 2005)

1.6.4 Clase II

En estos materiales las dos fases están ligadas a través de fuertes enlaces químicos (enlaces covalentes o iónico-covalente). Dentro de los materiales híbridos clase II, los componentes orgánicos e inorgánicos también interactúan vía el mismo tipo de enlaces débiles que definen a los híbridos de la clase I. Los componentes inorgánico y orgánico están conectados por enlaces covalentes. Esta vía requiere precursores moleculares que contienen enlaces químicos hidrolíticamente estables entre el elemento que formara la red inorgánica durante el proceso sol-gel.

1.6.5 Clase III

Los biocompuestos son producidos mediante el proceso natural de biomineralización, el cual implica una matriz polimérica orgánica reforzada por un depósito inorgánico. En los biocompuestos, los depósitos de minerales inorgánicos crecen in situ dentro de la matriz polimérica orgánica bajo condiciones cuasi-estáticas, controlando el proceso de biomineralización que abarca la nucleación, selección de forma, dirección de crecimiento cristalino y orientación cristalográfica de los minerales. Estos dos procesos sofisticados son difíciles de replicar completamente en sistemas de modelos artificiales, aunque se han realizado varios esfuerzos para investigarlos. (Shoichiro Yano, 1998).

De acuerdo a su composición los materiales híbridos se clasifican en cuatro categorías

Categoría 1.- Consta de una matriz inorgánica, donde materiales orgánicos son encajados en un compuesto inorgánico.

Categoría 2.- Formada por una matriz orgánica, donde materiales inorgánicos son enlazados en un polímero orgánico.

Categoría 3.- Se trata de redes interpenetradas, donde redes poliméricas orgánicas e inorgánicas son formadas sin enlaces químicos mutuos, solo existe un entrecruzamiento o interacción por fuerzas débiles de atracción como fuerzas de Van der Waals o puentes de hidrógeno.

Categoría 4.- Los llamados híbridos verdaderos, donde sistemas poliméricos orgánicos e inorgánicos son formados por enlaces o fuerzas químicas mutuas. Estos híbridos verdaderos son los denominados recubrimientos híbridos, constan de enlaces químicos covalente o iónico-covalente.

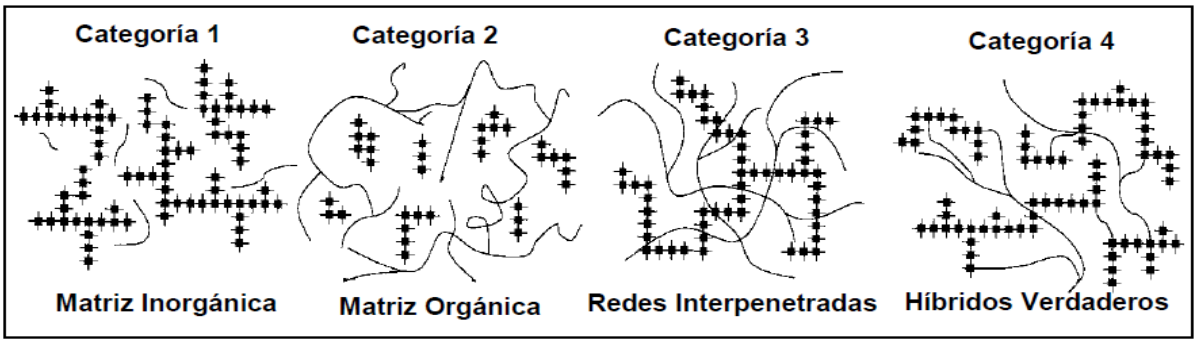


Figura 1. Combinaciones morfológicas de materiales híbridos

1.7 Polímero

Los polímeros están formados por cadenas enlazadas de unidades repetidas unidas por enlaces covalentes de extremo a extremo. Los bloques de construcción que se repiten en la cadena se denominan monómeros. Cuando los monómeros empiezan a conectarse para formar cadenas, se convierten en oligómeros. A medida que se añaden más monómeros a la cadena oligomérica, ésta crece y acaba convirtiéndose en un polímero con la adición de una unidad monomérica más que no tendrá un efecto notable en las propiedades de la cadena. (Newell, 2011)

1.7.1 Polimetilmetacrilato (PMMA)

El polimetilmetacrilato o polimetacrilato de metilo (PMMA) es un polímero que se comporta como un material termoplástico y que pertenece al grupo de los acrilatos Este material termoplástico se considera a menudo como un sustituto ligero del vidrio, aunque técnicamente no es un tipo de vidrio. (Seenaa Hussein, 2015)

Algunos ejemplos de aplicaciones con el PMMA son en las ventanas y las luces de los automóviles, en aviones se usa en las ventanas, paneles y marquesinas, así como también se usa para la construcción de acuarios.

El polimetilmetacrilato (PMMA) se obtiene a partir del monómero metilmetacrilato, la polimerización es llevada a cabo mediante radicales libres, empleando por lo general como iniciador el peróxido de benzoilo y como disolvente tolueno a una temperatura de 70°C.

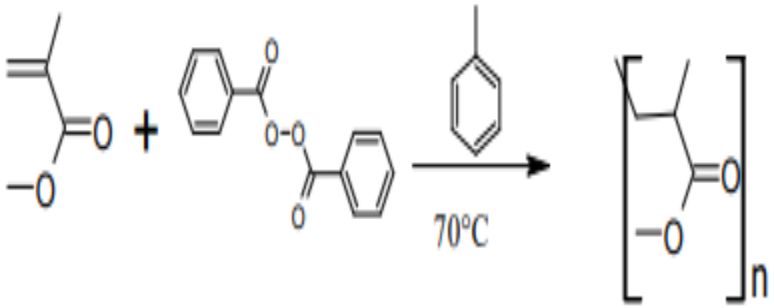


Figura 2. Reacción de polimerización. Obtención de PMMA

Propiedades

El PMMA es un polímero amorfo que pertenece a la familia de los acrílicos. Es un polímero transparente e incoloro con un intervalo de temperatura de transición vítrea (Proceso en el que un polímero fundido cambia al enfriarse a un vidrio polimérico o un vidrio polimérico cambia al calentarse a un polímero fundido) de 100°C a 130°C y una densidad de 1,20 g/cm3 a temperatura ambiente. Este polímero funde a 130°C con una absorbencia de agua del 0,3%.

El PMMA es uno de los polímeros que presentan una gran resistencia a la exposición a la luz solar, debido a su mínima variación bajo la radiación UV. Posee una excelente estabilidad térmica y puede soportar temperaturas tan altas como 100°C y tan bajas como -40°C. (Umar Ali, 2015)

El PMMA presenta buena resistencia a los ácidos de baja o media concentración, es también resistente a los disolventes apolares (cetonas, benceno, hexano) pero presenta poca resistencia a los disolventes polares (esteres, hidrocarburos clorados), tiene buena resistencia al envejecimiento térmico.

En cuanto a las propiedades ópticas, el PMMA presenta una transparencia excelente. Posee un aspecto radiante y completamente incoloro, y puede teñirse fácilmente en colores translúcidos y opacos. Es un plástico robusto y duro con una transparencia y unas propiedades ópticas excepcionales, lo que lo hace ideal para aplicaciones que requieran un plástico transparente. Este material ofrece numerosas ventajas, pero lo que lo diferencia del vidrio es su ligereza, transparencia superior y fragilidad reducida.

1.8 Sílice

Todas las formas de sílice tienen las mismas sustancias químicas, pero diferentes estructuras. La sílice se divide en dos grupos principales: sílice cristalina y sílice amorfa (sílice no cristalina). El tipo más común de sílice cristalina es el cuarzo. También existen otros tipos, pero son menos comunes. Esta es un componente natural que se encuentra en forma abundante en rocas, suelo y arena. También se encuentra en el hormigón, el ladrillo, el mortero y en otros materiales para la construcción. La sílice cristalina puede presentarse en varias formas, el cuarzo es la más común.

Propiedades

La sílice es un compuesto químico en un alto punto de fusión y ebullición, generalmente la sílice pura es incolora y es resistente al desgaste.

La sílice reacciona con óxidos metálicos, se puede combinar con elementos metálicos y óxidos para formar silicatos. No es combustible y tiene baja conductividad térmica.

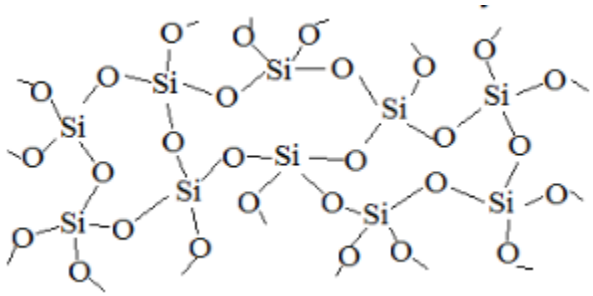


Figura 3. Representación bidimensional de SiO_2

1.9 Método sol-gel

El proceso sol-gel es un método de síntesis en el que se obtiene un esqueleto de óxido metálico a partir de precursores moleculares, como alcóxidos metálicos o sales inorgánicas, mediante reacciones de hidrólisis y polimerización a baja temperatura. Esto permite la síntesis de fases de óxido meta estables e incluso de sólidos mixtos órgano/inorgánicos. Las características únicas de los soles y geles permiten la síntesis de fibras, láminas, cadenas, geles y polímeros tridimensionales.

La adición de agua inicia el proceso de hidrólisis y polimerización, dando lugar a la formación de un sol, que es una suspensión de partículas sólidas coloidales (10^{-10}

m) en un líquido. Añadiendo más agua, el sol puede desestabilizarse y transformarse en un gel, que es un sólido coloidal amorfo con un componente fluido disperso y atrapado en un esqueleto tridimensional. La formación de enlaces no se detiene en el punto de gelificación. El término "envejecimiento" se aplica al proceso de cambios estructurales y de propiedades del gel que se producen con el tiempo tras la gelificación, como las reacciones adicionales de hidrólisis y reesterificación. (Cervantes, 2015)

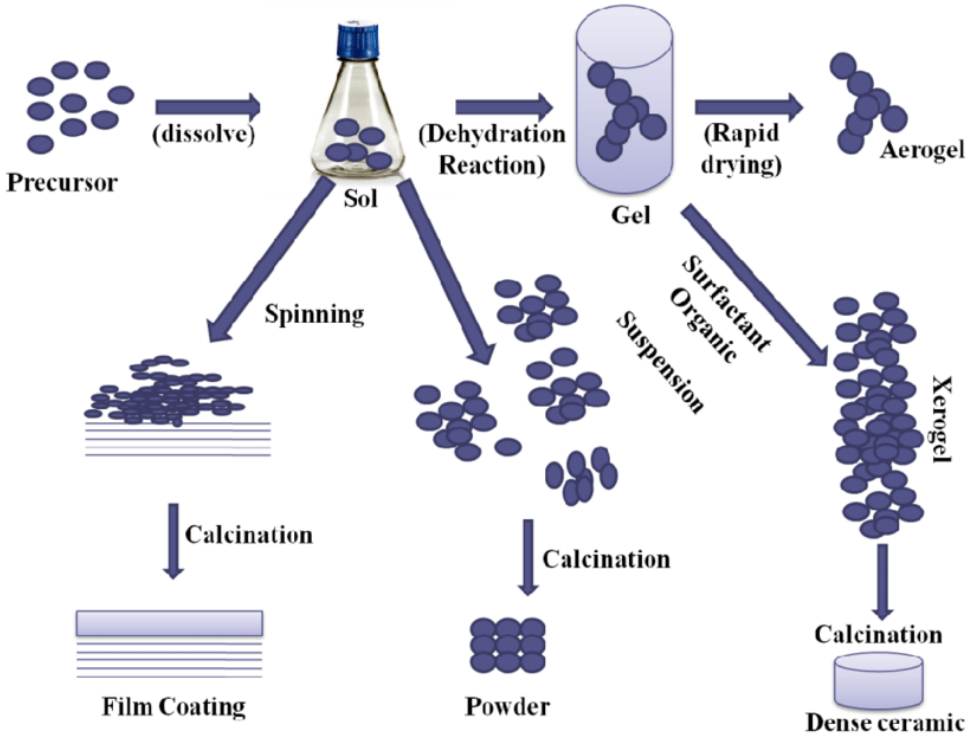


Figura 4. Representación del proceso sol-gel

1.9.1 Química sol-gel

Este proceso está químicamente relacionado con una reacción de policondensación orgánica en la que pequeñas moléculas forman estructuras poliméricas por la pérdida de sustituyentes. Por lo general, la reacción da como resultado una red reticulada tridimensional (3-D). El hecho de que se utilicen moléculas pequeñas como precursores para la formación de los materiales reticulados implica varias ventajas, por ejemplo, un alto control de la pureza y composición de los materiales finales y el uso de una química basada en disolventes que ofrece muchas ventajas para el procesamiento de los materiales formados.

El proceso sol-gel basado en silicio es probablemente el que más se ha investigado; por lo tanto, los principios fundamentales de la reacción se analizan utilizando este proceso como sistema modelo. Un hecho importante también hace que los procesos sol-gel basados en silicio sean un proceso predominante en la formación de materiales híbridos, que es la simple incorporación de grupos orgánicos utilizando silanos modificados orgánicamente. Los enlaces Si-C tienen una mayor estabilidad frente a la hidrólisis en los medios acuosos habitualmente utilizados, lo que no ocurre con muchos enlaces metal-carbono, por lo que es posible incorporar fácilmente una gran variedad de grupos orgánicos en la red formada. (Kickelbick, 2007)

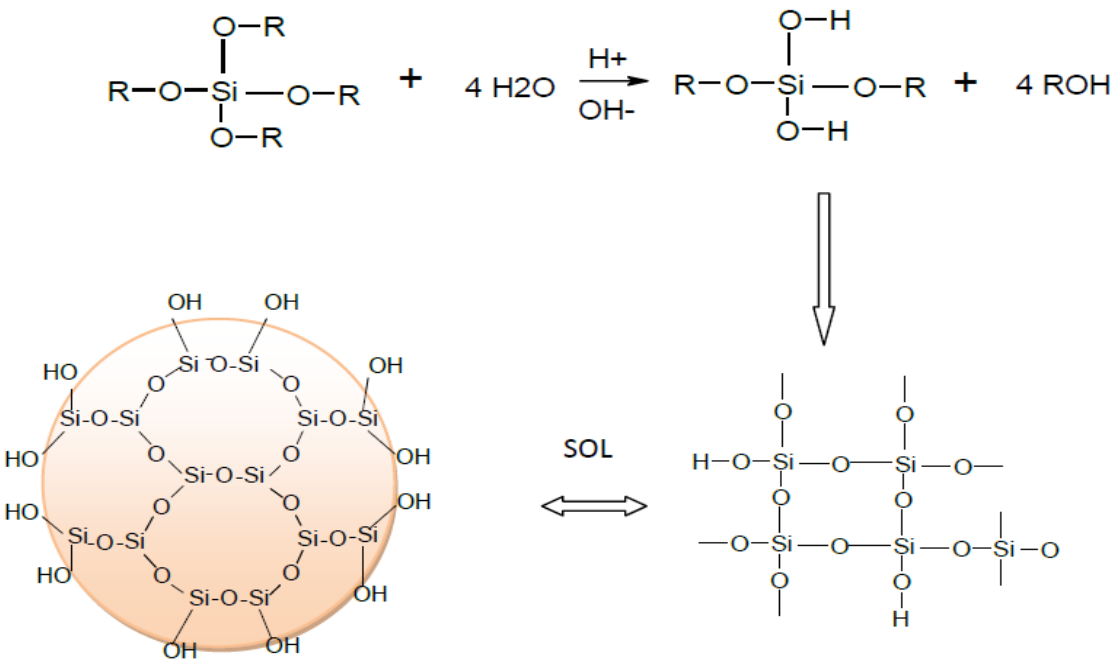


Figura 5. Obtención del SOL de sílice por el método sol-gel utilizando TEOS como precursor

1.10 Reacción sílice modificada con el agente acoplante

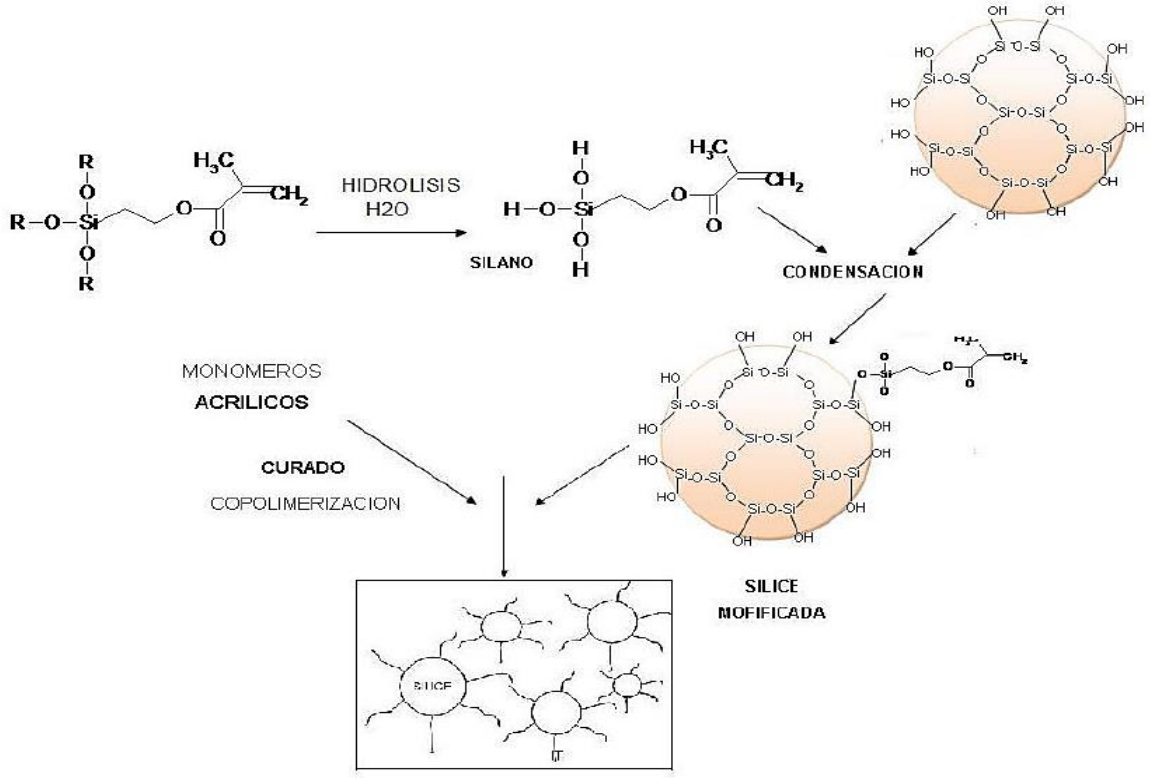


Figura 6. Formación del recubrimiento híbrido PMMA-sílice

1.11 Agente Acoplante

Un agente de acoplamiento es una sustancia química que mejora la adhesión entre dos fases en un material compuesto. (Pritchard, 1998). Los agentes de acoplamiento son compuestos químicos que poseen tanto grupos orgánicos funcionales como grupos de hidrólisis. Estos agentes tienen la capacidad de unir químicamente materiales orgánicos e inorgánicos con propiedades diferentes de forma resistente. Los agentes de acoplamiento se utilizan habitualmente en la fabricación de materiales compuestos para mejorar la adhesión interfacial entre los distintos componentes. Esta adhesión mejorada da lugar a materiales con propiedades mecánicas, térmicas y químicas superiores. Los grupos orgánicos funcionales presentes en los agentes de acoplamiento pueden reaccionar con los grupos funcionales del material orgánico, formando enlaces covalentes. Del mismo modo, los grupos hidrolíticos pueden reaccionar con el material inorgánico, creando una fuerte unión entre ambos materiales. El agente de acoplamiento actúa como

puente entre los dos materiales, creando una unión fuerte y estable. (Naoki Fukui, 2023)

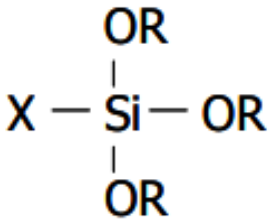


Figura 7. Formula general de un agente de acoplamiento

1.12 Proceso de curado

El proceso de curado se refiere a la solidificación y endurecimiento del revestimiento híbrido mediante reacciones químicas de copolimerización y la eliminación paralela de disolventes y subproductos de la condensación. Este proceso desempeña un papel crucial en las propiedades finales del revestimiento, como su resistencia mecánica, resistencia química y durabilidad. Hay dos tipos principales de métodos de curado: fotoquímico y térmico. El curado fotoquímico es especialmente útil cuando la única reacción que interviene en el curado es una polimerización por adición, que puede inducirse mediante radiación ultravioleta. El curado térmico, en cambio, es más lento, pero más versátil, ya que puede activar no sólo polimerizaciones por adición, sino también condensaciones. Este método consiste en calentar el sustrato recubierto a una temperatura determinada, lo que desencadena las reacciones químicas entre los componentes del recubrimiento. La temperatura y el tiempo necesarios para el curado dependen de la composición del revestimiento, el grosor y las propiedades deseadas. (Kickelbick, 2007)

1.13 Vidrio

La American Society for Testing and Materials (ASTMC1720) define al vidrio como “producto inorgánico de fusión enfriado hasta un estado rígido no cristalino”.

El vidrio es un producto de fusión inorgánico, que se caracteriza por ser un líquido solidificado mediante el uso de técnicas de enfriamiento controlado. Esto significa que el material pasa de un estado líquido a un estado sólido sin cristalización. A

menudo se denomina vidrio de sílice, ya que el componente principal de todos los tipos de vidrio es el dióxido de sílice. (Kaltenbach, 2007)

Propiedades

El vidrio es transparente porque sus moléculas se solidifican sin formar cristales, permitiendo el paso de la luz sin difusión. Permite la transmisión de la radiación solar dentro de las longitudes de onda de 315 a 2500 nm. En el caso del vidrio habitual incoloro o blanco, los límites de transmisión en el ultravioleta están determinados principalmente por el contenido de Fe,O.

La conductividad térmica es el factor decisivo en términos de pérdidas térmicas a través del vidrio. El grosor de la hoja de vidrio solo tiene un efecto secundario al respecto, el grado de radiación se puede controlar con recubrimientos y por convección a través de su estructura.

La importancia del vidrio es que debido a los grupos OH que este tiene en su superficie es posible que tenga una mejor adherencia con los grupos OH del recubrimiento.

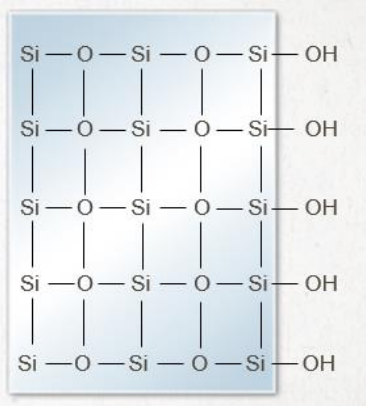


Figura 8. Vidrio con OH en la superficie

1.14 Estado del arte

Yan Bao et al. Prepararon un revestimiento de aislamiento térmico con resina de propileno de silicona que contenía microesferas de vidrio huecas (HGM) como capa superior y estudiaron la influencia del tamaño de las HGM en su rendimiento. Los resultados mostraron que el tamaño de partícula de los HGM tuvo un efecto significativo en el rendimiento del aislamiento térmico, y el revestimiento compuesto que contenía HGM con un tamaño de partícula más pequeño tuvo una mejor capacidad de aislamiento térmico. (yan baoa, 2021)

Jian Qu et al. Se prepararon revestimientos de aislamiento térmico transparentes, a base de agua, de una sola capa para su uso en productos de acristalamiento energéticamente eficientes, y se investigaron sistemáticamente sus propiedades ópticas, térmicas, eléctricas y de envejecimiento artificial acelerado. Los recubrimientos combinan una alta transmitancia en la región visible, una baja transmitancia (una alta absorbancia) en la región del infrarrojo cercano, una baja emitancia en la región del infrarrojo lejano, baja turbidez y una alta transmisión de ondas de radio. Si bien las transmitancias y reflectancias espectrales y generales de los recubrimientos disminuyen con el aumento del contenido en peso de óxidos de estaño dopados con antimonio (ATO), su absorción en el infrarrojo cercano y, en consecuencia, su aislamiento térmico, aumenta con el aumento de la concentración de ATO. Los revestimientos de aislamiento térmico transparentes son aislantes eléctricos y, por lo tanto, tienen una alta transmisión de ondas de radio. (Jian Qu, 2014).

Yuan Qing Li et al. Se preparó un compuesto transparente de ZnO (AZO)/epoxi dopado con Al, como revestimiento de aislamiento térmico de vidrio, mediante la incorporación de nanopartículas de AZO en una matriz de epoxi transparente. En primer lugar, se caracterizaron las nanopartículas de AZO sintetizadas mediante el método de pirólisis de polímeros y se investigó el efecto del contenido de dopaje de Al en la conductividad eléctrica de las nanopartículas de AZO. Los resultados revelan que las nanopartículas de AZO dopadas con 6 mol% Al obtenidas de la

calcinación a 600 C muestran la conductividad eléctrica óptima. (Yuan Qing Lia, 2011).

Hong Zhong et al. Se preparó recubrimiento bicapa exhibió una alta tasa de bloqueo de luz infrarroja cercana del 86 %, y la transmisión de luz visible fue de alrededor del 62 %. Mientras tanto, las películas delgadas estructurales tenían una excelente propiedad fotocatalítica, que podía degradar aproximadamente un 45 % del azul de metileno en 3 horas bajo una lámpara fluorescente. El revestimiento de doble capa había mostrado un ángulo de contacto con el agua inferior a 5° después de la activación. (Hong Zhonga, 2018)

1.15 Propuesta

La propuesta es hacer un recubrimiento híbrido polimetilmetacrilato-sílice que tenga las siguientes propiedades

- Aislante
- Baja transferencia al calor
- Alta transparencia
- Resistente a la degradación

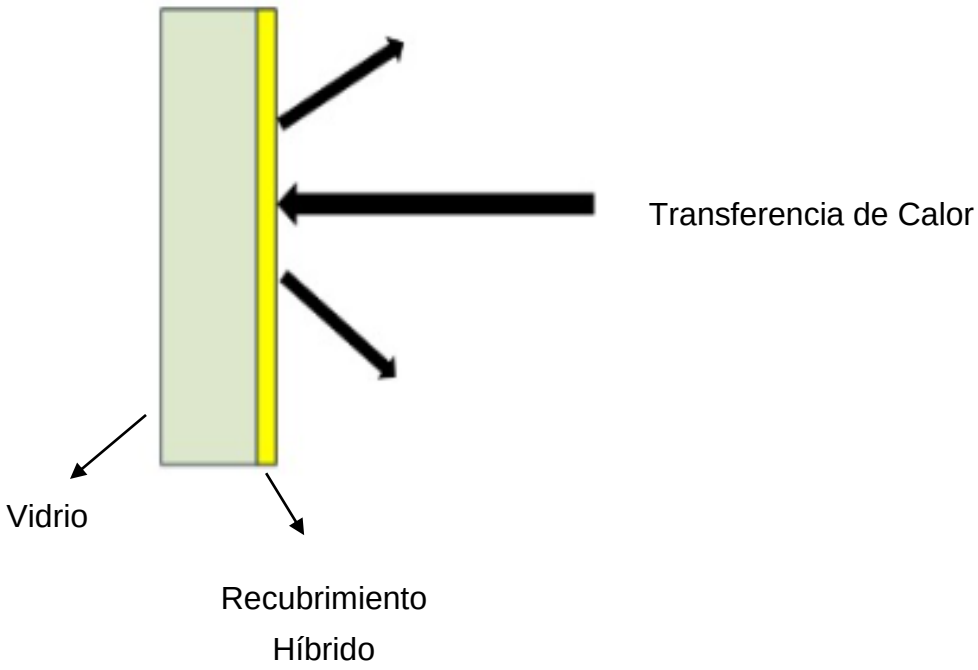
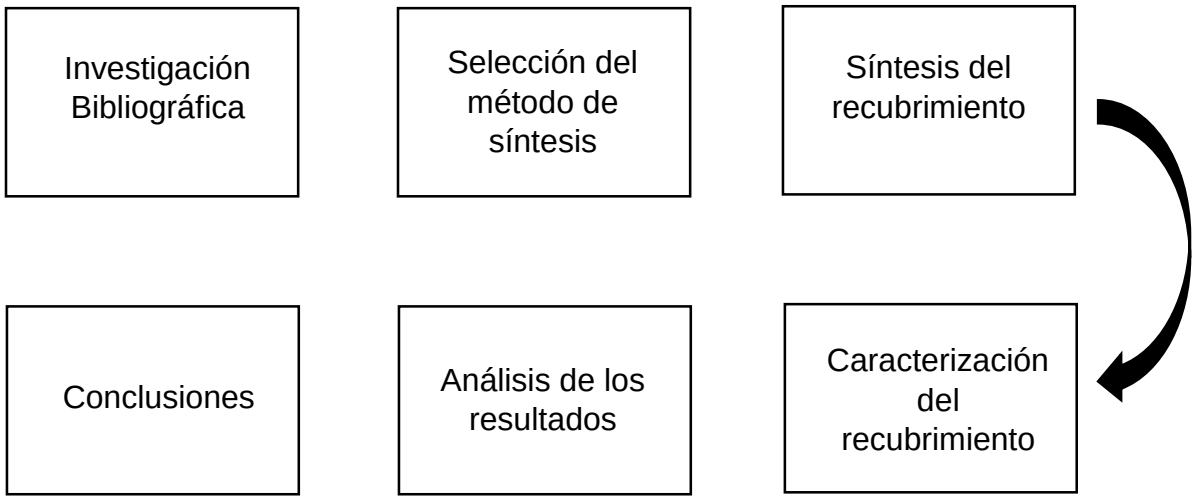


Figura 9. Propuesta del funcionamiento del recubrimiento PMMA-sílice

Capítulo 2

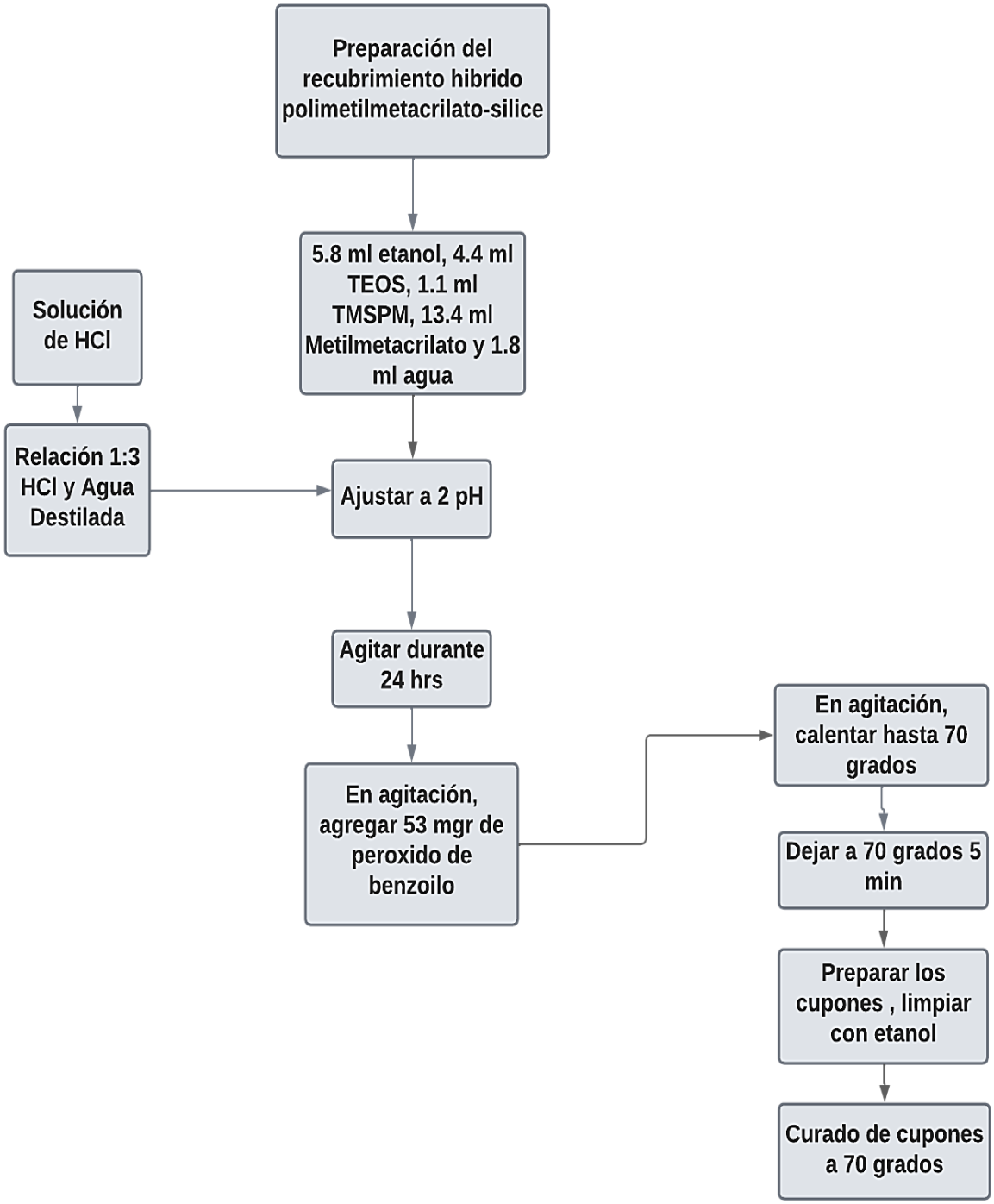
2. Metodología

2.1 Metodología general



La metodología general implica varios pasos, incluida la investigación bibliográfica en donde se recopilo información sobre el tema en libros, artículos científicos y recursos electrónicos. El método de síntesis que se eligió para el recubrimiento se basa en los datos recopilados, y en este caso se seleccionó el método sol-gel. El siguiente paso consistió en la caracterización del recubrimiento mediante técnicas como la microscopía electrónica de barrido (SEM), la espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y el análisis termogravimétrico (TGA/DSC). Y finalmente se analizaron los resultados de las técnicas de caracterización para sacar conclusiones.

2.2 Síntesis del recubrimiento



Representación esquemática de la síntesis de recubrimiento híbrido sílice- PMMA

2.3 Reactivos

Para la síntesis del híbrido PMMA-sílice se utilizaron los siguientes reactivos:

Reactivo	% Pureza	Proveedor
Tetraoxido de silicio (TEOS)	98	Aldrich
3-Trimetosilano propilmetacrilato	98	Aldrich
Etanol	90	
Agua destilada	90	
Ácido clorhídrico	38	Karal
Peróxido de Benzoilo	70	Sigma

Tabla 1. Reactivos utilizados para síntesis del híbrido PMMA-sílice

2.4 Materiales

- 3 Vasos de precipitados de 50 ml
- 5 pipetas de 10 ml
- Termómetro infrarrojo marca Milwuakee modelo temp-gun
- Papel pH
- Balanza analítica
- Porta objetos de vidrio de 26 x 76 mm con 1.1 mm de espesor
- 5 vidrios de 12 x 12 con 3 mm de espesor
- Pistola de temperatura
- Barra de 60 µm
- Cinta permacel
- Cúter
- Papel aluminio
- Foco de luz amarilla marca Sanelec tipo A55

2.5 Métodos

2.5.1 Síntesis del recubrimiento

En un vaso de precipitados de 25 ml se agregó 5.8 ml de etanol como solvente, 4.4 ml de TEOS como precursor orgánico este ayuda a la formación de sílice ,1.1 ml de TMSPM el cual se utiliza como agente de acoplamiento para unir la matriz orgánica con el refuerzo inorgánico, 13.4 ml de metilmetacrilato el cual es la parte orgánica y 3.6ml de agua destilada, a esta mezcla se le hizo un ajuste de pH a 2 con una solución de HCl con una relación 3:1 de HCl y agua destilada, la solución de HCl actúa como catalizador de la hidrolisis.

La mezcla se somete a agitación durante 24 horas en una parrilla de calentamiento para facilitar la hidrólisis-condensación de TEOS y TMSPM utilizando etanol como solvente. Este procedimiento se lleva a cabo con el objetivo de efectuar la hidrólisis del alcóxido y permitir que el agente de acoplamiento genere grupos hidroxilo (OH-).se calienta en agitación hasta que alcance una temperatura de 70 grados y se le agrega 53 mg de peróxido de benzoilo, este tiene como función ser el iniciador de la polimerización de metilmetacrilato.

Figura 10. Síntesis del recubrimiento PMMA – sílice

2.5.2 Preparación del sustrato

La superficie del sustrato se limpió con etanol para garantizar que se elimine por completo cualquier suciedad o impureza. Este paso era crucial para garantizar que el recubrimiento posterior se adhiriera correctamente. Una vez que la superficie se consideró limpia, se aplicaron cuidadosamente unas gotas del recubrimiento y se extendieron uniformemente por el sustrato utilizando una barra de 70 µm. De este modo se garantizaba que el revestimiento se aplicaba de forma homogénea y uniforme por todo el sustrato.

A continuación, el sustrato se sometió a un proceso de curado, que consistió en introducirlo en un horno a una temperatura de 70 grados durante un periodo de 24 horas. Este paso fue esencial, ya que ayudó a proporcionar las propiedades finales del recubrimiento.

La síntesis se llevó a cabo cuatro veces, cada vez utilizando proporciones diferentes, como se indica en la tabla siguiente. El objetivo era determinar las proporciones óptimas para que el revestimiento alcanzara las propiedades deseadas. Este fue un paso importante en el desarrollo del recubrimiento, ya que permitió identificar la fórmula más eficaz para el recubrimiento.

Tabla 2. Proporciones de recubrimiento porcentaje en peso

	PORCENTAJE EN PESO	
Muestra	**Polimetilmetacrilato (%)**	**sílice (%)**
RH-0	100%	0%
RH-25	75%	25%
RH-75	25%	75%
RH-100	0%	100%

Tabla 3. Proporciones de recubrimiento porcentaje en mol

	PORCENTAJE EN MOL	
Muestra	**Polimetilmetacrilato (%)**	**sílice (%)**
RH-0	100%	0%
RH-25	94%	6%
RH-75	63%	37%
RH-100	0%	100%

2.6 Caracterización Microestructural

2.6.1 Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR)

La espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) es una técnica experimental utilizada inicialmente para el análisis cualitativo y cuantitativo de compuestos orgánicos, proporcionando información específica sobre la estructura molecular, los enlaces químicos y los grupos funcionales. La espectroscopía FTIR usa energía del infrarrojo medio modulada para analizar una muestra. La luz infrarroja se absorbe a frecuencias específicas directamente relacionadas con las energías de enlace vibratorio interatómico de la molécula. Cuando la energía de enlace vibratorio y la luz infrarroja media son equivalentes, el enlace puede absorber dicha energía. Los diversos enlaces de una molécula vibran con energías diferentes y, por lo tanto, absorben longitudes de onda distintas de la radiación por infrarrojos (IR). La posición (frecuencia) e intensidad de cada una de estas bandas de absorción contribuye al espectro total, lo que crea una identificación característica de la molécula. (Klaus Gerwert, 2010).

Figura 11. Equipo de (FTIR) Bruker modelo Vertex 70

Para conocer los grupos funcionales y dar seguimiento a la reacción de síntesis de los recubrimientos. Éstos se caracterizaron por la técnica de espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR). La caracterización por FTIR se realizó en un instrumento marca Bruker, modelo Vertex 70 en un intervalo de frecuencia de 4500 a 520 cm^{-1}, utilizando el accesorio ATR.

2.6.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La microscopía electrónica de barrido (SEM) es una técnica de microscopía electrónica que es capaz de lograr una imagen visual detallada de una partícula con alta calidad y resolución espacial. La muestra se expone a un haz de electrones de alta energía y proporciona información sobre las características de la superficie, la textura, forma, tamaño y disposición de las partículas que se encuentran en la superficie de la muestra. (Akhtar, 2018)

Figura 12. Equipo de SEM marca JEOL modelo JSM-6610LV

Los recubrimientos se caracterizaron por la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM) para obtener información de la morfología de la superficie de los recubrimientos. Antes de la caracterización por SEM, a los recubrimientos se les aplicaron una capa de oro con el objetivo de hacer conductivas las muestras, el equipo utilizado fue el microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-6610 LV, posteriormente las muestras fueron fijadas al porta muestras con una cinta adhesiva de aluminio. El voltaje utilizado fue de 20 KV y se utilizaron electrones secundarios.

2.6.3 Análisis termogravimétrico (TGA)

La definición generalmente aceptada de análisis térmico abarca al grupo de técnicas en las que se mide una propiedad física de un sistema (sustancia o un material) en función de la temperatura mientras se le somete a un programa de temperatura controlado. Se utiliza para analizar las características y composición de los

materiales, las tasas de descomposición y evaporación, la oxidación, la pureza del material y muchas otras propiedades.

Figura 13. Equipo de TGA / DSC NETZSCH modelo STA 449 F3 JUPITER

El equipo usado marca NETZSCH modelo STA 449 F3 JUPITER

Para realizar la prueba de TGA, se tomaron 10 mg de muestra, el intervalo de temperatura de la prueba fue desde temperatura ambiente hasta 800 grados Celsius. Se utilizó una atmósfera inerte de nitrógeno. Se utilizó un equipo de análisis térmico simultáneo TGA/DSC marca NETZSCH modelo STA 449 F3 JUPITER.

2.6.4 Prueba de adhesión utilizando la norma ASTM D-3359-02

La norma ASTM D3359 es un método estándar internacional global de ASTM a seguir cuando se usa una prueba de cinta para medir las propiedades adhesivas de los materiales.

La norma consiste en hacer sobre el sustrato que contiene el recubrimiento un patrón reticular, con 11 cortes de lado horizontal y vertical con una distancia de 1 mm entre cada uno formando ángulos de 90^0 la cinta sensible a la presión se aplica sobre la red, se deja 60 segundos y luego se retira con un ángulo de 180^0 y la adhesión se evalúa por comparación con descripciones e ilustraciones que se muestran en la fig. 14.

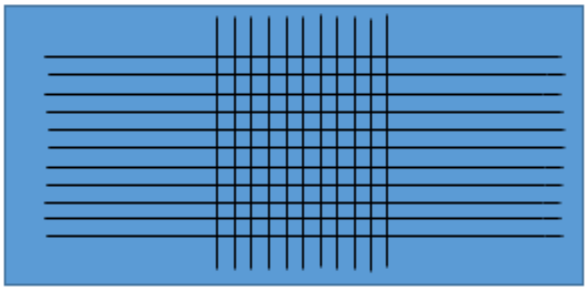


Figura 14. Representación del área ocupada para la prueba de adhesión ASTM D-3359-02

Classification of Adhesion Test Results		
Classification	Percent Area Removed	Surface of Cross-Cut Area From Which Flaking has Occured for Six Parallel Cuts and Adhesion Range by Percent
5B	0% None	
4B	Less Than 5%	
3B	5-15%	
2B	15-35%	
1B	35-65 %	
0B	Greater Than 65%	

Figura 15. Clasificación de adhesión norma ASTM D-3359-02

2.6.5 Pruebas de transferencia de calor

Materiales

- Pinzas para bureta
- Lámpara incandescente marca Sanelec tipo A55 de 60W
- Termómetro infrarrojo marca Milwaukee modelo temp-gun

En esta prueba primero se procedió a colocar dos pinzas para bureta una vez colocadas se puso un vidrio con el recubrimiento sintetizado, el lado con el recubrimiento queda hacia abajo y el lado que no tiene recubrimiento queda hacia arriba posteriormente se colocó una lámpara incandescente debajo del vidrio con una distancia entre el vidrio y la lámpara incandescente de 4cm. Una vez colocado todo se estableció que serían nueve puntos en donde se tomaría la temperatura del vidrio estos se muestran en la figura 17 y se estableció que se tomaría a diferentes temperaturas a 30, 40 y 50 grados el criterio que se tomó para estas temperaturas fue que estas son las temperaturas más altas que se llegan a registrar en algunas zonas pobladas y se realizó una medición por cada punto establecido. Una vez establecido esto se procedió a encender el foco y se tomó la temperatura central del vidrio cuando este llegara a las temperaturas establecidas; se midió la temperatura sobre el lado de la superficie del vidrio sin recubrimiento y del lado de la superficie del vidrio con recubrimiento, el lado que tiene recubrimiento se estableció como lado A y el lado que no tiene el recubrimiento como lado B.

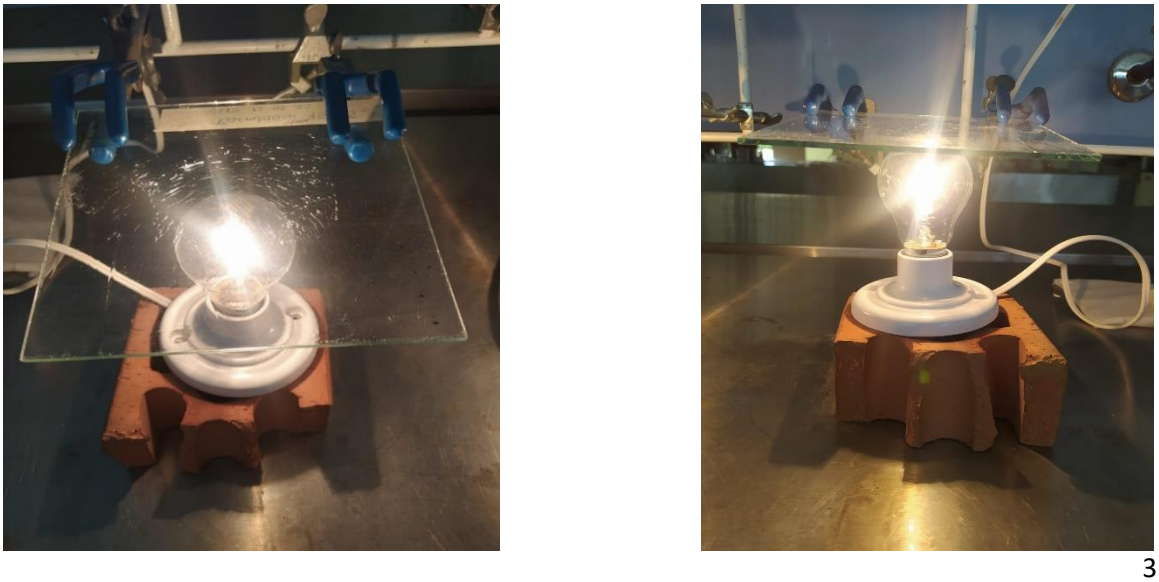


Figura 16. Representación de la prueba de calor

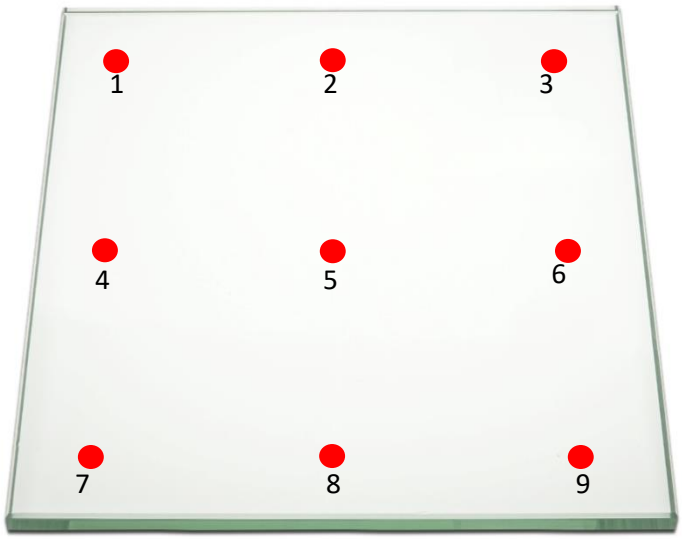


Figura 17. Representación de los puntos utilizados para la prueba de transferencia de calor

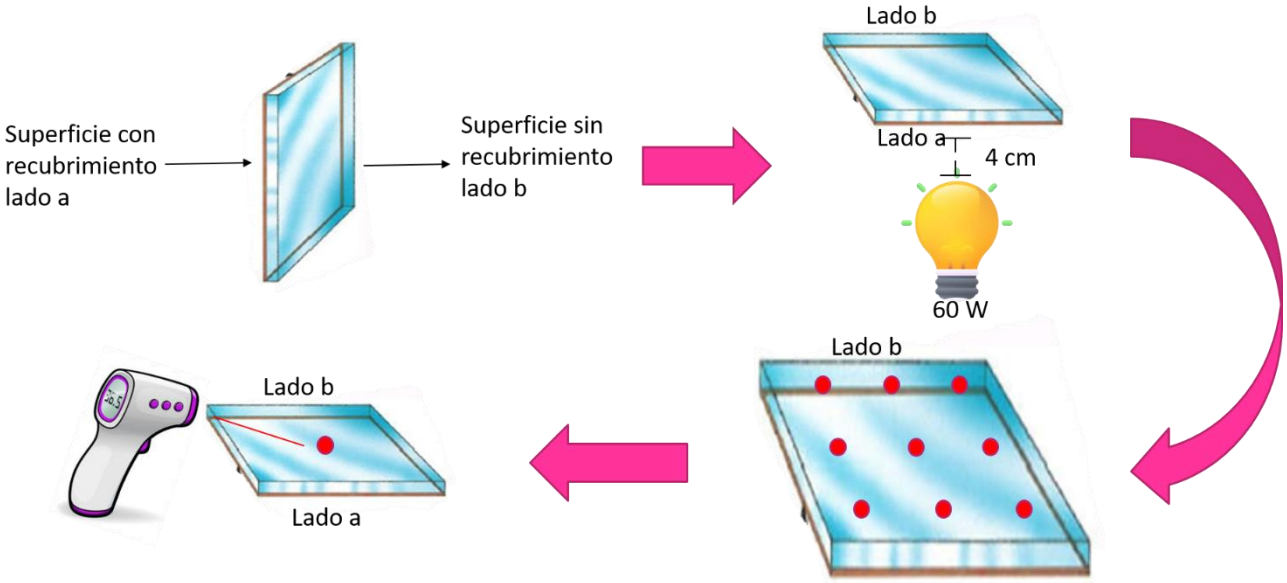


Figura 18. Representación del proceso de la prueba de calor

Capítulo 3

Resultados y discusión.

En la figura 19 se muestran los recubrimientos polimetilmetacrilato-sílice sintetizados y depositados en sustratos de vidrio. Se puede observar a simple vista que la superficie del recubrimiento RH-100 el cual consta de 100% sílice presenta uniformidad y no se observa ningún defecto aparente, el recubrimiento RH-75 el cual consta de 75% sílice y 25% polimetilmetacrilato presenta una superficie uniforme, lisa y sin ningún defecto aparente, el recubrimiento RH-25 el cual consta 25% sílice y 75% polimetilmetacrilato presenta una superficie uniforme, lisa y sin ningún defecto aparente y el recubrimiento RH-0 el cual consta 100% polimetilmetacrilato presenta una superficie uniforme, lisa y sin ningún defecto aparente.

Figura 19. Recubrimientos sintetizados polimetilmetracrilato-sílice aplicados a sustratos de vidrio

3.1 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

En la figura 20 se muestran las imágenes obtenidas por microscopía electrónica de barrido de los recubrimientos sintetizados a base de polimetilmetacrilato-sílice. La muestra para el análisis de SEM, se preparó cortando una parte del sustrato, a ésta se le aplico un recubrimiento de oro para que fuese conductor. La prueba se llevó a cabo usando electrones secundarios aplicando un voltaje de 20kV y una amplificación de x200. Se puede observar que el recubrimiento RH-100 el cual consta de 100% sílice presenta una superficie lisa, suave y sin defectos o poros visibles. El recubrimiento RH-75 el cual consta de 75% sílice y 25% de polimetilmetacrilato presenta una superficie suave con una fisura causada por el rompimiento del sustrato para poder realizar la prueba y sin poros visibles. El recubrimiento RH-25 el cual consta de 25% sílice y 75% polimetilmetacrilato presenta una superficie ligeramente rugosa y con partículas de polvo visibles. el recubrimiento RH-0 que consta de 100% polimetilmetacrilato presenta una superficie lisa sin grietas o poros visibles. Los recubrimientos RH-100, RH-75 y RH-0 son los que presentaron la mejor superficie y el recubrimiento RH-25 es que presente la superficie con mayor rugosidad.

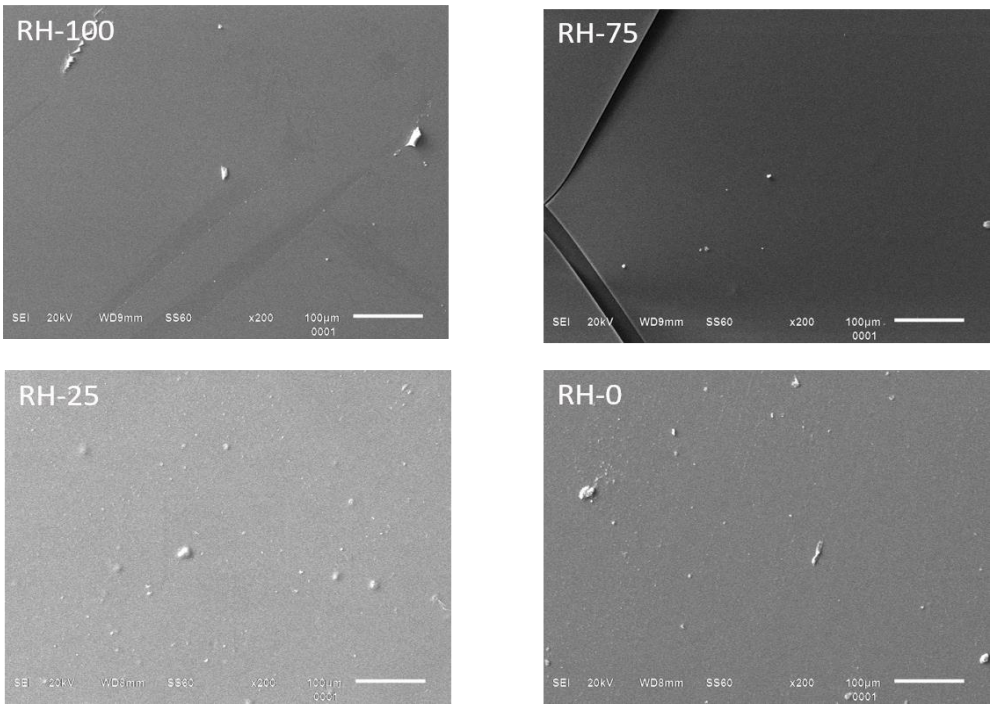


Figura 20. Micrografías de los recubrimientos polimetilmetacrilato-sílice

3.1.2 Corte transversal de los recubrimientos

En la figura 21 se muestra las imágenes obtenidas por microscopia electrónica de barrido para ver la sección transversal de los recubrimientos sintetizados a base de polimetilmetacrilato-sílice. La aplicación del recubrimiento a los sustratos de vidrio se llevó a cabo mediante una barra calibrada de 60 µm. La prueba se llevó a cabo usando electrones secundarios aplicando un voltaje de 20kV y una amplificación de x2000. Se puede observar que el recubrimiento RH-100 presenta un espesor de 8.5 µm, el recubrimiento RH-75 presenta un espesor de 22 µm, el recubrimiento RH-25 presenta un espesor de 6.8 µm y el recubrimiento RH-0 presenta un espesor de 12.2 µm. El recubrimiento RH-75 es que presenta el mayor espesor dando un valor de 22 µm y el recubrimiento RH-25 es el que presenta el menor espesor dando un valor de 6.8 µm.

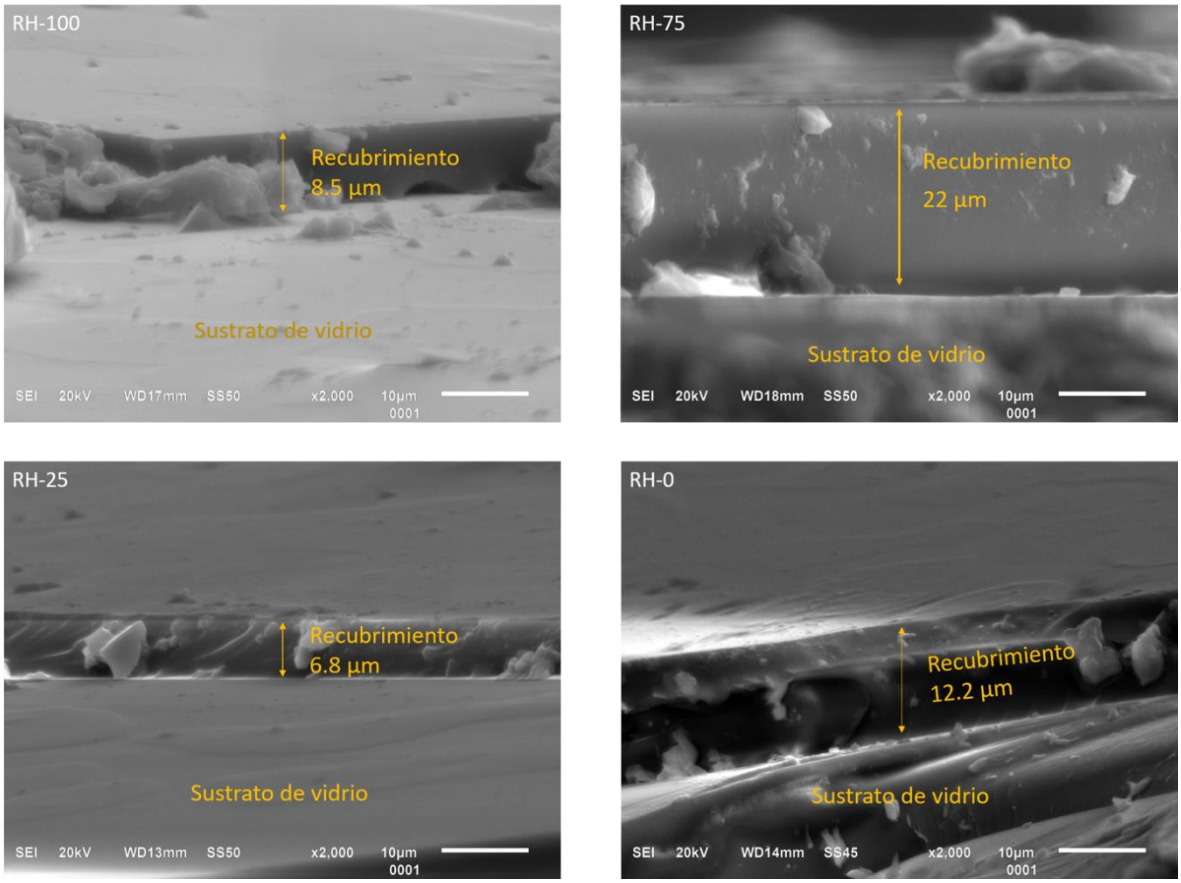


Figura 21. Micrografías de la sección trasversal de los recubrimientos polimetilmetacrilato-sílice

3.2 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

Las pruebas de FTIR de todas las muestras, se realizaron sobre el recubrimiento aplicado sobre el sustrato de vidrio, la prueba se realizó con el accesorio ATR en un intervalo de medición de 500 a 4000 cm^{-1} que corresponde a la región del infrarrojo medio. En la figura 22 se muestra el espectro de FTIR correspondiente al recubrimiento RH-100. En el espectro del recubrimiento RH-100 se observa una banda de absorción a 835 cm^{-1} que corresponde al grupo funcional Si-OH el cual representa el enlace silanol, se observa una segunda banda a 1030 cm^{-1} que corresponde al enlace Si-O-Si característico de la sílice, se observa una tercera banda a 1735 cm^{-1}. La cual corresponde al enlace C=O. Todas estas bandas de absorción encontradas son características de la sílice.

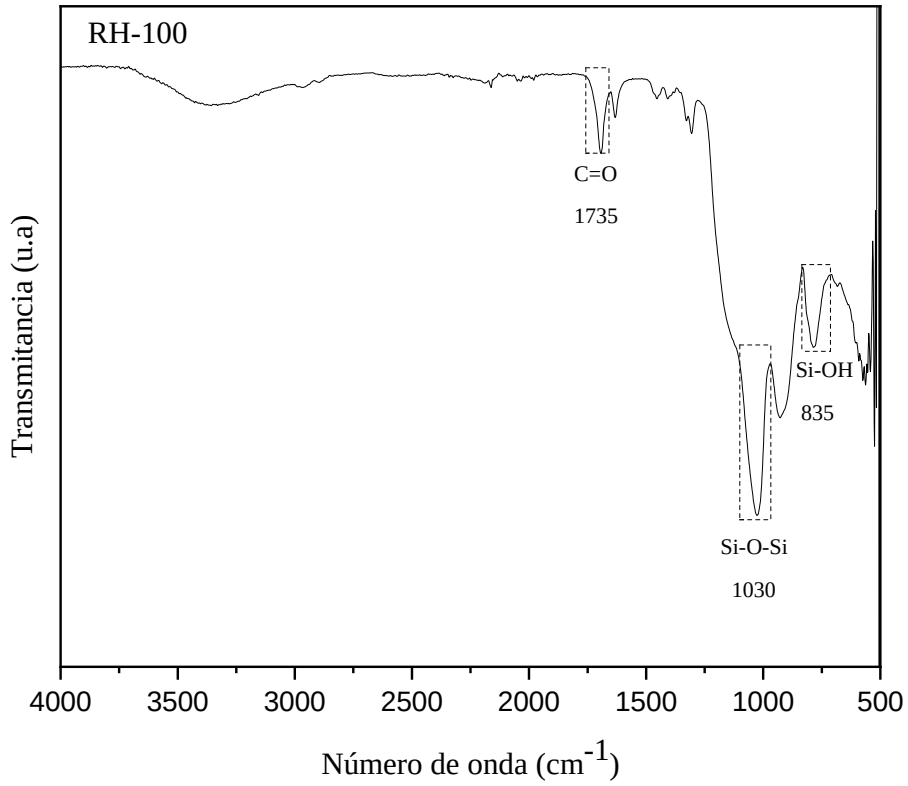


Figura 22. Espectro IR del recubrimiento polimetilmetacrilato-sílice RH-100

En la figura 23 se muestra el espectro de FTIR que corresponde al recubrimiento RH-75. En el espectro del recubrimiento RH-75 se puede observar una banda a 1026 cm^{-1} que corresponde al enlace Si-O-Si el cual representa la presencia de sílice, se observa una segunda banda a 1688 cm^{-1} que presenta el estiramiento del enlace C=O y finalmente se observa una tercera banda a 3383 cm^{-1} donde se encuentra el grupo característico OH.

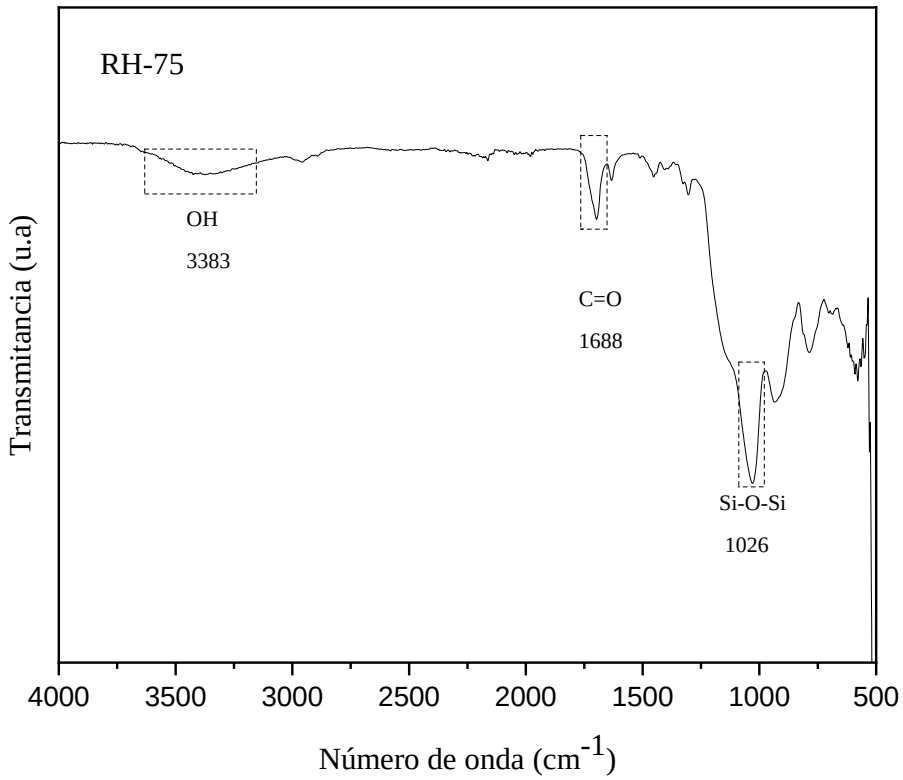


Figura 23. Espectro IR del recubrimiento polimetilmetacrilato-sílice RH-75

En la figura 24 se muestra el espectro de FTIR que corresponde al recubrimiento RH-25. En el espectro del recubrimiento RH-25 se observa una primera banda a 1053 cm^{-1} donde se observa el enlace Si-O-Si característico de la sílice, se observa una segunda banda a 1713 cm^{-1} donde se observa el estiramiento del enlace C=O y finalmente una tercera banda a 3410 donde se encuentra el característico grupo OH.

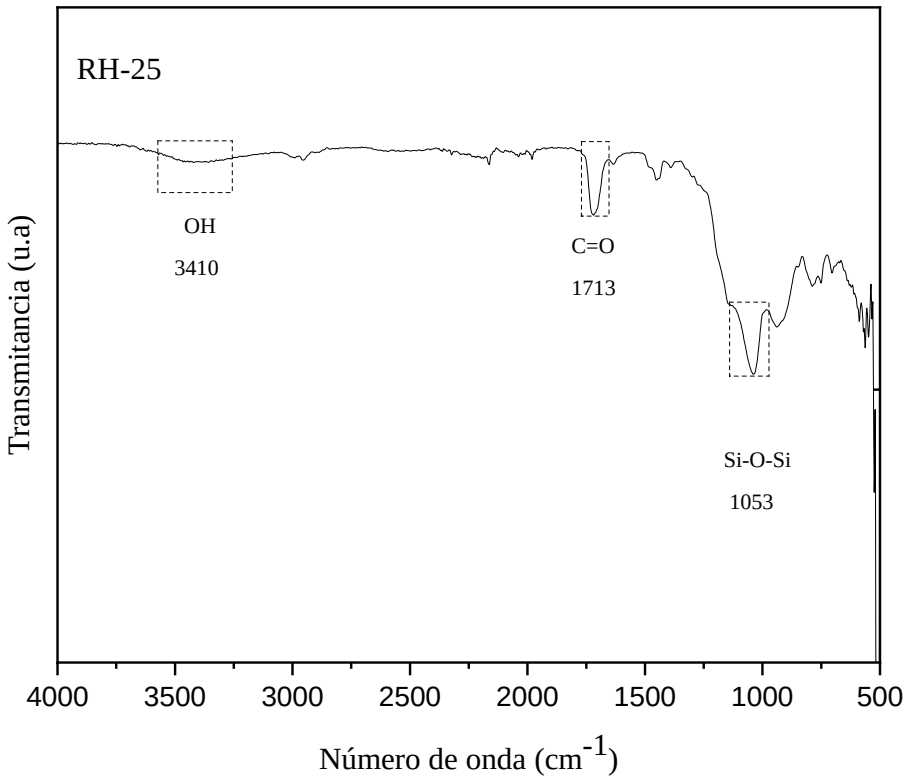


Figura 24. Espectro IR del recubrimiento polimetilmetacrilato-sílice RH-25

En la figura 25 se muestra el espectro de FTIR que corresponde al recubrimiento RH-0. En el espectro del recubrimiento RH-0 se observa una primera banda a 1144 cm^{-1} donde se encuentra el grupo funcional C-O-C, se observa una segunda banda a 1143 cm^{-1} donde se encuentra el grupo CH_2, se observa una tercera banda a 1724 cm^{-1} donde se observa el estiramiento del enlace C=O y finalmente se observa una cuarta banda a 2973 cm^{-1} donde se encuentra el grupo CH_3.

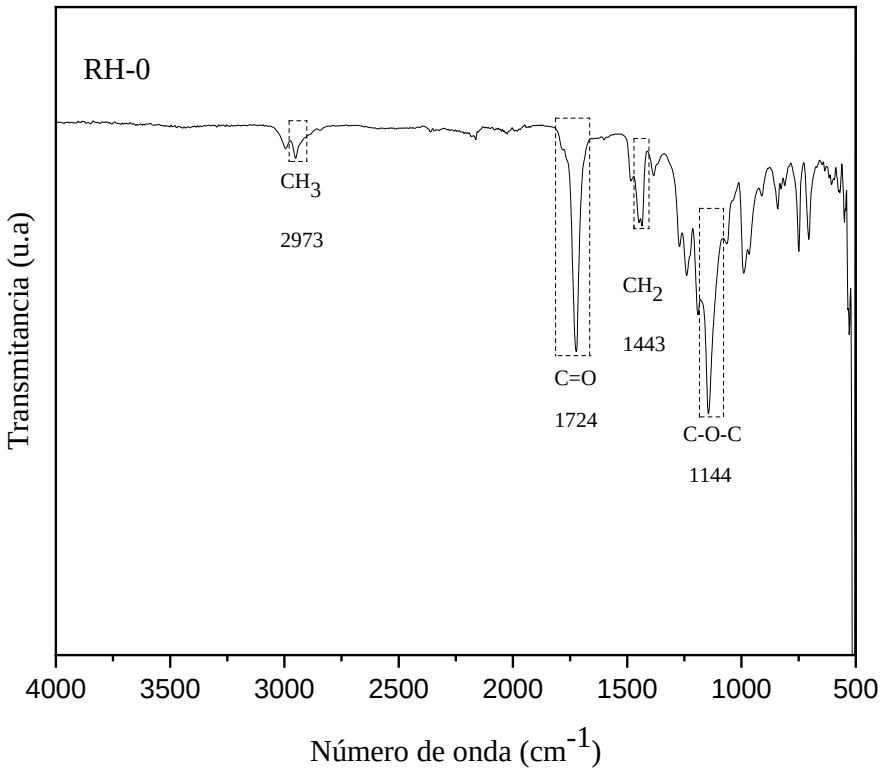


Figura 25. Espectro IR del recubrimiento polimetilmetacrilato-sílice RH-0

Se puede observar en la figura 26 que el grupo siloxano va disminuyendo su intensidad mientras va disminuyendo el contenido de solución de sílice. En el recubrimiento RH-0 no se ve el grupo siloxano ya que al estar hecho de 100% PMMA este no contiene dicho grupo.

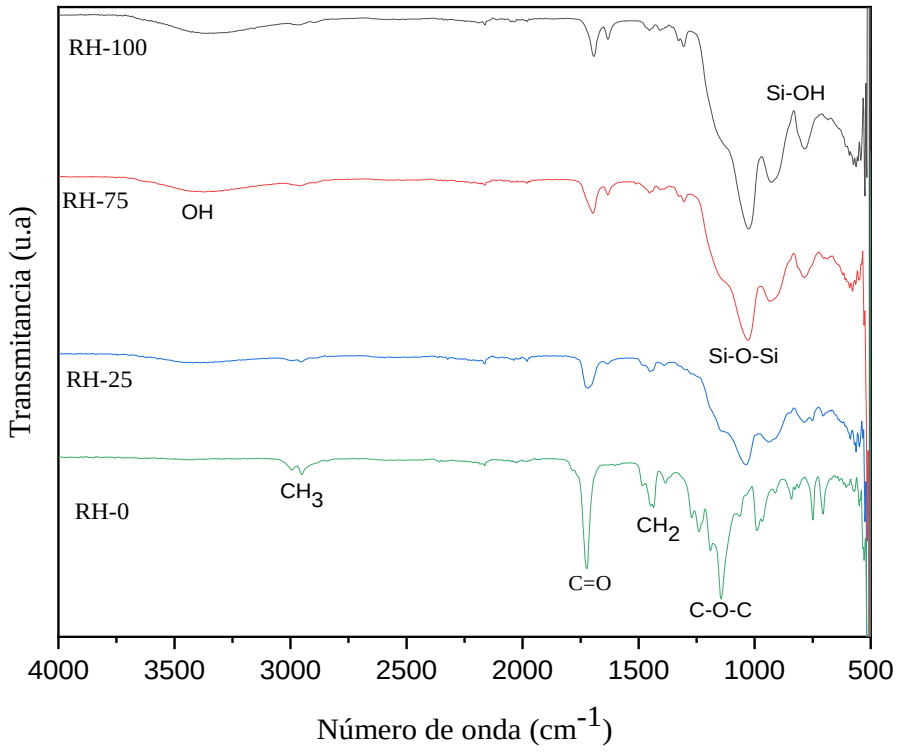


Figura 26. Espectro FTIR de las cinco muestras sintetizadas de polimetilmetacrilato-sílice

Tabla 4. Grupos funcionales identificados en el espectro FTIR

Frecuencia cm^{-1}	Grupo funcional
835	Si-OH
1030	Si-O-Si
1735	C=O
3383	OH
1143	CH_2
2973	CH_3

3.3 Análisis termogravimétrico TGA

En la figura 27 se muestran los resultados del análisis termogravimétrico. La prueba de TGA se realizó con 10 mg del recubrimiento polimetilmetacrilato-sílice esta se colocó en un crisol cerámico en una atmosfera inerte de nitrógeno desde temperatura ambiente hasta 800 grados de temperatura. Se puede observar que la pérdida de masa del recubrimiento RH-100 empieza a los 22.4 grados de temperatura, en el recubrimiento RH-75 la pérdida de masa empieza a los 56.5, en el recubrimiento RH-25 la pérdida de masa empieza a los 120.9 grados de temperatura y en el recubrimiento RH-0 la pérdida de masa empieza a los 120.9 grados de temperatura.

Se observa que la muestra que presento perdida de masa a mayor temperatura fue la muestra RH-25 a los 120.9 grados de temperatura y la muestra que presento perdida de masa a menor temperatura es la muestra RH-100 a los 22.4 grados de temperatura. Se puede notar que conforme menor porcentaje de sílice mayor es la perdida de masa.

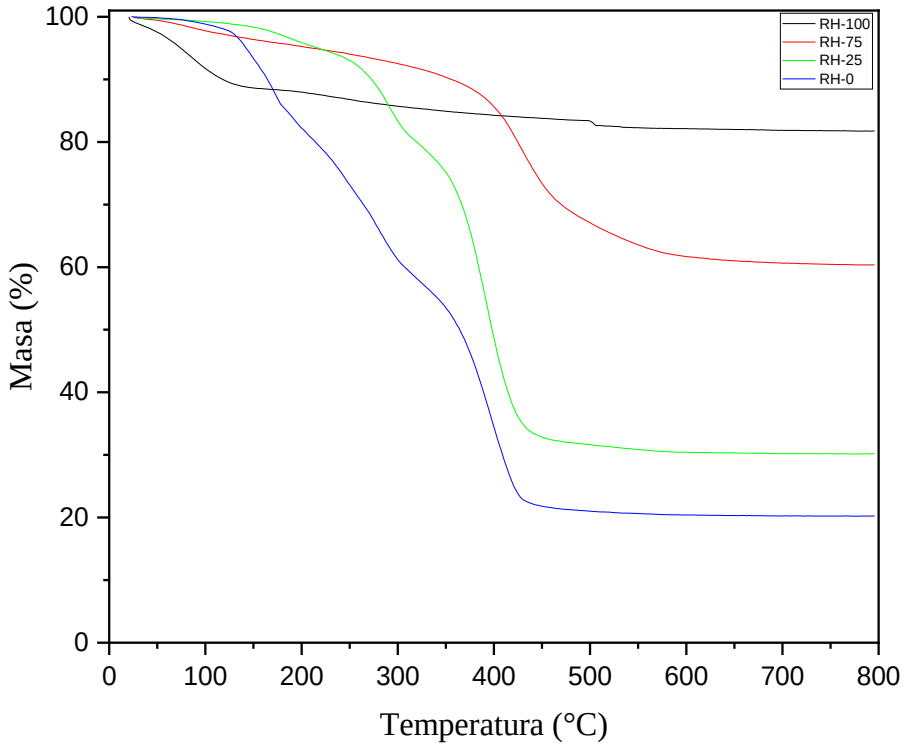


Figura 27. Espectros FTIR de las muestras sintetizadas polimetilmetacrilato-sílice

3.4 Prueba de adhesión utilizando la norma ASTM D-3359-02

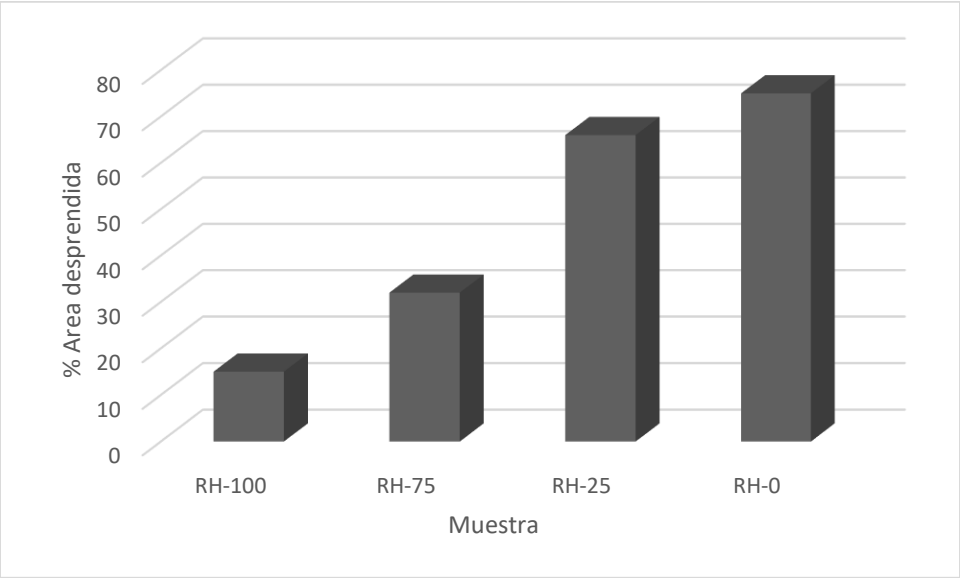
Tabla 5. Resultados de la prueba de adhesión utilizando la norma ASTM D-3359-02

Prueba de Adhesión ASTM D-3359-02

Muestra	% área desprendida	% Adherido	Clasificación
RH-100	15	85	3B
RH-75	32	68	2B
RH-25	66	34	2B
RH-0	75	25	0B

En la tabla 5 se muestran los resultados de la prueba de adhesión utilizando la norma ASTM D-3359-02 se observa que el recubrimiento RH-100 tuvo un valor del 15% de área desprendida dando como resultado una clasificación 3B debido a que se desprendió entre el 5% – 15% del área ,el recubrimiento RH-75 tuvo un valor del 32% de área despendida dando una clasificación de 2B debido a que se despendió entre el 15% - 35% del área, el recubrimiento RH-25 tuvo un valor del 27% de área desprendida dando como resultado una clasificación 2B debido a que se desprendió entre el 15% - 25% del área y el recubrimiento RH-0 se removió el 75% dando como resultado 0B debido a que se desprendió más del 65% del área.

En conclusión, el recubrimiento RH-100 es el que presento una mejor adhesión con un valor del 15% de área desprendida y el recubrimiento RH-0 es el que presenta la peor adhesión con un valor del 75% de área desprendida.



Grafica 1. Resultados de la prueba de adhesión norma ASTM D-3359-02

3.5 Prueba de transferencia de calor

La prueba de transferencia de calor se realizó en una muestra de vidrio comercial con dimensiones de 12x12 cm, con un espesor de 3 mm, el recubrimiento se aplicó en un solo lado del vidrio. El vidrio se colocó de forma horizontal, con el lado del recubrimiento hacia abajo, debajo del vidrio se colocó una lámpara incandescente a una distancia de 4 cm por debajo de la superficie del lado del recubrimiento. Se realizaron nueve mediciones de temperatura en distintos puntos del cristal a temperaturas de 30, 40 y 50 grados. La temperatura se midió tanto en la cara con recubrimiento como en la cara del vidrio que no tiene recubrimiento. El lado del vidrio con el recubrimiento aplicado se denominó cara A, y el lado del vidrio sin el recubrimiento se denominó cara B.

En la tabla 6 se muestran los resultados obtenidos de las pruebas de transferencia de calor llevadas a cabo sobre la muestra de vidrio sin recubrimiento a diferentes temperaturas de 30, 40 y 50 grados Celsius. Los resultados muestran las temperaturas obtenidas en ambos lados de las muestras de vidrio, cara A y cara B.

Tabla 6. Resultados de la prueba de transferencia de calor sin recubrimiento

	Temperatura					
	30°C		40°C		50°C	
Muestra	A	B	A	B	A	B
Sin recubrimiento	29.7	29.1	34.5	33.4	35.6	35.3
	32.3	31.8	47.9	46.1	49.8	49.1
	29.6	28.9	32.5	31.9	34.2	33.7
	28.7	28.7	32.3	31.6	38.2	37
	31.6	31.1	40	39.5	50	50
	29.8	29.5	33.3	33	35.7	33.6
	28.7	27.9	29.8	28.5	32.2	31.8
	28.7	27.9	31.4	30.7	33.3	32.9
	28.2	27.6	28.8	28.2	30	29.9

Tabla 7. Resultados de la prueba de transferencia de calor de la muestra RH-100

Muestra	**Temperatura**					
	30°C		40°C		50°C	
	Superficie c/r lado a	Superficie s/r lado b	Superficie c/r lado a	Superficie s/r lado b	Superficie c/r lado a	Superficie s/r lado b
RH-100	29	28.9	32.5	31.9	35.9	34.2
	31	29.8	42.1	41.1	49	48.3
	29.6	28.9	33.7	32.8	40.7	37.3
	28.8	28.5	31.2	31	36.5	34.8
	30.5	30	39.8	38.8	50	49.1
	29.6	28.7	31.4	31	36	35.7
	29	28.3	29.8	28.8	30.9	30
	29	28.9	31.8	30.2	33.2	32.6
	29	28.7	30.1	29.5	31.6	30.6

Tabla 8. Resultados de la prueba de transferencia de calor de la muestra RH-75

Muestra	Temperatura					
	30°C		40°C		50°C	
	Superficie c/r lado a	Superficie s/r lado b	Superficie c/r lado a	Superficie s/r lado b	Superficie c/r lado a	Superficie s/r lado b
RH-75	27.6	26.7	35.6	34.1	43.4	36.6
	31.9	29.7	44	37.6	53.3	52.8
	28	27.6	35.5	35	42.3	41.8
	26.4	25.4	30.3	28.4	32.5	30.8
	30	29.7	40	38.5	50	48.8
	25	25	29.2	28.5	32.3	31.1
	25.3	25.1	26.7	26.7	28.4	27.2
	25.1	24.8	28.6	28.1	30.5	28.3
	24.2	23.9	26.5	26.2	28.2	27.7

Tabla 9. Resultados de la prueba de transferencia de calor de la muestra RH-25

Muestra	Temperatura					
	30°C		40°C		50°C	
	Superficie c/r lado a	Superficie s/r lado b	Superficie c/r lado a	Superficie s/r lado b	Superficie c/r lado a	Superficie s/r lado b
RH-25	25.3	25.1	29.5	28.6	35.2	34.2
	29.8	29.4	41.4	40	51.3	49.9
	25.3	25	30.5	30.1	34.8	34.2
	24.7	24.5	28.2	27.8	31.4	31
	30	29.8	40	38.9	50	49
	25.9	24.8	27.9	27.6	34.3	31.1
	24.6	24.4	25.5	25	27.6	27
	24.5	24.1	27.7	26.8	29.9	29.4
	24.1	23.8	26.3	25.5	27.1	25.8

Tabla 10. Resultados de la prueba de transferencia de calor de la muestra RH-0

Muestra	Temperatura					
	30°C		40°C		50°C	
	Superficie c/r lado a	Superficie s/r lado b	Superficie c/r lado a	Superficie s/r lado b	Superficie c/r lado a	Superficie s/r lado b
RH-0	29.1	28.9	33.1	33	36.4	35.3
	34.5	33.1	49.2	47.6	55.1	53.4
	30	29.7	37.3	36.2	37.9	37.1
	26.5	26.2	30.1	29	31.7	29.5
	30	29.5	40	39.2	50	48.9
	26.7	26.6	28.6	28.3	30.9	30
	24.8	24.5	26.1	25.6	26.8	26.3
	25.5	25	28.7	27.6	29.4	29
	25.1	24.8	26.1	25.5	26	25.1

En las tablas 7, 8, 9 y 10 se reportan todos los resultados obtenidos de las mediciones de transferencia de calor para las diferentes muestras de vidrio con los recubrimientos RH-100, RH-75, RH-25 y RH-0 aplicados sobre la superficie de los vidrios.

Tabla 11. Resultados de la prueba de transferencia de calor

Muestra	TEMPERATURA					
	30°C		40°C		50°C	
	Superficie c/r lado a	Superficie s/r lado b	Superficie c/r lado a	Superficie s/r lado b	Superficie c/r lado a	Superficie s/r lado b
Sin recubrimiento	29.700	29.167	34.500	33.656	37.667	37.033
RH-100	29.500	28.967	33.600	32.789	38.200	36.956
RH-75	27.056	26.433	32.933	31.456	37.878	36.122
RH-25	26.022	25.678	30.778	30.156	35.733	34.733
RH-0	28.022	27.589	33.244	32.444	36.022	34.956

En la tabla 11 se puede observar los resultados generales de la prueba de transferencia de calor en donde el recubrimiento RH-25 obtuvo los mejores resultados del lado de la superficie sin recubrimiento con valores de 25.678, 30.778 y 34.733 a los 30,40 y 50 grados de temperatura correspondiente y el recubrimiento RH-100 obtuvo los peores resultados del lado de la superficie sin recubrimiento con

valores de 28.978, 33.211 y 37.033 a los 30, 40 y 50 grados de temperatura correspondiente.

Tabla 12. Diferencial de temperatura sin recubrimiento

	Δ T		
	30°C	40°C	50°C
Muestra	Lado a - lado b	Lado a - lado b	Lado a - lado b
Sin recubrimiento	1.4	1.1	0.3
	2.2	2.9	0.7
	0.7	0.9	0.5
	0	0.7	1.2
	1	0.5	0
	0.3	1.1	2.1
	3.1	1.3	0.4
	0.8	3.4	0.4
	0.6	0.6	0.1

Tabla 13. Diferencial de temperatura de la muestra RH-100

Muestra	**Δ T**		
	30°C	40°C	50°C
	Lado a - lado b	Lado a - lado b	Lado a - lado b
RH-100	0.1	0.8	2.7
	1.2	2	0.7
	0.7	0.9	3.4
	0.3	0.6	3.7
	0.5	1	4.9
	0.9	0.4	0.3
	0.7	1	0.9
	0.1	1.6	0.6
	0.3	0.6	1

Tabla 14. Diferencial de temperatura de la muestra RH-75

Muestra	**Δ T**		
	30°C	40°C	50°C
	Lado a - lado b	Lado a - lado b	Lado a - lado b
RH-75	0.9	1.5	6.8
	2.2	6.4	0.5
	0.4	0.5	0.5
	1	1.9	1.7
	0.3	1.5	1.2
	0	0.7	1.2
	0.2	0	1.2
	0.3	0.5	2.2
	0.3	0.3	0.5

Tabla 15. Diferencial de temperatura de la muestra RH-25

Muestra	**Δ T**		
	30°C	40°C	50°C
	Lado a - lado b	Lado a - lado b	Lado a - lado b
RH-25	0.2	0.9	1
	0.4	1.4	1.4
	0.3	0.4	0.6
	0.2	0.4	0.4
	0.2	1.1	1
	1.1	0.3	3.2
	0.2	0.5	0.6
	0.4	0.9	0.5
	0.3	0.8	1.3

Tabla 16. Diferencial de temperatura de la muestra RH-0

Muestra	Δ T		
	30°C	40°C	50°C
	Lado a - lado b	Lado a - lado b	Lado a - lado b
RH-0	0.2	0.1	1.1
	1.4	1.6	1.7
	0.3	1.1	0.8
	0.3	1.1	2.2
	0.5	0.8	1.1
	0.1	0.3	0.9
	0.3	0.5	0.5
	0.5	1.1	0.4
	0.3	0.6	0.9

Tabla 17. Resultados generales del diferencial de temperatura de las cinco muestras

Muestra	Δ T			
	30°C	40°C	50°C	
	Superficie c/r lado a - Superficie s/r lado b	Superficie c/r lado a - Superficie s/r lado b	Superficie c/r lado a - Superficie s/r lado b	promedio
Sin recubrimiento	0.533	0.844	0.633	0.670
RH-100	0.533	0.811	1.244	0.863
RH-75	0.622	1.478	1.756	1.285
RH-25	0.367	0.744	1.111	0.741
RH-0	0.433	0.800	1.067	0.767

En la tabla 12, se muestran las diferencias de temperatura (ΔT) entre las caras de vidrio A y B sin aplicar ningún recubrimiento. Estas mediciones sirven de referencia para evaluar el desempeño sobre el aislamiento térmico de los recubrimientos sintetizados. En las tablas 13, 14, 15 y 16 se muestran las diferencias de temperatura (ΔT) entre la cara del vidrio con recubrimiento y la cara del vidrio sin recubrimiento para los diferentes recubrimientos 100, RH-75, RH-25, RH-0 y a diferentes temperaturas de 30, 40 y 50 grados Celsius.

En la tabla 17 se muestran los resultados generales del diferencial de temperatura realizado con los resultados de la prueba de transferencia de calor el cual es la diferencia de temperatura entre dos puntos de medición en este caso la superficie con recubrimiento (lado a) y la superficie sin recubrimiento (lado b) para medir la eficiencia del intercambio de temperatura. En la tabla se puede observar que el recubrimiento RH-75 es el que obtuvo la diferencial más alta con un valor de 1.285 y el recubrimiento que presento la menor diferencial fue el RH-25 con un valor de 0.741.

En la gráfica 2 se muestra el efecto de cada recubrimiento sintetizado sobre la ΔT de los dos lados del vidrio. En la gráfica se puede observar claramente que la ΔT más grande corresponde al recubrimiento RH-75. Por lo que se deduce que este recubrimiento tiene el potencial para ser mejorado para ser aplicado como recubrimiento con función de aislamiento térmico.

Grafica 2. Diferencial de temperatura de las cinco muestras.

Conclusiones

Mediante el método sol-gel se sintetizó un recubrimiento híbrido a partir de sílice y PMMA a diferentes proporciones y se obtuvieron recubrimientos híbridos con una adecuada homogeneidad.

El análisis por microscopía electrónica de barrido reveló que los recubrimientos híbridos presentan una superficie plana, uniforme y libre de poros, fisuras u otras imperfecciones. Esto demuestra que las partículas de sílice se dispersaron adecuadamente en la matriz orgánica. Además, las condiciones de curado utilizadas (24 horas a 70°C) lograron buenos resultados en términos de la calidad superficial de los recubrimientos.

El análisis del corte transversal de los recubrimientos polimetilmetacrilato-sílice demostró que el recubrimiento RH-75 tuvo el mayor espesor con un valor de 22μm

El análisis de las gráficas del análisis termogravimétrico muestra que al utilizar un recubrimiento RH-75 sobre sustratos de vidrio este tiene una pérdida de masa moderada y una degradación térmica a altas temperaturas lo cual lo hace un buen recubrimiento.

La prueba de adhesión ASTM D-3359-02 demostró que el recubrimiento RH-100 con una adherencia del 85% es el que tuvo el mejor rendimiento de las 5 diferentes formulaciones.

Los resultados de las pruebas térmicas (transferencia de calor) demostraron que el recubrimiento RH-75 es el que tuvo el mejor desempeño al tener un diferencial de temperatura (ΔT) de 1.285 °C.

El recubrimiento RH-75 demostró buenos resultados en las técnicas físicas aplicadas dando así la posibilidad de mejorar el sistema para obtener resultados más eficientes.

8. Bibliografía

Acosta, D. M. (2007). Sintesis y caracterización de materiales híbridos versatiles PMMA - SiO2 para el desarrollo de recubrimientos. *Centro de investigación y desarrollo tecnológico en elctroquimica*, 19 - 21.

Akhtar, K. K. (2018). Handbook of Materials Characterization. En K. K. Akhtar, *Handbook of Materials Characterization* (págs. 113-145). Nueva Zelanda: Springer.

Andrés F. Rojas, L. M. (2014). Degradación térmica de polimetíl metacrilato en múltiples extrusiones. *Ingeniería y Competitividad*, 131-142.

Anthony Canto, M. B. (2018). Development of a thermal-insulation based on organic materials. *scientific initiation*, 48.

Cano, M. P. (2017). *Aislantes termicos criterios de seleccion por requisitos energeticos.* Madrid: Universidad Politecnica de Madrid.

Cervantes, M. L. (2015). Diseño y síntesis de materiales "a medida" mediante el método SOL-GEL. En M. L. Cervantes, *Diseño y síntesis de materiales "a medida" mediante el método SOL-GEL* (págs. 13-14). Barcelona: UNED.

Hong Zhonga, Y. H. (2018). Un novedoso revestimiento bicapa de aislamiento térmico transparente basado en ATO/TiO2 negro. *Energy Procedia*, 1072 - 1079.

Jian Qu, c. d. (2014). Recubrimientos transparentes de aislamiento térmico para ventanas de vidrio y muros cortina energéticamente eficientes. *Energy and buildings*, 10.

Kaltenbach, F. (2007). Materiales traslucidos: vidrio, plasticos, metal. En F. Kaltenbach, *Materiales traslucidos: vidrio, plasticos, metal* (pág. 10). Barcelona: Gustavo Gili, S.L.

Kickelbick, G. (2007). Hybrid Materials. En G. Kickelbick, *Hybrid Materials* (pág. 471). Alemania: Wiley-vch.

Klaus Gerwert, C. K. (2010). Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy. En C. K. Klaus Gerwert, *ENCYCLOPEDIA OF LIFE SCIENCES* (págs. 1-8). Alemania: John Wiley & Sons.

Nadia Mamede José, L. A. (2005). MATERIAIS HÍBRIDOS ORGÂNICO-INORGÂNICOS: PREPARAÇÃO E ALGUMAS APLICAÇÕES. *Quim. Nova*, 281-288.

Naoki Fukui, T. O. (2023). Atomistic investigation on adhesive strength of coupling agents to aluminum. *International Journal of Mechanical Sciences*, 15-17.

Newell, J. (2011). Ciencia de materiales. Aplicaciones en Ingeniería. En J. Newell, *Ciencia de materiales. Aplicaciones en Ingeniería* (págs. 150-151). México: Alfaomega.

Pedro Gómez-Romero, C. S. (2004). *Functional Hybrid Materials.* Alemania: Wiley-VCH.

Pritchard, G. (1998). Plastics Additives. En G. Pritchard, *Plastics Additives* (págs. 189-196). Surrey, UK: Springer.

Seenaa Hussein, H. J. (2015). Preparation of hybrid by sol-gel method. En H. J. Seenaa Hussein, *Preparation of hybrid by sol-gel method* (pág. 21). Alemania: Lambert.

Shoichiro Yano, K. I. (1998). Physical properties and structure of organic-inorganic hybrids materials produced by sol-gel process. *Materials Science and Engineerin*, 75 - 90.

Susheel Kalia, Y. H. (2015). Oganic-Inorganic Hybrid Nanomaterials. En Y. H. Susheel Kalia, *Oganic-Inorganic Hybrid Nanomaterials* (págs. 145 - 146). Suiza: Springer.

Umar Ali, K. J. (2015). A Review of the Properties and Applications of Poly (Methyl Methacrylate) (PMMA). *Polymer Reviews*, 5.

yan baoa, R. G. (2021). Aislamiento térmico transparente y revestimiento de protección UV para ventanas de vidrio de bajo consumo. *Ceramics International*, 10.

Yuan Qing Lia, Y. K.-L. (2011). Preparación y caracterización de un compuesto transparente de ZnO/epoxi dopado con Al como recubrimiento termoaislante. *Compuestos: Parte B*, 2176 - 2180.