



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERIA DE MATERIALES

**DESARROLLO DE UN RECUBRIMIENTO HÍBRIDO VIA SOL-GEL CON
POSIBLE USO AEROESPACIAL**

T E S I S

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:

MAESTRA EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

PRESENTA:

Bryanda Guadalupe Reyes Tesillo

TUTOR PRINCIPAL

**Dra. Genoveva Hernández Padrón
CFATA-CAMPUS JURIQUILLA**

MIEMBROS DEL COMITÉ TUTOR

**Dr. Jorge A. Ferrer Pérez
UAT-IF CAMPUS JURIQUILLA
Dr. Domingo Rangel Miranda
CFATA- CAMPUS JURIQUILLA**



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Dedicatoria

*A mi esposo **Rafael** porque a pesar de mis altas y bajas estuvo ahí presente apoyándome.*

*A mi hija **Montse**, por ser mi motor de vida y mi mayor inspiración por acompañarme en todos estos momentos importantes.*

A mis padres Cristina y Pablo, porque su apoyo incondicional, por su cariño y amor.

A mis hermanos Cristina y Pablo no tengo palabras para agradecerles porque siempre creyeron en mí, a mis sobrinos Megan, Yazid, Argenis, Itzel (Chel) y Alein por poner atención siempre que les platicaba mis cosas.

A mis amigos Jorge, Charlie, Ale y Emilio porque de muchas formas me enseñaron que no es fácil hacer una maestría, pero tampoco imposible.

A Rox, que durante estos dos años empezamos una bonita amistad. Fuimos cómplices, nos apoyamos mutuamente cuando alguna de las dos quería tirar la toalla. Por subir conmigo esos kilos de más y por todo lo que no puedo escribir.

Agradecimientos

A mi directora de tesis, la Dra. Genoveva Hernández Padrón; por creer en mí y apoyar este proyecto, además de estar al pendiente de que mi formación académica fuera de excelencia y el gran apoyo en los análisis de FT-IR y Raman.

A los miembros de mi comité tutor, al Dr. Jorge A. Ferrer Pérez y el Dr. Domingo Rangel Miranda, que ayudaron enriqueciendo con sus conocimientos y opiniones al proyecto.

A la Universidad Nacional Autónoma de México, por todo el apoyo brindado para la realización de este proyecto y por permitirme formar parte de la Máxima Casa de Estudios y al Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada (CFATA) de la UNAM, por su apoyo académico, técnico y administrativo.

A la Unidad de Alta Tecnología (UAT) de la Facultad de Ingeniería de la UNAM y al Laboratorio Nacional de Ingeniería Espacial y Automotriz (LN-INGEA), por permitirme el acceso a sus instalaciones y llevar a cabo pruebas.

Al M. en C. José Mojica Gómez, por su asesoría y enseñanza en las pruebas realizadas en el CIDETEQ.

A la M. en I.Q. Alicia del Real López y Dra. Marina Vega González, por el apoyo técnico en microscopia electrónica de barrido.

Al I.Q. Miguel Ángel Canseco Martínez, por el apoyo técnico en los análisis termogravimétricos.

A la Ing. Bioquímico Ma. Lourdes Palma Tirado, por el apoyo técnico en los análisis de microscopia óptica.

Índice General

Dedicatoria.....	2
Agradecimientos	3
Índice de Figuras	9
Índice de Tablas.....	12
Índice de Gráficos	13
Resumen	14
Introducción	15
Justificación	17
Objetivo	18
Objetivo general.....	18
Objetivos particulares	18
Hipótesis	19
Capítulo 1	20
1.1. Polímeros.....	20
1.1.1. Breve introducción	20
1.1.2. Materiales híbridos	25
1.1.3. Tipos de unidades estructurales	29
1.1.4. Unidades estructurales orgánicas-inorgánicas: disilanos	31
1.1.5. Agente acoplante.....	31
1.1.6. Métodos de síntesis.....	32
1.1.7. Ensamblaje directo	32
1.1.8. Formación in situ de unidades de estructura	33

1.2.	Síntesis de matriz polimérica in situ	34
1.2.1.	Polimerización por dispersión	34
1.2.2.	Polimerización por emulsión	35
1.3.	Técnica Sol-Gel	35
1.3.1.	Proceso Sol Gel.....	36
1.3.2.	Hidrolización	39
1.3.3.	Polimerización:	39
1.4.	Polímeros híbridos orgánico-inorgánicos MMA-SiO ₂	40
1.5.	Historia de la aeronáutica.....	41
1.5.1.	Atmósfera o entorno planetario.....	43
1.5.2.	Materiales utilizados en la industria aeronáutica	45
Capítulo 2	50
2.	Métodos de caracterización.....	50
2.1.	Caracterización estructural.....	50
2.1.1.	Espectroscopia FT-IR	50
2.1.2.	Espectroscopia Raman Dispersivo	51
2.2.	Caracterización Morfológica.....	52
2.2.1.	Microscopía electrónica de barrido (MEB)	52
2.3.	Caracterización Térmica	53
2.3.1.	TGA.....	53
2.3.2.	Calorimetría de barrido diferencial (DSC)	55
2.4.	Caracterización mecánica	56
2.4.1.	Prueba de adherencia	56
2.4.2.	Pruebas de Abrasión	57
2.4.3.	Pruebas de Dureza.....	58

2.5. Ensayo de Prueba en cámara de niebla salina	59
Capítulo 3	61
3. Desarrollo Experimental	61
3.1. Materiales y métodos	61
3.1.1. Preparación de los materiales híbridos transparentes	61
3.2. Preparación de sustratos	65
3.3. Deposición de los recubrimientos híbridos	66
3.4. Técnicas de caracterización para la evaluación de los materiales híbridos. 68	
3.4.1. Procedimiento abrasión	69
3.4.2. Procedimiento adherencia	71
3.4.3. Procedimiento de dureza	71
3.4.4. Procedimiento de corrosión en la cámara salina corrosión	72
Capítulo 4	73
4. Resultados y Discusión	73
4.1. Resultados de la caracterización estructural	73
4.1.1. Resultados de espectroscopia IR	73
4.1.2. Análisis por espectroscopia Raman Dispersivo	76
4.2. Caracterización morfológica	78
4.2.1. Microscopía electrónica de barrido (SEM)	78
4.3. Caracterización térmica.....	83
4.3.1. Análisis termogravimétrico.....	83
4.3.2. DSC.....	85
4.4. Caracterización mecánica	87
4.4.1. Prueba de abrasión	87

4.4.2. Prueba de adherencia	89
4.4.3. Prueba de dureza	91
4.4.4. Ensayo de Cámara Salina	92
4.4.5. Ensayo de Control Térmico	98
Conclusiones.....	108
Recomendaciones y Trabajo a futuro.....	110
Referencias.....	111
ANEXOS.....	117
I. FICHAS DE SEGURIDAD.....	118
II. PRUEBA DE ADHERENCIA	122
III. PRODUCTOS DE LA TESIS.....	123

Índice de Figuras

Figura 1. Representación esquemática de las estructuras moleculares a) lineales, b) ramificadas, c) entrecruzado, d) red tridimensional.	21
Figura 2. Estructura química del metacrilato de metilo (lado izquierdo) y de poli-metacrilato de metilo (lado derecho).	23
Figura 3. Híbridos Clase I.....	27
Figura 4. Híbridos clase II	27
Figura 5. Interacciones presentes en materiales híbridos relacionadas con su fuerza relativa.	28
Figura 6. Unidades estructurales inorgánicas: (a) Silanos y derivados, (b) nanopartículas (c)precursor laminar.	29
Figura 7. Unidades de Siloxanos, precursores de materiales híbridos organosilicio basados en tetraedros SiO ₄ , obtenidas a través de hidrólisis ácida o básica.	30
Figura 8. Ejemplos de moléculas orgánicas de reducidas dimensiones que interaccionan de manera óptima con matrices inorgánicas hidrófilas.	31
Figura 9. Materiales híbridos obtenidos por ensamblaje directo de unidades estructurales.	33
Figura 10. Etapas principales de un proceso sol-gel iniciado a partir de tetraalcoxisilanos.	34
Figura 11. Reacción de Hidrolización.....	39
Figura 12. Reacción de Polimerización.	39
Figura 13. Clasificación de la atmósfera.....	43
Figura 14. Variación de temperatura media con la altitud en la atmósfera terrestre. (España, s.f.).....	44
Figura 15. Composición de recubrimientos anticorrosivos empleados en la industria aeronáutica (Thomas, y otros, 2009)	48
Figura 16. Equipo FT-IR THERMO SCIENTIFIC, Modelo NICOLET 6700.	51
Figura 17. Equipo Raman Marca BRUKER, Modelo SENTERRA.	52
Figura 18. Tipos de análisis termogravimétrico.	54

Figura 19. a) Aplicador; b) espesores $\leq 50 \mu\text{m}$; espesores $\geq 50 \mu\text{m}$	57
Figura 20. Equipo TABER INDUSTRIES.....	58
Figura 21. Escala de Dureza en base a la norma ASTM 3359.	59
Figura 22. Durómetro (Soporte del lápiz, para realizar la prueba).	59
Figura 23. Cámara de Niebla Salina CNS.	60
Figura 24. Reacción hidrolisis.	62
Figura 25. Equipo utilizado para síntesis.....	63
Figura 26. Primera solución en agitación.	63
Figura 27. Esquema de reacciones para la formación de partículas híbridas de MMA-SiO ₂	64
Figura 28. Sustratos limpios a) pruebas de corrosión; b) pruebas de abrasión; c) pruebas de AFM	65
Figura 29. Desbaste de sustratos.....	66
Figura 30. Baño Ultrasónico Marca BRANSON.....	66
Figura 31. Film Casting Knife.	67
Figura 32. Esquema de la deposición de las muestras con el Film Casting Knife. 67	
Figura 33. Obleas de materiales híbridos (a) H1, (b)H2, (c) H3, (d) H4 y (e) H5 ..	68
Figura 34. Patrón de medidas para la prueba de flexión	69
Figura 35. Dimensiones específicas de sustrato para prueba de abrasión.....	69
Figura 36. Puntos de referencia A, B, C, D.	70
Figura 37. Rueda de goma.....	70
Figura 38. Representación esquemática de los cortes realizados a los sustratos. 71	
Figura 39. Representación del desarrollo de la prueba de dureza.	72
Figura 40. Dimensiones de sustrato para prueba de corrosión.	72
Figura 41. Micrografías SEM para los blancos de sílice y MMA a x5.	79
Figura 42. Micrografías de SEM de los materiales híbridos transparentes a H1, H2, H3 y H5.....	82
Figura 43. Micrografías de SEM del material híbrido transparente H4.	82
Figura 44. Probetas de aleaciones de aluminio dentro de la cámara salina.	93
Figura 45. Diseño estructural para el ensayo de temperatura	99
Figura 46. Estructura del sistema para el ensayo de control térmico.....	100

Figura 47. Diseño de software para interpretación de datos.....	101
Figura 48. Ensayo de temperatura en sustratos.....	102

Índice de Tablas

Tabla 1. Polímeros de adición de uso frecuente.....	24
Tabla 2. Polímeros de condensación de uso frecuente.	25
Tabla 3. Relación en mililitros, de los materiales para la formación del híbrido. ...	64
Tabla 4. Composición nominal de la aleación 7075-T6 (%peso) (EPC S.A. de C.V., s.f.).....	65
Tabla 5. Resultados de la prueba de abrasión.	88
Tabla 6. Resultados de las pruebas de adhesión de los recubrimientos en placas de aluminio.	90
Tabla 7. Resultados de Dureza a los dos y siete días de secado del material. ...	92
Tabla 8. Propiedades a la resistencia de corrosión en películas químicas.	93
Tabla 9. Comparación de resultados recubrimiento híbrido H1 en la cámara de niebla salina.....	94
Tabla 10. Comparación de resultados recubrimiento híbrido H2 en la cámara de niebla salina.....	95
Tabla 11. Comparación de resultados recubrimiento híbrido H3 en la cámara de niebla salina.....	96
Tabla 12. Comparación de resultados recubrimiento híbrido H4 en la cámara de niebla salina.....	97
Tabla 13. Classification of Adhesion Test Results for Test Method B. (ASTM-D 3363, 2011).....	122

Índice de Gráficos

Gráfico 1. Espectra de FT-IR de los materiales de referencia MMA y SiO ₂ en un intervalo de 500 a 3500 cm ⁻¹	75
Gráfico 2. Espectra de FT-IR de los materiales híbridos MMA-SiO ₂ en un intervalo de 3500 a 1000 cm ⁻¹	76
Gráfico 3. Espectra de Raman de los materiales de referencia SiO ₂ y MMA en un intervalo de 4000 a 400 cm ⁻¹	77
Gráfico 4. Espectra de Raman de los materiales híbridos MMA-SiO ₂ en un intervalo de 3500 a 300 cm ⁻¹	78
Gráfico 5. Termograma (TGA) de los materiales SiO ₂ +TEOS y MMA+PB.	84
Gráfico 6. Termograma (TGA) de los materiales híbridos transparentes de MMA-SiO ₂	85
Gráfico 7. Análisis de DSC para los materiales híbridos transparentes.	86
Gráfico 8. Análisis de DSC para materiales híbridos H1 y H2, respectivamente. .	87
Gráfico 9. Prueba de desgaste (número de ciclos Vs. pérdida de masa) de los materiales híbridos.....	89
Gráfico 10. Prueba de control térmico comparado con el material de referencia en el H1.	103
Gráfico 11. Prueba de control térmico comparado con el material de referencia en el H2.	104
Gráfico 12. Prueba de control térmico comparando el material de referencia en el H3.	105
Gráfico 13. Prueba de control térmico comparando el material de referencia en el H4.	106
Gráfico 14. Espectra de raman dispersivo en los materiales híbridos.	107

En el presente trabajo se abordó la investigación de materiales híbridos de metacrilato de metilo con dióxido de silicio (MMA-SiO₂). Los materiales híbridos se sintetizan *in situ* embebido partículas de sílice con la adición de un agente acoplante vía sol-gel, dentro de la matriz de MMA obteniéndose materiales transparentes. Los híbridos son usados en forma de recubrimientos, sobre sustratos de aluminio (7075). Los materiales híbridos se caracterizan mediante diferentes técnicas: espectroscópicas de Infrarrojo y Raman para determinar la estructura química, termogravimétricas para determinar las propiedades térmicas y mecánicas; la morfología de estos híbridos se realiza mediante microscopia electrónica de barrido y transmisión del nuevo material.

Los recubrimientos híbridos sobre los sustratos de aleación de Al 7075, se evalúan mediante pruebas de intemperismo acelerado, abrasión, dureza, adherencia obteniéndose resultados que permiten la posible aplicación aeroespacial en el campo de la aeronáutica.

Los recubrimientos son uno de los productos más importantes y comercialmente disponibles que utilizan el proceso sol-gel. El procesamiento sol-gel produce materiales de recubrimiento con mejor pureza, flexibilidad, transparencia y homogeneidad en comparación con los procesos convencionales de alta temperatura. (C. J. & G. W. , 1990).

De una manera muy general, en el proceso sol-gel se parte de precursores organometálicos en solución, llevando a cabo de hidrólisis, para continuar con una polimerización por condensación que conduce a la formación de un gel. En la reacción entre los alcóxidos, en la primera etapa de síntesis, se forman complejos homopolares o heteropolares. La hidrólisis y la policondensación completan la descomposición química y modificación de la red hasta que se forma el óxido.

Algunas aplicaciones en la tecnología de este proceso son: monolitos, polvos, granos, esferas, fibras, composites, geles y membranas porosas, además de películas delgadas y recubrimientos, con los cuales pueden recubrir interior y/o exteriormente objetos con formas complejas, con espesores delgados, uniformes sobre grandes áreas, con muy buena adherencia aplicados sobre metales, plásticos y cerámicos (González, Hernández Pérez, Ruiz, & Martínez , 2000).

Estos recubrimientos son apropiados para la protección frente a la corrosión y confieren propiedades ópticas interesantes a la superficie del material dando lugar a propiedades reflectantes, no lineales, de luminiscencia, termo crómicas, foto crómicas, electrocrómicas entre otras (Villegas, Rincón, García-Heras, & Romero, 2002).

En este trabajo se estudiaron las propiedades de morfología, dureza, adherencia, la resistencia a las diferentes condiciones ambientales; como humedad y temperatura, de recubrimientos de óxido de silicio-metacrilato de metilo elaborados mediante el proceso sol-gel, aplicados sobre sustratos de aluminio utilizando un equipo Film Casting Knife.

En los materiales poliméricos de uso aeronáutico (E. & I., 2008) se deben controlar ciertas propiedades como estabilidad estructural, resistencia térmica, y aunque los polímeros orgánicos son particularmente susceptibles al ataque del átomo de oxígeno, por lo que es conveniente incorporar otro material que proporcione estas propiedades requeridas para uso aeroespacial. Por tal razón es necesario incorporar un material inorgánico para contrarrestar este ataque de oxígeno atómico. Una propuesta que se ha estudiado es el uso de partículas de SiO_2 que es relativamente no reactivo con el oxígeno atómico (Minton, y otros, 2010). Además, se ha estudiado que la incorporación de partículas de sílice ha mejorado la estabilidad térmica y ha permitido tener una resistencia mecánica y corrosiva de algunos polímeros orgánicos (Hernández Padrón, García Garduño, & Rojas González, 2010).

La incorporación *in situ* por el método sol-gel de partículas inorgánicas una matriz polimérica ha sido más efectiva (Hernández, 2005), lo que nos permite diseñar las propiedades finales del material híbrido ya que desde el inicio de la reacción se pueden controlar las condiciones experimentales, es decir, este método nos permite producir materiales a la “carta”. En la industria aeroespacial existe la necesidad de contar con un material con propiedades tales que puedan soportar condiciones ambientales tales como temperatura, abrasión y humedad. El objetivo de este trabajo de investigación es diseñar un recubrimiento híbrido que consiste en embeber partículas de SiO_2 en una matriz de metacrilato de metilo (MMA) sintetizado a través del proceso sol-gel.

Objetivo general

Preparar y caracterizar un recubrimiento de un material híbrido de MMA-SiO₂ sobre un sustrato de aleaciones de aluminio mediante la técnica de sol gel y pruebas en laboratorio que permitan establecer si el material propuesto cumple los estándares establecidos en el sector aeronáutico.

Objetivos particulares

1. Realizar la síntesis *in situ* del material híbrido por el proceso sol-gel usando el monómero de MMA para generar un material híbrido.
2. Caracterizar del material híbrido (MMA-SiO₂) mediante:
 - a) Espectroscopía de Infrarrojo con transformada de Fourier (FT-IR) y Raman Dispersivo para determinar que las bandas características de los materiales formados.
 - b) Microscopía electrónica transmisión para determinar la morfología.
 - c) Análisis Termogravimétrico (TGA y DSC) para determinar sus propiedades térmicas
3. Hacer el recubrimiento en los sustratos de aleaciones de aluminio (7075) con el material MMA-SiO₂ para someterlos a pruebas mecánicas, medir su dureza, la adherencia que tiene sobre los sustratos y la abrasión.
4. Realizar ensayos de resistencia térmica y analizar a través de espectroscopia de Raman dispersivo que el recubrimiento híbrido conserve sus bandas características.
5. Probar en Cámara de Niebla Salina la resistencia que tiene el recubrimiento a la corrosión y desprendimiento del material cumpliendo con la norma ASTM D 1654-05.

Mediante la técnica de sol-gel se creará un material híbrido que combine las propiedades de los precursores, formado por la fase inorgánica de partículas silicio embebidas en una matriz de metacrilato de metilo, utilizando un agente acoplante para unir estas dos fases. Por lo cual serán capaz de resistir las diferentes condiciones ambientales como temperatura, humedad y abrasión además de lograr adherirse al sustrato de aleaciones de aluminio 7075-T6 y cumplir con las especificaciones que se requieren dentro de la industria aeronáutica.

1.1. Polímeros

1.1.1. Breve introducción

En 1920 el químico alemán Hermann Staudinger creó el concepto de macromolécula; la cual proviene del griego y significa molécula larga, así quitando ambigüedad.

Hoy en día se ocupa de forma indiferente con la palabra polímero, aunque estrictamente no son sinónimos (Encyclopedia Britannica, 2009), los polímeros son macromoléculas formadas por la unión de grandes cantidades de moléculas mucho más pequeñas. Las pequeñas moléculas que se combinan entre sí para formar moléculas de polímero se denominan monómeros, y las reacciones por las cuales se combinan se denominan polimerización.

Por ejemplo, el material comercialmente poli (metacrilato de metilo) está hecho del monómero metacrilato de metilo. La unidad de repetición en el polímero generalmente corresponde al monómero a partir del cual se hizo el polímero. El tamaño de una molécula de polímero puede definirse por su masa o por el número de unidades repetidas en la molécula (W. Nicholson, 2006).

Puede haber miles de monómero unidos en una molécula de polímero (O'dian, 2004). Estas moléculas grandes pueden ser lineales, ligeramente ramificadas o altamente interconectas Figura 1.

Cuando los polímeros están unidos unos a otros en puntos diferentes a los extremos de la cadena (K., 2015), los polímeros se dicen que se encuentran entrecruzados. En entrecruzamiento puede darse durante el proceso de polimerización utilizando los monómeros adecuados, o se puede dar a través de reacciones químicas, una vez concluida la polimerización (Callister & Rethwisch, 2011). Cuando el grado de entrecruzamiento es lo suficientemente alto, se produce una red tridimensional o una red espacial cuando todas las cadenas de polímero dentro de la muestra se unen para formar una molécula de gran tamaño.

También se pueden clasificar de acuerdo con el número de unidades que se repiten a lo largo de la cadena, esto permite clasificarlo como homopolímeros a aquello que están formado por una sola unidad y como hetero polímeros o copolímeros a aquellos que poseen dos o más unidades de repetición que conforman la cadena.

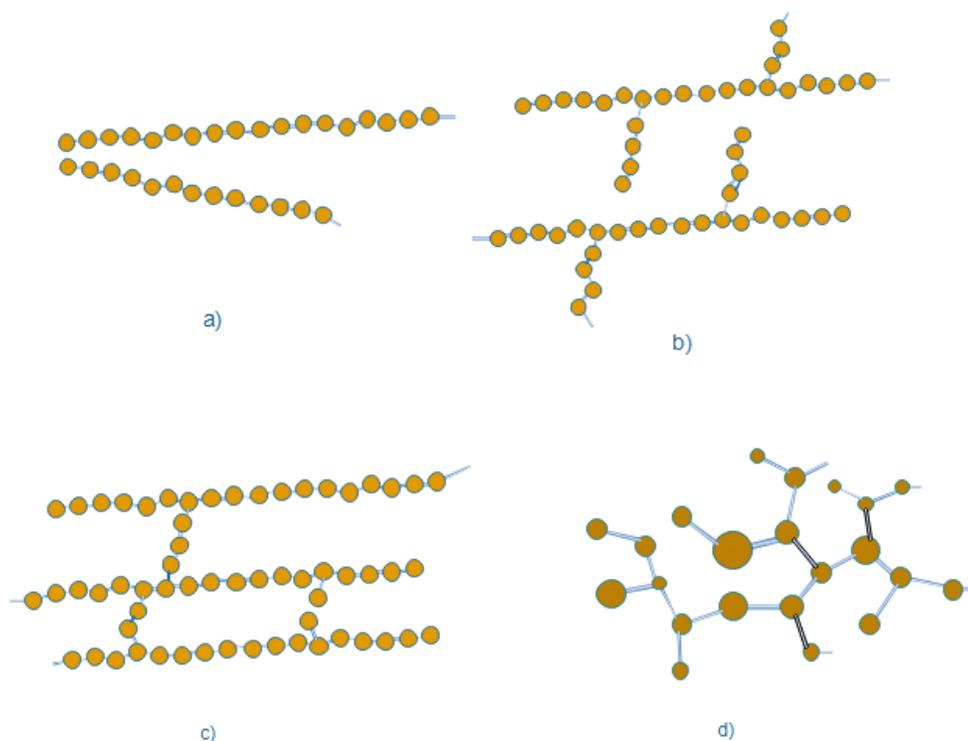


Figura 1. Representación esquemática de las estructuras moleculares a) lineales, b) ramificadas, c) entrecruzado, d) red tridimensional.

Finalmente, existe una clasificación adicional que los divide dependiendo de su comportamiento mecánico (curvas de esfuerzo-deformación) en plásticos (rígidos/flexibles), fibras y elastómeros.

- Los plásticos rígidos y fibras son resistentes a la deformación y se caracterizan por altos módulos de Young y bajos porcentajes de elongación, por lo que los polímeros deben de ser muy cristalinos y contener polares con altas fuerzas intermoleculares.
- Los elastómeros son polímeros que fácilmente sufren una deformación y que presentan largas elongaciones las cuales son reversibles bajo muy poca deformación, es decir son elásticos; para esto los polímeros deber ser completamente amorfos con una baja temperatura de transición vítrea y pocas fuerzas intermoleculares que permitan la movilidad de la cadena.
- Los plásticos flexibles se encuentran en un comportamiento y características intermedias de los anteriormente descritos (Zhang, Shi, & Wu, 2013).

Existen dos grupos grandes de reacciones de polimerización: como lo son las reacciones de adición y de condensación, y los polímeros obtenidos por cada una de estas vías se conocen como polímeros de adición y polímeros de condensación. En los polímeros de adición la unidad estructural de repetición tiene la misma composición que la del monómero de partida. El grupo más importante de polímeros de adición corresponde a los formados a partir de monómeros que contienen un doble enlace carbono-carbono, como es el caso, por ejemplo, el poli (metacrilato de metilo) Figura 2.

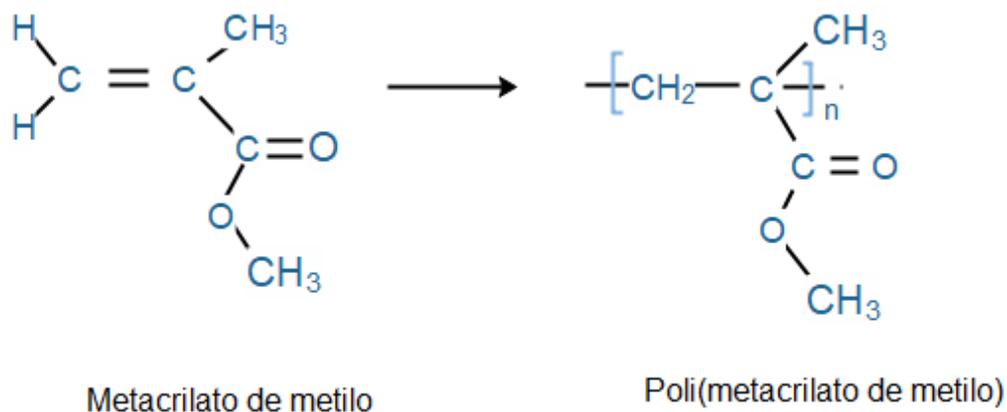


Figura 2. Estructura química del metacrilato de metilo (lado izquierdo) y de poli-metacrilato de metilo (lado derecho).

Dentro de los polímeros de adición también cabe destacar aquellos que se obtienen a partir de monómeros cíclicos, como el caso del poli (óxido de etileno) (POE). Los polímeros de condensación se forman a partir de monómeros polifuncionales a través de diversas reacciones con la posible eliminación de alguna pequeña molécula, tal como el agua. Un ejemplo típico es la formación de las poliamidas a partir de la reacción de diaminas y ácidos dicarboxílicos.

En la Tabla 1 se muestran algunos polímeros de adición y en la Tabla 2 los de condensación que son de uso muy común, sus abreviaturas y sus unidades estructurales de repetición.

Tabla 1. Polímeros de adición de uso frecuente.

POLÍMERO	ABREVIATURA	UNIDAD DE REPETICIÓN
Polietileno	PE	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$
Polipropileno	PP	$ \begin{array}{c} -\text{CH}_2-\text{CH}- \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} $
Poliestireno	PS	$ \begin{array}{c} -\text{CH}_2-\text{CH}- \\ \\ \text{C}_6\text{H}_5 \end{array} $
Poli (cloruro de vinilo)	PVC	$ \begin{array}{c} -\text{CH}_2-\text{CH}- \\ \\ \text{Cl} \end{array} $
Poliacrilonitrilo	PAN	$ \begin{array}{c} -\text{CH}_2-\text{CH}- \\ \\ \text{C}\equiv\text{N} \end{array} $
Poli (metacrilato de metilo)	PMMA	$ \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}- \\ \\ \text{COOCH}_3 \end{array} $
Polibutadieno (1.4 -cis)	PB	$ \begin{array}{c} -\text{CH}_2 \quad \text{CH} \quad \text{CH} \quad \text{CH}_2- \\ \quad \quad \quad \backslash \quad / \\ \quad \quad \quad \text{CH} \quad \text{CH} \end{array} $

Tabla 2. Polímeros de condensación de uso frecuente.

POLÍMERO	ABREVIATURA	UNIDAD DE REPETICIÓN
Poliéster		$-R - OCO - R' - COO -$
Poliamida	PA	$-NH - R - NHCO - R' - CO -$
Policarbonato	PC	
Poli (tereftalato de etilen glicol)	PET	
Poliuretano	PU	$-NH - COO - R - OCO - NH - R' -$
Resina de Fenol-formaldehído		

1.1.2. Materiales híbridos

El término *material híbrido* es muy amplio y engloba a un elevado número de sólidos, tan diferentes entre sí como polímeros de coordinación de alta cristalinidad o compuestos amorfos obtenidos a través de procesos sol-gel. En su sentido más general, un material híbrido se define como aquel que incluye en su

composición al menos dos tipos de fracciones o unidades de diferentes naturalezas, siendo, normalmente, una orgánica y otra inorgánica, las cuales se combinan a escala nanométrica (Kickelbick, 2007).

La incorporación de moléculas orgánicas en materiales inorgánicos data de 1984, cuando Avnir y colaboradores incorporaron la rodamina 6G en una matriz de sílice preparada vía sol-gel. En 1985 Wilkes y colaboradores prepararon materiales híbridos orgánicos–inorgánicos utilizando mezclas de tetraetilortosilicato (TEOS) y polimetilsiloxano.

En la última década ha aumentado considerablemente la demanda de materiales con propiedades fisicoquímicas específicas, hecho que ha motivado a los investigadores a dirigir sus esfuerzos hacia el diseño de sólidos nanoestructurados híbridos. En este sentido, se han preparado materiales multicomponente formados por óxidos inorgánicos, moléculas orgánicas, complejos metálicos o incluso polímeros (Dag, Grondey, Yoshina-Ishii, Asefa, & MacLachlan, 2001). Dichos materiales son empleados en un amplio número de aplicaciones que pueden ir desde las más convencionales como catálisis, adsorción, recubrimientos, etc.

En los sólidos orgánicos-inorgánicos se combinan las ventajas de los materiales inorgánicos, como son su elevada estabilidad mecánica, térmica y estructural, sin perder las características de las moléculas orgánicas, es decir, flexibilidad y funcionalidad.

Una definición más detallada de los materiales híbridos se puede realizar atendiendo la naturaleza química de las interacciones que se establecen entre los fragmentos orgánicos e inorgánicos que conforman su estructura (Dag, Grondey, Yoshina-Ishii, Asefa, & MacLachlan, 2001). Se ha establecido una clasificación general donde se diferencian dos tipos de materiales híbridos.

- Clase I: Corresponde a sistemas híbridos en los cuales moléculas orgánicas como colorantes o monómeros orgánicos como el MMA son incluidos en los poros de la matriz inorgánica. La interacción entre estas moléculas orgánicas y la superficie de la matriz se produce a través de enlaces débiles de tipo Van der Waals, puentes de hidrogeno interacciones iónicas Figura 3.

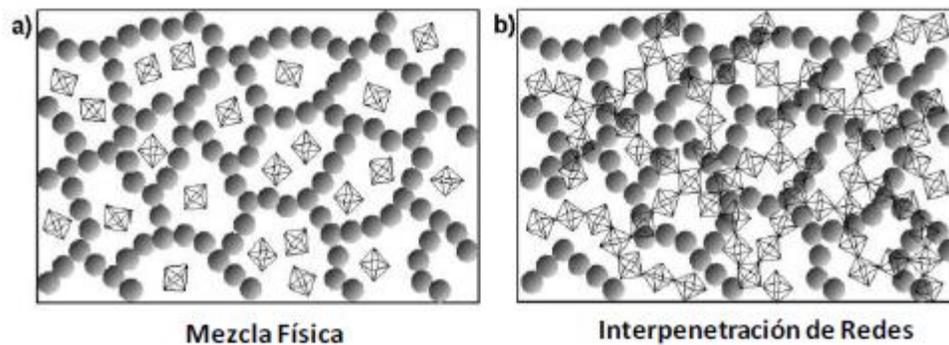


Figura 3. Híbridos Clase I

- Clase II: Los restos orgánicos están enlazados a la superficie inorgánica de manera covalente. Este tipo de materiales se preparan a partir de precursores de silicio monos sustituidos/di sustituidos ($R'_x - Si + (OR)_{4-x}$) donde los grupos orgánicos R' no hidrolizables permanecen unidos al silicio en la matriz finalmente obtenida Figura 4.

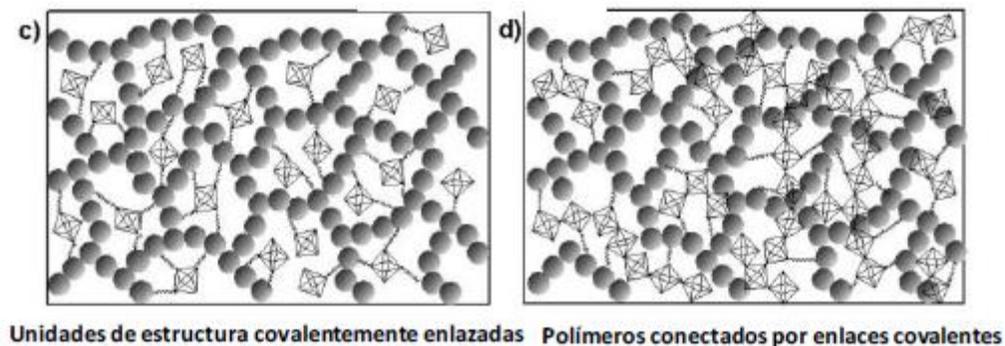


Figura 4. Híbridos clase II

Con frecuencia suelen utilizar indistintamente los términos materiales híbridos y nanocompositos, no está clara la frontera entre ambos tipos de

compuestos. En general, se pueden afirmar que el concepto global de *materiales híbridos*, son aquellos sólidos formados por más de dos componentes, engloba también al de los *nanocompositos*, este último concepto normalmente aplicado a los materiales en los que, al menos uno de sus componentes está basado en unidades estructurales discretas dentro del rango nanométrico embebidas en una matriz polimérica. El término *materiales híbridos*, aunque es un concepto general, se suele usar más asiduamente cuando las unidades o fragmentos estructurales inorgánicos se forman *in situ* durante el proceso de síntesis, a través, en la mayoría de los casos por el proceso sol gel (Shea & Loy, 2001).

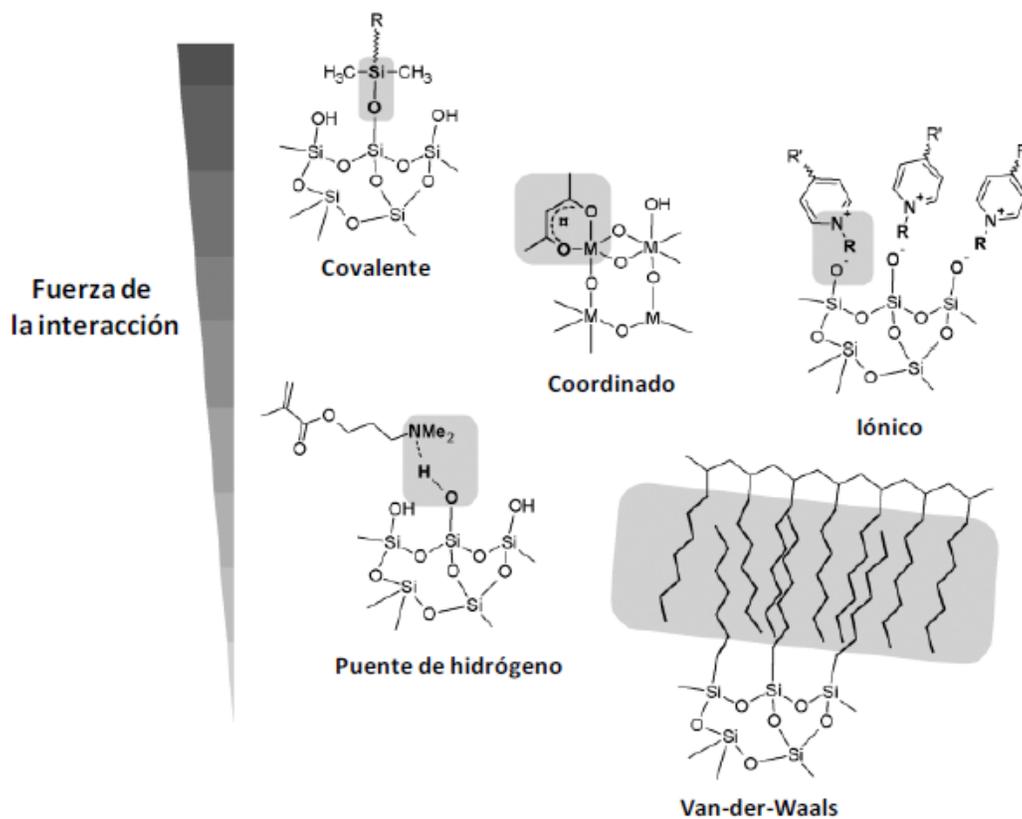


Figura 5. Interacciones presentes en materiales híbridos relacionadas con su fuerza relativa.

1.1.3. Tipos de unidades estructurales

Para la preparación de materiales híbridos es necesaria la combinación adecuada de unidades estructurales de naturaleza orgánica e inorgánica, existe la posibilidad de emplear precursores en los que ya se encuentran conectados, previamente al proceso de síntesis, dichos fragmentos.

Unidades estructurales inorgánicas

La obtención de sólidos orgánicos-inorgánicos, tanto de Clase I como de Clase II, está fundamentada en la incorporación en la red cristalina de, normalmente, uno de estos tres tipos de unidades de estructura de naturaleza inorgánica: Silanos y sus derivados, especies metálicas, entre las que incluyen nanopartículas, y láminas inorgánicas Figura 6.

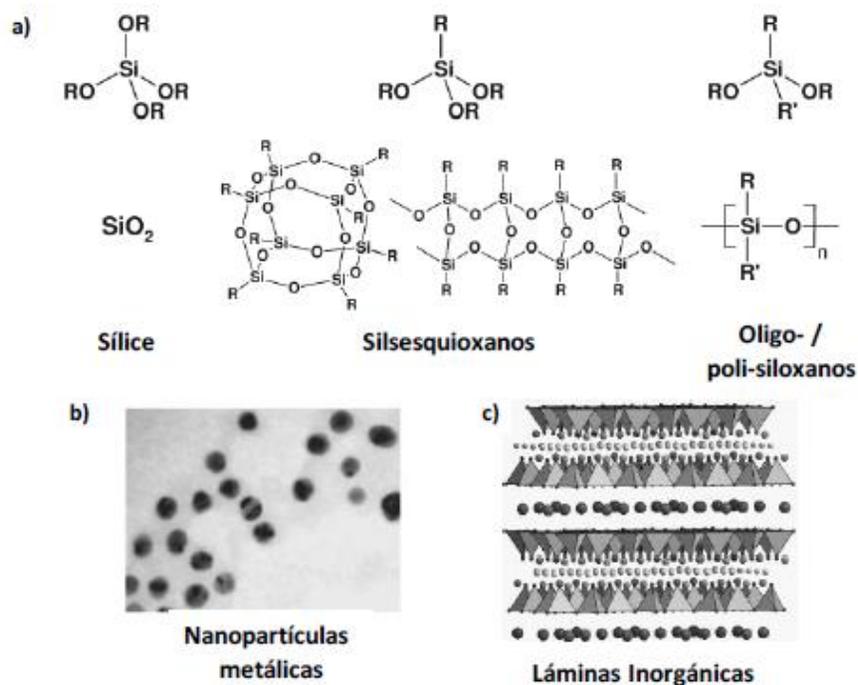
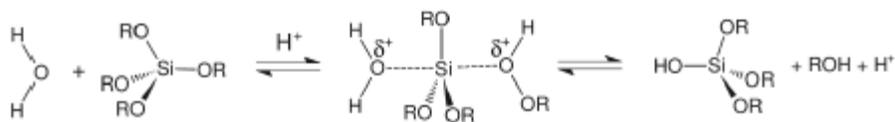


Figura 6. Unidades estructurales inorgánicas: (a) Silanos y derivados, (b) nanopartículas (c) precursor laminar.

Catálisis ácida



Catálisis básica

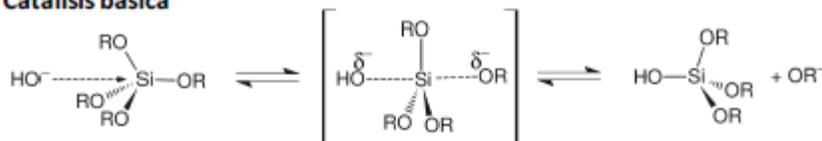


Figura 7. Unidades de Siloxanos, precursores de materiales híbridos organosilicio basados en tetraedros SiO_4 , obtenidas a través de hidrólisis ácida o básica.

Unidades estructurales orgánicas

La preparación más simple de materiales híbridos viene dada por la incorporación de pequeñas moléculas orgánicas en las cavidades de matrices inorgánicas porosas. No obstante, se han empleado moléculas más complejas, tales como oligómeros, polímeros o incluso, enzimas como componentes de materiales híbridos. Entre las principales unidades estructurales de naturaleza orgánica se encuentran moléculas de reducidas dimensiones, macromoléculas y otro tipo de unidades discretas que se detallarán a continuación:

- Moléculas orgánicas de dimensiones reducidas

En la modificación de redes cristalinas inorgánicas por moléculas orgánicas sencillas reside el origen de los denominados materiales híbridos (Wigth & Davis, 2002). La posibilidad de alterar la composición de las moléculas orgánicas con grupos siloxano facilitaría su integración, a través de procesos de hidrólisis y condensación, en el entramado estructural inorgánico, obteniendo, materiales híbridos más estables de Clase II Figura 8.

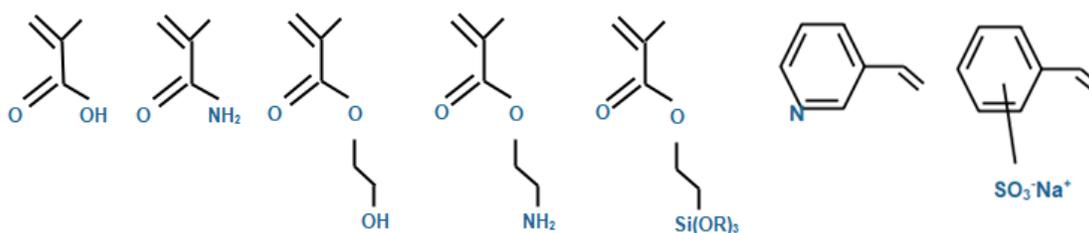


Figura 8. Ejemplos de moléculas orgánicas de reducidas dimensiones que interaccionan de manera óptima con matrices inorgánicas hidrófilas.

1.1.4. Unidades estructurales orgánicas-inorgánicas: disilanos

Un tercer tipo de unidades estructurales, empleadas para la generación de materiales híbridos, serían aquellas en las que diferentes segmentos orgánicos e inorgánicos se encuentran previamente enlazados, a través de interacciones covalentes, constituyendo el monómero de partida. La utilización de este tipo de precursores en el proceso de síntesis facilita la preparación de materiales híbridos estables y homogéneos, ya que la interacción entre fragmentos orgánicos e inorgánicos se traslada directamente desde el monómero inicial hacia el sólido finalmente obtenido. Este hecho evita la separación entre las diferentes fases que componen el material, integrando de manera efectiva en su red estructural (Loy, 1995).

1.1.5. Agente acoplante

Muchos tipos de recubrimientos orgánicos pierden hasta el 85% de su adhesión inicial bajo condiciones de humedad, también los adhesivos muestran una marcada pérdida de fuerza de adhesión en agua, así como los composites reforzados de fibra de vidrio se degradan rápidamente. Para mejorar la fuerza de enlace inicial entre los adhesivos o recubrimientos y el sustrato, pueden usarse promotores de adhesión cuya función puede ser mejorar el mojado del sustrato o crear enlaces secundarios por fuerzas de Van der Waals, interacciones dipolo-dipolo, puentes de hidrógeno o reacciones ácido-base. Por lo cual podemos definir

un agente acoplante como “un compuesto capaz de reaccionar químicamente tanto con el polímero como con el sustrato”, aun cuando hay cierta evidencia de que la reacción con el polímero no es necesariamente un pre-requisito.

1.1.6. Métodos de síntesis

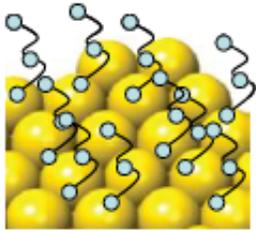
La preparación de materiales híbridos puede llevarse a cabo, utilizando las unidades estructurales antes consideradas, a través de diferentes métodos de síntesis que implican desde una simple mezcla física de reactivos hasta métodos más sofisticados para obtener materiales híbridos a escala nanométrica, favoreciéndose de este modo la conexión homogénea entre los diferentes segmentos orgánicos e inorgánicos, con el objetivo de preparar sólidos en los que se detecte separación de fases y, por lo tanto, en los que no existan problemas interfaciales.

Durante la revisión de las principales unidades estructurales ya se ha puesto de manifiesto que tanto el ensamblaje directo, así como la generación *in situ* de las mismas son los dos métodos más efectivos para obtención de materiales híbridos orgánicos-inorgánicos de Clase II (Sanchez, y otros, 2001).

1.1.7. Ensamblaje directo

Para este proceso, la preparación de materiales híbridos se lleva a cabo por la unión directa entre diferentes unidades estructurales formadas previamente. Este tipo de síntesis permite realizar un diseño *a priori* bastante acertado del material final que se va a obtener, en el cual las propiedades morfológicas y fisicoquímicas de los monómeros iniciales se mantienen invariables. Podríamos definir algunos ejemplos representativos obtenidos por esta vía, como las nanopartículas o nano clústeres metálicos que poseen grupos orgánicos que se encuentran anclados en la superficie como se muestra en la Figura 9 (Mochizuki, Kowata, & Kuroda, 2006).

Nanoclústeres Metálicos Funcionalizados



Precursores Laminares Funcionalizados con Organosilanos

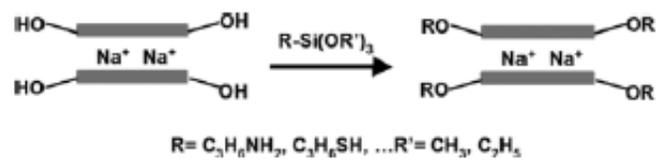


Figura 9. Materiales híbridos obtenidos por ensamblaje directo de unidades estructurales.
(Mochizuki, Kowata, & Kuroda, 2006)

1.1.8. Formación in situ de unidades de estructura

Mediante este método se preparan materiales híbridos a través de la generación *in situ* de una o varias de las unidades estructurales que intervienen durante el proceso de preparación, las cuales acaban integrándose en el entramado estructural de los sólidos de los que forman parte.

Normalmente, cuando se usan precursores organosilicio, los grupos Si-X son modificables durante la hidrólisis, formando silanoles (Si-OH) inestables que condensan entre sí para generar grupos Si-O-Si. En las primeras etapas de este proceso se forman oligómeros, polímeros e, incluso, compuestos cíclicos en forma de coloides que constituyen el denominado *sol*. Después de esto, aparecen partículas sólidas que se ensamblan entre sí para formar el *gel*. Este mecanismo está catalizado por ácidos o bases que influyen en la velocidad del proceso de condensación Figura 10.

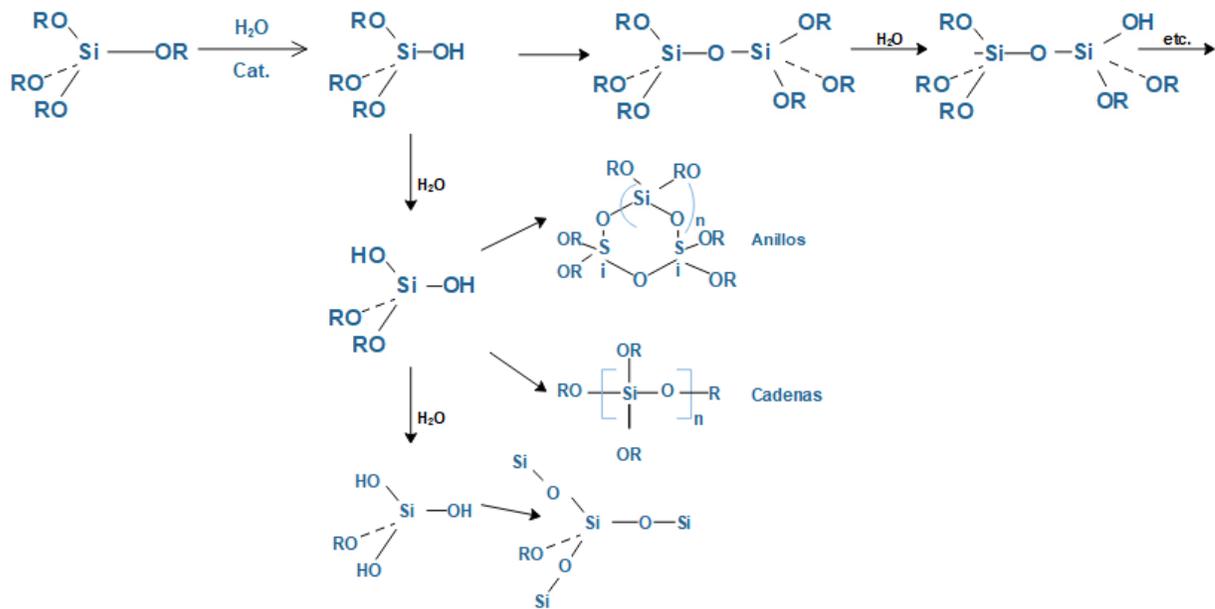


Figura 10. Etapas principales de un proceso sol-gel iniciado a partir de tetraalcoxisilanos.

1.2. Síntesis de matriz polimérica in situ

Las propiedades de un nanocompuesto están determinadas en gran medida por la matriz, que en este caso particular es un material polimérico. Los polímeros proporcionan un excelente soporte para las nanopartículas, protegiéndolos de la degradación física/química y facilitando su manejo/procesamiento. La síntesis controlada de polímeros en presencia de nanopartículas inorgánicas permite un control estricto de las propiedades físicas/químicas de la matriz. También permite una buena dispersión de las cargas, dando como resultado nanocompuestos homogéneos de fácil procesamiento y bajo costo de producción.

1.2.1. Polimerización por dispersión

En la polimerización en dispersión, el iniciador y los monómeros son solubles en la fase continua. La reacción de polimerización se produce en presencia de un estabilizador (Painter & Coleman, 1997). En la preparación de

nanocompuestos utilizando esta técnica, las cargas inorgánicas se dispersan en el medio de reacción o en el monómero, y solo entonces comienza la polimerización de la matriz.

1.2.2. Polimerización por emulsión

El uso de la técnica de polimerización en emulsión para preparar materiales híbridos que requieren un control estricto de varios parámetros que pueden ser determinadas en la formación de nanocompuestos. El medio continuo en este tipo de polimerización es usualmente agua. El proceso implica un iniciador soluble en fase continua, un tensioactivo y monómeros insolubles o poco solubles en agua, que están en forma de gotas estabilizadas con tensioactivos (Liu, Gao, Wang, & Wu, 2000). La reacción de polimerización ocurre preferiblemente en las partículas de polímero en crecimiento y dentro de las micelas de tensioactivo, pero también puede ocurrir parcialmente en la fase continua. Las dos últimas posibilidades dan lugar a partículas de polímero libres.

La principal ventaja de este método es que permite cierto control sobre la distribución de masa y peso moleculares del polímero por factores variables tales como la concentración de iniciador y/o tensioactivo las partículas poliméricas resultantes tienen una forma y tamaño específicos (Painter & Coleman, 1997).

1.3. Técnica Sol-Gel

Por "Sol Gel" se entiende por cierto número de procesos que involucran una solución o sol que sufre una transición de sol a gel; es decir; que permite la preparación de materiales sólidos a partir de pequeñas moléculas coloidales precursoras en una suspensión.

La aparición del Sol Gel fue al principio muy progresiva y curiosamente, las diferentes motivaciones iniciales no fueron de naturaleza práctica, si no técnica.

Este proceso fue descubierto a mediados del siglo XIX por Ebelmen y Gram sobre geles de sílice. Ebelmen preparó el primer metal alcóxido de SiCl_4 y alcohol, encontrando que el compuesto se gelaba si se exponía a la atmósfera.

En paralelo Gram observó que la hidrólisis TEOS bajo condiciones ácidas producía SiO_2 en forma similar a la del vidrio con la diferencia que el tiempo de secado era hasta de un año o más para evitar que los geles de sílice se fracturaran en su interior a polvo fino. Por lo que consecuentemente existiera poco interés por estos investigadores.

Fue hasta los años 30's que el investigador Geffcken descubrió que los alcóxidos podían ser usados en la preparación de películas de óxido. Para poder pasar de un sol a un gel se necesitan dos reacciones fundamentales que son la hidrolización y la polimerización. El material se consolida al evaporarse los líquidos residuales dejando un material poroso formado por cadenas tridimensionales interconectadas que se extienden de forma termodinámicamente estable a través de un medio líquido. Cuando las cadenas sólidas están formadas por partículas coloidales de un sol, entonces se dice que el gel es coloidal. Si, por el contrario, las cadenas sólidas están formadas por la unión de macromoléculas poliméricas coloidales que se unen para formar el gel, dicho gel se denomina polimérico (Shea & Loy, 2001).

1.3.1. Proceso Sol Gel

El proceso de sol-gel involucra la evolución de redes inorgánicas a través de la formación de una suspensión coloidal (sol) y gelación del sol para formar una red de una fase líquida continua (gel). Los precursores para la síntesis de estos coloides de un elemento metal o metaloide con varios enlaces reactivos. Los alcóxidos metálicos son conocidos por su rápida reacción con el agua; siendo los alcoxisilanos tales como el tetrametilortosilicato y tetraetilortosilicato (TMOS y

TEOS respectivamente) siendo estos dos los más utilizados (González-Hernández, Pérez-Robles, Ruiz, & Martínez , 2000).

Las reacciones de hidrólisis de los alcóxidos pueden ser controladas a través de los parámetros en la formación de polímeros metaloxanos adecuados para la preparación de fibras, películas y monolitos. Actualmente, la técnica sol-gel es un área muy extensa, la diversidad de materiales posibles y sus potenciales aplicaciones son (Strawbridge & James, 1986):

1. Películas delgadas o recubrimientos: Aplicaciones ópticas, electrónicas, protectivas o recubrimientos o películas delgadas porosas. Este proceso experimental consiste en preparar una solución que contiene el óxido o no-óxido deseado; este se aplica a un sustrato por rotación, inmersión o desecación. Con este proceso es posible aplicar un recubrimiento al interior y al exterior de un objeto de forma compleja simultáneamente. Las películas son típicamente de espesores que se expresan en micras, uniformes sobre grandes áreas y con buena adherencia. Pueden aplicarse recubrimientos a diversos materiales como: metales, plásticos y cerámicos. Típicamente, los recubrimientos se aplican a temperatura ambiente, aunque la mayoría necesitan calcinarse y densificarse mediante tratamientos térmicos. Se pueden observar recubrimientos tanto amorfos como cristalino. Por estos motivos, la técnica sol-gel no solo puede ser una alternativa a las técnicas establecidas de crecimiento de películas en algunos casos, sino que ha demostrado ser una alternativa comercialmente viable.
2. Monolitos: Materiales en volumen secos sin fracturas. Aplicaciones en componentes ópticos, súper-aislamiento transparente y vidrios de expansión ultra lenta.

3. Polvos, granos y esferas: Uso de polvos como precursores cerámicos, granos abrasivos, aplicación de esferas densas o huecas ya sea cerámicas o vítreas.
4. Fibras: Obtenidas directamente de soles viscosos, usadas principalmente para refuerzo o fabricación de textiles refractarios.
5. Compuestos: Geles usados como matrices para compuestos reforzados con fibras o partículas y como anfitriones de fases orgánicas, cerámicas o metálicas.
6. Geles porosos y membranas: Aplicaciones resultantes de la habilidad de adaptar la porosidad de membranas delgadas, así como xerogeles o aerogeles.

Se debe escoger adecuadamente los tipos de reactivos a utilizar durante el proceso de sol-gel, como ya se mencionó el *sol* es una suspensión coloidal de partículas sólidas en un líquido, un alcoxi es un ligando formado al quitar un protón del hidroxilo en un alcohol. El primer paso para poder formar una suspensión coloidal es escoger correctamente el reactivo.

En el presente trabajo se utilizó de los alcóxidos de silicio disponibles, el TEOS como ya se mencionó es uno de los más utilizados, debido a que reacciona relativamente lento con el agua, llega al equilibrio como un silanol complejo y en un cuarto estado hidrolizado tiene una vida media de seis meses. Los otros dos ingredientes que forman el mayor volumen son el alcohol y el agua. La razón molar alcóxido, $K \left(R = \frac{H_2O}{TEOS} \right)$, es uno de los principales parámetros que afectan en el proceso sol-gel. Tan pronto como el TEOS es disuelto en etanol para hacerlo soluble en agua, comienzan las reacciones de hidrolización y polimerización. Las reacciones químicas son básicamente:

Por definición, podemos entender que en la condensación se libera una molécula pequeña, que podría ser de agua o alcohol. Este tipo de reacciones pueden continuar para construir más y mayores moléculas que contienen silicio. Un átomo metálico, M , con cuatros ligandos, $MR_2(OH)_2$, de los cuales dos son grupos no-reactivos R y dos son hidroxilos reactivos. Este compuesto solo puede polimerizar en forma de cadenas lineales o anillo. La polimerización del alcóxido de silicio puede conducir a una compleja ramificación del polímero, ya que un monómero completamente hidrolizado puede formar cuatro enlaces (tetrafuncional).

1.4. Polímeros híbridos orgánico-inorgánicos MMA-SiO₂

En la actualidad se disponen de un sinfín de polímero naturales y sintéticos que satisfacen las diferentes necesidades del ser humano. De gran interés son los polímeros de ingeniería y de especialidad, pues se proyecta que su consumo aumente notablemente a un ritmo promedio anual. Estos materiales encuentran un amplio uso en las diferentes áreas de la industria tal es el caso de los electrodomésticos, en la textil, en la automotriz y en la aeronáutica, entre muchos otros. Esto gracias a sus propiedades químicas, mecánicas, ópticas y térmicas que son excepcionales debido a su composición química y estructura. En general, es posible modificar tales características en los polímeros pueden mejorar en gran medida sus propiedades para obtener materiales con aplicaciones muy específicas.

Los polímeros tienen un bajo peso en comparación con el vidrio y tienen una incrementada resistencia al impacto, flexibilidad, rugosidad, además de baja absorción al agua y un alto índice de refracción. Su principal desventaja para la mayoría de sus aplicaciones es su superficie suave y, con ello, la baja resistencia al raspado y abrasión, conduciendo a la dispersión de la luz y a la disminución de la transmisión y calidad óptica. Para superar esos problemas “recubrimientos duros” transparentes, basados en poli-organo siloxanos. Consisten en una doble

red de polímeros en la cual el agrupamiento o estructural de este tipo son ligadas por grupos orgánicos o fragmentos de polímeros.

1.5. Historia de la aeronáutica

Para poder hablar de la historia de la industria aeronáutica en México, es necesario hablar también de sus orígenes aeronáuticos, que se remontan a los estudios de aerostación desde las épocas del Virreinato de la Nueva España, cuyo registro más antiguo data de 1784. Muchos de esos estudios llegaron a nuestro país por medio de espectáculos extranjeros, sin embargo, en 1842, siendo presidente de la nación Antonio López de Santa Anna, el ingeniero Benito León Acosta inició sus primeros ascensos en un globo aerostático.

No fue sino hasta finales del gobierno de Porfirio Díaz que se comenzó a reconocer en los estudios aeronáuticos una verdadera utilidad para fines militares. El 17 de diciembre de 1999 se nombró al teniente Federico Cervantes Muñoz Cano, para que fuera a Francia a realizar estudios sobre aerostación y lo necesario para la organización de una compañía de señales en el ejército (Hernández, 2015).

Con estos hechos además de otros más, se sembró la semilla de los estudios en materia aeronáutica en México, al inicio con fines demostrativos y de espectáculo, pero siempre bajo la consigna de un empleo para fines militares. Pero no fue hasta el año de 1913 cuando Victoriano Huerta, consiente de la importancia de contar con esta nueva tecnología, reunió a Miguel Lebrija, Horacio Ruiz, Juan Guillermo y Antonio Sánchez, a fin de hacer algunas pruebas aéreas, siendo este de gran importancia ya que algunos de estos primeros pilotos fueron los pioneros de la aviación civil en México (Nava Amezcua, 2016).

A partir de ese momento México se enfocó en crear instituciones que impulsaran no sólo a crear personal que pilote las naves, sino también el generar

una industria aeronáutica. La aviación mexicana se volvió totalmente autosuficiente; se construyeron aeronaves y refacciones para la conservación y mantenimiento de la flota aérea (Dávila, 2014).

A pesar de que México fue uno de los pioneros en la industria aeronáutica, en los últimos sesenta años ha tenido un gran atraso en cuanto a la creación de aeronaves, así como en su manufactura y producción de nuevas tecnologías.

El país actualmente ocupa el 10 lugar en manufactura aeroespacial y sexto como exportador mundial de componentes aeroespaciales. La industria aeronáutica representa un pequeño segmento del mercado global y es una de las más complejas e importantes del mundo.

De acuerdo con trabajos realizados por la Secretaría de Economía, en México se tienen identificados procesos de ensamble y manufactura de los siguientes productos:

- Componentes electrónicos y eléctricos
- Partes para motor
- Interiores de avión y equipos de emergencia
- Procesos, tratamientos y recubrimientos

En la industria aeronáutica se han establecido ciertos materiales y procesos de fabricación. Estas técnicas aceptadas ofrecen un papel especial a las tecnologías de recubrimientos, que mejoran las herramientas de corte para que cumplan con exigencias más estrictas y mejoren la calidad superficial de los componentes de precisión.

La industria aeronáutica es un campo que se caracteriza por sus cortos ciclos de desarrollo y producción: la utilización de metales de calidad y seguridad y normas medioambientales cada vez más rigurosas. En su esfuerzo por cumplir

con estos objetivos tan ambiciosos, la industria está inmersa en el proceso de reescribir las viejas definiciones de materiales, procedimientos y procesos.

1.5.1. Atmósfera o entorno planetario

Es indispensable conocer el entorno planetario terrestre debido a que las aeronaves, en la totalidad o parte de su vida operativa, realizan las misiones para las que fueron diseñadas.

La atmósfera terrestre es un complejo sistema que se encuentra en continuo cambio y, en general, las masas de aire que la forman se encuentran en movimiento. (Franchini & López, 2013).

La atmósfera es parte importante de lo que hace posible que la Tierra sea habitable. Bloquea y evita que algunos de los peligrosos rayos del sol lleguen a tierra, atrapa el calor, permitiendo que la tierra tenga una temperatura agradable y se puede clasificar de la siguiente manera (ver Figura 13) (GeoVulcano, 2014).

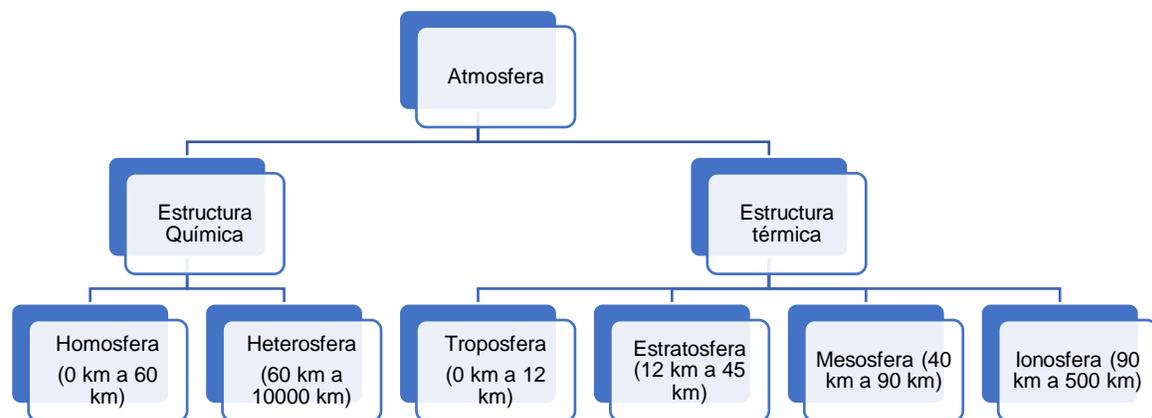


Figura 13. Clasificación de la atmósfera.

La estructura química de la atmósfera está formada por una mezcla de gases y cantidades muy pequeñas de partículas sólidas y líquidas, que recibe el nombre de aire. Atendiendo a la composición química del aire atmosférico se distingue la homosfera y la heterosfera.

La estructura térmica de la atmósfera es consecuencia directa del balance energético entre el sol y la tierra distribuyendo la temperatura. Se divide en cinco capas, la Figura 14 nos muestra la variación de la temperatura media con la altitud según la atmósfera estándar.

El vuelo de aeronaves comerciales, aviación ligera y deportiva, así como globos de recreo, tiene lugar en la troposfera.

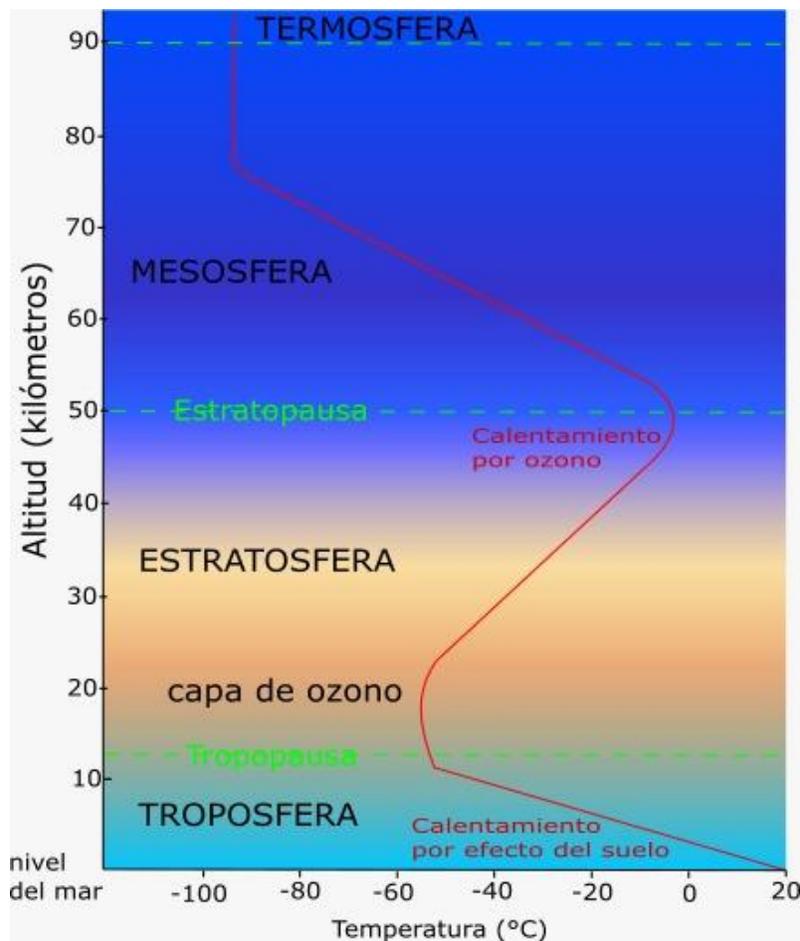


Figura 14. Variación de temperatura media con la altitud en la atmósfera terrestre. (España, s.f.)

1.5.2. Materiales utilizados en la industria aeronáutica

Desde los albores de la aviación se vio la necesidad de conseguir materiales ligeros, resistentes y con una serie de condiciones y cualidades mecánicas. Por otra parte, aún en los más primitivos sistemas de construcción, madera, bambú y lino, hacían falta colas y barnices resistentes, sólidos y seguros.

Las aleaciones de aluminio (Al) han sido el material principal del fuselaje de las aeronaves desde que se empezaron a usar en la década de 1920 (Polmear, 2005). El atractivo del aluminio es que se trata de un metal de costo relativamente bajo y peso ligero. Las aleaciones de aluminio-cobre (2021) y aluminio-zinc (7075 T6), son las principales aleaciones utilizadas en aplicaciones estructurales del fuselaje. La aleación de aluminio 2021 se utiliza en aplicaciones de tolerancia a fallos, tales como las superficies del ala inferior y la estructura del fuselaje de la aeronave comercial, mientras que las aleaciones de aluminio 7075 se utilizan donde se requiere mayor resistencia, tales como el ala superior (Arechaga, 2012).

En el campo de los barnices, los nitrocelulósicos desplazaron a los tradicionales al aceite para protección con que se construía la mayor parte del revestimiento de los aeroplanos, sin embargo, el primer uso de polímeros sintéticos en este campo aeroespacial fue el de utilizarlo en recubrimientos, como barnices, pinturas. La idea fue desarrollada por el austriaco Petrocz von Petroczy en 1912, propuso desarrollar una película transparente de "Emaillit", que se deriva del celuloide, muy semejante al barniz del mismo nombre.

Dentro de los métodos de protección para las aleaciones de aluminio existen diversas técnicas el anodizado, la conversión química, la modificación superficial con láser, entre otras. Aunque recientemente se ha presentado cierto interés por el método sol-gel, que permite la obtención de recubrimientos cerámicos que actúan como barreras físicas frente a los procesos de corrosión y

desgaste, empleando un equipamiento relativamente sencillo y con posibilidad de aplicación sobre sustratos complejos (Liu, Shan, Han, & Liu, 2008).

Entre las múltiples aplicaciones del proceso sol-gel una de las más atractivas es la deposición de recubrimientos o capas. De hecho, la primera patente (Jena Patente nº 736.422, 1939) relacionada con el proceso sol-gel fue en 1939, se basa en la obtención de recubrimientos de SiO_2 y TiO_2 . Mediante este proceso es posible llegar a recubrir sustratos tan variados como vidrios, cerámicas, metales e incluso plásticos.

La técnica de deposición más utilizadas con el centrifugado, la pulverización y la inmersión, comparadas con otros métodos de deposición convencionales como CVD, pulverización, evaporación/condensación, etc., las técnicas de deposición de soles se caracterizan por ser procesos puramente mecánicos que no necesitan un gran equipamiento, que se puede aplicar a sustratos con formas complejas y de gran tamaño, y sobre sustratos que no soporten tratamientos a alta temperatura, como es el caso de la mayoría de los metales.

Los recubrimientos están expuestos a velocidades que van desde los 450 km/h hasta los 1500 km/h. Otro factor importante a tener en cuenta es que los recubrimientos pueden estar sujetos a abrasión, debido a las partículas que impactan durante el vuelo, el despegue y aterrizaje.

Es importante cuidar las condiciones de adherencia lograda por los recubrimientos, así como su textura son de vital importancia en el campo aeronáutico esencialmente en los bordes debido a la humedad que genera un efecto cortante en los recubrimientos (García Vélez, 2019).

Aplicaciones

Los tipos de recubrimientos se pueden agrupar en primers (o imprimantes) que su base es de diferentes tipos de acuerdo con las recomendaciones del fabricante de la aeronave. Los primers son por lo general de tipo epóxico, algunos de amidas y otros de aminas o amino-amidas. Esta dependencia tiene origen también en la zona de la aeronave y tipo de superficie. Los acabados son de poliuretano base solvente en su mayoría, para su exteriores y poliuretanos base agua para superficies interiores.

En su mayoría los productos utilizados (pinturas o recubrimientos) dependen del tipo de superficie, de la exposición a elementos químicos o climáticos, de las exigencias de abrasión o impacto en superficies exteriores. En cuanto a la selección, la elasticidad, resistencia química, resistencia a la abrasión, resistencia al impacto, resistencia a fluidos hidráulicos, textura, dureza, adherencia y espesor, son los factores para tener en cuenta.

Para su aplicación se debe tener presente el porcentaje de sólidos, la temperatura de aplicación, la viscosidad de la mezcla, el tiempo de secado entre otros. (García Vélez, 2019).

Los sistemas actuales de protección contra la corrosión en el sector aeronáutico se basan en sistemas de pinturas multicapas, consiste de tres componentes como se muestran en la Figura 15. El primer componente es un recubrimiento de óxido de cromo sobre la superficie del metal a tratar, donde el cromo se deposita como cromo trivalente y éste es el agente de protección. Sin embargo, por la alta concentración de cromo trivalente se convierte fácilmente a cromo hexavalente el cual es altamente tóxico y cancerígeno (Azzi, Amirault, Paquette, Klemberg-Sapieha, & Martinu, 2010).

El segundo componente de los recubrimientos es un primer o capa orgánica con inhibidores (polímero/cromato de estroncio) y promotores de adhesión cuya

función es la unión entre el metal y el sistema de pintura. Tras este primario, los sistemas de pintura pueden contener distintas capas sucesivas.

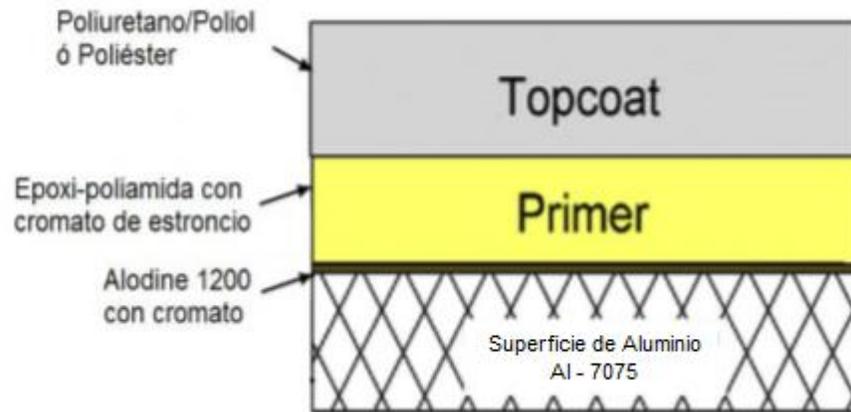


Figura 15. Composición de recubrimientos anticorrosivos empleados en la industria aeronáutica (Thomas, y otros, 2009)

Actualmente las principales compañías aeronáuticas han desarrollado alternativas a dichos pretratamientos crómicos, los cuales son procesos electroquímicos que no son posibles de utilizar en las operaciones de mantenimiento y reparación (Registration, 2006). Se ha propuesto el uso de Cerio/polímero (Danaee, Darmiani, Rashed, & Zaarei, 2014), nitruro de boro (Huang, Lo, Chao, & Whang, 2014) y recubrimientos cerámicos (Wei, Yan, & Tian, 2005). Los precursores de cerio más empleados son sales tales como el nitruro de cerio o bien cloruro de cerio, sales de alto costo.

Por otro lado, la sílice es un óxido con una excelente estabilidad química: no se descompone con ningún ácido excepto el ácido fluorhídrico, es inerte a sales y a la humedad, es estable térmica y mecánicamente. No existe un solo reporte de toxicidad de este material al contrario debido a su alta biocompatibilidad (Asefa & Tao, 2012).

Debido a las propiedades antes mencionadas de la sílice se propone investigar las condiciones óptimas para la obtención de recubrimientos base sílice/polímero sobre superficies de aleaciones de aluminio.

2. Métodos de caracterización

2.1. Caracterización estructural

2.1.1. Espectroscopia FT-IR

La espectroscopia infrarroja se basa en la medida de la absorción de radiación infrarroja por la muestra. La radiación absorbida corresponde a la frecuencia de vibración de los enlaces que forman parte de los grupos funcionales presentes en los fragmentos o unidades moleculares que componen la muestra, a los cuales va asociada una variación en el momento dipolar. Esta técnica de caracterización proporciona información estructural, superficial y de las propiedades ácido-base de los materiales en función de la región de frecuencias analizada, el uso muy generalizado en el estudio de materiales inorgánicos, ya que el número, la posición y la intensidad de las bandas están relacionados con la estructura, tipo del enlace y el número de especies activas en el rango infrarrojo.

La espectroscopia con transformada de Fourier (FT-IR) permite una mayor resolución que la espectroscopia infrarroja IR convencional. La técnica se fundamenta en las vibraciones que modulan el momento dipolar en las moléculas, ya que tiene lugar una absorción de radiación IR debida a transiciones energéticas en ciertos niveles vibracionales características de tensión o flexión, para cada grupo de átomos, las cuales se caracterizan por la intensidad y rango de frecuencias a las que se producen.

Los materiales híbridos preparados fueron analizados en el espectrofotómetro de infrarrojo, Thermo Scientific modelo NICOLET 6700 mediante la técnica de ATR (Reflectance Total Attenuated por sus siglas en inglés), que consiste en colocar la muestra sobre un cristal de diamante, haciendo presión suficiente entre la muestra y el cristal mediante un tornillo micrométrico.

Las condiciones a las que fueron corridas las muestras son 32 barridos y una resolución de 4 cm^{-1} .

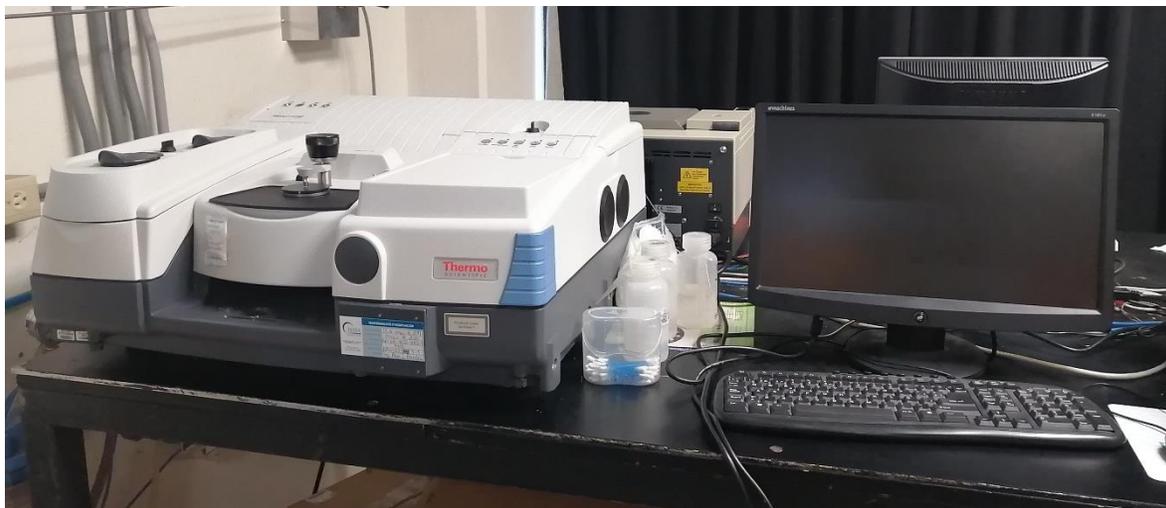


Figura 16. Equipo FT-IR THERMO SCIENTIFIC, Modelo NICOLET 6700.

2.1.2. Espectroscopia Raman Dispersivo

La espectroscopia Raman se fundamenta en la dispersión inelástica que sufren los fotones de una fuente de radiación monocromática, al interactuar con una muestra. Esta técnica permite obtener información acerca de estados vibracionales y rotacionales de los sólidos analizados y de los átomos que los componen, así como acerca de modos de vibración cuantizados de redes cristalinas como los fonones.

Los materiales híbridos preparados fueron analizados en un espectrofotómetro Raman Dispersivo con microscopio óptico. En este caso, las muestras son colocadas en un portaobjetos, se enfocan con el microscopio óptico y son observadas con un láser de 785 nm , una potencia de láser de 100 mW , un tiempo de integración de 8 s con 6 co-adiciones y $20\times$ de amplificación.

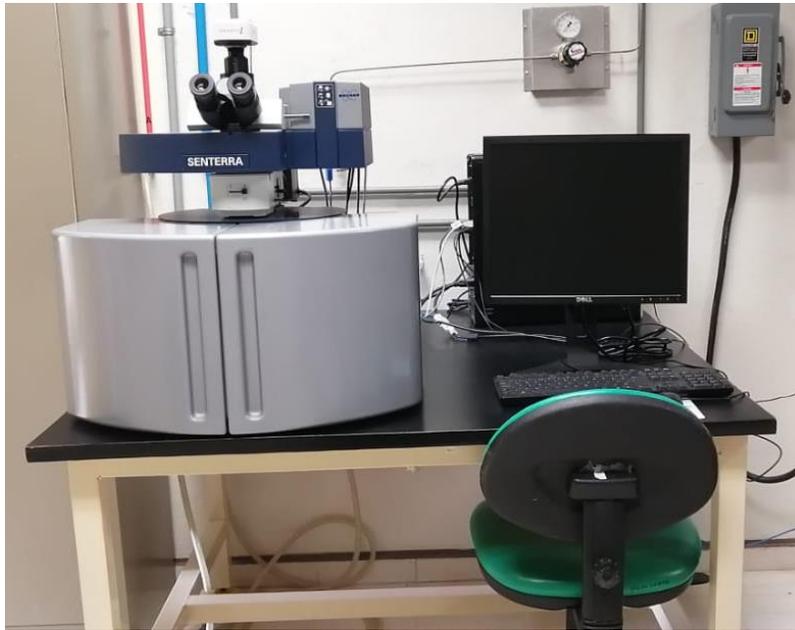


Figura 17. Equipo Raman Marca BRUKER, Modelo SENTERRA.

2.2. Caracterización Morfológica

2.2.1. Microscopía electrónica de barrido (MEB)

El microscopio electrónico de barrido MEB o SEM (por sus siglas en inglés: Scanning Electron Microscopy), desarrollado por el físico alemán Manfred von Ardenne en 1933 demostró que se podían recoger los electrones secundarios emitidos por la superficie de una muestra bombardeada por un haz de electrones (Ford & Bradbury, 2014). Siguiendo los principios básicos de óptica que han gobernado el desarrollo de la microscopia electrónica durante casi cuatrocientos años da información sobre la microestructura física mediante imágenes de morfología y topografía.

El microscopio electrónico de barrido es un instrumento que permite generar imágenes de una superficie, con una alta resolución y además con una apariencia en tres dimensiones, además permite realizar microanálisis para

determinar la presencia cualitativa o cuantitativa de elementos dentro de la muestra (Bozzola & Russell, 1999).

Los híbridos fueron observados en un microscopio electrónico de barrido Marca Jeol JMS, usando un voltaje de 20K y amplificaciones de entre 50 a 200X. La preparación de las muestras consistió en pegarlas unan cinta conductora a un pequeño porta-muestras de cobre y posteriormente recubiertas con carbón, (Yacamán & Reyes Gasga, 1995).

2.3. Caracterización Térmica

Se les conoce como análisis térmico al grupo de técnicas que miden una propiedad física de una sustancia y/o de sus productos de reacción en función de la variación de temperatura mientras la sustancia se somete a un programa de temperatura controlada.

2.3.1. TGA

El análisis termogravimétrico es una técnica que permite determinar y relacionar entre sí las pérdidas de peso (análisis termogravimétrico-TGA) que tiene lugar durante el calentamiento de la muestra a una temperatura programada, así como la naturaleza endotérmica y exotérmica de las mismas. Así, se puede determinar no solo las pérdidas de peso asociadas al agua y al material orgánico empleado en la síntesis de materiales, sino también cambios estructurales de una fase cristalina.

Se puede definir, básicamente, tres tipos de análisis termogravimétricos como se muestra en la Figura 18 podemos ver tres tipos de análisis dividido en tres gráficos representativas para cada sistema. En la parte superior se encuentra el análisis isoterma, nos muestra cómo es que la masa cambia a una temperatura constante. En el gráfico de en medio el análisis cuasi-isoterma, la muestra se calienta mientras la masa es constante y se la temperatura se va estabilizando

mientras se van produciendo los cambios de masa. En el grafico inferior está el análisis dinámico, en el que la muestra se calienta en una atmosfera determinada con una rampa de temperatura controlada.

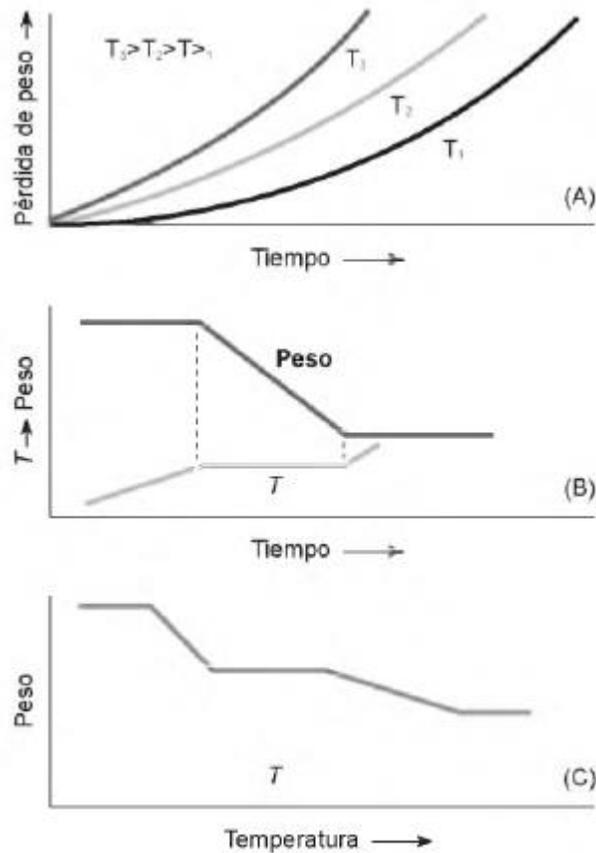


Figura 18. Tipos de análisis termogravimétrico.

Cada curva representa la variación de la masa en función de la temperatura y suministra información sobre la estabilidad térmica y la composición de la muestra original, la estabilidad térmica y composición de los intermedios que puedan formarse durante el análisis y de la composición del residuo que queda al final de este.

El análisis termogravimétrico se utiliza ampliamente en el campo de los plásticos para determinar la estabilidad térmica y la composición de mezclas de distintos polímeros.

Las muestras fueron analizadas en un TGA/DSC DuPont 951 operado en atmosfera de aire con una velocidad de 10 °K por minuto.

2.3.2. Calorimetría de barrido diferencial (DSC)

La calorimetría de barrido diferencial DSC por sus siglas en ingles *Differential Scanning Calorimetry*, mide por tanto las diferencias entre la cantidad de calor absorbido o desprendido entre una substancia y una referencia en función de la temperatura cuando ambas son sometidas a un calentamiento generalmente a velocidad constante. Es el método de análisis térmico más utilizado, principalmente por su rapidez, sencillez y disponibilidad. Es una técnica relativamente nueva y su nombre se utiliza desde el año de 1963 cuando Perkin-Elmer sacó al mercado su equipo DSC-1 (Menczel, y otros, 2009).

En la calorimetría diferencial de barrido, es una técnica en la cual una muestra y una referencia se coloca en recipientes especiales en el instrumento, además comprende las diferencias de energía requeridas para mantener a la muestra y a la referencia a temperaturas idénticas. Los cambios en longitud y volumen que ocurren en los materiales sometidos a tratamiento de calentamiento son detectados en dilatometría. En general, el DSC puede trabajar en un intervalo de temperaturas que va desde la temperatura del nitrógeno líquido hasta unos 600 °C. Por esta razón esta técnica de análisis se emplea para caracterizar aquellos materiales que precisamente presenta todas sus transiciones térmicas en ese intervalo es la de los polímeros.

La calorimetría DSC consiste en calentar una muestra, así como un compuesto de referencia (S) de tal manera que la temperatura es en todo momento igual en R y en S. La mayoría de los instrumentos actuales se encuentran controlados por computadora, así que los experimentos se realizan de forma automática una vez que el usuario indica los parámetros necesarios, como

el programa de temperatura y valores de calibración. Para el análisis de datos, la mayoría de los programas incluidos ayudan al usuario a determinar los puntos de fusión, las temperaturas de las transiciones en etapa y los fenómenos cinéticos se determinan casi siempre como temperaturas de inicio (Skoog, Holler, & Nieman, 2008).

En el campo de polímeros pueden determinarse transiciones térmicas como la temperatura de transición vítrea T_g , temperatura de fusión T_m ; se pueden hacer estudios de compatibilidad de polímeros, reacciones de polimerización y procesos de curado.

2.4. Caracterización mecánica

2.4.1. Prueba de adherencia

Esta prueba está realizada por la norma ASTM D 3359 “Método de prueba estándar para evaluar la de adhesión por prueba de cinta”.

a) Método de prueba

Método de prueba estándar para la evaluación de adhesión por prueba de cinta. Este método cubre procedimientos para evaluar la adhesión de un recubrimiento relativamente dúctil a sustratos metálicos mediante la aplicación y eliminación de cinta sensible a la presión sobre los cortes realizados en la película. No distingue entre niveles más altos de adhesión para los cuales se requieren métodos sofisticados de medición.

Para recubrimientos que tengan un espesor de película seca de $\leq 50 \mu\text{m}$ Figura 19 (b), los cortes deben estar espaciados 1 mm, si el espesor en seco es $\geq 50 \mu\text{m}$ Figura 19 (c), los cortes deben ser de 2 mm en separación y solo se harán 6 cortes.

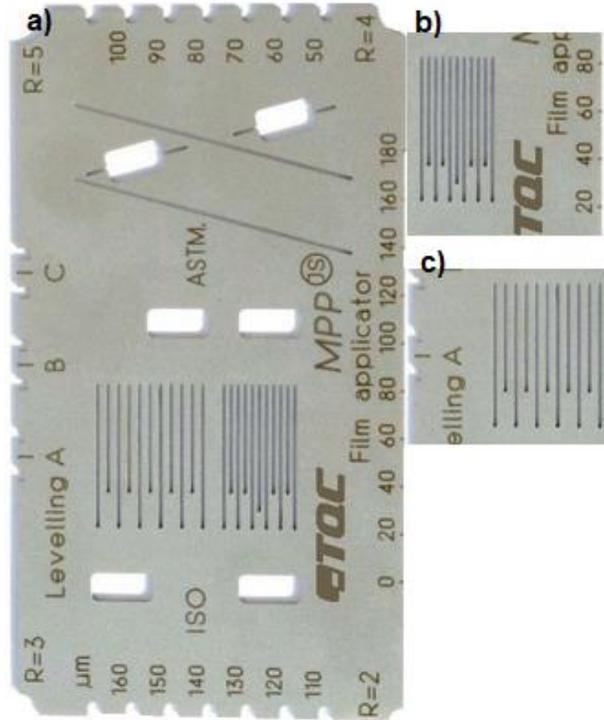


Figura 19. a) Aplicador; b) espesores $\leq 50 \mu\text{m}$; espesores $\geq 50 \mu\text{m}$.

2.4.2. Pruebas de Abrasión

Este método se basa en la norma ASTM D 4060 “Método de prueba estándar para la resistencia a la abrasión de recubrimientos orgánicos”.

Este método de prueba cubre la determinación de la resistencia de los recubrimientos orgánicos a la abrasión producida por el Taber Abraser Figura 20, Modelo en el recubrimiento aplicado a una superficie plana y rígida, como un panel de metal.



Figura 20. Equipo TABER INDUSTRIES

2.4.3. Pruebas de Dureza

Esta prueba está realizada por la norma ASTM D 3363 “Método de prueba estándar para dureza de película por prueba de lápiz”.

a) Método de Prueba

Este método de prueba cubre un procedimiento para la determinación rápida y económica de la dureza de un recubrimiento sobre un sustrato.

Los lápices de varios grados de dureza se mueven rayando la superficie bajo una presión y ángulos fijos con respecto a la superficie. El grado de dureza del lápiz que dañe el recubrimiento se toma como medida de la dureza al rasguño.

b) Equipo

Un conjunto de puntas de dibujo o lápices de madera calibrados equivalentes que cumplan con la siguiente escala de dureza, como se muestra en la Figura 21. Un soporte para el lápiz, que simula ser un carro como se muestra

en la Figura 22, que nos ayuda a colocar el lápiz en ángulo a 45° y le coloca el peso correcto para hacer la prueba.



Figura 21. Escala de Dureza en base a la norma ASTM 3359.



Figura 22. Durómetro (Soporte del lápiz, para realizar la prueba).

2.5. Ensayo de Prueba en cámara de niebla salina

Para los usuarios de revestimientos protectores en el sector de la construcción, la fabricación o la ingeniería. Durante décadas, el denominado “ensayo de niebla salina” ha generado información sesgada o engañosa sobre la eficiencia de los recubrimientos (EGGA, 2013).

La Cámara de Niebla Salina (CNS) realiza el ensayo de rociado de niebla salina sobre piezas, y muestras situadas en su interior. Las cámaras están diseñadas, y fabricadas, para cumplir con las normas internacionales más importantes en la fabricación, como la Automoción, Pinturas, Aeronáutica, etc.

Dentro de las características de CNS son:

- La forma del rociado asegura una homogeneidad muy alta de la niebla salina en toda la cámara.
- Todos los materiales usados en la fabricación son materiales anticorrosivos.
- Después de finalizar el ensayo, la CNS realiza una purga automática de la niebla al exterior, para evitar el deterioro del Laboratorio.
- Normas aplicables: ISO9227, DIN50021, ASTM B117.

Las CNS tienen varios parámetros que se pueden ajustar para realizar un determinado ensayo, y de esta manera aumentar la versatilidad del equipo. Se puede fijar la temperatura de la cámara, la temperatura del calderín, el caudal de niebla inyectada, y la presión del aire en el atomizador. Con estos parámetros fijados, la cámara inyecta niebla salina dentro del equipo, a las condiciones fijadas, con el objetivo de conseguir una muy alta homogeneidad dentro del equipo (Ascott, 2013).

El equipo utilizado para realizar esta prueba es marca Q-FOG Cyclic Corrosion Tester, Modelo 1100 Figura 23.



Figura 23. Cámara de Niebla Salina CNS.

3. Desarrollo Experimental

3.1. Materiales y métodos

Síntesis y caracterización del sol híbrido

Reactivos

- MMA (Metacrilato de Metilo): Es un compuesto químico de fórmula $CH_2 = C(CH_3)COOCH_3$, distribuido por *Sigma Aldrich* al $99\% \leq 30 \text{ ppm}$.
- TEOS (Tetraetilortosilicato): Se le denomina TEOS por sus siglas en inglés, su fórmula química es $Si(OC_2H_5)_4$, es el éster etílico del ácido orto silicio ($Si(OH)_4$). Distribuido por *Sigma Aldrich*.
- 3-MPTS (3-Mercaptopropiltrimetoxisilano): Es un compuesto que contiene el grupo funcional formado por un átomo de azufre y un átomo de hidrogeno $-SH$. Es llamado *grupo tiol o grupo hidroxilo (-OH)*. Distribuido por *Sigma Aldrich*.
- PB (Peróxido de Benzoílo): Es un compuesto químico de fórmula $(C_6H_5CO)_2O_2$. Distribuido por *Sigma Aldrich* al 75%.
- EtOH (Etanol) grado absoluto. Distribuido por J. T. Baker.
- H₂O deionizada.

3.1.1. Preparación de los materiales híbridos transparentes

En la síntesis por la técnica de sol gel en el caso de la preparación de soles de sílice, la reacción de hidrólisis se lleva a cabo de la siguiente manera:



La reacción se denomina hidrólisis y se lleva cabo mediante un ataque nucleófilo de átomos de oxígeno de la molécula de agua sobre los átomos metálicos del alcóxido de partida. Donde el alcóxido retira una carga de átomo de silicio que lo forma hace que sea más electrófilo y, por tanto, es más susceptible al ataque del oxígeno de la molécula de agua como se muestra en la Figura 24.

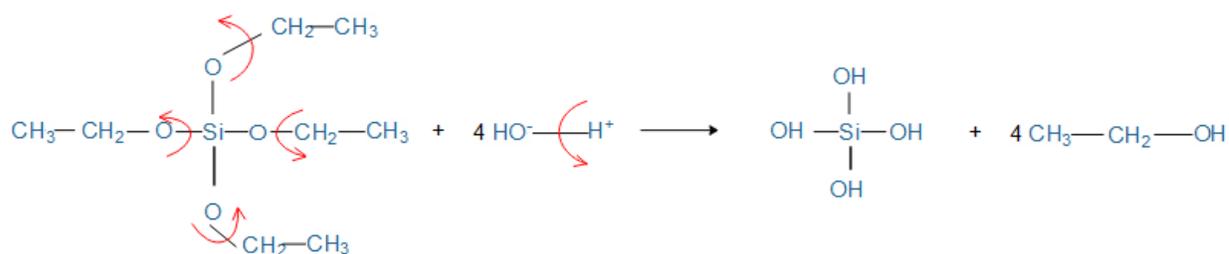


Figura 24. Reacción hidrólisis.

Para la síntesis de los soles se empleó TEOS como precursor inorgánico y 3-MPTS como agente acoplante (Hernandez & Rodriguez, 1999), el iniciador del proceso de polimerización fue PB. Para la realización de la síntesis de los soles se hizo en dos etapas.

En la primera etapa se disuelve el TEOS con EtOH en un sistema montando (ver Figura 25).



Figura 25. Equipo utilizado para síntesis.

Las características de los reactivos utilizados para los soles se muestran en el Anexo I.

Se disuelve el TEOS en una parte de EtOH, se deja en reflujo durante 5 minutos y una temperatura de 40 °C. Una vez obtenida la primera solución se agrega el agente acoplante y se deja en agitación constante durante otros 5 minutos, hasta homogenizar con la solución (Figura 26).



Figura 26. Primera solución en agitación.

Posteriormente se adiciona gota a gota una solución de agua en etanol (1:1) volumen, se espera a que inicie el reflujo manteniendo las mismas condiciones.

En una segunda etapa se agrega el MMA y el PB se mantienen en agitación y reflujo durante una hora. Por último, el material híbrido preparado se coloca en un frasco a una temperatura de 4°C para su posterior uso.

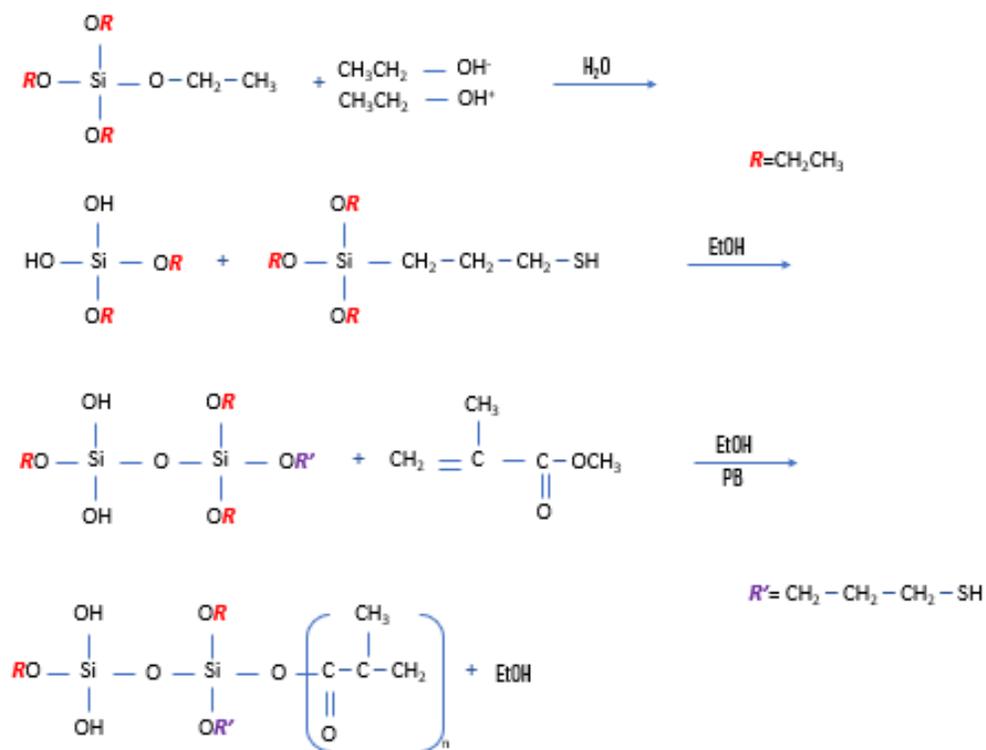


Figura 27. Esquema de reacciones para la formación de partículas híbridas de MMA-SiO₂.

Se obtuvieron cinco materiales híbridos con diferentes cantidades de reactivos, como se muestra en la Tabla 3.

Tabla 3. Relación en mililitros, de los materiales para la formación del híbrido.

Híbridos	TEOS	TIOL	H ₂ O	EtOH	MMA
H1	5	2	2	40	10
H2	3.7	5	2	17	5
H3	8.7	7	2.5	42	15
H4	22	2	10	130	10
H5	7.5	10	2	25	9

3.2. Preparación de sustratos

Material objeto de estudio

El sustrato de estudio es la aleación de aluminio 7075-T6 (Al-Zn). La composición nominal de la aleación se muestra en la Tabla 4.

Tabla 4. Composición nominal de la aleación 7075-T6 (%peso) (EPC S.A. de C.V., s.f.)

% peso	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Otros elementos	Al
Mínimo			1.20		2.10	0.18	5.10		Zr+TL Total	
Máximo	0.40	0.50	2.00	0.30	2.90	0.28	6.10	0.20	0.25 0.15	El resto

Los sustratos de aleaciones de aluminio fueron recubiertos con los materiales híbridos transparentes en solución (Figura 28).

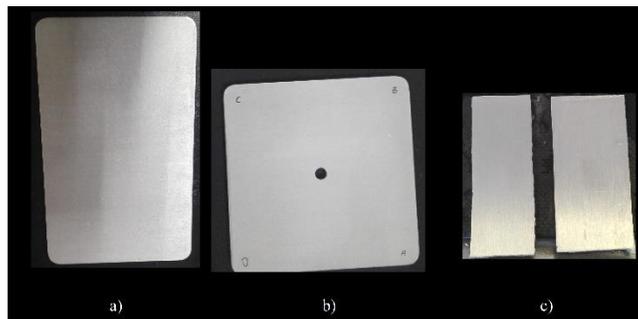


Figura 28. Sustratos limpios a) pruebas de corrosión; b) pruebas de abrasión; c) pruebas de AFM

La limpieza de las placas de aleaciones de aluminio se basa en realizar un desbaste gradual con papel de carburo de silicio, con la granulometría de 150 hasta la 2000 (Figura 29). Este procedimiento nos permite generar un anclaje mecánico.



Figura 29. Desbaste de sustratos

Posteriormente se lavan los sustratos de aleaciones de aluminio con acetona y se les dio un baño ultrasónico en el equipo *BRASON 2510* (Figura 30) con alcohol isopropílico para eliminar cualquier impureza que se pudiera tener en el material.



Figura 30. Baño Ultrasónico Marca BRANSON

3.3. Deposición de los recubrimientos híbridos

Para la deposición del recubrimiento se utilizó el equipo *Film Casting Knife* Figura 31. El equipo nos facilita establecer el espesor en húmedo del recubrimiento. Además de que se puede utilizar para cualquier tipo de sustrato y las dimensiones que tenga tanto de espesor del material como el área requerida.

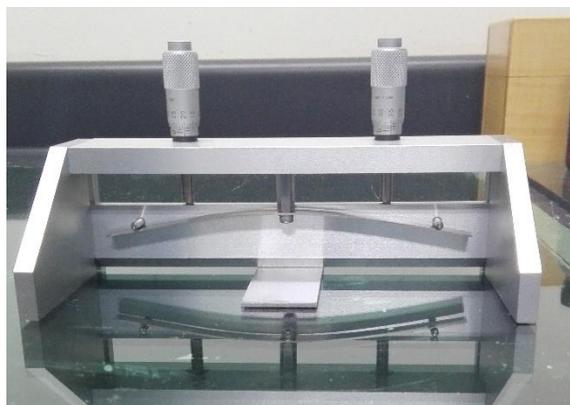


Figura 31. Film Casting Knife.

Para la deposición se necesitaba una superficie plana, lisa y que permita que el equipo se pueda mover libremente. El material se distribuye de manera homogénea a través de la superficie del sustrato y la evaporación de los disolventes aceleran el proceso de gelificación dando lugar a una estructura rígida en forma de película delgada, como se puede ver en la Figura 32.

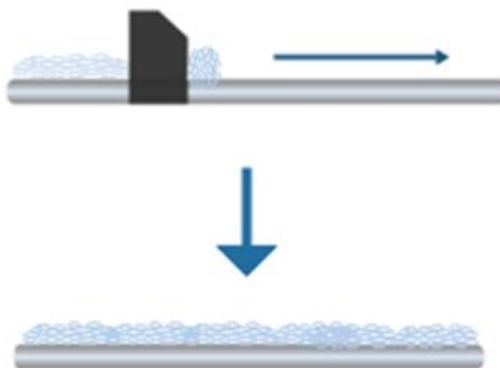


Figura 32. Esquema de la deposición de las muestras con el Film Casting Knife.

El proceso de secado para el recubrimiento se hizo bajo condiciones normales en cuanto a la temperatura, humedad y presión.

3.4. Técnicas de caracterización para la evaluación de los materiales híbridos.

Para realizar las distintas técnicas de caracterización se preparó el híbrido transparente de distintas maneras. Utilizando moldes de silicón, se hicieron películas en forma de oblea como se muestra en la Figura 33 .



Figura 33. Obleas de materiales híbridos (a) H1, (b)H2, (c) H3, (d) H4 y (e) H5

Con estos botones se utilizaron en las pruebas de:

- Caracterización RAMAN DISPERSIVO
- Caracterización FT-IR
- Caracterización TGA/DSC

Para la prueba de Flexión, los materiales híbridos transparentes se colocaron en molde de silicón para formar películas en forma rectangular como se

muestran en la Figura 34. Este ensayo se realizó para determinar el módulo de elasticidad y los valores de esfuerzo máximo en los híbridos.



Figura 34. Patrón de medidas para la prueba de flexión

En las pruebas de abrasión, dureza, adherencia y corrosión se recubrieron sustratos de aleaciones de aluminio con los materiales híbridos transparentes, con el equipo Film Casting Knife, que se menciona en el apartado 3.4 y 3.5.

3.4.1. Procedimiento abrasión

La norma y el equipo requieren que los sustratos de aluminio tengan dimensiones específicas como se muestra en la Figura 35, por cada material híbrido transparente se recubren tres sustratos de aleaciones de aluminio.

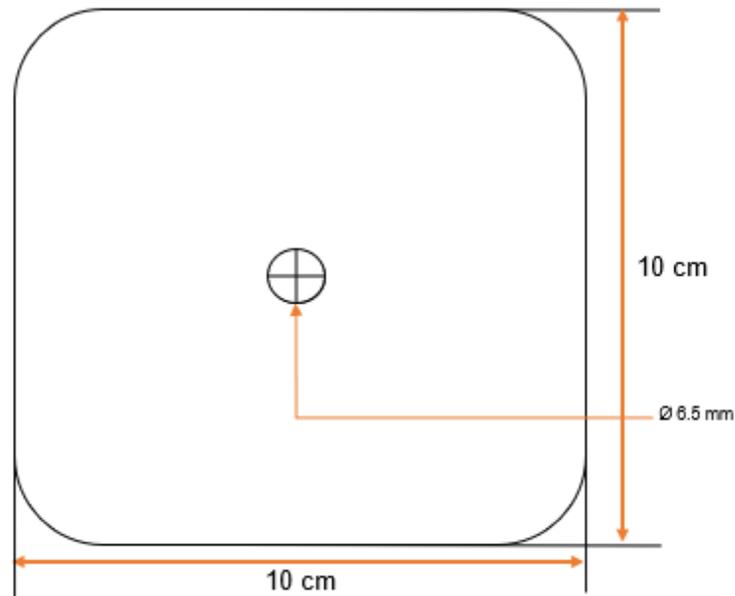


Figura 35. Dimensiones específicas de sustrato para prueba de abrasión.

Al inicio de la prueba se registra el peso inicial y los espesores en los puntos marcados (ver Figura 36) para cada sustrato recubierto. La norma no indica un número de ciclos específicos, por lo cual nosotros determinamos que cada 100 ciclos (cada ciclo comprende una velocidad de 60 y 72 revoluciones por minuto *rpm*), rectificando el peso y el espesor hasta que el recubrimiento muestre un desgaste; es decir; ya sea que se logre ver el sustrato de aluminio o que el espesor medido sea cero. Para este tipo de sustrato utilizamos una rueda de goma Marca TABER Modelo CS-17 (Figura 37) de 50 gr.

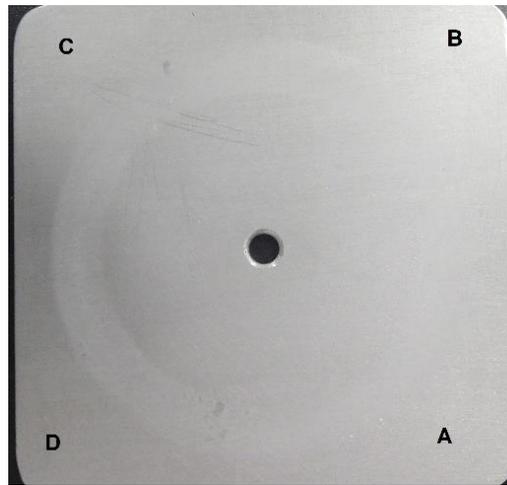


Figura 36. Puntos de referencia A, B, C, D.



Figura 37. Rueda de goma

3.4.2. Procedimiento adherencia

El sustrato con recubrimiento se coloca en una superficie firme, se selecciona un área del sustrato recubierto y se hacen los cortes paralelos marcados en el aplicador (ver Figura 19 (a)) hasta obtener una cuadrícula como se muestra en la Figura 38.



Figura 38. Representación esquemática de los cortes realizados a los sustratos.

Se adhieren aproximadamente 9 cm de cinta *cometer*, encima de los trazos dejándolos por 90 segundos y posteriormente se retira la cinta *cometer*. Este procedimiento se repite por triplicado y se compara el resultado con la Tabla 13 del Anexo.

3.4.3. Procedimiento de dureza

Se rectifica la punta de los lápices y verificamos que la punta de grafito sobre salga 5-6 mm e iniciamos con el lápiz HB más suave como lo indica la Figura 21. Colocamos el sustrato de aluminio recubierto en una superficie plana y con el sistema montado (ver Figura 39) se empujó el durómetro 2 cm de manera horizontal a manera que se observara si se generó una marca sobre el recubrimiento, de no ser así iba cambiando el lápiz hasta que se generara una línea sobre el recubrimiento.

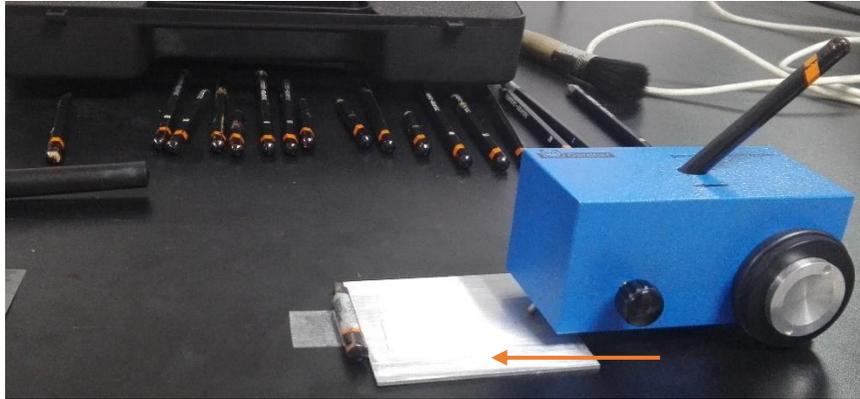


Figura 39. Representación del desarrollo de la prueba de dureza.

3.4.4. Procedimiento de corrosión en la cámara salina corrosión

Los sustratos de aleaciones aluminio utilizados deben de tener dimensiones específicas de 7 cm x 10 cm (ver Figura 40). Una vez recubiertos se sometieron al ensayo de cámara de niebla salina, monitoreando y reportando cada 24 horas las condiciones en las que se encuentren.

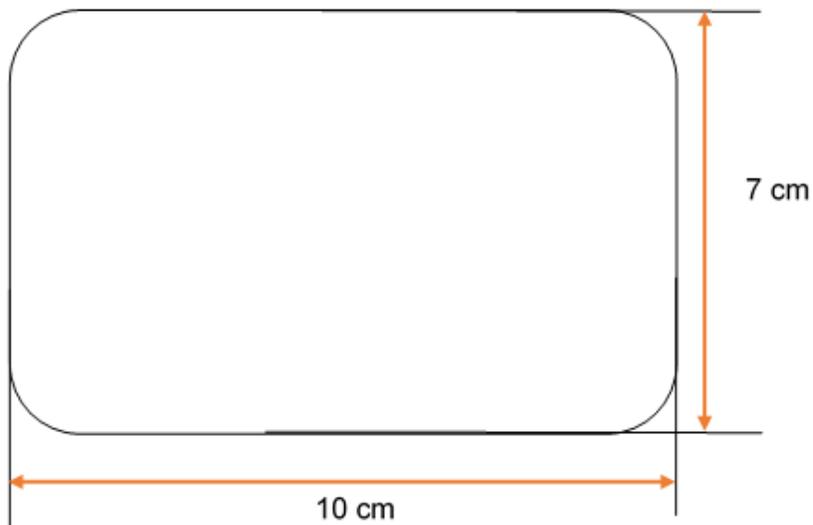


Figura 40. Dimensiones de sustrato para prueba de corrosión.

4. Resultados y Discusión

En este capítulo se presenta la discusión de los resultados del trabajo. El recubrimiento híbrido se sintetizó a partir de la síntesis sol-gel compuesto de MMA con partículas de SiO_2 , usando tetraetilortosilicato como precursor. Los recubrimientos se hicieron sobre sustratos de aleaciones de aluminio 7075-T6, utilizando la técnica de deposición con un film casting knife.

Una vez obtenido los sustratos con el recubrimiento, se evaluó y caracterizó bajo las diferentes normas, ya mencionadas, utilizadas en la industria aeronáutica a fin de cumplir con los estándares establecidos en dichos documentos.

Cada prueba de caracterización fue clasificada de la siguiente manera:

- Caracterización estructural
- Caracterización térmica
- Caracterización morfológica
- Caracterización mecánica
- Evaluación a la resistencia de la corrosión y la radiación

4.1. Resultados de la caracterización estructural

4.1.1. Resultados de espectroscopia IR

El análisis por la técnica de infrarrojo se realizó para obtener más información de los grupos químicos y sus interacciones existentes en el híbrido preparado. Los espectra nos mostraron los grupos funcionales presentes en cada material de referencia y los híbridos.

En el espectro del Gráfico 1 se muestran los materiales de referencia utilizados que son el MMA y SiO₂, buscando que exista una similitud con los espectros de los materiales híbridos. Para el MMA en un intervalo de 500 a 3500 cm⁻¹, de las cuales lo más importantes se encuentran en 1200 cm⁻¹ y 1453 cm⁻¹ debido al estiramiento $C = C$ correspondiente al grupo vinil ($CH_2 - OCO - CH = CH_2$) y la banda en 1734 cm⁻¹ por el grupo carbonilo $C = O$ (Smith, 1998).

Las bandas de absorción en 750 y 1065 cm⁻¹ corresponden al estiramiento de $C - H$. El CH_2 , corresponde a la banda en 2994 cm⁻¹. También podemos apreciar las bandas características de la sílice, en un intervalo de 3500 cm⁻¹ a 400 cm⁻¹. La banda localizada cerca de 800 cm⁻¹ corresponde a $Si - O$; aproximadamente 1070 cm⁻¹ corresponden al estiramiento de $Si - O - Si$ simétrico y asimétrico. Entre 880 cm⁻¹ y 900 cm⁻¹ puede observarse un pequeño hombro por los silanoles libres, la cual también se puede observar entre el 3140 cm⁻¹ y 3500 cm⁻¹ que corresponden al agua molecular absorbida (Morales Acosta, 2007).

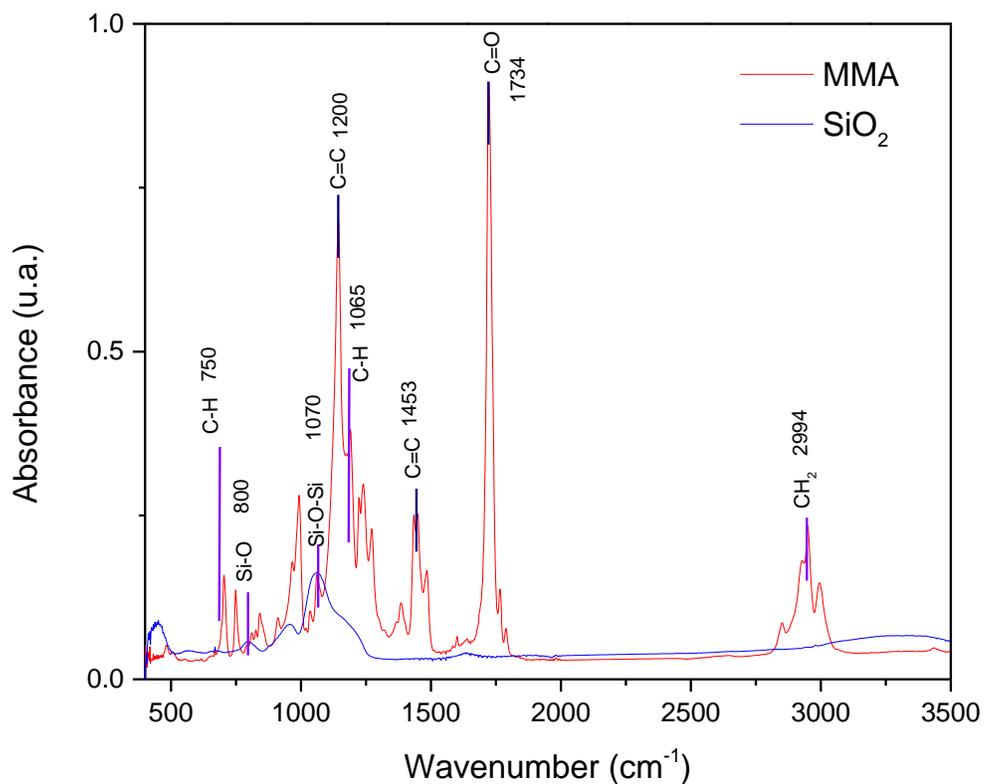


Gráfico 1. Espectra de FT-IR de los materiales de referencia MMA y SiO₂ en un intervalo de 500 a 3500 cm⁻¹

En el Gráfico 2 se muestran los espectra de infrarrojo de los diferentes híbridos MMA-SiO₂. Donde se puede observar la banda de absorción del Si-O-Si en 1070 cm⁻¹, que se debió a la formación de la estructura de la sílice (Phadatare, y otros, 2012). El desplazamiento en la banda C=O 1734 cm⁻¹, es debido a la presencia de enlaces de hidrogeno en el sistema. Los grupos silanos Si-OH se presentan en la banda de 800 cm⁻¹ (Ibrahim & Ibrahim, 2014).

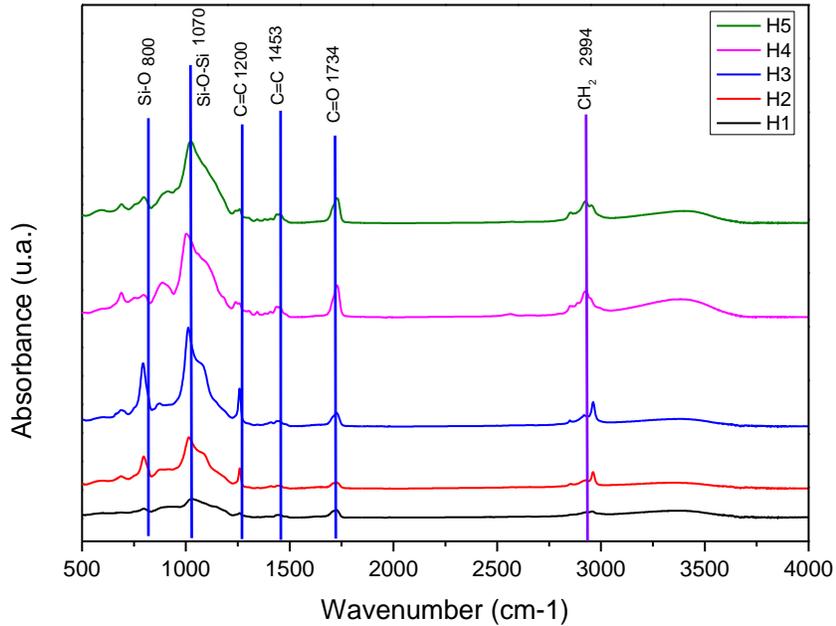


Gráfico 2. Espectra de FT-IR de los materiales híbridos MMA-SiO₂ en un intervalo de 3500 a 1000 cm⁻¹

4.1.2. Análisis por espectroscopia Raman Dispersivo

En el Gráfico 3, se muestra el análisis de espectroscopia Raman de los materiales de referencia, MMA y SiO₂. La banda de absorción en 1600 cm⁻¹ pertenece al enlace C=C del MMA, para el caso de la sílice su banda característica está centrada alrededor de los 470 cm⁻¹, esta banda se atribuye a modos vibracionales simétricos de estiramiento del enlace Si-O-Si (González-Hernández, Pérez-Robles, Ruiz, & Martínez, 2000).

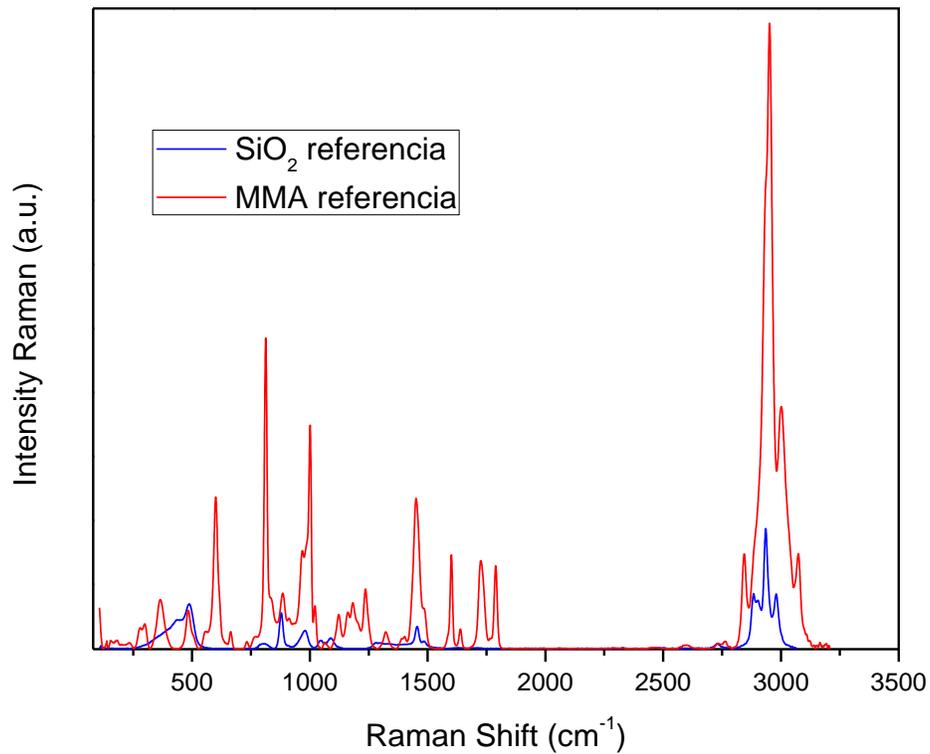


Gráfico 3. Espectra de Raman de los materiales de referencia SiO₂ y MMA en un intervalo de 4000 a 400 cm⁻¹

En el Gráfico 4, se corrobora la información de los gráficos obtenidos mediante la técnica de infrarrojo, el cual nos permite corroborar que la formación del material híbrido presenta las bandas características del MMA y del SiO₂.

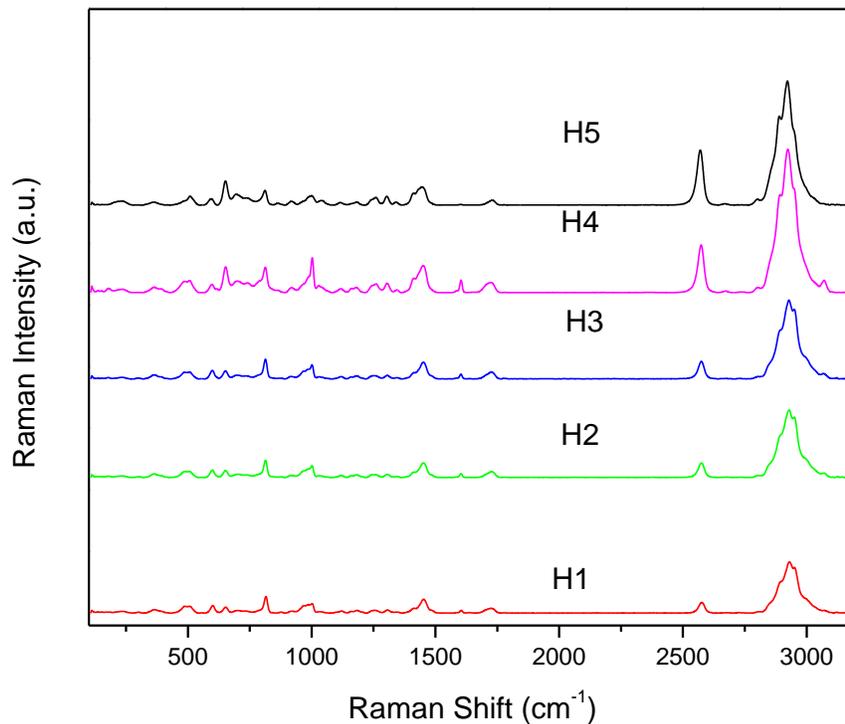


Gráfico 4. Espectra de Raman de los materiales híbridos MMA-SiO₂ en un intervalo de 3500 a 300 cm⁻¹

4.2. Caracterización morfológica

4.2.1. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Los recubrimientos fueron caracterizados por SEM con la finalidad de estudiar la morfología en cada formulación. Las imágenes se construyeron por un haz de electrones que se incide sobre la superficie de la muestra, por lo cual se observa la topografía superficial. Los resultados del análisis de SEM, muestra que las partículas de SiO₂ están distribuidas en la matriz de MMA lo que permiten en general, a los híbridos la transparencia del material, que es observada visualmente. Un papel muy importante lo juega el agente acoplante que permite una mejor distribución de las partículas de sílice en la matriz.

Recordemos que la nomenclatura de los híbridos fue H1, H2, H3, H4 y H5, los cuales visualmente todos son transparentes, las diferencias que existe entre cada material híbrido obtenido fueron las diferentes concentraciones de SiO₂ (con agente acoplante) y de MMA, además también en esta observación macroscópica no se pudo observar que existió ninguna grieta ni separación de fases en los híbridos, lo cual influyó en las siguientes pruebas.

a) Micrografías de SEM de los materiales de referencia SiO₂ y MMA

Las siguientes micrografías (Figura 41) son del MMA y del SiO₂. Las imágenes se construyen por un haz de electrones que se incide sobre las superficies lo que permite observar su morfología superficial. En el caso de la sílice se puede observar pequeños cúmulos brillantes que son de las partículas, y en el caso del MMA se observa una superficie rugosa con cúmulos menos uniformes.

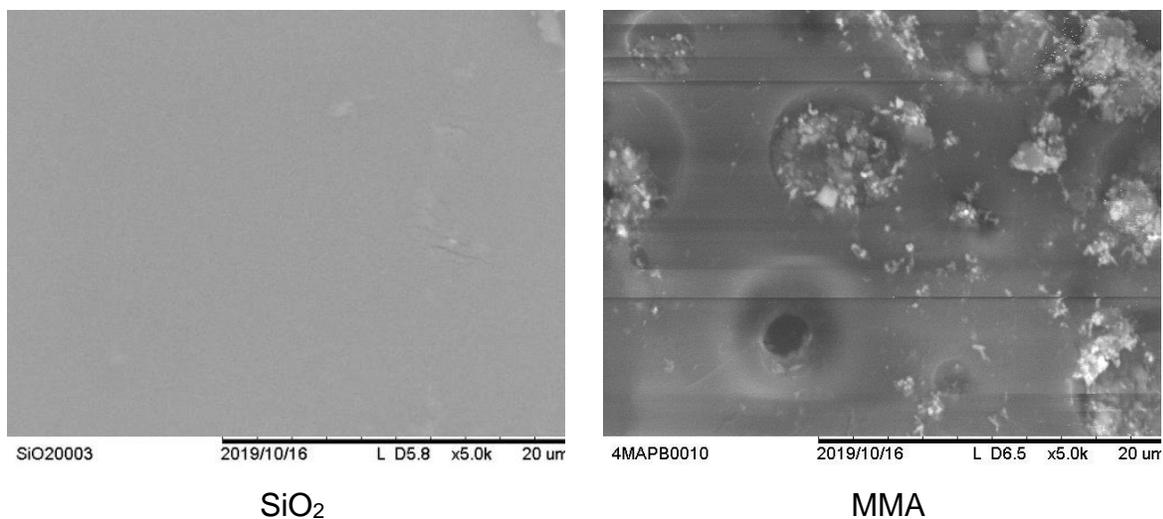


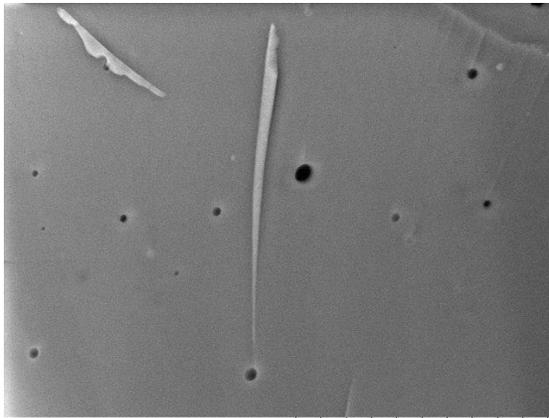
Figura 41. Micrografías SEM para los blancos de sílice y MMA a x5.

b) SEM de materiales híbridos

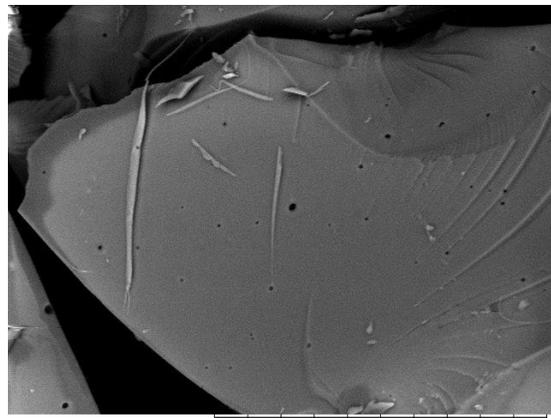
La Figura 42 muestra las micrografías de los híbridos H1, H2, H3 y H5, la idea general del estudio de la morfología de la superficie de los materiales híbridos es determinar la homogeneidad del material a partir de la distribución de las partículas sílice dentro de la matriz, esta característica es importante ya que determina la transparencia, translucidez u opacidad de las películas híbridas (Hernández-Padrón, Canseco, Rojas, García-Garduño, & Castaño, 2003).

El material híbrido H1 mostró una superficie lisa con pequeños huecos que no podrían ser porosidades ya que no se presentan cúmulos de partículas de alguno de los dos materiales en la muestra analizada, esto fue observado en las dos amplitudes realizadas (Figura 41 H1). También se puede observar que el híbrido presenta un tipo de rayadura que no se puede considerar fractura, y es debido al agente acoplante (Hernández-Padrón G. , 2000).

En el material híbrido H2 se observan pequeños cúmulos de sílice (señalados) y un poco de rugosidad (o rayadura) en cierta área del material. El híbrido H3 muestra las partículas de sílice más homogéneas y mejor distribuidas sobre su superficie, lo cual hace que el material sea rugoso y más homogéneo. Por otra parte, el híbrido H5, presentó una superficie inhomogénea con cúmulos de partículas lo que hace que la muestra sea rugosa. De acuerdo con la literatura (Mackenzie & Bescher, 2003), la rugosidad microscópica da por resultado una buena adhesión, por lo que se esperaría que los materiales híbridos presenten mayor adherencia en el sustrato.

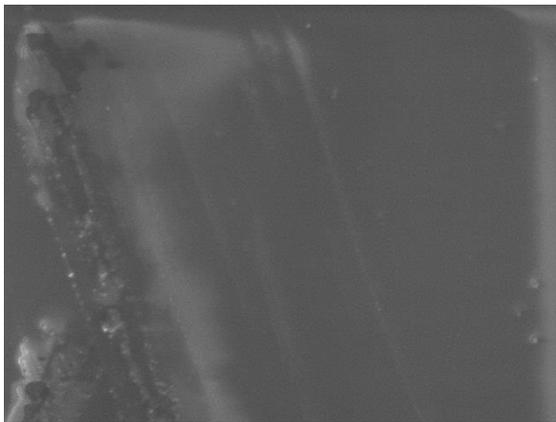


P10014 2019/10/16 L D5.2 x2.5k 30 um

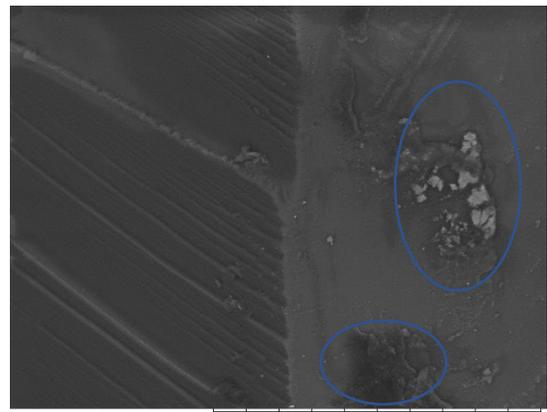


P10015 2019/10/16 L D5.2 x1.0k 100 um

H1

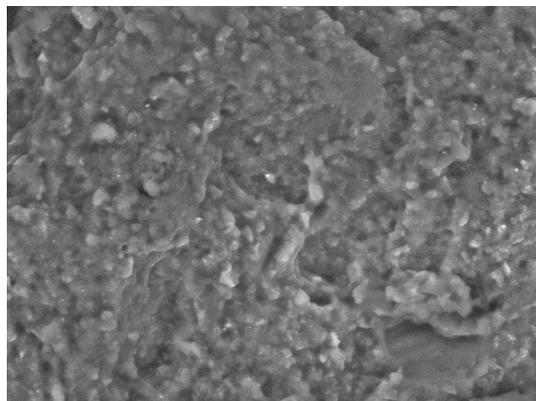


P40019 2019/10/16 L D4.6 x2.5k 30 um

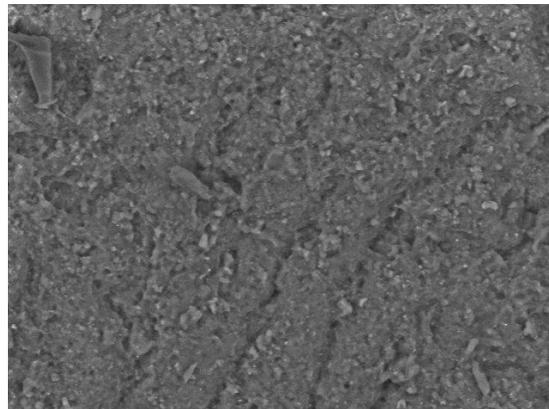


P40022 2019/10/16 L D4.6 x1.0k 100 um

H2

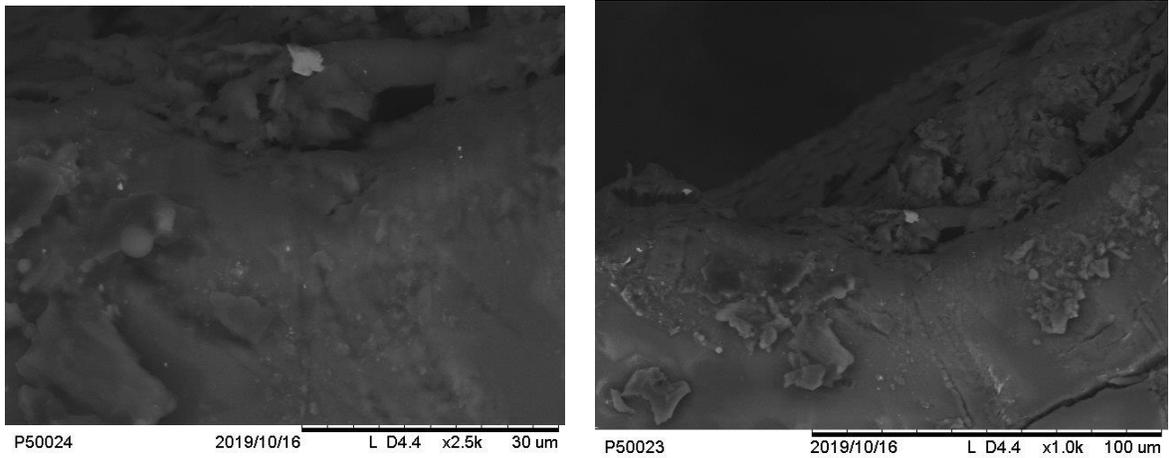


P410031 2019/10/16 L D6.1 x2.5k 30 um



P410032 2019/10/16 L D6.1 x1.0k 100 um

H3



H5

Figura 42. Micrografías de SEM de los materiales híbridos transparentes a H1, H2, H3 y H5.

c) Morfología SEM del H4

En el H4, Figura 43, se observan cúmulos distribuidos en la superficie y que existe menos rugosidad a diferencia de los híbridos H3 y H5 (ver Figura 42). Pero al igual que todos los híbridos no se presente ninguna grieta.

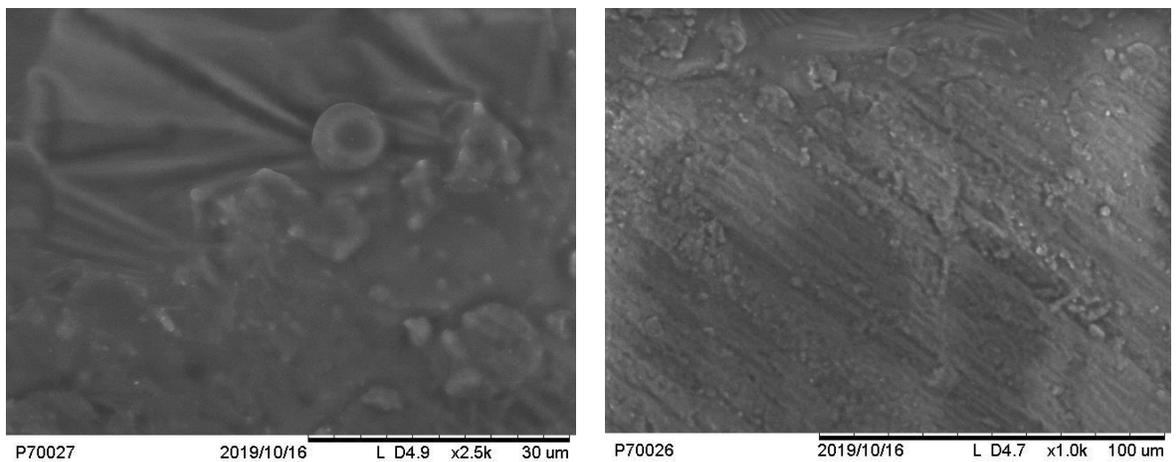


Figura 43. Micrografías de SEM del material híbrido transparente H4.

4.3. Caracterización térmica

4.3.1. Análisis termogravimétrico

En el Gráfico 5 tenemos el análisis termogravimétrico (TGA) de sílice y el MMA, el cual nos indica la degradación térmica de los dos materiales de referencia. La alta temperatura requerida para descomponer y evaporar lo orgánico, el contenido de las partícula de sílice modificadas demuestra que el agente de acoplamiento de silano está fuertemente unido a la superficie de la partícula (Hatwig, Sebald, & Kleemeier, 2005) sílice tiene una ligera caída alrededor de los 100 °C que es la temperatura aproximada en la descomposición térmica del TEOS, a partir de esa temperatura no se visualiza un descenso de temperatura. El grafico también nos indica el rango de descomposición del MMA puro, según la literatura, la degradación térmica del MMA ocurre en tres etapas. El primer evento térmico presenta un rango de temperatura de 100 a 200 °C, está asociado con la despolimerización de enlaces. El segundo evento térmico tiene lugar en un rango de temperatura de 250 a 300 °C, y está asociado con la degradación de las cadenas finales insaturadas (Carvalho, Suzana, Sanilli, & Pulcinelli, 2013). El tercer evento, cuya temperatura máxima de despolimerización es superior a 350 °C, se atribuye a la partición aleatoria de las cadenas poliméricas. (Kashiwagi, Hírata, & Brown, 1985).

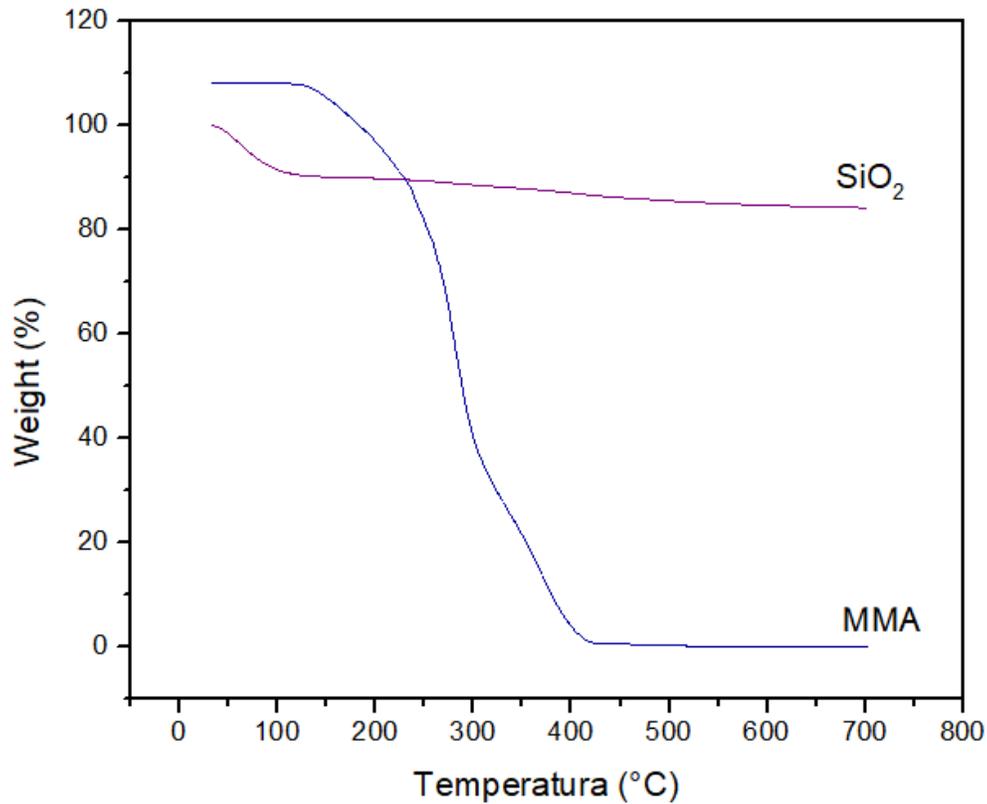


Gráfico 5. Termograma (TGA) de los materiales SiO₂+TEOS y MMA+PB.

En la Gráfico 6 se analiza la temperatura de descomposición en los materiales híbridos de MMA-SiO₂. Se observar dos pasos de degradación, el primero se da alrededor de los 250 °C, donde se tiene una pérdida de peso de entre 5 a 10%. Estos resultados muestran que la temperatura de descomposición de los híbridos es mayor que los materiales de referencia hasta los 350°C (Hong, Chao, Jinshan, Limin, & Jiahe, 2011).

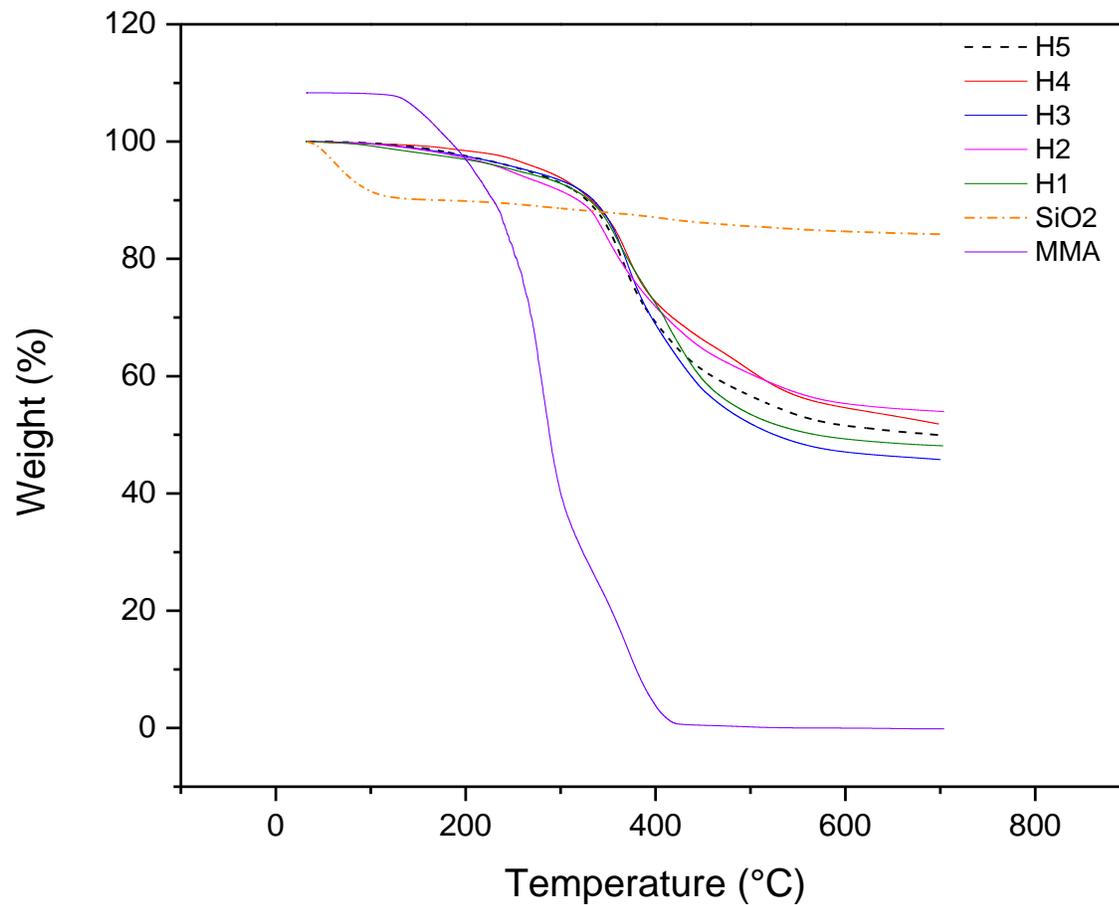


Gráfico 6. Termograma (TGA) de los materiales híbridos transparentes de MMA-SiO₂.

4.3.2. DSC

En la prueba de calorimetría diferencial de barrido, Gráfico 7, se muestran los termogramas de los materiales híbridos donde se puede observar que los H1 y H2 su comportamiento es similar, mientras que H3, H4 y H5, no se muestran claramente las transiciones térmicas y por tanto es muy complicado obtener la T_g como en los otros dos casos.

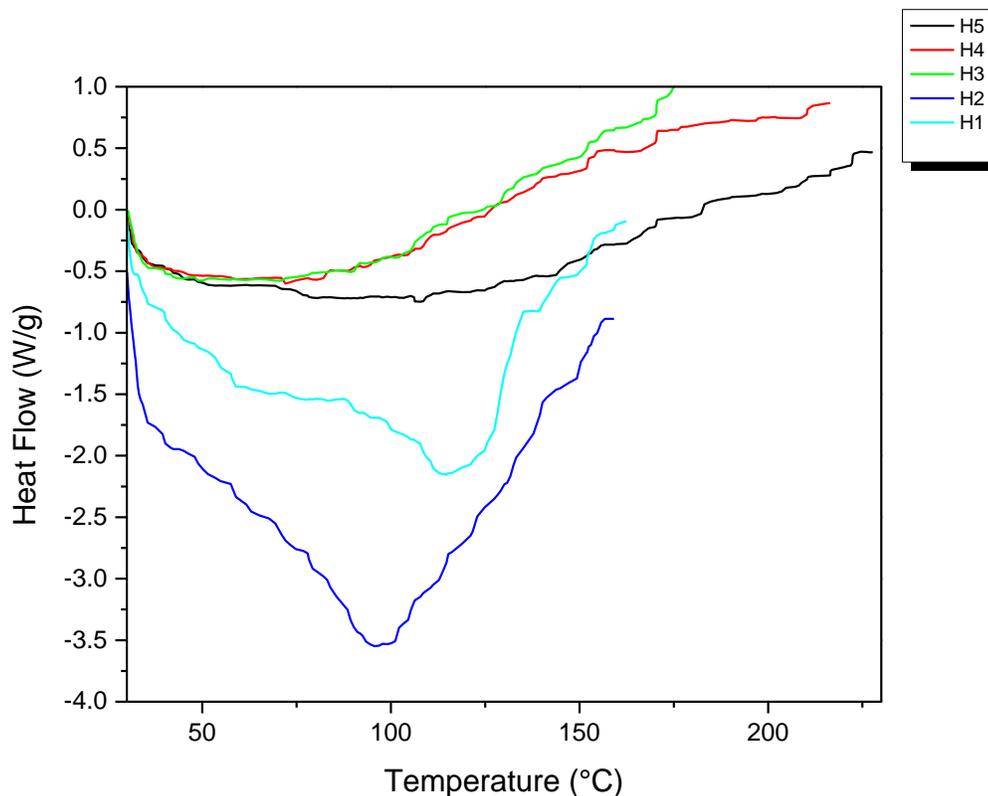


Gráfico 7. Análisis de DSC para los materiales híbridos transparentes.

El Gráfico 8, muestra un acercamiento de las transiciones de los híbridos H1 y H2, aquí podemos observar la Fase I para ambos materiales híbridos, que está comprendida básicamente por la caída de la curva desde los 60 °C prolongándose hasta los 80 °C, debido a la remoción de grupos -OH del solvente (etanol).

En la Fase II, conformada entre los 80°C hasta los 140°C, se observa principalmente la pérdida de agua. Por lo que se toma, como referencia el punto de evaporación del agua a 100 °C y la temperatura de transición vítrea de la parte polimérica a 120 °C (Lim, Lee, Han, Cho, & Kim, 2001).

En la Fase III observamos un incremento en el flujo de calor debido a que el material polimérico sufre una transición vítrea (T_g) alrededor de los 120 °C para

ambos casos, y se tiene una temperatura de fusión comprendida entre los 120 a 160 °C.

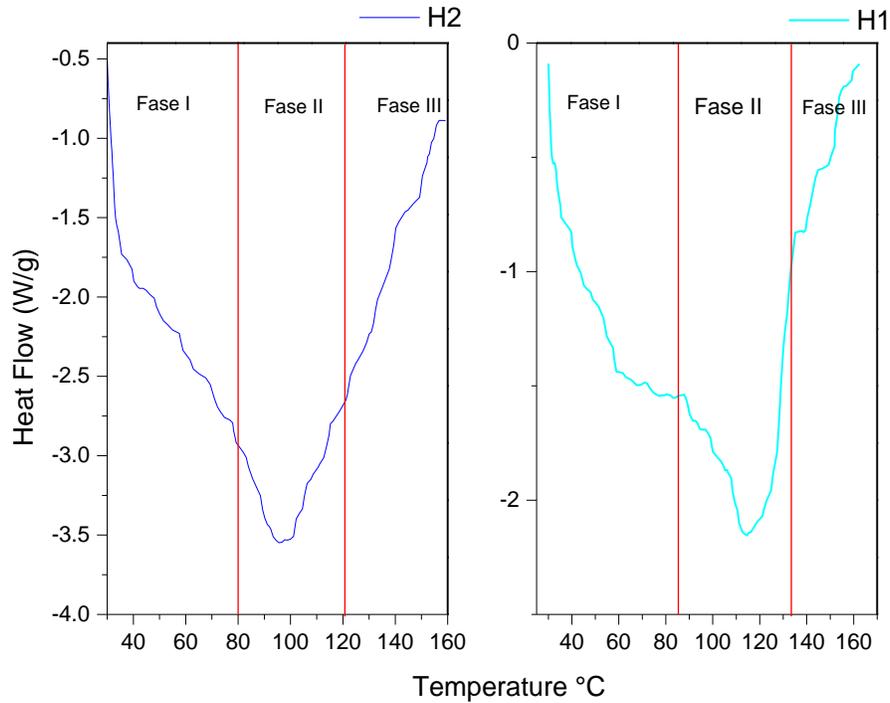


Gráfico 8. Análisis de DSC para materiales híbridos H1 y H2, respectivamente.

4.4. Caracterización mecánica

4.4.1. Prueba de abrasión

Los resultados obtenidos una vez terminado y analizado los resultados se muestran en la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**Tabla 5. Se calculó el índice de desgaste, utilizando la siguiente fórmula:

$$l = \frac{(A - B)1000}{C}$$

Donde:

l = Índice de desgaste

A = Peso del espécimen a prueba antes de ser sometido a la prueba de abrasión

B = Peso del espécimen a prueba después de la prueba de abrasión

C = Numero de ciclos de abrasión registrados

Tabla 5. Resultados de la prueba de abrasión.

PARÁMETROS	H1	H2	H3	H4
Peso inicial (g)	95.2945	96.5378	94.1601	96.4695
Peso final (g)	95.2721	96.5127	94.1289	96.4569
No. ciclos	1000	600	700	1500
Índice de desgaste (g/no. ciclos)	0.0224	0.0418	0.044	0.0084
Pérdida de peso (g)	0.0224	0.0251	0.0312	0.0126

El recubrimiento híbrido H4, fue el que más ciclos toleró, además de registrar menor pérdida de masa e índice de desgaste. En el Gráfico 9, se muestra el desgaste de los híbridos graficando el número de ciclos contra la pérdida de peso en gramos de los materiales. Se observa que el recubrimiento híbrido con mayor pérdida de peso fue el H2 que soportó 700 ciclos con una disminución de masa del 0.0312 g, mientras que el híbrido H4 con 1500 ciclos tuvo una pérdida de masa de 0.0126 g, estos resultados muestran que los híbridos H1 y H4 son los que resisten mejor la abrasión respecto a los demás híbridos.

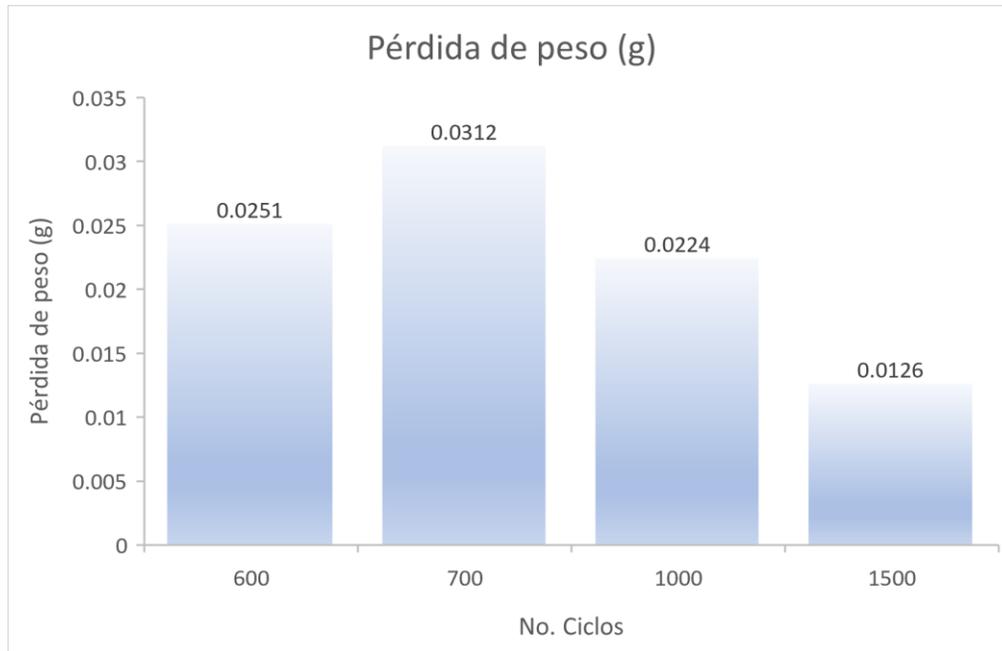
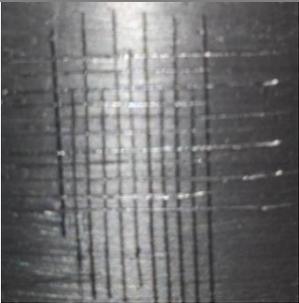
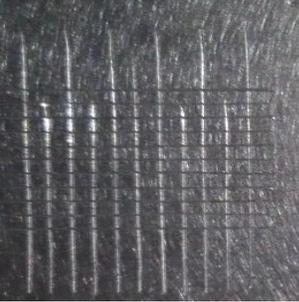
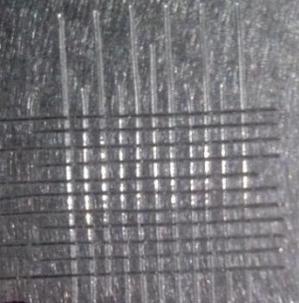
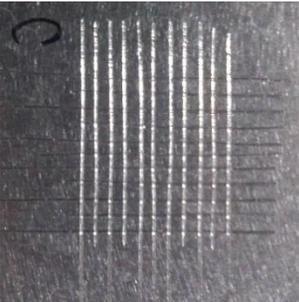


Gráfico 9. Prueba de desgaste (número de ciclos Vs. pérdida de masa) de los materiales híbridos.

4.4.2. Prueba de adherencia

Se realizaron medidas de adherencia de la capa depositada sobre el sustrato de aleación de aluminio 7075 siguiendo la norma ASTM D 3359. Existen métodos cuantitativos y cualitativos para determinar la adherencia, un método cualitativo muy utilizado es el que se basa en la norma. Se utilizó este procedimiento para establecer si la adhesión del recubrimiento sobre el sustrato fue de un nivel adecuado.

Tabla 6. Resultados de las pruebas de adhesión de los recubrimientos en placas de aluminio.

Híbrido	Imagen	Resultados	Porcentaje de área removida
H1		Ningún cuadro presenta levantamiento.	0 %
H2		Ningún cuadro presenta levantamiento.	0 %
H3		Ningún cuadro presenta levantamiento.	0 %
H4		Ningún cuadro presenta levantamiento.	0 %

H5		Ningún cuadro presenta levantamiento	0 %
-----------	---	--------------------------------------	-----

En la Tabla 6 se muestra el resultado obtenido en las placas de la aleación de aluminio con los distintos recubrimientos estudiados en este trabajo. Se analizó el porcentaje de adherencia en cada sustrato de aleaciones de aluminio con el recubrimiento transparente ver Tabla 13 en el Anexo II.

Todos los recubrimientos (H1, H2, H3, H4 y H5) mostraron buena adherencia al no desprenderse a pesar de los cortes realizados.

4.4.3. Prueba de dureza

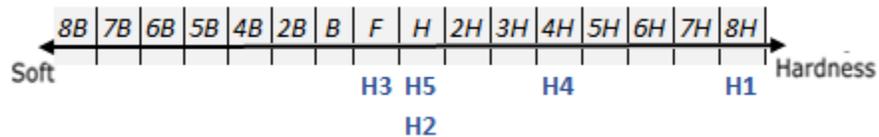
Los resultados obtenidos son el promedio de las mediciones de las pruebas por triplicado. La referencia para la evaluación de la dureza fue de acuerdo con la escala de la norma ASTM D 3363.

De acuerdo con los resultados obtenidos en la Tabla 7, una observación importante que se tuvo en esta medición fue la relación de la dureza con el tiempo de secado una vez que se coloca el recubrimiento sobre el sustrato de aluminio. Sólo en el material *H1*, no hubo ninguna influencia del tiempo de secado, pero en los demás recubrimientos se observó que a mayor tiempo de secado mayor dureza en el recubrimiento.

Tabla 7. Resultados de Dureza a los dos y siete días de secado del material.

Muestras	2 días	7 días
H1	8 H	8 H
H2	9 B	H
H3	3 B	F
H4	2 B	4 H
H5	3 B	H

Los resultados se ordenaron por dureza de manera ascendente, por lo que se aprecia que el recubrimiento con mayor dureza en la escala es el H1.



Este resultado muestra que el componente inorgánico en los recubrimientos híbridos ha reforzado al componente orgánico produciendo recubrimientos con mayor dureza y resistencia, comparados con los recubrimientos de PMMA reportados es de 2B (Ceballos-Mendivil, Franco-Armenta, Calderón-Guillén, Castorena-González, & Almaral-Sánchez, 2010).

4.4.4. Ensayo de Cámara Salina

La Figura 44 muestra las probetas de aleaciones de aluminio expuestas a la prueba de corrosión para provocar un daño elevado en el sustrato. Además de aplicar la norma ASTM 117-18. Con esta prueba se evalúa el tiempo que tardará el sustrato en presentar signos de corrosión. Basándonos en la norma aeronáutica MIL-DTL81706B se estima que los sustratos de aluminio deben ser capaces de soportar 336 horas, como se muestra en la Tabla 8.



Figura 44. Probetas de aleaciones de aluminio dentro de la cámara salina.

Tabla 8. Propiedades a la resistencia de corrosión en películas químicas.

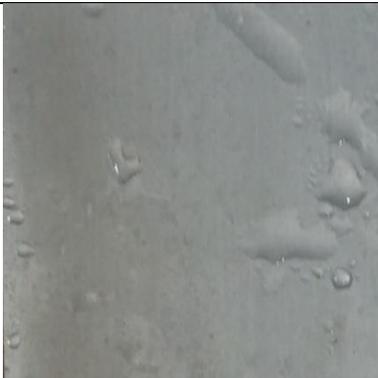
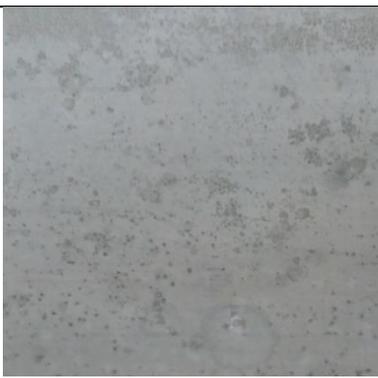
Corrosion Resistance Inspection	Class	Aluminum Alloy to Be Conversion Coated	Salt Spray Exposure (Hours)
Qualification	1 A	2024-T3, 7075-T6	<u>1</u> /336
	3	6061-T6	168
Conformance	1 A	2024-T3	168
	3	6061-T6	168

¹/Exposure time for class 1 A, form VI, method D materials shall be 168 hours.

Los resultados reportan diariamente, anotando si existía alguna anomalía en el recubrimiento sobre el sustrato, al finalizar la prueba se compara el tiempo que duraron los recubrimientos con la norma MIL-DTL81706B en el apartado donde se indican las aleaciones de aluminio 7075, y se comparan con el resultado solicitado para estas pruebas.

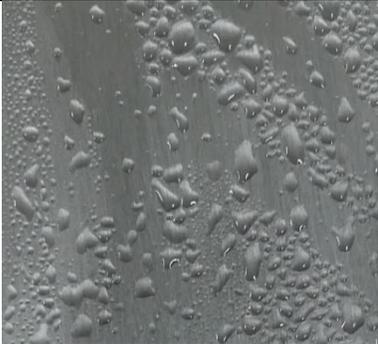
En las siguientes tablas, se muestra el comportamiento del sustrato de aleaciones de aluminio recubierto con el material híbrido *H1* (Tabla 9), *H2* (Tabla 10), *H3* (Tabla 11) y *H4* (Tabla 12), durante el tiempo en que estuvo dentro de la CNS. Se analizó el porcentaje (%) de área afectada de acuerdo con la norma ASTM D610-08, donde se estima el porcentaje de área oxidada o ampollada.

Tabla 9. Comparación de resultados recubrimiento híbrido H1 en la cámara de niebla salina.

Tiempo (horas)		Observaciones	% Área afectada
24		No existe ningún tipo de filtración, grietas o desprendimiento del recubrimiento	H-0%
96		Se empieza a registrar ligeras ampolladuras entre el sustrato y el recubrimiento.	Rust Grade 7- H 0.03%
240		Se nota un poco mayor de desprendimiento en un área mayor del sustrato.	Rust Grade 6- H 1 %

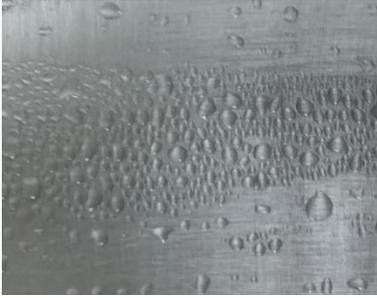
920		<p>Se nota un total desprendimiento del recubrimiento híbrido.</p> <p>El sustrato de aluminio mostro picadura en el material.</p>	<p>Rust Grade 4-H 10 %</p>
-----	---	---	----------------------------

Tabla 10. Comparación de resultados recubrimiento híbrido H2 en la cámara de niebla salina.

Tiempo (horas)		Observaciones	% Área afectada
24		<p>No existe ningún tipo de filtración, grietas o desprendimiento del recubrimiento</p>	<p>Rust Grade H-0%</p>
96		<p>No existe ningún tipo de filtración, grietas o desprendimiento del recubrimiento.</p>	<p>Rust Grade H-0%</p>

240		No existe ningún tipo de filtración, grietas o desprendimiento del recubrimiento.	Rust Grade H-0%
920		No existe ningún tipo de filtración, grietas o desprendimiento del recubrimiento.	Rust Grade H-0%

Tabla 11. Comparación de resultados recubrimiento híbrido H3 en la cámara de niebla salina.

Tiempo (horas)		Observaciones	% Área afectada
24		No existe ningún tipo de filtración, grietas o desprendimiento del recubrimiento	Rust Grade H-0%
96		No existe ningún tipo de filtración, grietas o desprendimiento del recubrimiento.	Rust Grade H-0%

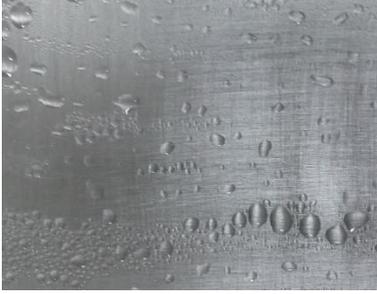
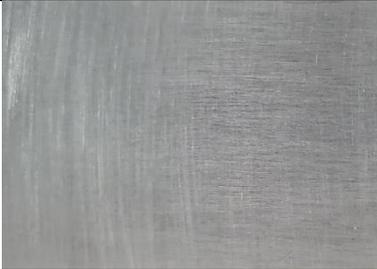
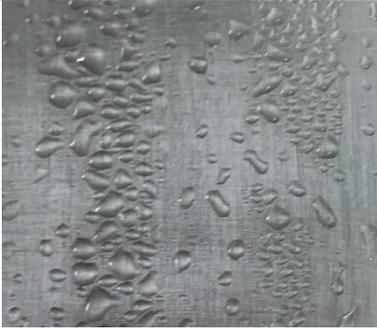
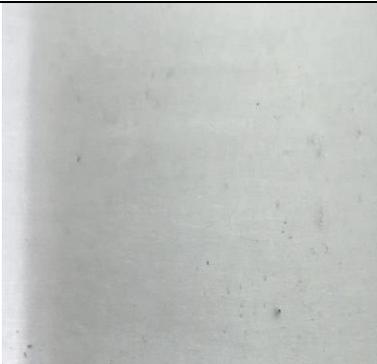
240		No existe ningún tipo de filtración, grietas o desprendimiento del recubrimiento.	Rust Grade H-0%
920		No existe ningún tipo de filtración, grietas o desprendimiento del recubrimiento.	Rust Grade H-0%

Tabla 12. Comparación de resultados recubrimiento híbrido H4 en la cámara de niebla salina.

Tiempo (horas)		Observaciones	% Área afectada
24		No existe ningún tipo de filtración, grietas o desprendimiento del recubrimiento	Rust Grade H-0%
96		No existe ningún tipo de filtración, grietas o desprendimiento del recubrimiento.	Rust Grade H-0%

240		No existe ningún tipo de filtración, grietas o desprendimiento del recubrimiento.	Rust Grade H-0%
920		No existe ningún tipo de filtración, grietas o desprendimiento del recubrimiento.	Rust Grade H-0%

4.4.5. Ensayo de Control Térmico

Este ensayo se realiza para medir la resistencia térmica de los híbridos. Para esta medición se diseñó un sistema (ver Figura 45) en el intervalo de temperatura de 130 a -2 °C.

El equipo se montó con una lámpara Marca PHILIPS, Modelo Clear BR40, Heat Light (120 Volts, 250 W), a una altura de 7 cm sobre las placas de aluminio. Se colocó un material de referencia del lado izquierdo, mientras que del lado derecho se montó la muestra con el recubrimiento (Figura 46). Cada prueba se manejó en las mismas condiciones, en cuanto a la distancia entre la lámpara y los sustratos.

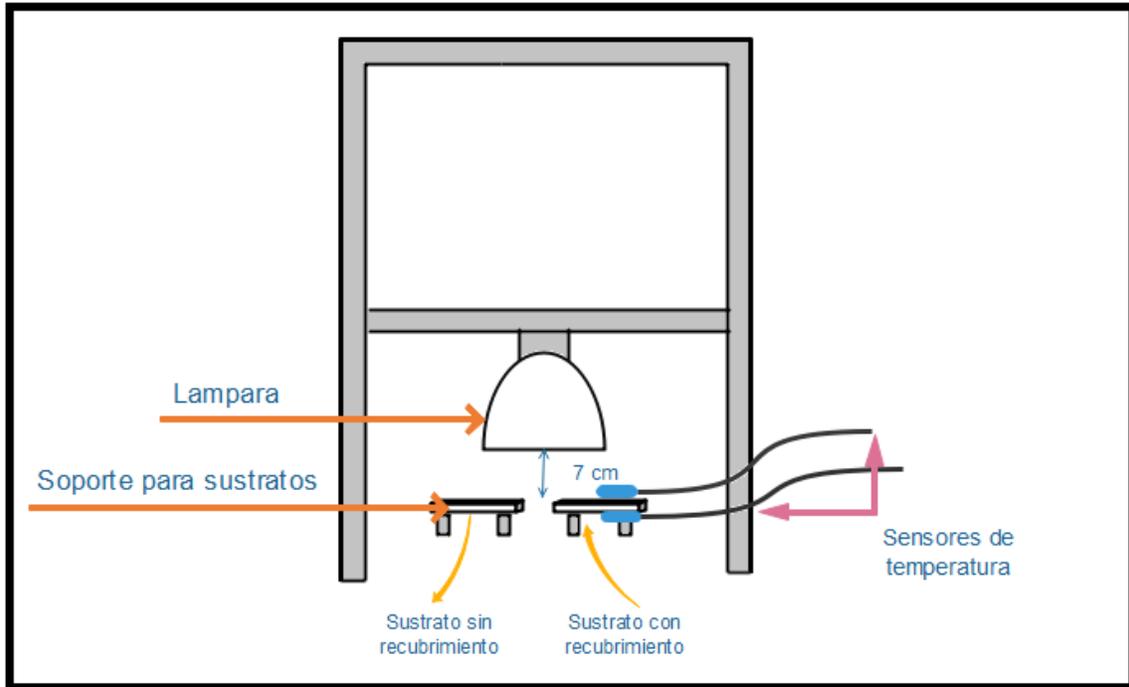


Figura 45. Diseño estructural para el ensayo de temperatura

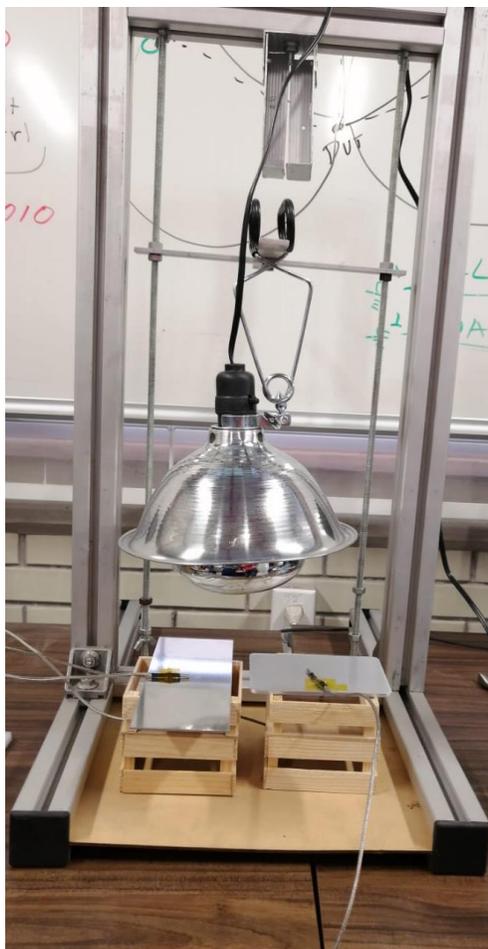


Figura 46. Estructura del sistema para el ensayo de control térmico.

Se diseñó un software para interpretar los datos obtenidos mediante los sensores, como se muestra en la Figura 47. Se graficó la temperatura de la superficie contra tiempo y la temperatura inferior, de manera que se pueda conocer el comportamiento del material híbrido transparente sobre el sustrato de aluminio.

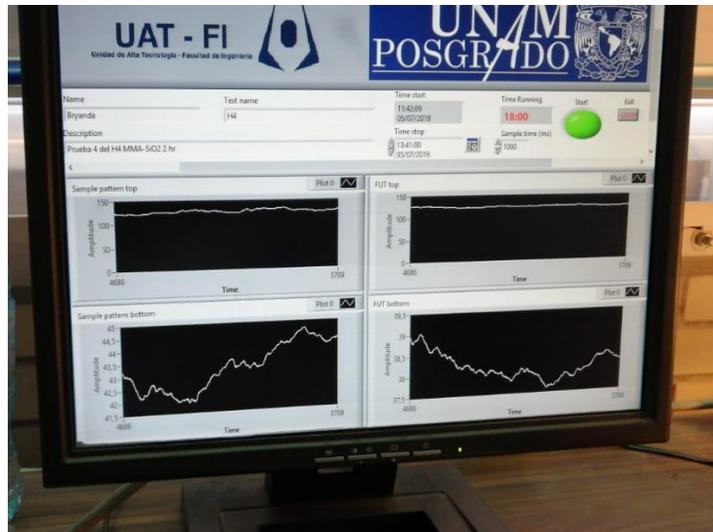


Figura 47. Diseño de software para interpretación de datos

Se probó el material de referencia (Mat Ref) y el sustrato de aluminio con el recubrimiento (Mat/H#). En ambos materiales se midieron su temperatura tanto en la parte superior (Mat-Ref_S y Mat/H#_S) como en la inferior (Mat-Ref_I y Mat/H#_I), Figura 48.

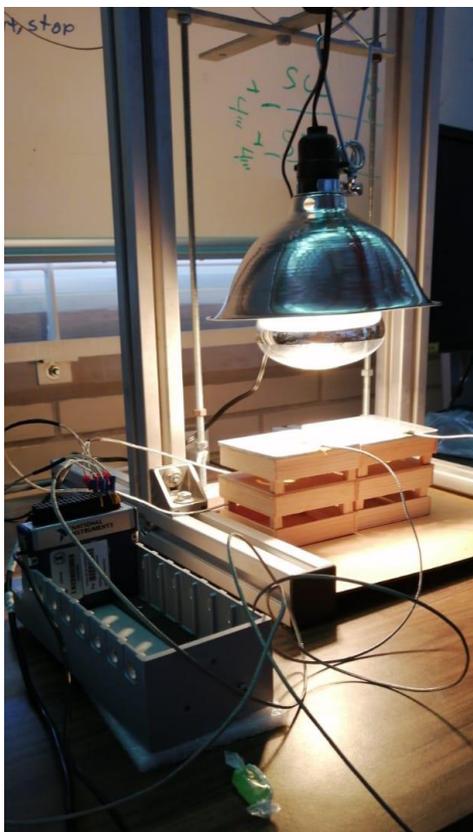


Figura 48. Ensayo de temperatura en sustratos.

Después de cada prueba se analizaron los sustratos que tenían el recubrimiento, visualmente y se realizó espectroscopia Raman dispersivo, para verificar que la estructura química de los materiales híbridos no haya sufrido cambios significativos debido a la exposición de esta prueba.

En el Gráfico 10, se muestra los valores obtenidos durante 1 hora del sustrato con el H1 (Mat/H1), se visualiza que la temperatura que logra detectar el sensor que está dentro de la caja para el Mat/H1 estar 3°C debajo en promedio del Mat-Ref_S. En cada sustrato con recubrimiento se logró notar que la temperatura que se registra por el sensor que estaba en el interior era inferior que la temperatura registrada en el sustrato de aluminio sin recubrimiento.

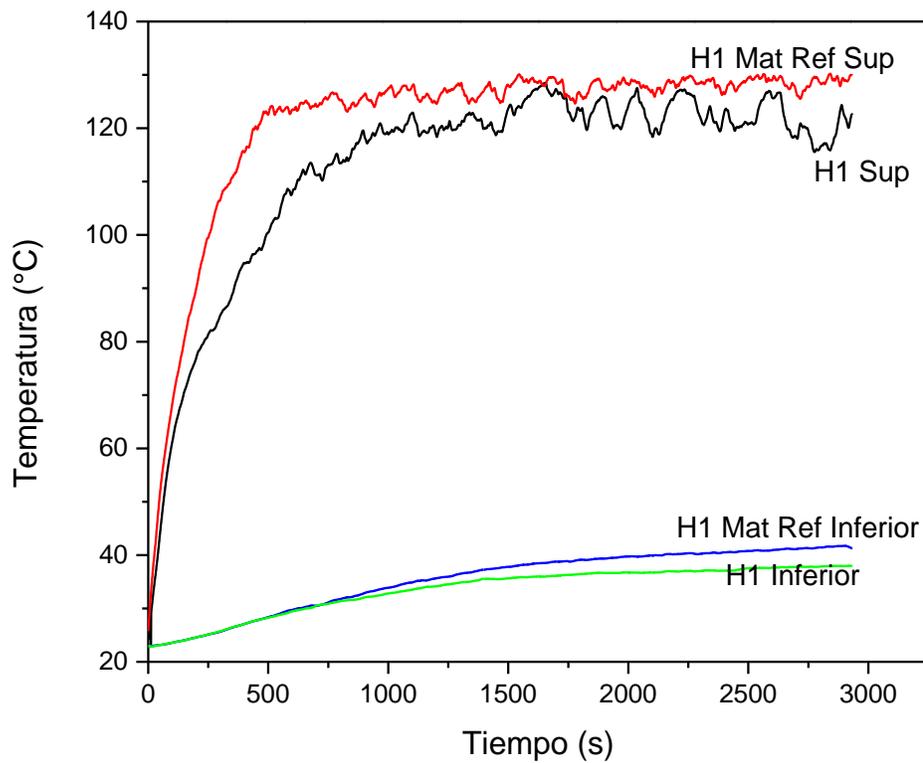


Gráfico 10. Prueba de control térmico comparado con el material de referencia en el H1.

Como son mostrados en el Gráfico 11, la diferencia entre la temperatura del material de referencia y el material con el recubrimiento fue de 4 °C. Se puede apreciar que la temperatura de la parte superior tiene muchas variaciones, lo cual fue indica que el material soporta los cambios de temperatura, sin presentar fracturas o craquelamiento.

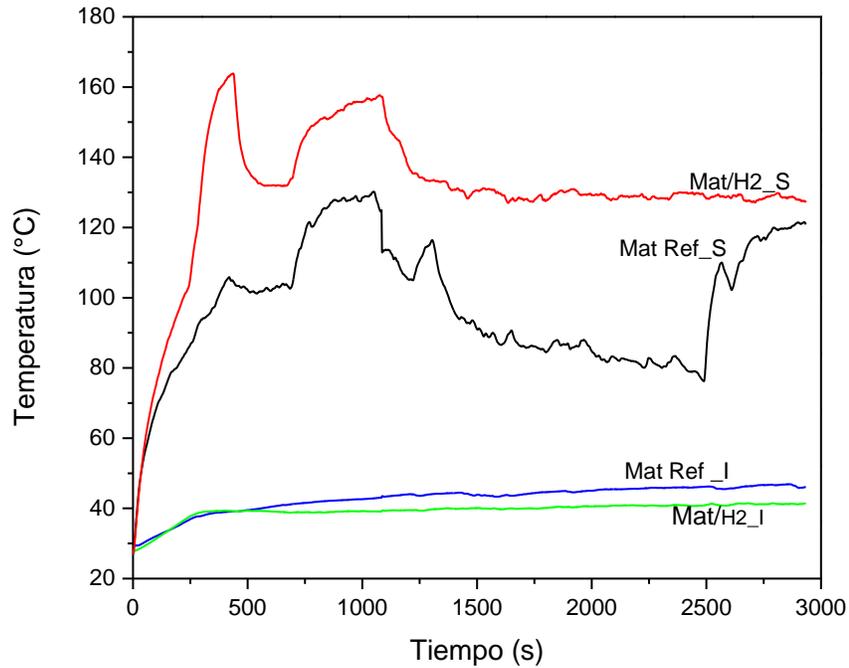


Gráfico 11. Prueba de control térmico comparado con el material de referencia en el H2.

Como son mostrados en el Gráfico 12, la diferencia entre las temperaturas del sustrato de referencia y con el recubrimiento fue de 5 °C. En la temperatura de la superficie también se nota una diferencia de 20°C aproximadamente. Podemos deducir aquí que posiblemente el sustrato Mat/H3_S estaba expuesto un poco más a la lámpara.

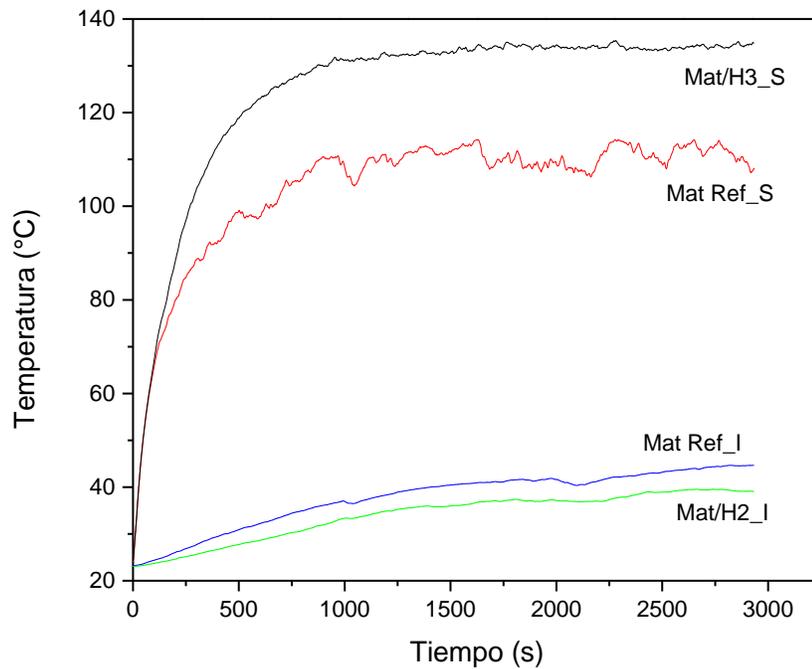


Gráfico 12. Prueba de control térmico comparando el material de referencia en el H3.

Como son mostrados en el Gráfico 13, la diferencia entre la temperatura del material de referencia y el material con el recubrimiento fue de 5 °C. La temperatura de la superficie se observa que se comportan casi de la misma manera. En cuanto a la temperatura del interior, se observa desde el inicio una diferencia de 2°C que se mantiene por un tiempo hasta que se vuelve a ver la diferencia de temperaturas.

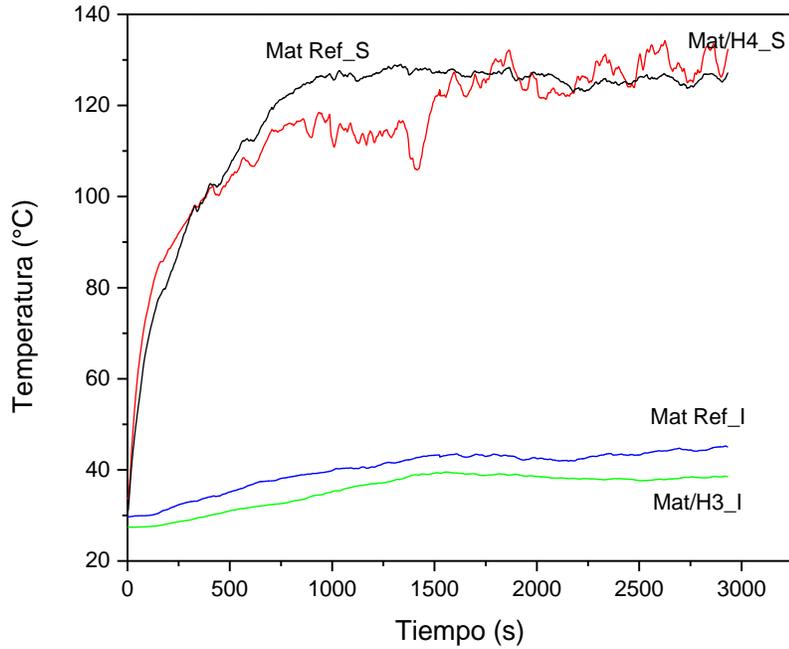


Gráfico 13. Prueba de control térmico comparando el material de referencia en el H4.

En el análisis de Raman, Gráfico 14, se pudo observar que los híbridos mantienen sus grupos funcionales sin alteraciones, por lo que se puede concluir que no están sufriendo degradación química (Colthup, Daly, & Wiberley, 1990).

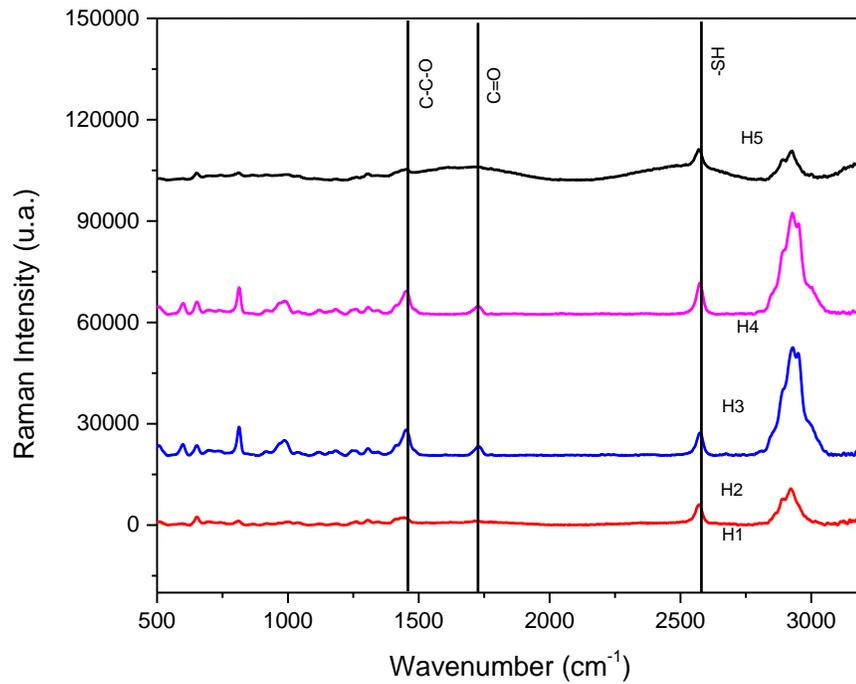


Gráfico 14. Espectra de raman dispersivo en los materiales híbridos.

Estos resultados muestran que los híbridos pueden aislar hasta 4°C, la temperatura de algún dispositivo al que sean sometidos. Además de que visiblemente el material no se fractura, ni se degrada químicamente.

Conclusiones

En el presente trabajo se preparó un recubrimiento híbrido sintetizado vía sol-gel, compuesto por la matriz polimérica de MMA y modificado con partículas de sílice *"in situ"*, usando un agente un acoplante mercaptano. Se prepararon los híbridos H1, H2, H3, H4 y H5 con diferente concentración de sílice, agente acoplante y MMA. Posteriormente se usaron como recubrimientos en sustratos de aleaciones de aluminio 7075-T6 y fueron evaluados mecánicamente.

Los materiales híbridos preparados, fueron caracterizados cualitativamente mediante las técnicas espectroscópicas de infrarrojo y Raman Dispersivo, observándose la incorporación de la sílice en la matriz MMA. El comportamiento térmico se midió con las técnicas de TGA/DSC, obteniéndose un aumento en la temperatura de degradación de 250 °C del MMA a 400 °C de los materiales híbridos. También, debido a la presencia de la sílice en la matriz, la temperatura de transición vítrea tuvo un aumento de 20 °C para los materiales híbridos con respecto al MMA.

Dentro de las características observadas es que todos los materiales híbridos fueron visiblemente transparentes, flexibles H1, H2, H3 y H5, el H4 se observa más rígido. El tiempo de secado una vez usados como recubrimientos es de aproximadamente tres días en condiciones ambientales.

En tanto la evaluación mecánica y corrosiva de los materiales híbridos como recubrimientos en el sustrato de la aleación de aluminio 7075-T6, mostraron que, los recubrimientos híbridos H2, H3 y H5 tienen buena adherencia sobre sustratos de aluminio, así como protección contra la corrosión, pero menor resistencia a la abrasión. El recubrimiento híbrido H1 tuvo 240 h en intemperismo acelerado no logrando obtener el valor de 336 h en de acuerdo a la norma MIL-DTL81706B, a pesar de presentar adherencia en el sustrato de aluminio y tener el

valor más alto en la escala de dureza, por lo que no se considera un candidato apto para uso en sistemas aeronáuticos.

Dentro de las ventajas que ofrece el recubrimiento híbrido H4 para el sector aeronáutico, es que se logra adherir a los sustratos de aluminio sin necesidad de adicionarle algo entre el sustrato y el recubrimiento, lo cual podría reducir los costos a largo plazo, además de ser amigable con el ambiente y la síntesis se puede realizar bajo condiciones ambientales.

De los resultados obtenidos se puede concluir que se ha preparado un recubrimiento híbrido con propiedades anticorrosivas con excelente adherencia, abrasión y dureza sobre sustrato de aluminio 7075-T6. Además, puede aislar térmicamente por lo menos 4 °C y no sufrir cambio en su estructura química, lo cual lo hace un material prometedor para la industria aeronáutica.

Recomendaciones y Trabajo a futuro

a. Recomendaciones

El proceso de síntesis en la preparación del híbrido se obtiene con mejores resultados haciéndose “in situ” por el proceso sol-gel.

Dado que no hay degradación química en el ensayo de resistencia térmica, el tiempo de secado del recubrimiento en los sustratos puede reducirse usando un dispositivo de UV.

El tiempo de mantenimiento de un avión comercial, en relación a la degradación de sus estructuras, es de tres meses aproximadamente, probar el recubrimiento en algún dispositivo para evaluar el tiempo de este mantenimiento con el H4.

b. Trabajo futuro

Probar el Híbrido en los sustratos metálicos usados en la industria aeronáutica mediante el ensayo de “globo-dron” para someterlo a condiciones ambientales reales.

Medir las propiedades del híbrido que sea resistente a la prueba globo-dron, bajo las normas específicas aeroespaciales.

Referencias

- Akay, M. (2012). *Introduction to Polymer Science and Technology*. N. Ireland: Ventus Publishing ApS.
- Amezcuca, R. N. (s.f.). *Ciencia UANL*. Obtenido de Revista de Divulgación científica y tecnológica de la Universidad Autónoma de Nuevo León: <http://cienciauanl.uanl.mx/?p=6263>
- Arechaga, R. U. (Octubre de 2012). *ZIMMER group*. Obtenido de <https://www.interempresas.net/MetalMecanica/Articulos/101083-Materiales-de-alto-rendimiento-para-el-sector-mas-exigente.html>
- Ascott. (2013). *Características cámaras niebla salina*. Obtenido de <https://ascott-esp.es/camaras-niebla-salina/>
- Asefa, T., & Tao, Z. (2012). Biocompatibility of mesoporous silica nanoparticle. *Chem Res Toxicol*, 25(11), 65-84.
- ASTM B117-18 . (2018). Standard Practice for Operating Salt Spray.
- ASTMD 3359-17. (2017). Standard Test Method for Rating Adhesion by Tape Test.
- ASTM-D 3363. (2011). Standard Test Method form Film Hardness by Pencil Test.
- ASTM-D 610-08. (2019). *Standard Practice for Evaluating Degree of Rusting on Painted Stee Surfaces*.
- Azzi, M., Amirault, P., Paquette, M., Klemberg-Sapieha, J. E., & Martinu, L. (2010). Corrosion performance and mechanical stability of 316L/DLC coating system: Role of interlayers. *Surface and Coatings Technology*, 204(24), 3986-3994.
- Bisiacchi Giralddi, G. (1992). *PROGRAMA UNIVERSITARIO DE INVESTIGACION Y DESARROLLO ESPACIAL*. CIUDAD DE MÉXICO: UNAM.
- Bozzola, J. J., & Russell, L. D. (1999). Electron microscopy: principles and techniques for biologists.
- C. J., B., & G. W. , S. (1990). *Sol-gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-gel Processing*. Boston: Harcourt Brace Jovanovich Academic Press.
- Callister, W., & Rethwisch, D. G. (2011). *Polymer Structrues*. NY: John Wiley & Sons.

- Carvalho, H. W., Suzana, A. F., Sanilli, C. V., & Pulcinelli, S. H. (2013). Synthesis, structure, and thermal stability of poly (methyl methacrylate)-co-poly (3-tri (methoxysilyl) propyl methacrylate)/montmorillonite nanocomposites. *Polymer Engineering & Science*, 53(6), 1253-1261.
- Ceballos-Mendivil, L. G., Franco-Armenta, J. G., Calderón-Guillén, J. A., Castorena-González, J. H., & Almaral-Sánchez, J. L. (2010). Recubrimientos híbridos de óxido de silicio-metacrilato de metilo-arcilla montmorillonita mediante el proceso sol-gel. *Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Superficies y Materiales*, 23, 45-50.
- Colthup, N. B., Daly, L. H., & Wiberley, S. E. (1990). Vibrational and rotational spectra. *Introduction to Infrared and Raman Spectroscopy*, 1-73.
- Dag, O., Grondey, H., Yoshina-Ishii, C., Asefa, T., & MacLachlan, M. (2001). *Advanced Functional Materials*. 11,213.
- Danaee, I., Darmiani, E., Rashed, G. R., & Zaarei, D. (2014). Self-healing and anticorrosive properties of Ce (III)/Ce (IV) in nanoclay–epoxy coatings. *Iranian Polymer Journal*, 23(11), 891-898.
- Dávila, H. (Diciembre-Febrero de 2014). Historia de un biplanonotable, en América Vuela. *El último mohicano*, 153-154.
- EGGA. (Julio de 2013). *Ensayo de niebla salina – por qué no debe usarse para comparar diferentes tipos de recubrimiento*. Recuperado el Agosto de 2019, de <https://www.egga.com/wp-content/uploads/2016/09/Salt-Spray-Testing-Information-Sheet-Spanish.pdf>
- Encyclopedia Britannica. (2009). *Hermann Staudinger*.
- EPC S.A. de C.V. (s.f.). *Aceros EPC*. Recuperado el 15 de Febrero de 2019, de Aceros EPC Web site: www.acerosepc.com/
- España, G. d. (s.f.). *Proyecto de Investigación*. Recuperado el 29 de Septiembre de 2019, de Ministerio de Educación: recursos.cnice.mec.es
- Ford, B., & Bradbury, S. (2014). Electron Microscope. *Encyclopedia Britannica*.
- Franchini, S., & López, Ó. (2013). *Introducción a la Ingeniería Aeroespacial* (Segunda ed.). Garceta.

- García Vélez, A. (21 de Septiembre de 2019). *INPRA LATINA*. Obtenido de Todo en Pinturas y Recubrimientos: <https://www.inpralatina.com>
- Geffchen, W. B. (1939). *Jena Patente nº 736.422*.
- GeoVulcano. (2014). *Biblioteca de Investigaciones*. Obtenido de <https://bibliotecadeinvestigaciones.wordpress.com>
- González, J., Hernández Pérez, J. F., Ruiz, F., & Martínez, J. (2000). *Superficies y Vacío*, 1, 11.
- González-Hernández, J., Pérez-Robles, J. F., Ruiz, F., & Martínez, J. R. (Diciembre de 2000). Vidrios SiO₂ nanocompuestos preparados por sol-gel:revisión. *Superficies y Vacío*(11), 1-16. Recuperado el 16 de febrero de 2020, de <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=942/94201101>
- Hatwig, A., Sebald, M., & Kleemeier, M. (2005). Cross-linking of cationically polymerised epoxides by nanoparticles. *Polymer*, 46(7), 2029-2039.
- Hernández, G. (2015). Origen de la aviación militar en México. *Un siglo de Historia*.
- Hernandez, G., & Rodriguez, R. (1999). Adsorption properties of silica sols modified with thiol groups. *Journal of non-crystalline solids*, 246(3), 209-215.
- Hernández-Padrón, G. (2000). Estudio sobre los procesos de adsorción y floculación de iones metálicos disueltos en agua sobre soles de sílice modificados en su superficie. *Tesis Doctoral*.
- Hernández-Padrón, G., Canseco, M., Rojas, F., García-Garduño, M., & Castaño, V. (2003). Development of hybrid materials consisting of SiO₂ microparticles embedded in phenolic-formaldehydic resin polymer matrices. *Mater. Sci. Eng. A.*, 47-338.
- Hong, Z., Chao, L., Jinshan, G., Limin, Z., & Jiahe, L. (2011). In Situ Synthesis of Poly(methyl methacrylate)/SiO₂ Hybrid Nanocomposites via "Grafting Onto" Strategy Based on UV Irradiation in the Presence of Iron Aqueous Solution. *Journal of Nanomaterials*, 2012, 1-9.
- Huang, Y. C., Lo, T. Y., Chao, C. G., & Whang, W. T. (2014). Anti-corrosion characteristics of polyimide/h-boron nitride composite films with different polymer configurations. *Surface and Coatings Technology*, 260, 113-117.

- Ibrahem, S., & Ibrahem, H. (2014). Synthesis and characterization of the PMMA/SiO₂ hybrids by sol-gel method. *Synthesis*, 1, 6.
- Journal of applied Polymer. (2002). *Revista Mexicana de Física*, 85, 2074-3083.
- Journal of so-gel Sci. and Tech. (Abri de 2002). *Revista Mexicana de Física*, 48(2), 409-413.
- K., T. (2015). *Polymerization Reactions*. Berlin, Heidelberg: Springer .
- Kashiwagi, T., Hírata, T., & Brown, J. E. (1985). Thermal and oxidative degradation of poly (methyl methacrylate) molecular weight. *Macromolecules*, 18(2), 131-138.
- Kickelbick, G. (2007). *Hybrid Materials. Synthesis, characterization and applications*. G. Kickelbick.
- L.A. Villaescusa, F. M.-W. (2002). *The Journal of Physical Chemistry B*, 106-2796.
- Lim, H., Lee, Y., Han, S., Cho, J., & Kim, K. (2001). Surface treatment and characterization of PMMA, PHEMA, and PHPMA. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Sufaces and Films*, 19(4), 1490-1496.
- Liu, F., Shan, D., Han, E., & Liu, C. (2008). Barium phosphate conversion coating on die-cast AZ91D magnesium alloy. (18, Ed.) *T. Nonferr. Metal*, 344-348. doi:10.1016/S1103
- Liu, J., Gao, Y., Wang, F., & Wu, M. (2000). Preparation and characteristics of nonflammabe polyimide materials. *Journa of applied polymer science*, 75(3), 384-389.
- Loy, D. A. (1995). Bridged polysilsesquioxanes. *Chemical Reviews*, 1431-1442.
- Mackenzie, J. D., & Bescher, E. (2003). Some factors governing the coating of organic polymers by sol-gel derived hybrid materials. *Journal of Sol-Gel and Technology*, 27, 7-14.
- Menczel, J. D., Judovits, L., Prime, R. B., Bair, H. E., Reading, M., & Swier, S. (2009). Differential scanning calorimetry (DSC). En *Thermal analysis of polymers: Fundamentals and applications* (págs. 7-39).
- Merck. (18 de 09 de 2019). *Sigma Aldrich, Merck*. Obtenido de <https://www.sigmaaldrich.com>

- MERCK. (s.f.). *Sigma Aldrich*. Recuperado el Enero de 2019, de <https://www.sigmaaldrich.com/mexico>
- Mochizuki, D., Kowata, S., & Kuroda, K. (2006). Synthesis of Microporous Inorganic-Organic Hybrids from Layered Octosilicate by Silylation with 1,4-Bis(trichloro-and dichloromethyl-silyl)benzenes. *Chemistry of materials*, 18(22), 5223-5229.
- Morales Acosta, D. (2007). "Síntesis y caracterización de materiales híbridos Versátiles PMMA-SiO₂ para el desarrollo de recubrimientos".
- Nava Amezcua, R. (2016). Los altos vuelos de la aviación militar, la Fuerza Aérea Mexicana: más de cien años de historia. *Relatos e Historias en México*, VIII(91), 1-17.
- Odian, G. (2004). *Principles of Polymerization* (Vol. 4ta. Edición). Canada: John Wiley & Sons, Inc.
- Painter, P. C., & Coleman, M. M. (1997). *Fundamentals of Polymer Science*. Technomic.
- Phadatare, M., Satvekar, R., Karande, V., Patil, R., Tiwale, B., & Pawar, S. (2012). Influence of silane content on the optical properties of sol gel derived spin coated silica thin films. *International Journal of Basic and Applied Sciences*, 1(4), 468-476.
- Polmear, I. (2005). *Light alloys: from traditional alloys to nanocrystals*. Elsevier.
- Press, L. (s.f.). *INPRA Latina*. Recuperado el Septiembre de 2019, de <https://www.inpralatina.com>
- Registration, E. (2006). *Authorisation and Restriction of Chemicals*. Obtenido de http://ec.europa.eu/environment/chemicals/reach/reach_intro.htm
- Sanchez, C. D., Soler-Illia, G. A., Ribot, F., Lalot, T., Mayer, C. R., & Cabuil, V. (2001). Designed hybrid organic-inorganic nanocomposites from functional nanobuilding blocks. *Chemistry of Materials*, 13(10), 3061-3083.
- Shea, K., & Loy, D. (2001). *Chemistry of Materials*.
- Skoog, D. A., Holler, F. J., & Nieman, T. A. (2008). *Principios de análisis instrumental*.

- Smith, B. C. (1998). *Interpretación espectral infrarroja: un enfoque sistemático*. Prensa CRC.
- Stöcker, M. (1991). *Studies in Surface Science and Catalysis*. 85-429.
- Strawbridge, I., & James, P. F. (1986). Thin silica films prepared by dip coating. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 82(1-3), 366-372.
- Thomas, A., Heller, D., Gammill, W., Fahrenholtz, W., O'Keefe, M., DeAntoni, J., & Curatolo, B. (2009). Performance of Multifunctional UV (MUV) Curable Corrosion Coating Systems to Aerospace Military Test Criteria. *In DoD Corrosion Conference, Washington DC*.
- Villegas, J. A., Rincón, J. M., García-Heras, M., & Romero, M. (2002). *VIII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos* (pág. 715). España: Gandia.
- W. Nicholson, J. (2006). *The Chemistry of Polymers* (Vol. 3era. edición). UK: RSC Publishing.
- Wei, T., Yan, F., & Tian, J. (2005). Characterization and wear-and corrosion-resistance of microarc oxidation ceramic coatings on aluminum alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 389(1-2), 169-176.
- Wigth, A. P., & Davis, M. E. (2002). Design and preparation of organic-inorganic hybrid catalysts. *Chemical reviews*, 3589-3614.
- Yacamán, M. J., & Reyes Gasga, J. (1995). *Microscopía electrónica: una visión del microcosmos*. México.
- Zhang, L., Shi, T., & Wu, S. (2013). Graphene/polystyrene nanocomposites synthesized via Pickering emulsion polymerization. *High Performance Polymers*, 26, 156-165.

- I. FICHAS DE SEGURIDAD
- II. TABLA PARA PARAMETRO DE PRUEBA DE ADHERENCIA
- III. RESULTADOS DE LA TESIS

I. FICHAS DE SEGURIDAD

Propiedades y Características de los Reactivos Utilizados en la Síntesis de los
Materiales Híbridos

(3-MERCAPTOPROPIL)-TRIMETOXISILANO

(3-MPTS) (Merck, 2019)

3- Trimethoxysilypropane-1-thiol

$C_6H_{16}O_3SSi$

Peso molecular: 196.34 g/mol

Forma: Líquido

Color: Incoloro

Olor: Hedor

Punto de ebullición: 213-215 °C

Punto de inflamación: 96 °C

Solubilidad en agua: Se hidroliza

Primeros Auxilios:

Inhalación: Si se aspiró, se debe mover a la persona al aire fresco. Si ha parado de respirar, hacer la respiración artificial.

Piel: Se debe lavar con jabón y mucha agua

Ojos: Lavarse abundantemente los ojos con agua.

Ingestión: Nunca se debe administrar nada por la boca a una persona inconsciente. Enjuague la boca con agua.

Aplicaciones:

Mejora la adhesión de los selladores de polisulfuro y poliuretano a las superficies de vidrio y metal.

Adecuada para uso en polímeros tales como butilo, epoxi, neopreno, nitrilo, fenólico, polisulfuro, poliuretano, etc.

TETRAETILORTOSILICATO
(TEOS) (Merck, 2019)

Tetraetilortosilicato; etil silicato; ácido silícico, tetraetil éster; etóxido de silicio;
TEOS

$C_8H_{20}O_4Si$

Aspecto: Líquido transparente e incoloro

Olor: Inodoro

Masa Molar: 208.33 g/mol

Punto de ebullición: 166-169 °C

Punto de inflamación: 45 °C

Punto de fusión: -77 °C

Límites de explosión (inferior/superior):1.3/23 %Vol.

Solubilidad: en agua a 20 °C se descompone

Apariencia: Líquido incoloro

Densidad: 0.94 g/ml

Primeros Auxilios:

Inhalación: Si se aspiró, se debe mover a la persona al aire fresco. Si ha parado de respirar, hacer la respiración artificial.

Piel: Se debe lavar con jabón y mucha agua.

Ojos: Lavarse abundantemente los ojos con agua durante al menos 15 minutos.

Ingestión: NO induzca el vómito. Nunca le de nada por la boca a una persona inconsciente. Enjuagar con agua la boca.

Aplicaciones:

Se utiliza como un agente entrecruzante en polímero de silicio. Se utiliza en la producción de aerogels.

METACRILATO DE METILO
(MMA) (Merck, 2019)

$C_5H_8O_2$

Peso molecular: 100.12 g/mol

Punto de inflamabilidad: 10 °C

Punto de ebullición: 100 °C

Punto de fusión: -48 °C

Solubilidad en agua: 15.3 g/l a 20 °C

Primeros Auxilios:

Inhalación: Mover a la persona al aire fresco. Si no respira, administre respiración artificial.

Piel: En caso de contacto con la piel, lavar con agua y jabón.

Ingestión: NO induzca el vómito. Nunca le dé nada por la boca a una persona inconsciente. Enjuagar la boca con agua.

Aplicaciones:

La principal aplicación del metacrilato de metilo es la producción del plástico transparente denominado polimetilmetacrilato (PMMA). También se emplea en la producción de otros polímeros acrílicos, usados en pinturas y recubrimientos.

ETANOL (Merck, 2019)

C_2H_5OH

Apariencia: Líquido transparente e incoloro, y olor agradable característico

Punto de fusión: $-114.1\text{ }^{\circ}C$

Punto de ebullición: $78.5\text{ }^{\circ}C$

Densidad relativa: 0.789 a $20^{\circ}C$

Primeros Auxilios:

Inhalación: Si se aspiró, se debe mover a la persona al aire fresco. Si ha parado de respirar, hacer la respiración artificial.

Piel: Se debe lavar con jabón y mucha agua

Ojos: Lavarse abundantemente los ojos con agua con al menos 15 minutos.

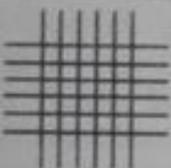
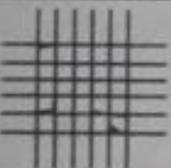
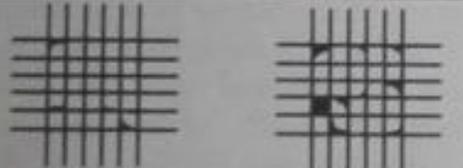
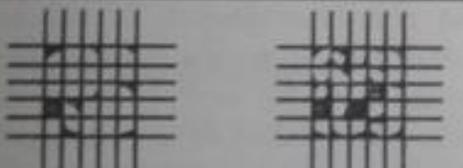
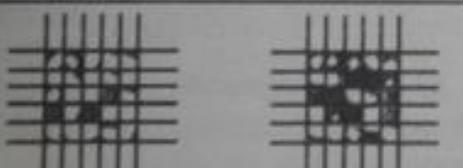
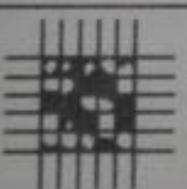
Ingestión: NO induzca el vómito. Nunca le dé nada por la boca a una persona inconsciente. Enjuagar la boca con agua.

Aplicaciones:

Es el alcohol que se encuentra en bebidas como la cerveza, el vino y el brandy. Debido a su bajo punto de congelación, ha sido empleado como fluido en termómetros para medir temperaturas inferiores al punto de congelación del mercurio, $-40\text{ }^{\circ}C$, y como anticongelante en radiadores de automóviles.

II. PRUEBA DE ADHERENCIA

Tabla 13. Classification of Adhesion Test Results for Test Method B. (ASTM-D 3363, 2011)

CLASSIFICATION OF ADHESION TEST RESULTS		
CLASSIFICATION	PERCENT AREA REMOVED	SURFACE OF CROSS-CUT AREA FROM WHICH FLAKING HAS OCCURRED 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%	

III. PRODUCTOS DE LA TESIS



XVI encuentro
Participación de la
Mujer
en la
Ciencia

29-31 MAYO 2019 León, Guanajuato

Otorga el presente
Reconocimiento
por su valiosa participación a:

Bryanda Reyes Tesillo, Jorge A. Ferrer Pérez y Genoveva Hernández Padrón

Por el trabajo:

DESARROLLO DE UN HÍBRIDO PMMA-SiO₂ VIA SOL-GEL USADO COMO RECUBRIMIENTO EN ALUMINIO (Al-Zn)

Amalia Martínez García
Representante del Comité Organizador

Rafael Espinosa Luna
Director General del CIO

Angela Rutz Robles
Inventora sujeta

CIO
CENTRO DE INVESTIGACIONES
EN OPTICA, A.C.



The Organizing Committee
Acknowledges the Participation of

Bryanda Guadalupe Reyes Tesillo

in the XXVIII International Materials Research Congress

Heberto Balmori Ramírez

President of the Sociedad Mexicana de Materiales, 2019-2020.



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.



NIRS MATERIALS RESEARCH SOCIETY®
Advancing Materials. Improving our Quality of Life.



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
 ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS
 DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA EN METALURGIA Y MATERIALES

Otorgan la presente
CONSTANCIA
 a
ING. BRYANDA G. REYES TESILLO

por su destacada participación con la presentación del trabajo
 'Recubrimiento anticorrosivo preparado via Sol-Gel para materiales aeroespaciales'
 UNAM Juriquilla – CFATA

Autor: Dra. Genoveva Hernández Padrón
 en la XLIV Semana de Ingeniería en Metalurgia y Materiales.
 Noviembre 2019

D 1 11 11

M. EN C. SERGIO JAVIER GARCÍA NÚÑEZ
 Jefe del Departamento de Ingeniería en
 Metalurgia y Materiales

GABRIELA MORALES CRUZ
 Presidenta del Comité Organizador
 XLIV SIMM