



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

**“DESARROLLO DE RECUBRIMIENTOS NANOHÍBRIDOS CON MATRIZ DE
POLÍMEROS RECICLADOS PARA APLICACIONES AEROSPAZIALES”**

TESIS
QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:
MAESTRO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

PRESENTA:
ING. CHAYANN EMMANUEL RUBIO RUIZ

TUTOR PRINCIPAL
DRA. GENOVEVA HERNÁNDEZ PADRÓN
CENTRO DE FÍSICA APLICADA Y TECNOLOGÍA AVANZADA

MIEMBROS DEL COMITÉ TUTOR
DR. VÍCTOR MANUEL CASTAÑO MENESES
CENTRO DE FÍSICA APLICADA Y TECNOLOGÍA AVANZADA
DR. JORGE ALFREDO FERRER PÉREZ
UNIDAD DE ALTA TECNOLOGÍA - FACULTAD DE INGENIERÍA

JURIQUILLA QUERÉTARO, ENERO 2021



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.

Tabla de contenido

RESUMEN.....	7
1 INTRODUCCIÓN.....	12
1.1 DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA.....	13
1.2 JUSTIFICACIÓN	13
1.3 OBJETIVO GENERAL	14
1.4 OBJETIVOS PARTICULARES.....	14
1.5 HIPÓTESIS.....	14
2 ANTECEDENTES HISTÓRICOS.....	15
2.1 AERONÁUTICA	15
2.1.1 <i>Sistema de designación de aluminio forjado y aleaciones de aluminio.</i>	16
2.1.2 <i>Aleación de Aluminio 7075-T6</i>	17
2.2 CORROSIÓN	18
2.2.1 <i>Cromo (VI)</i>	20
2.3 ABRASIÓN	21
2.3.1 <i>Desgaste erosivo</i>	21
2.4 MATERIALES AVANZADOS	21
2.5 POLIESTIRENO.....	22
2.5.1 <i>Degradación</i>	22
2.6 MATERIALES HÍBRIDOS	24
2.7 DIÓXIDO DE SILICIO	25
2.8 PROCESO SOL-GEL ASISTIDO POR SONOQUÍMICA.....	25
2.8.1 <i>Método Sol-gel</i>	25
2.8.2 <i>Sonoquímica</i>	29
2.8.3 <i>Sonogel</i>	30
2.9 QUÍMICA VERDE	30
2.9.1 <i>Disolventes Verdes</i>	32
2.9.1.1 <i>D-limoneno</i>	32
2.10 LA TECNOLOGÍA DE PELÍCULAS DELGADAS EN LA INDUSTRIA AEROESPACIAL.	33
2.11 REGULACIONES EN LA INDUSTRIA AERONÁUTICA.....	34
2.11.1 <i>Administración Federal de Aviación (Federal Aviation Administration, FAA)</i>	34
2.11.2 <i>Estándar militar de los Estados Unidos (MIL-STD)</i>	34
2.11.3 <i>Sociedad Americana para Pruebas y Materiales (ASTM)</i>	34
2.12 NORMAS DE MATERIALES AEROESPACIALES	35
3 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN	36
3.1 PRUEBAS DE SOLUBILIDAD.....	36
3.2 CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES HÍBRIDOS.....	38
3.2.1 <i>Espectroscopía FTIR y Raman.</i>	38
3.2.1.1 <i>Espectroscopia Infrarroja FTIR</i>	38
3.2.1.2 <i>Raman dispersivo</i>	39
3.3 CARACTERIZACIÓN DE LOS RECUBRIMIENTOS SOBRE SUSTRATOS METÁLICOS	40
3.3.1 <i>Ensayo de dureza</i>	40
3.3.2 <i>Ensayo de adhesión con cinta ASTM D3359-17.</i>	41
3.3.3 <i>Ensayo de abrasión Norma ASTM D4060-10.</i>	42
3.3.4 <i>Ensayo de corrosión Norma ASTM B117-07.</i>	43
4 METODOLOGÍA	45
4.1 MATERIALES Y REACTIVOS	45

4.2	EXTRACCIÓN DEL DISOLVENTE D-LIMONENO.....	45
4.2.1	<i>Tratamiento de la biomasa de naranja.....</i>	45
4.2.1.1	Obtención del D-limoneno.....	45
4.3	PREPARACIÓN DE MATERIALES.....	46
4.3.1	<i>Funcionalizado del PSR (PSRF).....</i>	47
4.3.2	<i>Preparación de los nanohíbridos HPSR y HPSRF.....</i>	47
4.4	DEPOSICIÓN DE RECUBRIMIENTOS SOBRE EL SUSTRATO DE ALUMINIO.....	48
5	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	51
5.1	PRUEBAS DE SOLUBILIDAD.....	51
5.2	CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS.....	52
5.2.1	<i>Medidor de espesores.....</i>	52
5.2.2	<i>Ensayo de dureza.....</i>	53
5.2.3	<i>Ensayo de adhesión.....</i>	54
5.2.4	<i>Intemperismo acelerado.....</i>	55
5.2.5	<i>Ensayo de abrasión.....</i>	58
5.3	CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES.....	61
5.3.1	<i>Espectroscopia FTIR.....</i>	61
5.3.1.1	D-limoneno.....	61
5.3.2	<i>Poliestireno reciclado (PSR).....</i>	62
5.3.3	<i>Nanohíbrido (HPSR), Nanohíbrido funcionalizado (HPSRF).....</i>	63
5.4	ESPECTROSCOPIA RAMAN.....	64
5.4.1	<i>Poliestireno reciclado (PSR).....</i>	64
5.4.2	<i>Nanohíbrido (HPSR), Nanohíbrido funcionalizado (HPSRF).....</i>	65
6	CONCLUSIONES.....	66
7	TRABAJOS FUTUROS.....	68
8	REFERENCIAS.....	69
9	ANEXOS.....	72
9.1	ANEXOS I.....	72
9.2	ANEXO II.....	75
9.2.1	<i>Trabajos generados.....</i>	75
9.3	ANEXO III.....	76
9.3.1	<i>Fichas de seguridad.....</i>	76
9.3.1.1	D-Limoneno.....	76
9.3.2	<i>Ácido Abietico.....</i>	77
9.3.3	<i>Tetraetilortosilicato.....</i>	78
9.3.4	<i>Peróxido de benzoilo.....</i>	79

Índice de tablas

Tabla 1. Ventajas y desventajas relativas de las aleaciones convencionales de aluminio aeroespaciales.	16
Tabla 2. Sistema de designación de aluminio forjado y aleaciones de aluminio. ...	16
Tabla 3. Composición química de algunas aleaciones de aluminio para el sector aeroespacial.	17
Tabla 4. Condiciones de carga típicas y propiedades de ingeniería requeridas para las principales secciones estructurales de una aeronave Módulo elástico (E); límite elástico de compresión (CYS); resistencia a la tracción (YS); tolerancia al daño (DT); resistencia a la corrosión (CR).	18
Tabla 5. Diferentes rutas de degradación de polímeros [22].	23
Tabla 6. Clasificación de 5 diferentes tipos de geles que son relevantes en la síntesis de materiales en sol-gel.	26
Tabla 7. Ejemplos de especificaciones ASTM para revestimientos aeroespaciales.	33
Tabla 8. Ejemplo de algunas especificaciones para los revestimientos de superficie utilizados en la industria aeroespacial y aeronáutica.	33
Tabla 9. Los parámetros de solubilidad de varios polímeros.	36
Tabla 10. Parámetros de solubilidad de Hansen para una serie de disolventes. ...	37
Tabla 11. Comparación de la espectroscopia Raman, del infrarrojo medio y del infrarrojo cercano.	38
Tabla 12. Materiales y reactivos.	45
Tabla 13. Comparación de la solubilidad del PS en distintas muestras de D-limoneno.	51
Tabla 14. Espesores de películas en μm obtenidos por medidor de espesores para pruebas ASTM B117-18.	52
Tabla 15. Espesores de películas en μm obtenidos por medidor de espesores para pruebas ASTM D4060-14.	53
Tabla 16. Espesores de películas μm obtenidos por medidor de espesores para pruebas ASTM D3359-17.	53
Tabla 17. Resultados de la prueba ASTM D3363 – 05.	54
Tabla 18. Clasificación de los resultados de la prueba de adhesión.	55
Tabla 19. Tiempo de exposición en la cámara de niebla salina del recubrimiento sobre el sustrato.	56
Tabla 20. Observación de los recubrimientos durante el tiempo de exposición en la CNS.	57
Tabla 21. Pérdida de peso de los recubrimientos.	58
Tabla 22. Pérdida de peso de los recubrimientos.	58
Tabla 23. Índice de desgaste de los recubrimientos en cada ciclo de prueba.	58
Tabla 24. Espesor promedio de las muestras conforme a la norma ASTM D4060, el espesor es reportado en μm	59
Tabla 25. Espesor promedio de las muestras conforme a la norma ASTM D4060, el espesor es reportado en μm	59

Tabla 26. Clasificación de los resultados de las pruebas de adherencia para el método de prueba B.....	72
Tabla 27. Condiciones de la Cámara de niebla salina.	73
Tabla 28. Bandas FTIR características de la molécula D-limoneno.	73
Tabla 29. Bandas FTIR características del poliestireno.	74
Tabla 30. Bandas FTIR características de los compuestos con silicio.	74
Tabla 31. Bandas Raman características del PSR.....	74

Índice de figuras

Figura 1. Dominio del aluminio en los fuselajes.	16
Figura 2. El avión de transporte y sus principales secciones estructurales.....	18
Figura 3. Estructura química del Poliestireno.	23
Figura 4. ORMOCER un tipo de material híbrido.	27
Figura 5. Gráfico simplificado de los procesos de sol-gel	28
Figura 6. Cavitación inducida por ultrasonido.....	29
Figura 7. Estructura química del D-limoneno.	32
Figura 8. Pruebas de solubilidad.....	37
Figura 9. THERMO SCIENTIFIC modelo: NICOLET 6700.....	39
Figura 10. Raman dispersivo marca BRUKER modelo SENTERRA.....	40
Figura 11. Escala de durezas.....	40
Figura 12. Equipo utilizado para el ensayo de dureza al lápiz.	41
Figura 13. Patrón de rejilla.	42
Figura 14. Taber Abraser.	43
Figura 15. Placa de Al7075-T6 recubierta con HPSRF y montada sobre el Taber.	43
Figura 16. Equipo de niebla salina Q-FOG modelo 1100.....	44
Figura 17. Procedimiento de obtención del D-limoneno.....	46
Figura 18. Muestras del HPSR, PSRF y HPSRF sintetizados.....	47
Figura 19. Procedimiento de síntesis de los materiales PSR, PSRF, HPSR Y HPSRF.	48
Figura 20. Placa de Al7075-T6 cubierta del nanohíbrido y montada sobre el spin coating.....	49
Figura 21. Sustratos metálicos con los materiales preparados PSR, PSRF, HPSR Y HPSRF.....	50
Figura 22. Muestra de D-Limoneno con PSR disuelto.	51
Figura 23. Medidor de espesores Positector 6000.....	52
Figura 24. Ensayo de dureza al lápiz sobre placas de Al7075-T6 recubiertas con PSRF, PSR, HPSR y HPSRF.....	54
Figura 25. Resistencia a la abrasión de los recubrimientos PSR, PSRF, HPSR y HPSRF.	60

Índice de gráficos

Gráfico 1. Prueba de desgaste (número de ciclos Vs. pérdida de masa) de los materiales híbridos.	59
Gráfico 2 FTIR del D-Limoneno obtenido de la cáscara de naranja.....	61
Gráfico 3 FTIR del poliestireno reciclado.	62
Gráfico 4 FTIR del poliestireno reciclado híbrido y su variante funcionalizada.....	63
Gráfico 5 Espectro Raman del poliestireno reciclado.....	64
Gráfico 6 Espectro Raman del HPSRF, HPSR y PSR.	65

Resumen

En este trabajo se propuso el desarrollo de nuevos compuestos a partir de materiales nanohíbridos de matriz de poliestireno reciclada y reforzada con nanopartículas de SiO₂. Las nanopartículas de SiO₂ se sintetizaron por el método de sol-gel asistido por sonoquímica, por medio de una síntesis verde utilizando D-limoneno como solvente. Posteriormente se unieron químicamente a la matriz de poliestireno funcionalizado con ácido abiético. Los nanohíbridos preparados se caracterizaron mediante las técnicas de espectroscopia FTIR y Raman Dispersivo. Para evaluar sus propiedades mecánicas tales como adherencia, abrasión y resistencia a la corrosión bajo normas ASTM para recubrimientos. La evaluación del rendimiento anticorrosivo de cada uno de estos recubrimientos PSR, HPSR, PSRF y HPSRF se realizó mediante intemperismo acelerado. Estas pruebas mostraron que no hubo corrosión en las películas de materiales nanohíbridos comparadas con los recubrimientos de poliestireno sin modificar.

Palabras clave

Poliestireno reciclado, ácido abiético, proceso sol-gel, D-Limoneno, Sonoquímica, recubrimientos anticorrosivos, aeronáutica.

Abstract

In this work, the development of new composites from recycled polystyrene matrix nanohybrid materials reinforced with SiO₂ nanoparticles was proposed. SiO₂ nanoparticles were synthesized by sonochemistry-assisted sol-gel method by green synthesis using D-limonene as solvent. They were then chemically bonded to abietic acid functionalized polystyrene matrix. The prepared nanohybrids were characterized by FTIR and Dispersive Raman spectroscopy techniques. To evaluate their mechanical properties such as adhesion, abrasion, and corrosion resistance under ASTM standards for coatings. The evaluation of the corrosion performance of each of these PSR, HPSR, PSRF and HPSRF coatings was performed by accelerated weathering. These tests showed that there was no corrosion on the nanohybrid films compared to the unmodified polystyrene coatings.

Keywords

Recycled polystyrene, abietic acid, sol-gel process, D-Limonene, sonochemistry, anti-corrosion coatings, aeronautics.

Agradecimientos

Agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el financiamiento de mi estadía e investigación (CVU: 967377).

Agradezco a mi tutora la Dra. Genoveva por la oportunidad que me otorgo para desarrollar este proyecto, el tiempo prestado y el guiarme a lo largo de este proceso.

Agradecimiento a mis cotutores, el Dr. Víctor Castaño y el Dr. Jorge Ferrer, quienes estuvieron al tanto de mi progreso y me guiaron a lo largo de este proceso con consejos, correcciones, opiniones y mejoras al trabajo.

Agradezco a mis maestros por apoyarme en mi crecimiento académico y enfocar sus materias en el desarrollo de este proyecto.

Agradecimiento a las personas encargadas de los laboratorios en las distintas áreas que estuve trabajando por brindarme un espacio para desarrollar partes de mi proyecto que fueron de gran importancia para culminarlo:

Dr. Abraham Ulises Chávez Ramírez, del Laboratorio Nacional de Micro y Nanofluidica (LABMyN).

M.C. José Mójica Gómez, del Laboratorio de Corrosión en el Centro de Investigación y Desarrollo Electroquímico (CIDETEQ).

Dra. Genoveva Hernández Padrón, de las espectroscopias IR y Raman del Laboratorio Nacional de Caracterización de Materiales (LANCAM).

Al comité sinodal por el tiempo y las recomendaciones en la revisión de la tesis:

Dr. Domingo Rangel Miranda – presidente.

Dra. Genoveva Hernández Padrón - primer vocal.

Dr. Rafael Chávez Moreno - segundo vocal.

Dra. María Teresa Ramírez Palma – tercer vocal.

Dr. Alfredo Maciel Cerda – secretario.

“If I have seen further it is by standing on the shoulders of Giants”

Isaac Newton

Abreviaturas

AA

Ácido abiético

Al

Aluminio

Np

Nanopartícula

HPSC

Poliestireno cristal híbrido

HPSCF

Poliestireno cristal híbrido
funcionalizado

HPSR

Poliestireno reciclado híbrido

HPSRF

Poliestireno reciclado híbrido
funcionalizado

PB

Peróxido de benzoilo

PS

Poliestireno

PSC

Poliestireno cristal

PSR

Poliestireno reciclado

SiO₂

Dióxido de silicio

TEOS

Tetraetilortosilicato

ASTM

Sociedad Americana para Pruebas y
Materiales

FAA

Federal Aviation Administration

MIL-STD

United States Military Standard

ASTM

American Society for Testing and
Materials

IUPAC

Unión Internacional de Química pura
y Aplicada

1 Introducción

Desde el primer vuelo exitoso registrado por los hermanos Wright el 17 de diciembre de 1903 hasta el uso común de los aviones como medio de transporte, los materiales siempre han sido un factor clave en la evolución de la aeronáutica, buscando características como ligereza, estabilidad térmica, resistencia a la corrosión y en particular la relación peso/resistencia, la cual siempre ha sido un factor relevante en la tecnología aeronáutica [1].

Un paso importante en la aeronáutica fue la llamada revolución estructural de los años 30, cuando la madera fue sustituida por el metal, sobre todo por el aluminio. Las aleaciones de aluminio se utilizan ampliamente en los fuselajes de los aviones y en otras estructuras y compuestos de ingeniería en los que el peso ligero y la resistencia a la corrosión son muy deseados.

Aunque hoy en día la mayoría de los aviones tienen sus partes principales hechas de materiales compuestos las aleaciones de aluminio siguen siendo dominantes en el fuselaje de aeronaves, por lo que es necesario desarrollar revestimientos que protejan estos materiales de la corrosión y la abrasión.

Los materiales compuestos híbridos tienen características distintivas que pueden ser utilizadas en varias estructuras y/o componentes estructurales sin comprometer su rendimiento estructural y durabilidad [2] [3].

Un compuesto estructural es un sistema de materiales que consta de dos o más fases a escala macroscópica, cuyo rendimiento mecánico y propiedades están diseñados para ser superiores a los de los materiales constituyentes que actúan de forma independiente. Generalmente, un material compuesto está constituido por un refuerzo (fibras, partículas y/o fibras) embebido en una matriz (polimérica, metálica o cerámica).

Los mercados aeroespacial y militar son dos áreas en las que se ha realizado el mayor esfuerzo en el desarrollo y avance de la tecnología de compuestos. La necesidad de estructuras más fuertes, rígidas y ligeras fue una oportunidad para que los materiales compuestos demostraran su superioridad sobre los materiales de uso más común [4].

1.1 Descripción del problema

A lo largo del tiempo han existido distintos tipos de materiales (naturales, metálicos, poliméricos) enfocados al fuselaje de aeronaves, que presentan características como rigidez, ligereza, resistencia al desgaste, entre otras, cada una específica y necesaria para cada determinada parte. Los metales, en especial las aleaciones de aluminio han proporcionado un poderoso sustento y amplio uso en estas estructuras, pero al ser materiales muy específicos poseen fuertemente las desventajas comunes de los metales, principalmente la corrosión, ante esta necesidad se han desarrollado recubrimientos compuestos, que reduzcan estas deficiencias en las aleaciones sin comprometer propiedades como la ligereza y la resistencia a la fatiga. Los polímeros híbridos han demostrado ser un buen candidato como refuerzo a las aleaciones de aluminio utilizados en el sector aeroespacial, ya que pueden ser aplicados en unicapa evitando sistemas multicapa e incluso el uso de cromatos.

1.2 Justificación

El crear nuevos materiales que mejoren o superen las propiedades de los recubrimientos utilizados en el sector aeroespacial, abre una brecha al desarrollo de nuevos materiales que cumplan las propiedades necesarias para este sector. El uso de materiales híbridos son una alternativa como recubrimientos sobre aleaciones metálicas, mejorando las propiedades como la adherencia, dureza y resistencia a la abrasión y corrosión comparados con los materiales actuales.

Aunado a lo anterior, el compromiso ambiental de implementar métodos sustentables ha llevado a buscar alternativas soportadas en la química verde, desde el uso de un polímero recuperado por reciclaje hasta la sustitución de los solventes actuales que son altamente tóxicos por solventes de origen natural.

La propuesta de este trabajo es el desarrollo de un material nanohíbrido basado en química verde que sirva como recubrimiento de la aleación de aluminio (Al7075-T6) usado en parte del fuselaje metálico de aeronaves, para protegerlas de las distintas condiciones ambientales a las que son expuestas. Para este fin se usará un poliestireno residual como matriz, obtenido del desecho de contenedores de alimentos, y reforzada con nanopartículas de SiO₂, utilizando D-limoneno como solvente, extraído a partir de biomasa de naranja. El método de síntesis será vía sol-gel asistido por sonoquímica, lo cual reducirá los tiempos de síntesis, hará más homogénea las soluciones precursoras y distribuirá mejor las nanopartículas.

1.3 Objetivo general

Desarrollar un recubrimiento nanohíbrido de poliestireno reciclado funcionalizado con ácido abiético y reforzado con nanopartículas de óxido de silicio (SiO_2) preparado mediante el método de sol-gel asistido con sonoquímica para proveer de propiedades anticorrosivas a sustratos de aleaciones de aluminio utilizados en la industria aeroespacial.

1.4 Objetivos particulares

1. Funcionalizar el poliestireno reciclado con ácido abiético.
2. Preparar los nanohíbridos mediante el método sol-gel usando como solvente D-limoneno y asistido por sonoquímica.
3. Caracterizar los materiales preparados mediante técnicas espectroscópicas FTIR y Raman Dispersivo.
4. Recubrir los sustratos metálicos de Al7075-T6.
5. Caracterizar por pruebas mecánicas los sustratos con los recubrimientos nanohíbridos, basándose en las Normas ASTM de dureza (ASTM D 2197), adherencia (ASTM D 3363) y abrasión (ASTM D 4060-07) de los diferentes materiales.
6. Determinar la eficiencia anticorrosiva de los recubrimientos (a través de la prueba de intemperismo acelerado (ASTM B 117-18) usando una cámara de niebla salina.

1.5 Hipótesis

El material nanohíbrido sintetizado con matriz de poliestireno reciclado funcionalizado con ácido abiético y reforzado con nanopartículas de SiO_2 preparado por medio de la técnica de sol-gel asistido por sonoquímica usando el solvente D-limoneno, protegerá de la corrosión y abrasión sin comprometer el peso final de los sustratos de aluminio (Al7075-T6).

2 Antecedentes históricos

2.1 Aeronáutica

Los materiales usados en las estructuras de los aviones requieren la combinación de rigidez, fuerza, resistencia a la fractura y resistencia a la corrosión. Los materiales aeroespaciales deben soportar las cargas estructurales y aerodinámicas a la vez que deben ser económicos y fáciles de fabricar. Durante su tiempo de vida, las estructuras del avión no deben agrietarse, corroerse, oxidarse o sufrir otras formas de daño mientras funcionan en condiciones adversas que impliquen altas cargas, congelación, altas temperaturas, impactos de rayos, granizo, exposición a fluidos potencialmente corrosivos como combustible para aviones, lubricantes y decapantes de pintura.

Además de las altas propiedades mecánicas y la durabilidad a largo plazo, es esencial que los materiales sean ligeros. El fuselaje representa un gran porcentaje (normalmente entre el 20 y el 40%) del peso total de la mayoría de los aviones, por lo que cualquier ahorro de peso mediante el uso de materiales ligeros estructuralmente eficientes da como resultado un menor consumo de combustible, un mayor alcance y velocidad, y menores requerimientos de motor [5].

Las aleaciones de aluminio han sido el principal material del fuselaje desde que empezaron a sustituir a la madera a principios de los años 20. El predominio de las aleaciones de aluminio en las aplicaciones de fuselaje se muestra en la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia..**

El atractivo del aluminio es que es un metal liviano de costo relativamente bajo que puede ser tratado térmicamente a niveles de resistencia bastante altos, y es uno de

los materiales de alto rendimiento más fáciles de fabricar, lo que generalmente se correlaciona directamente con costos más bajos,

Tabla 1 [6].

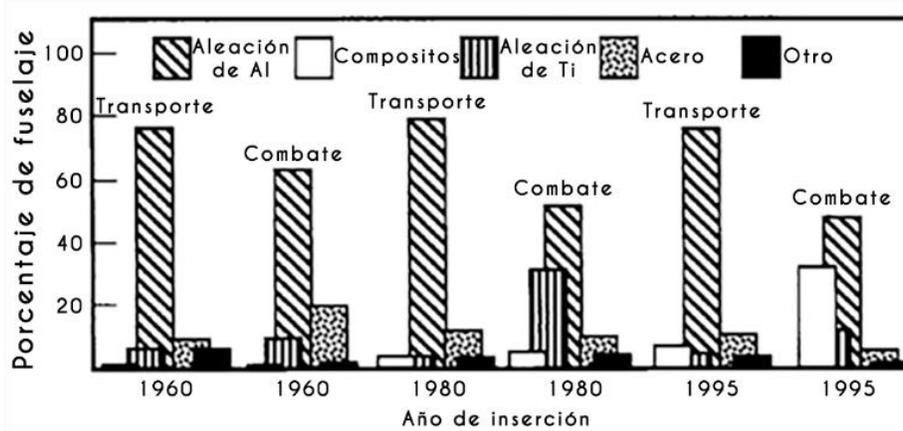


Figura 1. Dominio del aluminio en los fuselajes.

Tabla 1. Ventajas y desventajas relativas de las aleaciones convencionales de aluminio aeroespaciales.

Ventajas	Desventajas
Moderada rigidez específica.	Escasa resistencia a la corrosión
Generalmente reciclable.	Susceptible a corrosión bajo tensión
Propiedades mecánicas isotrópicas.	La mayoría de las aleaciones difíciles o inadecuadas para soldar.
Buena tolerancia al daño y control de propiedades termo mecánicas.	

2.1.1 Sistema de designación de aluminio forjado y aleaciones de aluminio.

Se utiliza un sistema de designaciones numéricas de cuatro dígitos para identificar el aluminio forjado y las aleaciones de aluminio forjado. El primer dígito indica el grupo de aleación como se muestra en la Tabla 2 [7]. La Tabla 3 muestra la composición de algunas aleaciones.

Tabla 2. Sistema de designación de aluminio forjado y aleaciones de aluminio.

Aluminio, 99.00 por ciento y mayor	1xxx
Aleaciones de aluminio agrupadas por principales elementos de aleación	
Cobre	2xxx

Manganeso	3xxx
Silicio	4xxx
Magnesio	5xxx
Magnesio y silicio	6xxx
Zinc	7xxx
Otros elementos	8xxx
Series no utilizadas	9xxx

Tabla 3. Composición química de algunas aleaciones de aluminio para el sector aeroespacial.

Aleación	Cu	Zn	Li	Mg	Mn	Fe	Si	Cr	Zr	Ti	Al
2024	4.4	-	-	1.5	0.6	≤0.5	≤0.5	0.1		0.15	Bal
7075	1.2-2.0	5.1-6.1	-	2.1-2.9	0..3	0.5	0.4	0.18-0.28	-	0.2	Bal
2099	2.4-3.0	0.4-1.0	1.6-2.0	0.1-0.5	0.1-0.5	0.07	0.05	0.1-0.5	0.05-0.12	0.1	Bal
2199	2.0-2.9	0.2-0.9	1.4-1.8	0.05-0.4	0.1-0.5	0.07	0.05	-	0.05-0.12	0.1	Bal

2.1.2 Aleación de Aluminio 7075-T6

En la actualidad existen varias aleaciones aeroespaciales, entre las que se encuentran las de Al y las basadas en Mg, Ni, Co y Ti. En las aleaciones basadas en aluminio, el Al es el metal predominante del sistema junto con elementos de aleación como el cobre, el zinc, el manganeso, el silicio y el magnesio. Las aleaciones de aluminio se utilizan ampliamente en los fuselajes de los aviones y en otras estructuras y compuestos de ingeniería en los que el peso ligero y la resistencia a la corrosión son muy deseados. Las siguientes aleaciones de Al se utilizan habitualmente en aviones y otras aplicaciones aeroespaciales (helicópteros y naves espaciales): 7075, 6061, 6063, 2024 y 5052.

Entre todos los metales, el Zn tiene la mayor solubilidad en Al, y los resultados de la fuerza mejoraron por el incremento en el contenido de Zn. Las aleaciones de la serie 7000 representan las aleaciones de Al más fuertes, y se utilizan para componentes aeronáuticos de alta resistencia [8].

Sin embargo, la aleación aeroespacial de la serie Al-Zn-Mg (7000) presenta susceptibilidad a la corrosión por picadura cuando se alea con Cu. La susceptibilidad de las aleaciones aeroespaciales (Al-Zn-Mg) al agrietamiento por corrosión bajo tensión incrementa con el aumento del contenido de Cu en la aleación [9].

Aun así, la aleación de Al 7075 es la preferida por la industria aeronáutica. La composición de esta aleación específica de Al consta de 5,1-6,1% de zinc, 2,1-2,9%

de magnesio, 1,2-2,0% de cobre y menos del 0,5% de silicio, hierro, manganeso, titanio, cromo y otros metales traza [10] [11].

La **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** muestra una aeronave de transporte (Boeing 747), y la Tabla 4 enumera las condiciones de carga típicas junto con las propiedades de ingeniería requeridas para sus principales secciones estructurales.



Figura 2. El avión de transporte y sus principales secciones estructurales.

Tabla 4. Condiciones de carga típicas y propiedades de ingeniería requeridas para las principales secciones estructurales de una aeronave Módulo elástico (E); límite elástico de compresión (CYS); resistencia a la tracción (YS); tolerancia al daño (DT); resistencia a la corrosión (CR).

Secciones de aviones	Sección de partes	Condición de carga	Propiedades de ingeniería
Fuselaje / Cabina de presión	Interior	Compresión	CYS, E, CR
	Exterior	Tensión	DT, YS
	Tirante / Estructura		CYS, E, DT, YS
	Asiento / Pistas de carga		YS, CR
	Vigas del suelo		E, YS
Ala superior	Piel / Hilos	Compresión	Alta CYS, E, DT
	Spars		CYS, E, CR
Ala inferior	Piel / tirantes / Spars	Tensión	Alta DT, YS
Estabilizadores horizontales	Inferior	Compresión	CYS, E, DT
	Superior	Tensión	DT, YS

2.2 Corrosión

La corrosión es la destrucción espontánea de metales y aleaciones causada por la interacción química, bioquímica y electroquímica entre metales y aleaciones y el medio ambiente. Los entornos corrosivos incluyen la humedad, el oxígeno, los ácidos inorgánicos y orgánicos, la alta presión, la temperatura y los cloruros. Durante la corrosión, los metales tienden a convertirse en compuestos más estables termodinámicamente, como óxidos, hidróxidos, sales o carbonatos. La recuperación de los compuestos originales (minerales y menas) de los metales por corrosión espontánea es el resultado de una disminución de la energía libre. Por lo tanto, la energía utilizada para ganar el metal desde el mineral o la aleación se emite durante las reacciones de corrosión.

Los procesos de corrosión se clasifican en corrosión química, bioquímica y electroquímica. Para que la corrosión se produzca como una reacción química, las partículas que reaccionan deben entrar en contacto para transferir los electrones. Termodinámicamente, la reacción se rige por la relación entre la energía interna y la energía de activación. Las leyes de las reacciones químicas heterogéneas controlan la destrucción espontánea del metal. Ejemplos de corrosión química son la interacción destructiva del metal con compuestos orgánicos no conductores y la corrosión a alta temperatura en presencia de gases agresivos [11].

Hay diferentes tipos de corrosión, con los que un metal puede verse afectado: estas son - la corrosión uniforme, la corrosión por picadura, la corrosión por grietas, la corrosión intergranular, la corrosión en caliente y el agrietamiento por corrosión bajo tensión.

- a) Uniforme: Es la variedad más común de corrosión, los metales y aleaciones se corroen uniformemente. Sin embargo, dependiendo de la naturaleza del metal y el medio ambiente, algunos de ellos formarán películas protectoras o no protectoras en la superficie. Controlarla es sencillo con el uso de un metal más resistente a la corrosión en un entorno determinado y adoptar una protección superficial adecuada; medidas como la pintura, el revestimiento, el anodizado, el chapado, el revestimiento y la protección catódica son comúnmente utilizadas para prevenir la corrosión uniforme de un metal.

- b) Por picaduras: Es una forma de ataque extremadamente localizada que resulta en la formación de una fosa que conduce a la perforación en el metal. Es una de las formas insidiosas de corrosión, ya que resulta en el fallo de una pieza sin mucha pérdida de peso. Las picaduras tardan más tiempo en iniciarse antes de ser visibles. Una vez iniciada, sin embargo, penetra en la sección a una velocidad cada vez mayor.

Como la picadura se asocia con la ruptura local de las películas pasivas que protegen el metal, cualquier daño causado a la película pasiva tiene que ser prevenido para mejorar la resistencia a la picadura del material.

- c) Por grietas: Cuando las superficies metálicas están expuestas a un ambiente corrosivo, la corrosión localizada tiene lugar dentro de las grietas o áreas protegidas. Para funcionar como un sitio de corrosión, una grieta debe ser lo suficientemente ancha para permitir la entrada de líquido, pero lo suficientemente estrecha para mantener una zona estancada. Los metales que forman una película de óxido pasiva en sus superficies para resistir la corrosión son particularmente propensos a la corrosión de las grietas [12].

La corrosión puede ser perjudicial para muchos materiales, reduciendo el rendimiento y la vida útil.

Por lo tanto, la protección contra la corrosión es una cuestión vital para las aplicaciones industriales en las que se utilizan metales susceptibles a la corrosión como piezas estructurales [13].

Una de las mayores preocupaciones de las industrias aeronáuticas y aéreas es el envejecimiento de la aeronave antes del final de su vida útil. El envejecimiento, asociado a la corrosión, induce a graves daños en las piezas de los aviones, lo que conduce a la falta de estabilidad estructural y a la disminución del rendimiento. En última instancia, esta combinación negativa puede contribuir a reducir la seguridad de las aeronaves, lo que debe evitarse (prevenirse). Por lo tanto, los propietarios de aeronaves y los talleres de mantenimiento aplican constantemente medidas nuevas o más avanzadas para garantizar que las piezas metálicas estén totalmente protegidas contra la corrosión.

2.2.1 Cromo (VI)

Los compuestos de cromo (VI) se utilizan comúnmente en los sistemas de pintura para proporcionar protección contra la corrosión, en particular para las aleaciones aeroespaciales. Estos compuestos son tóxicos, cancerígenos y perjudiciales para el medio ambiente, por lo que es vital contar con alternativas que sean seguras, benignas para el medio ambiente y que cumplan o superen los niveles actuales de protección contra la corrosión [14].

El trióxido de cromo es un compuesto inorgánico cristalino, de color rojo oscuro a marrón, que emite gases tóxicos de cromo al calentarse. El trióxido de cromo es altamente corrosivo y es un fuerte agente oxidante. Esta sustancia se utiliza principalmente en la producción de conservantes de madera y productos químicos orgánicos, pero también se utiliza en el acabado de metales, en el cromado y como inhibidor de la corrosión.

2.3 Abrasión

El desgaste abrasivo se produce cuando una superficie dura y áspera se desliza sobre una superficie más blanda; en este caso, el desgaste se define como un daño a una superficie sólida que generalmente implica una pérdida progresiva de material y se debe al movimiento relativo entre esa superficie y una o varias sustancias de contacto [15].

En principio, el desgaste abrasivo puede implicar tanto el flujo de plástico como la fractura frágil, pero para la mayoría de los metales y aleaciones, el desgaste abrasivo está dominado por un mecanismo de deformación plástica.

2.3.1 Desgaste erosivo

El desgaste erosivo se define como la pérdida de material de una superficie sólida debido al movimiento relativo en contacto con un fluido que contiene partículas sólidas [16].

2.4 Materiales avanzados

Los materiales compuestos han ganado popularidad (a pesar de su alto costo general) en productos de alto rendimiento que deben ser ligeros, pero lo suficientemente fuertes para soportar grandes cargas como las estructuras aeroespaciales (colas, alas y fuselajes). Compuestos naturales (madera y tejidos) han encontrado aplicaciones en los aviones desde los primeros vuelos, a la plétora de usos que ahora disfrutan los materiales compuestos hechos por el hombre (ingeniería) tanto en aviones militares como en civiles, además de aplicaciones más exóticas como en vehículos aéreos no tripulados (UAVs, por sus siglas en inglés), lanzadores espaciales y satélites. Su adopción como una importante contribución a las estructuras de las aeronaves fue el resultado del descubrimiento de la fibra de carbono en el Establecimiento Aeronáutico Real de Farnborough, Reino Unido, en 1964. Sin embargo, no fue hasta finales de los años 60, que comenzaron a aplicarse estos nuevos compuestos, a modo de demostración, en aviones militares. Ejemplos de estos cambios fueron las aletas de centrado, los alerones, los timones y puertas. Con el aumento de la aplicación y la experiencia de su uso se mejoraron las fibras y materiales de la matriz (termoestables y termoplásticos) que dan como resultado compuestos de fibra de carbón (CFRP) con propiedades mecánicas mejoradas, permitiéndoles desplazar a los materiales convencionales, aluminio y aleaciones de titanio, para las estructuras primarias [17].

Polímero es un término genérico que abarca una amplia variedad y un gran número de plásticos, elastómeros y adhesivos. Los tres grupos principales de polímeros se denominan termoplásticos, polímeros termoendurecibles (o termoestables) y elastómeros. El término 'plástico' se utiliza a menudo para describir tanto los termoplásticos como los termoestables, aunque hay importantes diferencias entre ambos. Los elastómeros se denominan comúnmente 'gomas', aunque en la comunidad de la ingeniería aeroespacial el primer término es el correcto. Los adhesivos son un importante subgrupo de polímeros, y pueden ser termoplásticos, termoestables o elastómeros.

El uso más común de los polímeros es la fase de matriz de los compuestos de fibra. Los polímeros son el 'pegamento' utilizado para mantener unidas las fibras de alta rigidez y resistencia en los compuestos de fibras de polímero. Los compuestos se utilizan en el fuselaje y en los componentes de los motores de las aeronaves militares y civiles modernas, y los polímeros representan entre el 40 y el 45% del volumen total del material. Los plásticos moldeados y los compuestos de fibras y polímeros se utilizan ampliamente en los accesorios internos y el mobiliario de los aviones de pasajeros.

Otra aplicación importante de los polímeros es como adhesivo para unir componentes de aeronaves. Es posible producir uniones de alta resistencia y durabilidad utilizando adhesivos de polímeros sin necesidad de utilizar sujetadores como remaches y tornillos. Los adhesivos se utilizan para unir componentes de metal con metal, de compuesto con compuesto y de metal con compuesto [18].

2.5 Poliestireno

El poliestireno, también conocido comercialmente como poliestireno cristal o poliestireno de uso general, es un polímero amorfo y tiene las propiedades particulares de alta claridad, siendo incoloro, duro, pero bastante frágil Figura 3 [19]. El PS disponible en el mercado es atáctico, amorfo y vítreo, generalmente rígido y relativamente barato. El PS está formado generalmente por moléculas lineales y es químicamente inerte. Los ácidos, los álcalis y los agentes oxidantes o reductores tienen poco efecto sobre él. El PS se utiliza ampliamente en la fabricación de artículos como contenedores moldeados, tapas, tarros, botellas, armarios de radio y televisión, juguetes, plásticos espumados y otros artículos domésticos.

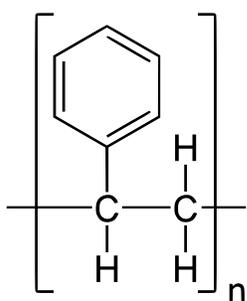
El poliestireno es un polímero de hidrocarburo aromático sintético fabricado a partir del monómero estireno. El estireno se produce a partir de etileno y benceno [20].

2.5.1 Degradación

La degradación del polímero es una reducción del peso molecular que se manifiesta como un cambio en las propiedades del polímero, como la resistencia a la tracción, el color, la forma, o de un producto basado en el polímero bajo la influencia de uno o más factores ambientales, como el calor, la luz, los productos químicos o cualquier otra fuerza aplicada. La degradación se debe a menudo a un cambio en la estructura química y/o física de la cadena de polímeros, que a su vez conduce a una disminución del peso molecular del polímero. Estos cambios pueden ser indeseable, como los cambios durante el uso, o deseable, como en la biodegradación o la disminución deliberada del peso molecular de un polímero. Esos cambios se producen principalmente por el efecto de esos factores en la composición química del polímero. La susceptibilidad de un polímero a la degradación depende de su estructura. Los epóxidos y las cadenas que contienen funcionalidad aromática son especialmente susceptibles a la degradación ultravioleta, mientras que los polímeros basados en hidrocarburos son susceptibles de degradación térmica y a menudo no son ideales para aplicaciones de alta temperatura [21]. La Tabla 5 muestra las distintas rutas de degradación de polímeros.

Figura 3. Estructura química del Poliestireno.

Tabla 5. Diferentes rutas de degradación de polímeros [22].



Factores (necesidad/actividad)	Foto-degradación	Degradación termo-oxidativa	Biodegradación
Agente activo	La luz UV o la radiación de alta energía	El calor y el oxígeno	Agentes microbianos
Necesidad de calor	No es necesario	Se requiere una temperatura	No es necesario.

		superior a la del ambiente	
Tasa de degradación	La iniciación es lenta, pero la propagación es rápida	Rápido	Moderado
Otra consideración	No perjudica al medio ambiente si no se utiliza la radiación de alta energía	Ambientalmente no es aceptable	Amigable con el medio ambiente
Aceptación general	Aceptable pero costoso	No es aceptable	Barato y muy aceptable

2.6 Materiales híbridos

Los materiales híbridos son nanocompuestos a escala molecular, que tienen como mínimo un elemento, orgánico o inorgánico, con una longitud distintiva en el tamaño nano. Las propiedades de los materiales híbridos no son sólo el resultado de las contribuciones individuales de sus componentes, sino también de la fuerte sinergia producida por una interfaz híbrida. La naturaleza de la interfaz inorgánica, incluida la energía superficial, los tipos de interacciones presentes y la existencia de enlaces débiles, muestra un fuerte papel en el control de una amplia gama de propiedades (eléctricas, mecánicas, ópticas, catálisis, capacidad de detección, capacidad de separación y estabilidad química y térmica).

Otra ventaja de estos materiales es que pueden ser manejados en forma más del tipo de polímero debido a que la fase orgánica está en mayor contenido, por la formación de redes entrecruzadas y por las reacciones de polimerización que pueden ser realizadas en forma *in situ*.

De esta manera el material híbrido puede ser aplicado en forma de películas delgadas para proveer las nuevas propiedades, de una manera más fácil e incluso económica, a los sustratos de diferentes superficies, como recubrimientos. En general, el desarrollo de estos materiales para recubrimientos trae consigo el diseño material inteligentes ya que pueden reaccionar a los cambios ambientales a los que serán expuestos.

Debido a su gran importancia, los diferentes materiales híbridos funcionales pueden dividirse en dos clases principales (Clase I, II) dependiendo de la naturaleza de la interfaz que combina los componentes orgánicos y los materiales inorgánicos. La Clase I se ocupa de los sistemas híbridos en los que las partes orgánicas e inorgánicas actúan juntamente con enlaces débiles, incluidos los enlaces van der

Waals, electrostáticos y de hidrógeno. Además, la clase II indica materiales híbridos en los que estos componentes están vinculados por enlaces químicos covalentes o iónicos-covalentes. [23].

2.7 Dióxido de silicio

Se puede utilizar sílice (SiO_2) como cerámica en una matriz híbrida. En un ejemplo para formar dicho compuesto de matriz híbrida, se utiliza resina fenólica como precursor de carbono, mientras que el TEOS se utiliza como precursor de sílice, produciendo así una matriz híbrida que consta de carbono y sílice [24].

La técnica sol-gel permite la formación de un almacén inorgánico en condiciones suaves, y la incorporación de minerales a los polímeros da lugar a un aumento de la estabilidad química, mecánica y térmica sin que disminuyan las propiedades de los polímeros. Un método sencillo para obtener un híbrido orgánico SiO_2 es mezclar un polímero orgánico con un alcóxido metálico como el TEOS, seguido de un proceso sol-gel que implica la hidrólisis y policondensación del TEOS [25].

2.8 Proceso sol-gel asistido por sonoquímica

2.8.1 Método Sol-gel

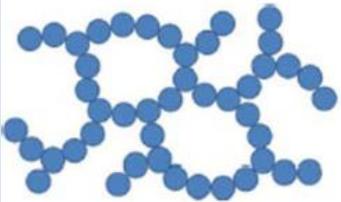
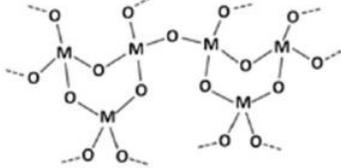
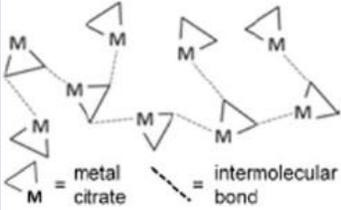
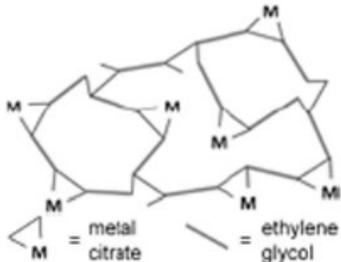
La química sol-gel es la preparación de polímeros inorgánicos o cerámicos a partir de una solución, a través de una transformación de precursores líquidos a un sol y finalmente a una estructura de red llamada "gel".

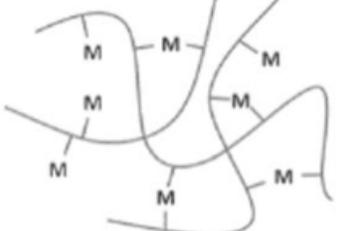
Desde su uso inicial para describir los procesos de hidrólisis y condensación, el término "sol-gel" se utiliza ahora para una diversa gama de químicos. Podríamos definirlo más ampliamente como que abarca la síntesis de materiales sólidos como los óxidos metálicos a partir de precursores en estado de solución. Estos pueden incluir metal alcóxidos que se entrecruzan para formar geles de metal-oxano, pero también complejos de iones metálicos o complejos de quelatos orgánicos geles poliméricos que contienen especies metálicas. Lo que es importante a través de todos estos ejemplos es cómo la elección de precursor puede tener un impacto significativo en la estructura y composición del producto sólido, **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** [26].

Tradicionalmente, la formación de un sol se produce a través de la hidrólisis y la condensación de precursores de alcóxido metálico, pero un sol puede ser definido más generalmente como una suspensión coloidal, que abarca una gama más amplia de sistemas. La IUPAC definen un sistema coloidal como una dispersión de una fase en otra donde, "las moléculas o polimoléculas las partículas dispersas en

un medio tienen al menos en una dirección una dimensión aproximadamente entre 1 nm y 1 mm". En este sentido, el término "sol" puede aplicarse a la formación *in situ* de partículas inorgánicas poliméricas a través de enlaces covalentes como los siloxanos, así como él y la posterior reticulación iónica de los biopolímeros. La Tabla 6 muestra la clasificación de los tipos de geles.

Tabla 6. Clasificación de 5 diferentes tipos de geles que son relevantes en la síntesis de materiales en sol-gel.

Tipo de gel	Vinculación	Fuente	Esquema del gel
Coloidal	Partículas conectadas por enlaces de Van der Waals o de hidrógeno	Soles de óxidos o hidróxidos metálicos	
Polímero metal-oxano	Polímeros inorgánicos interconectados mediante enlaces covalentes o intermoleculares	Hidrólisis y condensación de alcóxidos metálicos, por ejemplo, SiO ₂ de ortosilicato de tetrametilo	
Complejo metálico	Complejos metálicos débilmente interconectados	Solución concentrada de complejo metálico, por ejemplo, citrato metálico acuoso o urea metálica etanólica. Suelen formar resinas o sólidos vítreos en lugar de geles.	
Complejo polimérico I Complejo polimerizable <i>in situ</i> (método "Pechini")	Polímeros orgánicos interconectados por enlaces covalentes y coordinados	Poliesterificación entre alcohol polihídrico (por ejemplo, etilenglicol) y ácido carboxílico con complejo metálico (por ejemplo, metal-citrato)	

Complejo de polímeros II Polímeros de coordinación y reticulación	Polímeros orgánicos interconectados por enlaces de coordinadas e intermoleculares	Polímero de coordinación (por ejemplo, alginato) y solución de sal metálica (normalmente acuosa)	
--	---	--	---

Uno de los mayores avances del proceso sol-gel (Figura 5) que se ha visto en los últimos años es la síntesis de materiales híbridos orgánico-inorgánicos. Los híbridos han sido llamados ORMOSILS (SILicatos ORGánicos MODificados), ORMOCERS (CERÁmicas ORGánicamente MODificadas) y CERAMERS (polÍMERos CERÁmicos) o POLICERAM (CERÁMicas POLIméricas). Estos materiales híbridos proporcionan combinaciones únicas de propiedades que no pueden ser alcanzadas por otros materiales, la Figura 4 muestra algunos tipos de materiales.

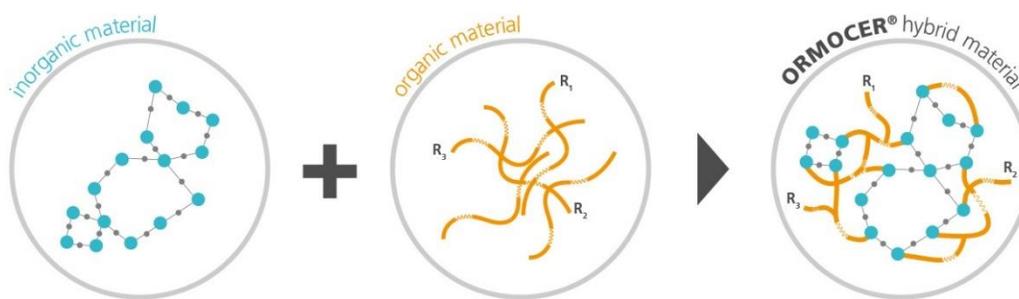


Figura 4. ORMOCER un tipo de material híbrido.

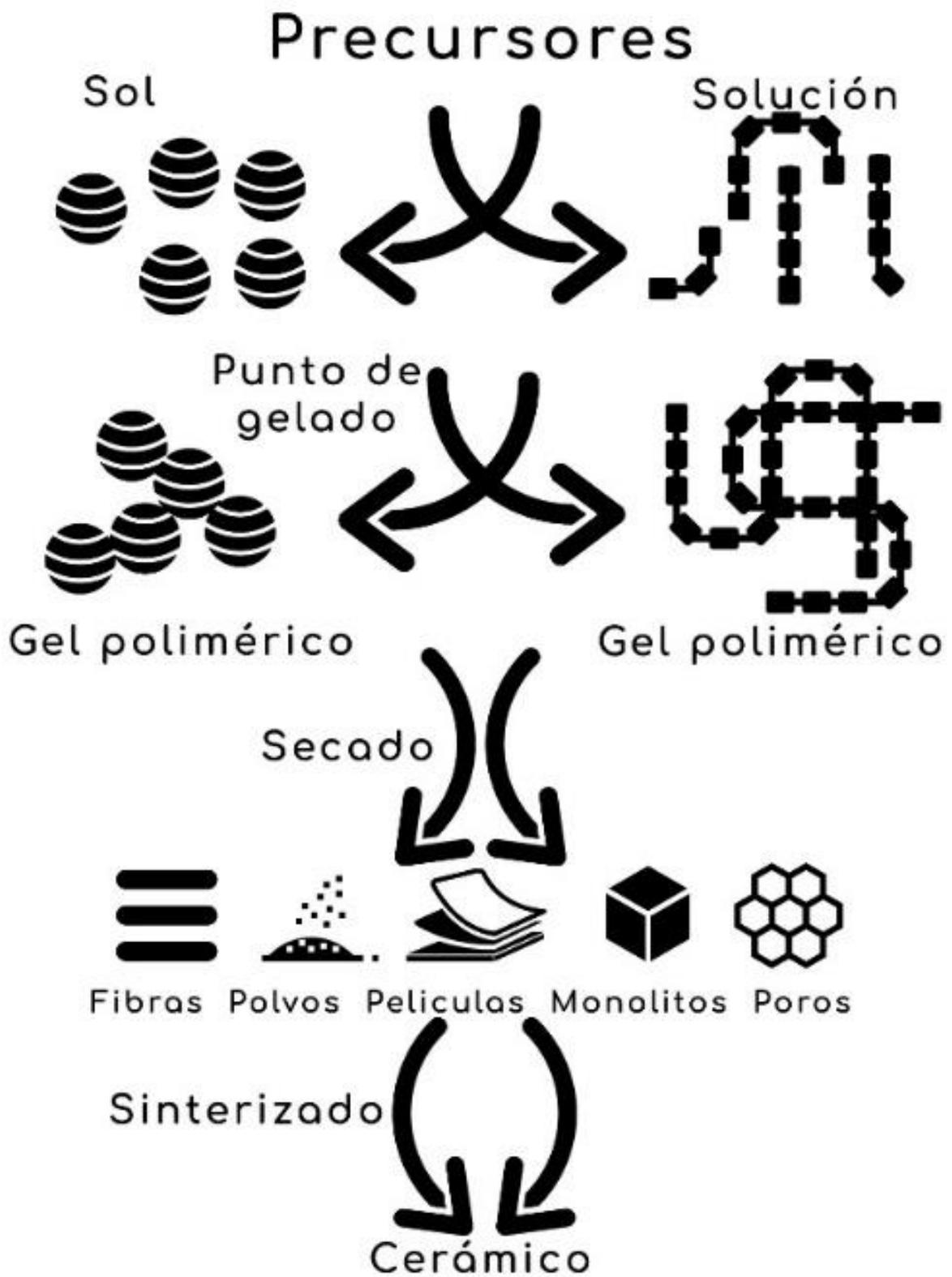


Figura 5. Gráfico simplificado de los procesos de sol-gel

2.8.2 Sonoquímica

La sonoquímica es el estudio del uso de ultrasonidos de alta (HIU high-intensity ultrasound) y baja intensidad (LIU low-intensity ultrasound) para impulsar las reacciones químicas. El ultrasonido se refiere a la porción del espectro acústico que está más allá de los límites del oído humano, típicamente dentro del rango de 20kHz a 10 MHz. Cuando los ultrasonidos se transmiten a través de un líquido, se producen eventos de alta energía a través de la cavitación acústica, es decir, la generación, el crecimiento y la implosión casi adiabática de vacuolas en soluciones [27].

La cavitación se define como la formación de una o más bolsas de gas (o "cavidades") en un líquido Figura 6 [28]. El fenómeno de crecimiento y colapso de microburbujas bajo un campo ultrasónico se conoce como "cavitación acústica" [29].

La irradiación ultrasónica de líquidos provoca reacciones químicas de alta energía, a menudo con la emisión de luz. El origen de la sonoquímica y de la sonoluminiscencia es la cavitación acústica: la formación, el crecimiento y el colapso implosivo de las burbujas en los líquidos irradiados con sonido de alta intensidad. El colapso de las burbujas causado por la cavitación produce un intenso calentamiento local y altas presiones, con tiempos de vida muy cortos. En las nubes de burbujas cavitantes, estos puntos calientes tienen temperaturas de aproximadamente 5000 K, presiones de alrededor de 1000 atmósferas, y tasas de calentamiento y enfriamiento superiores a 10¹⁰ K/s. En la cavitación de una sola burbuja, las condiciones pueden ser aún más extremas. Por lo tanto, la cavitación puede crear condiciones físicas y químicas extraordinarias [30].



Figura 6. Cavitación inducida por ultrasonido.

2.8.3 Sonogel

Al aplicar la técnica de sol-gel asistida con sonoquímica creamos lo que se conoce como sonogel, el cual es definido como un gel coloidal producido por la acción de la cavitación inducida por ultrasonidos [31].

2.9 Química verde

“La química verde es la utilización de un conjunto de principios que reducen o eliminan el uso o la generación de sustancias peligrosas en el diseño, la fabricación y la aplicación de productos químicos” [1].

El aspecto más importante de la Química Verde es el concepto de diseño. El diseño es una declaración de la intención humana y no se puede hacer el diseño por accidente. Incluye la novedad, planificación y concepción sistemática. Los Doce Principios de La Química Verde son "reglas de diseño" para ayudar a los químicos a lograr el objetivo intencional de la sostenibilidad. La Química Verde es caracterizada por una cuidadosa planificación de la síntesis química y el diseño molecular para reducir las consecuencias adversas [23].

Los Doce Principios de la Química Verde.

1. Prevención. Es mejor prevenir los residuos que tratarlos o limpiarlos después de su formación.
2. Economía Atómica. Los métodos sintéticos deben ser diseñados para maximizar la incorporación de todos los materiales utilizados en el proceso para el producto final.
3. Síntesis química menos peligrosa. Siempre que sea factible, las metodologías sintéticas deben diseñarse para utilizar y generar sustancias que presenten poca o ninguna toxicidad para la salud humana y el medio ambiente.
4. Diseño de productos químicos más seguros. Los productos químicos deben ser diseñados para preservar la eficacia de la función y al mismo tiempo reducir la toxicidad.
5. Disolventes y auxiliares más seguros. El uso de sustancias auxiliares (por ejemplo, disolventes, agentes de separación, etc.) debe hacerse innecesario siempre que sea posible y, cuando se utilice, inocuo.
6. Diseño para la eficiencia energética. Los requisitos energéticos de los procesos químicos deben ser reconocidos por sus impactos ambientales y económicos y deben ser minimizados. De ser posible, los métodos sintéticos deben realizarse a temperatura y presión ambiente.

7. Uso de materias primas renovables. Una materia prima o forraje debe ser renovable en lugar de agotarse siempre que sea técnica y económicamente viable.
8. Reducir los derivados. La derivación innecesaria (uso de grupos de bloqueo, protección/desprotección, modificación temporal de los procesos físicos/químicos) debería reducirse al mínimo o evitarse en la medida de lo posible, porque esas medidas requieren reactivos adicionales y pueden generar desechos.
9. Catálisis. Los reactivos catalíticos (tan selectivos como sea posible) son superior a los reactivos estequiométricos.
10. Diseño para la degradación. Los productos químicos deben diseñarse de manera que al final de su función se descompongan en productos de degradación inocuos y no persistan en el medio ambiente.
11. Análisis en tiempo real para la prevención de la contaminación. Es necesario seguir desarrollando las metodologías analíticas para permitir la vigilancia y el control en tiempo real durante el proceso antes de la formación de sustancias peligrosas.
12. Química intrínsecamente más segura para la prevención de accidentes. Las sustancias y la forma de una sustancia utilizada en un proceso químico deben elegirse de manera que se reduzca al mínimo el potencial de accidentes químicos, incluidos los escapes, las explosiones y los incendios.

Principios condensados de la química verde

P - Prevenir los residuos

R - Materiales renovables

O - Omitir los pasos de derivación

D - Productos químicos degradables

U - Usar métodos sintéticos seguros

C - Reactivos catalíticos

T - Temperatura, Presión ambiental

I - Monitoreo en proceso

V - Muy pocas sustancias auxiliares

E - Factor E, maximizar la alimentación del producto

L - Baja toxicidad de los productos químicos

Y - Sí, es seguro

2.9.1 Disolventes Verdes

Los disolventes son un grupo heterogéneo de sustancias químicas estructuralmente diversas que pueden utilizarse para diluir, disolver o dispersar otros compuestos. La capacidad de un disolvente para disolver otra molécula depende de la estructura molecular y de las propiedades físicas tanto del disolvente como del soluto. Los disolventes pueden clasificarse como orgánicos o inorgánicos, y en términos de polaridad química [32].

Los disolventes son quizás el área más activa de la investigación de la Química Verde. Representan un importante desafío para la Química Verde porque a menudo representan la gran mayoría de la masa desperdiciada en síntesis y procesos. Además, muchos disolventes convencionales son tóxicos, flamables, y/o corrosivos. Su volatilidad y solubilidad han contribuido a la contaminación del aire, el agua y la tierra, han aumentado el riesgo de exposición de los trabajadores y han provocado graves accidentes. La recuperación y la reutilización, cuando es posible, suelen ir asociadas a una destilación de alto consumo energético y, a veces, a una contaminación cruzada. En un esfuerzo para abordar todas esas deficiencias, los químicos iniciaron una búsqueda de soluciones más seguras [23].

Los disolventes verdes son disolventes ecológicos, o biosolventes, que se derivan del procesamiento de los cultivos agrícolas. El uso de disolventes petroquímicos es la clave de la mayoría de los procesos químicos, pero no sin consecuencias graves para el medio ambiente. Los disolventes verdes se desarrollaron como una alternativa más ecológica a los disolventes petroquímicos [33].

2.9.1.1 D-limoneno

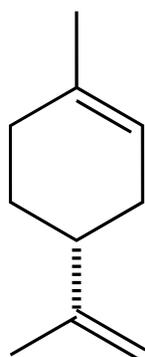


Figura 7.
Estructura
química del D-
limoneno.

Químicamente, el limoneno es 1-metil-4-(1-metil-fenil) ciclohexeno, es un terpeno monocíclico y es producido por más de 300 plantas en todo el mundo Figura 7. Los terpenos son compuestos orgánicos derivados del hidrocarburo isopreno, que son metabolitos secundarios de las plantas producidos como defensa de las plantas para repeler plagas y patógenos y sirven como hormonas de señalización, atrayendo insectos para el control de herbívoros, la polinización y la dispersión de semillas. Entre los terpenos, el monoterpeneo R-(+)-limoneno es el principal componente de la mayoría de los aceites cítricos. El aceite de cítricos extraído por destilación al vapor de la cáscara de naranja de la especie *Citrus Sinensis* contiene predominantemente un 95% de R-(+)-limoneno [17] [32].

2.10 La tecnología de películas delgadas en la industria aeroespacial.

Las innovaciones en los materiales de la industria automotriz y aeroespacial, así como en sus revestimientos protectores son de creciente interés tanto en la industria como en el mundo académico debido a la competencia entre los grandes fabricantes de las industrias automotriz y aeroespacial. El desarrollo principalmente se centra en las siguientes áreas:

- Materiales de construcción
- Pretratamiento de superficies
- Recubrimientos de superficie
- Optimización del proceso de revestimiento y las pruebas.

La optimización del proceso de revestimiento es una cuestión importante para los fabricantes a fin de lograr la mejor calidad al menor costo, en el menor tiempo, sin ningún efecto indeseado en el medio ambiente o, de hecho, en los trabajadores.

Pruebas de revestimientos aeroespaciales.

Los revestimientos aeroespaciales necesitan pruebas más complicadas además de las utilizadas para los revestimientos en automóviles. En todos los casos, deben cumplir los requisitos de la SAE Especificación Internacional de Material Aeroespacial 3095A para la pintura exterior de las aerolíneas.

Hay varias normas ASTM para los revestimientos aeroespaciales, como se ve en la Tabla 7. Estas normas son fundamentales para ayudar a otras empresas de todo el mundo a probar estos revestimientos para evaluar su rendimiento y funcionamiento de seguridad. Otras normas de especificaciones de revestimientos aeroespaciales utilizadas por algunos grandes fabricantes se presentan en la Tabla 8 [34].

Tabla 7. Ejemplos de especificaciones ASTM para revestimientos aeroespaciales.

F735 - 11	Método de prueba estándar para la resistencia a la abrasión de plásticos transparentes y revestimientos utilizando el método de la arena oscilante.
F1864 – 05(2010)	Método de prueba estándar de la resistencia a la erosión de polvos de materiales y revestimientos transparentes ópticos e infrarrojos.

Tabla 8. Ejemplo de algunas especificaciones para los revestimientos de superficie utilizados en la industria aeroespacial y aeronáutica.

ACES1136M4	Recubrimientos superficiales Aplicación especial del compuesto de recubrimiento de PTFE Emralon 333.
------------	--

ACES1136M7	Recubrimientos superficiales Aplicación especial del compuesto de recubrimiento de PTFE Emralon 310.
ACES1136M8	Recubrimientos superficiales Aplicación especial de Xylan 1840 (equivalente a 8840) Compuesto de recubrimiento de PTFE.

2.11 Regulaciones en la industria aeronáutica

2.11.1 Administración Federal de Aviación (Federal Aviation Administration, FAA)

La Administrador Federal de Aviación es la reguladora de todas las actividades de aviación civil Estados Unidos, incluida la gestión del tráfico aéreo en el espacio aéreo. Su misión permanente es proporcionar el sistema aeroespacial más seguro y eficiente del mundo. Así como, emite y hace cumplir la normativa sobre la fabricación, el funcionamiento y el mantenimiento de las aeronaves. Esta administración también certifica a los aviadores y los aeropuertos que dan servicio a las compañías aéreas; investiga y desarrolla los sistemas y procedimientos necesarios para un sistema seguro y eficiente de navegación aérea y control del tráfico aéreo. La FAA ayuda a desarrollar mejores aeronaves, motores y equipos y a probar o evaluar sistemas, dispositivos, materiales y procedimientos de aviación.

2.11.2 Estándar militar de los Estados Unidos (MIL-STD)

Las MIL-STD son mantenidas por el Defense Supply Center Columbus (DSCC), que es una actividad de campo de la Agencia Logística de Defensa, cuyo propósito es proporcionar apoyo logístico y de gestión de contratos a las fuerzas armadas estadounidenses. Las normas MIL-STD establecen y comunican las normas sobre cómo deben diseñarse, construirse y probarse las cosas de forma controlada, conocida y aceptable, de modo que todos los que se presentan a las licitaciones sepan exactamente lo que se espera de ellos, para que puedan tener éxito y ser competitivos [35].

2.11.3 Sociedad Americana para Pruebas y Materiales (ASTM)

ASTM International es una de las mayores organizaciones de desarrollo de normas voluntarias del mundo. Es una organización sin ánimo de lucro que proporciona un foro para el desarrollo y la publicación de normas internacionales de consenso voluntario para materiales, productos, sistemas y servicios. Desarrollan documentos

técnicos que son la base de la fabricación, la gestión, la adquisición, los códigos y los reglamentos para docenas de sectores industriales.

Los miembros voluntarios de la ASTM pertenecen a uno o más comités de redacción de normas, cada uno de los cuales cubre un área temática como el acero, el petróleo, los dispositivos médicos, los productos de consumo, la nanotecnología, la fabricación aditiva y muchos más.

2.12 Normas de materiales aeroespaciales

Las normas de materiales aeroespaciales son fundamentales para evaluar los materiales, componentes y dispositivos utilizados principalmente en las industrias aeroespacial y aeronáutica. Las normas de material aeroespacial permiten probar estos materiales para evaluar sus propiedades térmicas, ópticas, mecánicas, químicas y eléctricas. Estos materiales pueden estar en fase sólida, líquida o gaseosa. Los componentes y dispositivos también se prueban para determinar su rendimiento y funcionamiento de seguridad. Estas normas también ayudan a identificar los procedimientos para las operaciones de vuelo de alcance visual de los sistemas de aeronaves no tripuladas, la aeronavegabilidad, los manuales de mantenimiento y los reglamentos de aviación [1][36].

Es importante focalizar el uso que se le dará al material para poder elegir las normas adecuadas que deben ser aplicadas, el alcance de este proyecto supone la resistencia de las películas al rayado, la abrasión y la buena adherencia sobre el sustrato metálico, algunas normas que son útiles para caracterizar este tipo de propiedades corresponden a las siguientes:

- ASTM D3363 – 05 Standard Test Method for Film Hardness by Pencil Test
- ASTM D3359 – 17 Standard Test Methods for Rating Adhesion by Tape Test
- ASTM B117 – 07 Standard Practice for Operating Salt Spray (Fog) Apparatus.

Adicionalmente una propiedad que podría resultar relevante sería que las películas fueran hidrofóbicas, para lo cual se podrían tomar como base las normas:

- ASTM F21 – 20 Standard Test Method for Hydrophobic Surface Films by the Atomizer Test
- ASTM F22 – 13 Standard Test Method for Hydrophobic Surface Films by the Water-Break Test.

3 Técnicas de caracterización

3.1 Pruebas de solubilidad.

La solubilidad de los polímeros en disolventes orgánicos tiene importantes aplicaciones en el campo de las pinturas y los revestimientos.

En un enfoque más sencillo, válido para disolventes ligeramente polares, la capacidad de un disolvente para disolver un polímero puede estimarse mediante el parámetro de solubilidad de Hildebrand, definido como la raíz cuadrada de la energía de cohesión [37]:

$$\delta = \sqrt{\frac{\Delta H_i^{vap} - RT}{V_i^L}} \quad \text{ecuación (1)}$$

Nótese que los valores numéricos dependen de las unidades, para los datos más recientes en $[\text{MPa}]^{0.5}$ y para los más antiguos en $[\text{cal}^{0.5} \text{cm}^{-1.5}]$. Un disolvente es adecuado para un polímero si ambos tienen valores similares del parámetro de solubilidad. Así, el poliestireno que tiene un parámetro de solubilidad de $9.1 \text{ cal}^{0.5} \text{cm}^{-1.5}$ es probable que sea soluble en acetato de etilo (9.1), tolueno (8.9), cloroformo (9.21), pero no en n-hexano (7.24), la Tabla 9 muestra algunos parámetros de solubilidad en polímeros mientras que la Tabla 10 muestra los parámetros de disolventes.

Tabla 9. Los parámetros de solubilidad de varios polímeros.

Polímero (marca comercial, proveedor)	δ_d	δ_p	δ_h	R
Polipropileno clorado (Parlon® P-10, Hercules)	20.3	6.3	5.4	10.6
Epoxi (Epikote® 1001, Shell)	20.4	12.0	11.5	12.7
Poliamida, termoplástico (Versamid® 930, General Mills)	17.4	-1.9	14.9	9.6
Poli (metacrilato de etilo) (Lucite® 2042, Dupont)	17.6	9.7	4.0	10.6
Poli (metacrilato de metilo) (Rohm and Hass)	18.6	10.5	7.5	8.6
Poliestireno (Polystyrene LG, BASF)	21.3	5.8	4.3	12.7
Poli (cloruro de vinilo) (Vilpa® KR, k=50 Montecatini)	18.2	7.5	8.3	3.5
Poliéster saturado (Desmophen® 850, Bayer)	21.5	14.9	12.3	16.8

Tabla 10. Parámetros de solubilidad de Hansen para una serie de disolventes.

Compuesto	δ (Total)	δ_d (Dispersión)	δ_p (Polar)	δ_h (Puentes de Hidrógeno)
Sulfóxido de dimetilo (DMSO)	13.0	9.0	8.0	5.0
Hidrocarburos C5-C8	14.5-15.5	14.5-15.5	0.0	0.0
D-Limoneno	16.6	16.6	0.6	0.0
O-Xileno	18.0	17.8	1.0	3.1
Tetrahidrofurano (THF)	19.4	16.8	5.7	8.0
Acetona	20.0	15.5	10.5	7.0
Cloruro de metileno	20.2	18.2	6.3	6.1
Percloroetileno	20.3	19.0	6.5	2.9
NMP	23.0	18.0	12.2	7.2
IPA	23.6	15.8	6.1	16.4
2-Etoxietanol (Cellosolve)	23.5	16.2	9.2	14.3
Etilenglicol	32.9	17.0	11.0	26.0
Agua	47.9	15.5	16.0	42.4
Unidades SI (MPa) ^{1/2}				

Para esta prueba, se probaron tres muestras del solvente provenientes de distintas fuentes, uno grado reactivo, uno grado industrial y nuestra propuesta de origen natural, Figura 8.

Se tomó una muestra de 1 ml de los distintos D-limoneno y se colocó en un tubo de ensayo, posteriormente se introdujeron pellets de PS y se sometieron a baños de ultrasonido para solubilizarlos, se continuó agregando pellets hasta llegar al punto de saturación de la solución.

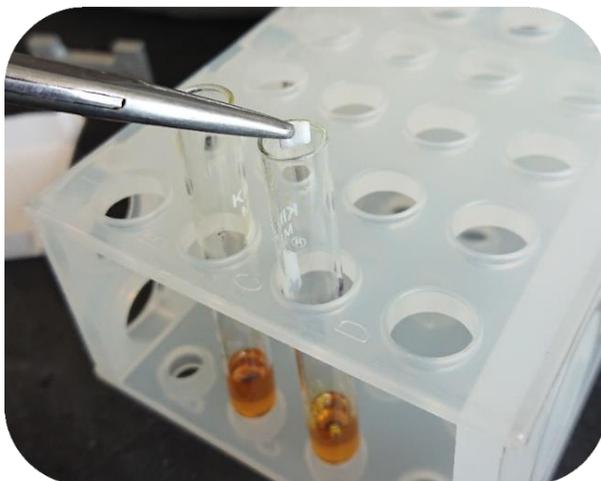


Figura 8. Pruebas de solubilidad.

3.2 Caracterización de materiales híbridos.

3.2.1 Espectroscopía FTIR y Raman.

La espectroscopia infrarroja y Raman, implican el estudio de la interacción de la radiación con las vibraciones moleculares, pero difieren en la forma en que la energía del fotón se transfiere a la molécula cambiando su estado vibracional [38].

La espectroscopia IR es mejor en las vibraciones asimétricas de los grupos polares mientras que la espectroscopia Raman es mejor en las vibraciones simétricas de los grupos no polares, Tabla 11.

Tabla 11. Comparación de la espectroscopia Raman, del infrarrojo medio y del infrarrojo cercano.

	Raman	Infrarrojo
Practicidad	Muy sencillo	Variable
Líquidos	Muy sencillo	Muy sencillo
Polvos	Muy sencillo	Simple
Polímeros	Muy sencillo	Simple
Gases	Simple	Muy sencillo
Huellas dactilares	Excelente	Excelente
Las mejores vibraciones	Simétrico	Asimétrico
Frecuencias de grupo	Excelente	Excelente
Soluciones acuosas	Muy bueno	Muy difícil
Análisis cuantitativo	Bien	Bien
Modos de baja frecuencia	Excelente	Difícil

Las bandas vibracionales IR y Raman se caracterizan por su frecuencia (energía), intensidad (carácter polar o polarizabilidad), y la forma de la banda (entorno de los enlaces). Dado que los niveles de energía vibracional son únicos para cada molécula, el espectro IR y Raman proporciona una "huella" de una molécula concreta. Las frecuencias de estas vibraciones moleculares dependen de las masas de los átomos, su disposición geométrica y la fuerza de sus enlaces químicos. Los espectros proporcionan información sobre la estructura, la dinámica y el entorno.

3.2.1.1 Espectroscopia Infrarroja FTIR.

La espectroscopia IR mide las transiciones entre los niveles de energía vibracional de las moléculas como resultado de la absorción de la radiación IR media. Esta interacción entre la luz y la materia es una condición de resonancia que implica la transición entre niveles de energía vibracional mediada por dipolos eléctricos.

Para esta prueba se tomaron muestras de cada material después de haber sido sintetizados, usando la técnica de ATR (por sus siglas en inglés Attenuated Total Reflectance) con cristal de diamante en un espectrofotómetro infrarrojo marca THERMO SCIENTIFIC modelo NICOLET 6700, Figura 9.



Figura 9. THERMO SCIENTIFIC modelo: NICOLET 6700.

3.2.1.2 Raman dispersivo.

La espectroscopia Raman es un evento de dispersión de luz inelástica de dos fotones. En este caso, el fotón incidente tiene una energía mucho mayor que la energía cuántica vibracional y pierde parte de su energía en la vibración molecular, mientras que la energía restante se dispersa como un fotón de frecuencia reducida. En el caso de la espectroscopia Raman, la interacción entre la luz y la materia es una condición fuera de resonancia que implica la polarizabilidad Raman de la molécula.

Para esta prueba se tomaron muestras de cada material después de haber sido sintetizados, depositando una gota sobre un porta muestras de aluminio usando un espectrofotómetro Raman dispersivo con microscopio óptico marca BRUKER modelo SENTERRA, Figura 10.

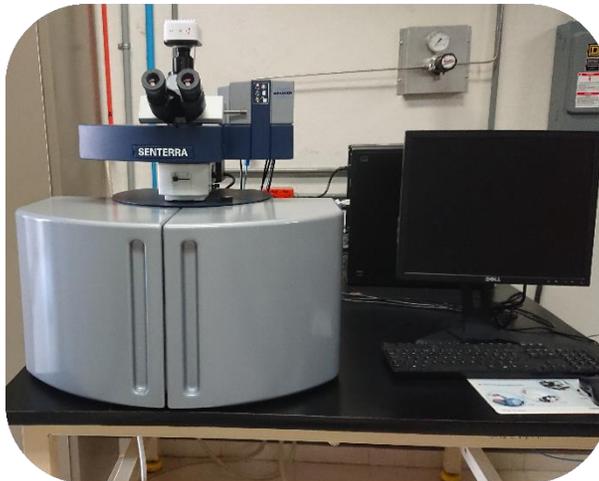


Figura 10. Raman dispersivo marca BRUKER modelo SENTERRA.

3.3 Caracterización de los recubrimientos sobre sustratos metálicos.

3.3.1 Ensayo de dureza.

Este método de ensayo cubre un procedimiento para la determinación la dureza de la película de un recubrimiento orgánico sobre un sustrato en términos de minas de dibujo o de lápiz de dureza conocida, Figura 11.



Figura 11. Escala de durezas.

Para realizar el ensayo, se coloca el sustrato con el recubrimiento sobre una superficie horizontal firme. El lápiz se sujeta firmemente contra la película en un ángulo de 45° (punto alejado del operador) y se empuja lejos del operador en un golpe de 6,5 mm (1/4 pulgada), como se muestra en la Figura 12. El proceso se inicia con el lápiz más duro y se continúa bajando en la escala de dureza hasta llegar a cualquiera de los dos puntos finales: uno, el lápiz que no cortará ni rayará la película (dureza del lápiz), o dos, el lápiz que no rayará la película (dureza del rayado).

El durómetro de lápices es un método efectivo para ensayar la dureza y resistencia al rayado de los recubrimientos. El método ASTM D 3363, permite el uso de lápices

de una dureza conocida, los cuales se desplazan por encima del recubrimiento, en ángulo y presión fija para realizar el ensayo.

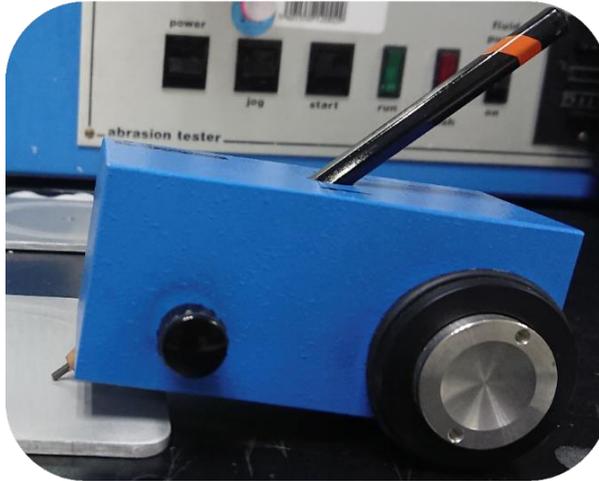


Figura 12. Equipo utilizado para el ensayo de dureza al lápiz.

3.3.2 Ensayo de adhesión con cinta ASTM D3359-17.

Los recubrimientos deben adherirse satisfactoriamente al sustrato donde son aplicados. Este método especifica el procedimiento para determinar la resistencia a la adherencia de las pinturas y recubrimientos al ser separados del sustrato, realizando cortes en ángulo recto sobre el recubrimiento y penetrando hasta el sustrato. Este método se usa para evaluar el porcentaje de área removida del material del recubrimiento, de acuerdo con la (Anexo 1, Tabla 26).

Método de prueba B — Un patrón de rejilla con seis u once cortes en cada dirección se hace a través de la película al sustrato, una cinta sensible a la presión se aplica sobre el patrón de rejilla y luego se elimina, y la adhesión se evalúa cualitativamente en una escala de 0 a 5.

Para esta prueba se tomaron placas de Al7075-T6 recubiertas con PSR y los híbridos HPSR y HPSRF, como la norma lo indica y debido al grosor de la película, menor a 50 μm , se debe hacer un grabado con el patrón de rejilla de 11 líneas (ver Figura 13) paralelas entre sí, se coloca la cinta adhesiva con algo de presión y se remueve en un solo rayón a 180°, se evalúa el porcentaje de la película removido de acuerdo con la clasificación de la Tabla 26 (Anexo I).

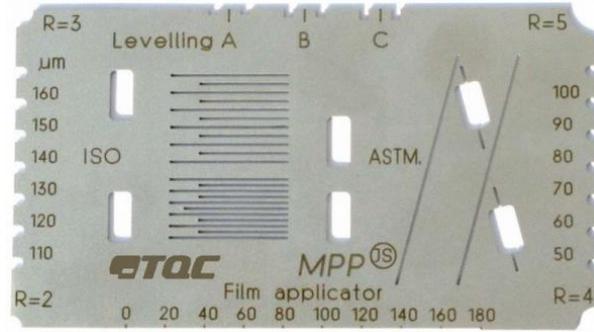


Figura 13. Patrón de rejilla.

3.3.3 Ensayo de abrasión Norma ASTM D4060-10.

Este método de ensayo abarca la determinación de la resistencia de los recubrimientos orgánicos a la abrasión producida por el Taber Abraser, Figura 14, en recubrimientos aplicados a una superficie plana y rígida, como un sustrato metálico, Figura 15.

El revestimiento orgánico se aplica a un espesor uniforme a un sustrato, la superficie se abrasa girando el panel bajo ruedas abrasivas ponderadas.

La resistencia a la abrasión se calcula como pérdida de peso en un número especificado de ciclos de abrasión, como pérdida de peso por ciclo, o como número de ciclos necesarios para eliminar una cantidad unitaria de espesor de recubrimiento. De acuerdo con la fórmula:

$$I = \frac{(A-B)1000}{C} \quad \text{ecuación (2)}$$

Donde:

A= peso de la muestra de ensayo antes de la abrasión, en mg,

B= peso de la probeta tras la abrasión, en mg, y

C= número de ciclos de abrasión registrados.



Figura 14. Taber Abraser.



Figura 15. Placa de Al7075-T6 recubierta con HPSRF y montada sobre el Taber.

3.3.4 Ensayo de corrosión Norma ASTM B117-07.

Este ensayo proporciona un entorno corrosivo controlado obteniendo información sobre la resistencia relativa a la corrosión de las muestras de metales con o sin recubrimiento expuestos dentro de una cámara de niebla salina a las condiciones de 35 °C y una salinidad del 5%.

El equipo utilizado para realizar esta prueba fue una cámara de niebla de salina, Marca Q-FOG Cyclic Corrosion Tester Modelo 1100 Figura 16.

La prueba se llevó a cabo bajo las condiciones de operación específicos, ver Tabla 27 (Anexo I):



Figura 16. Equipo de niebla salina Q-FOG modelo 1100.

4 Metodología

4.1 Materiales y reactivos

Los materiales y reactivos usados en esta tesis son descritos en la Tabla 12.

Tabla 12. *Materiales y reactivos.*

Materiales	Reactivos
Vaso de precipitados (100ml)	Poliestireno Reciclado
Sonotrodo	D-limoneno
Pipeta Pasteur	Peróxido de Benzoilo Sigma Aldrich (98%)
Pipeta vidrio	Ácido Abiético Sigma (75%)
Perilla	Tetraetilortosilicato Sigma Aldrich (98%)

4.2 Extracción del disolvente D-limoneno.

4.2.1 Tratamiento de la biomasa de naranja.

Se utiliza cáscara de naranja, removiendo el interior fibroso y se tritura en trozos pequeños. Posteriormente se lleva a destilación simple.

4.2.1.1 *Obtención del D-limoneno.*

Se colocan 100 g de la biomasa en un matraz de tres bocas y se agregan 500 ml de agua desionizada, cuidando que la biomasa este completamente cubierta con el agua para evitar que pueda calcinarse por el contacto con las paredes del matraz, se destila hasta disminuir el 50% del volumen de agua agregada, el tiempo de destilación es aproximadamente de 4 h.

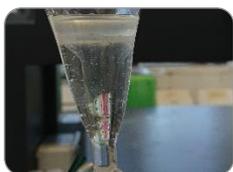
El destilado obtenido se coloca en un embudo de separación y se deja reposar 24 h hasta separar la separación de fases, posteriormente se extrae la parte aceitosa, que es el D-limoneno, se coloca en frascos ámbar y se refrigera para evitar su degradación ver Figura 17.



Biomasa de naranja



Destilación



Separación

Figura 17. Procedimiento de obtención del D-limoneno.

4.3 Preparación de materiales

El poliestireno reciclado (PSR) utilizado en esta tesis, se limpió en un baño ultrasónico bajo una solución de agua destilada y detergente libre de sulfatos para evitar contaminantes externos. Una vez seco el PSR se trituro.

La preparación de los materiales se lleva a cabo con sonicación para garantizar la incorporación, solubilidad y homogeneidad de las soluciones. Todas las muestras se llevaron a cabo en cuatro sesiones con intervalos de tres minutos con una Amplitud de 100, con una potencia de 50 W y una frecuencia de 75 MHz.

Se pesa 10 g de PSR, y se agregan 40 ml del disolvente D-limoneno hasta homogenizar la solución. El sistema es puesto en un baño frío para evitar que la temperatura aumente súbitamente por el uso del sonotrodo hasta homogenizar la solución. Esta solución se almacena en un frasco ámbar y son refrigerados para evitar que el solvente se degrade y volatilice por el efecto de la temperatura.

4.3.1 Funcionalizado del PSR (PSRF).

A 50 ml de una solución de PSR se agregan 0.1 g PB hasta completar 0.3 g, y se comienza a dar sesiones intermitentes de sonoquímica con una duración de 3 min. Se toma la temperatura para asegurar que no exceda los 60°C (más allá de 70°C podría desestabilizar el peróxido en contacto con la solución descomponiéndolo en radicales libres que irían al ambiente y no interactuarían con la solución), se dan de sesiones hasta solubilizar el PB y homogenizar la solución. Posteriormente se agrega 0.15 g de ácido abiético a la solución en sesiones intermitentes de sonoquímica por 3 min.

4.3.2 Preparación de los nanohíbridos HPSR y HPSRF.

Se agregan 5 ml de TEOS gota a gota a la solución PSR o PSRF y se comienza a dar sesiones intermitentes de sonoquímica con una duración aproximada de 3 min, se toma la temperatura para asegurar que no exceda los 50°C (arriba de los 60°C la solución comienza a gelar), de ser así se deja reposar en el baño frío hasta que la temperatura se reduzca a 50°C aproximadamente, se dan de 3 sesiones hasta solubilizar y homogenizar la solución, se sigue agregando el TEOS hasta disolver toda la muestra (ver Figura 19).

En la Figura 18 se muestran los materiales preparados donde están posible observar la transparencia debido a que las nanopartículas de sílice están distribuidas homogéneamente dentro de la matriz polimérica.

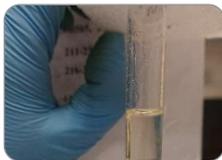


Figura 18. Muestras del HPSR, PSRF y HPSRF sintetizados.



Triturado

- Se lava el recipiente de PS a utilizar.
- Se tritura en trozos pequeños manipulables.



Disolución

- Se mezcla el PS con el solvente D-limoneno.



Sonicación PSR

- Se expone la muestra a varios ciclos de sonicación.
- Se detiene cuando se ha disuelto todo el PS.



Funcionalización PB

- Se expone la muestra a varios ciclos de sonicación.
- Se detiene cuando se ha disuelto el peróxido de benzoilo.



Funcionalización AA

- Se expone la muestra a varios ciclos de sonicación.
- Se detiene cuando se ha disuelto el ácido abiético.



Preparación del híbrido

- Se expone la muestra a varios ciclos de sonicación.
- Se detiene cuando se ha disuelto el TEOS.

Figura 19. Procedimiento de síntesis de los materiales PSR, PSRF, HPSR Y HPSRF.

4.4 Deposición de recubrimientos sobre el sustrato de aluminio.

Para la caracterización mecánica de los recubrimientos, se utilizan cuatro tamaños de sustratos Al7075-T6:

- 10 cm x 7 cm
- 10 cm x 10 cm
- 7 cm x 7 cm
- 7 cm x 2.5 cm

Las placas son desbastadas utilizando lijas con número de grano de 360 hasta llegar a 1800, esto se hace para tener una superficie más uniforme y estandarizada en todas las muestras. El desbastado genera una superficie que permite un anclaje mecánico con los recubrimientos.

Para la limpieza de los sustratos, se colocan en un baño ultrasónico por 45 min para eliminar cualquier agente orgánico contaminante, se retiran y enjuagan con agua destilada. Posteriormente se sumergen en alcohol isopropílico y colocando en baño ultrasónico por 15 min.

Finalmente se colocan los sustratos en el equipo de spin coating, **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** tomando de cada muestra (PSR, HPSR, PSRF y HPSRF) 3 ml de cada material y se agregan hasta recubrir toda la superficie del sustrato metálico, y se llevan a 500 rpm (ver Figura 20)



Figura 20. Placa de Al7075-T6 cubierta del nanohíbrido y montada sobre el spin coating.

Una vez terminada la sesión se retiran del equipo y se dejan secar por siete días a condiciones ambientales para garantizar que el solvente se ha volatilizado por completo (Figura 21).



Figura 21. Sustratos metálicos con los materiales preparados PSR, PSRF, HPSR Y HPSRF.

5 Resultados y discusión

5.1 Pruebas de solubilidad

El solvente propuesto, D-Limoneno, puede disolver 0.26 g de poliestireno sobre 1 ml de solvente según lo reportado en la literatura [39] [32], basado en estos datos se probaron tres muestras del solvente provenientes de distintas fuentes, uno grado reactivo, uno grado industrial y nuestra propuesta de origen natural, Figura 22.

Para esta prueba se pesó lo equivalente a 0.26 g de poliestireno reciclado y se fue agregando a 1 ml de solvente de cada muestra hasta llegar al punto de saturación. Los resultados mostrados en la Tabla 13 sugieren que el solvente natural posee una solubilidad de PS muy próxima a la reportada, 0.2402 g/ml, siendo una alternativa viable, útil y prometedora para los fines de esta investigación.

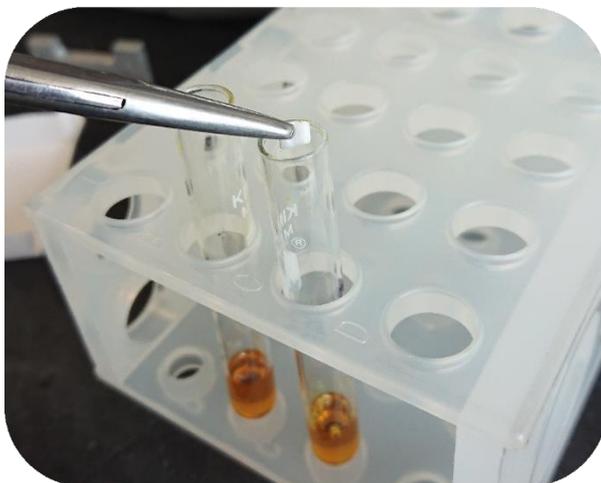


Figura 22. Muestra de D-Limoneno con PSR disuelto.

Tabla 13. Comparación de la solubilidad del PS en distintas muestras de D-limoneno.

Origen del solvente	g de PS / ml de D-limoneno
D-limoneno Reportado	0.2600
D-limoneno Natural	0.2402
D-limoneno grado Reactivo	0.1994
D-limoneno grado Industrial	Sin solubilidad apreciable

5.2 Caracterización de películas

5.2.1 Medidor de espesores

Para conocer el espesor de los recubrimientos, se utilizó el equipo Positector 6000 (Figura 23), este dato nos permite observar la influencia que tiene el grosor del recubrimiento sobre su resistencia en las pruebas mecánicas. Todos espesores se midieron por triplicado previo a la prueba correspondiente.



Figura 23. Medidor de espesores Positector 6000.

Para la prueba de intemperismo acelerado (ASTM B117-18) se recubrieron nueve sustratos Tabla 14.

Tabla 14. Espesores de películas en μm obtenidos por medidor de espesores para pruebas ASTM B117-18

Material	Espesor (μm)		
	#1	#2	#3
PSR	08	10	10
PSRF	07	08	09
HPSR	07	08	07
HPSRF	15	16	15

Se recubrieron cuatro sustratos para la prueba ASTM D4060-14 de abrasión con cada material, los espesores obteniéndose se reportan en la Tabla 15 para posteriormente hacer las pruebas mecánicas correspondientes.

Tabla 15. Espesores de películas en μm obtenidos por medidor de espesores para pruebas ASTM D4060-14.

Material	Espesor (μm)			
	#1	#2	#3	#4
PSR	06	07	08	07
PSRF	07	08	08	07
HPSR	06	07	06	07
HPSRF	11	12	13	14

Se recubrieron cuatro sustratos metálicos para la prueba ASTM D3359-17 adherencia y ASTM D3363-5 dureza con cada material, se midió el espesor lo reportado en la Tabla 16 , para posteriormente hacer las pruebas mecánicas correspondientes.

Tabla 16. Espesores de películas μm obtenidos por medidor de espesores para pruebas ASTM D3359-17

Material	Espesor (μm)			
	#1	#2	#3	#4
PSR	10	10	10	11
HPSRF	08	09	09	08

5.2.2 Ensayo de dureza

Para el ensayo de dureza se utiliza un durómetro (ver Figura 12), se toman las placas de Al7075-T6 recubiertas con los materiales híbridos obtenidos, donde en la superficie se busca ir evaluando la resistencia del recubrimiento al rayado (ver Figura 24), para los fines de interés se requiere estar en la escala (ver Figura 11) H como mínimo, para garantizar que el recubrimiento no se raye fácilmente.

La Tabla 17 muestra los resultados obtenidos en las pruebas de dureza realizadas a los recubrimientos de PSR, PSRF, HPSR y HPSRF respecto a la norma D3363-05. Donde podemos observar que los recubrimientos del poliestireno funcionalizado muestran mayor respecto a los no funcionalizados.



Figura 24. Ensayo de dureza al lápiz sobre placas de Al7075-T6 recubiertas con PSRF, PSR, HPSR y HPSRF.

Tabla 17. Resultados de la prueba ASTM D3363 – 05.

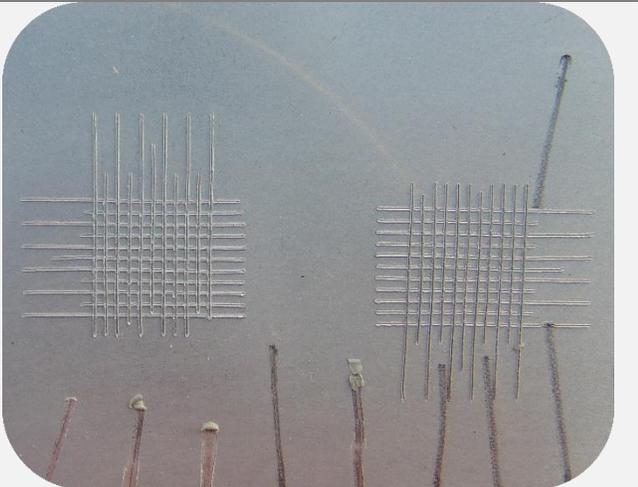
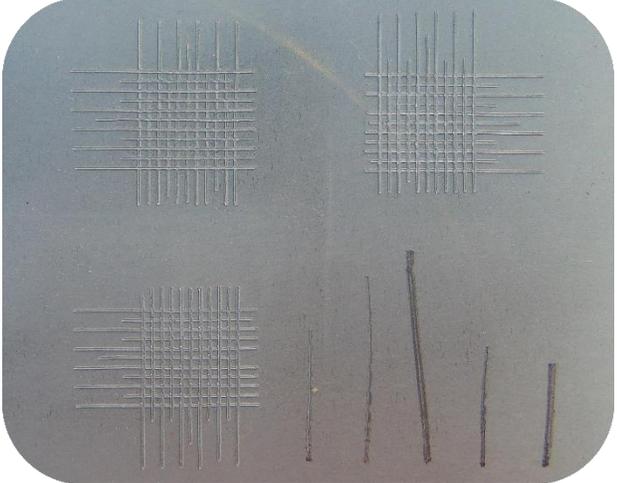
Material	9H	8H	7H	6H	5H	4H	3H	2H
PSR	X	X	X	X	X	X	✓	
PSRF	X	X	X	X	✓			
HPSR	X	X	X	X	X	✓		
HPSRF	X	X	X	X	✓			

5.2.3 Ensayo de adhesión

En la Tabla 18 se muestran las placas de Al7075-T6 recubiertas por PSR y del HPSR, se puede visualizar que no existe desprendimiento del recubrimiento, indicando que el anclaje mecánico que se buscaba tener entre el recubrimiento y el sustrato se logró. Estos resultados se analizan de acuerdo con la norma ASTM D3359-17 donde tenemos la Tabla 26 que se encuentra en el Anexo I.

En este análisis se sugiere que las propiedades de adherencia se ven mejoradas por la modificación de la matriz de poliestireno. Cabe mencionar que ambos sustratos poseen el mismo tratamiento mecánico de desbastado lo que favoreció el anclaje mecánico del recubrimiento.

Tabla 18. Clasificación de los resultados de la prueba de adhesión.

Material	Clasificación	% de área removida	
PSR	5B	0%	
HPSRF	5B	0%	

5.2.4 Intemperismo acelerado

La cámara de niebla salina (CNS), es un equipo de laboratorio utilizado para realizar ensayos de corrosión de forma acelerada, el cual proporciona una atmósfera corrosiva formada por una niebla salina, controlando la salinidad que interviene en este proceso. Donde se busca evaluar la resistencia del recubrimiento a las condiciones de humedad, esta prueba se detiene hasta que se muestre indicios de desprendimiento del recubrimiento y un daño por picadura.

En la Tabla 19, se muestra el resultado de cada uno de los sustratos con su recubrimiento, observando que el tiempo de exposición para cualquiera de estos

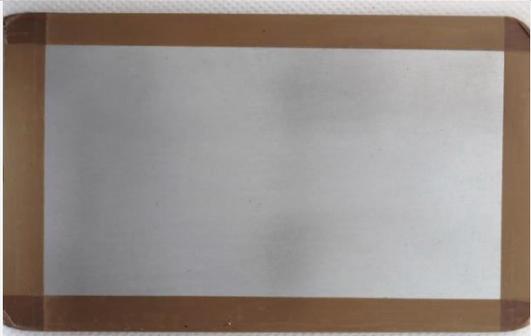
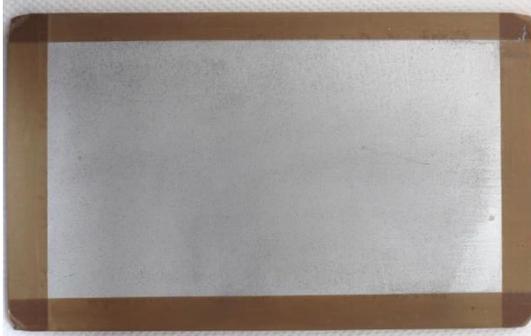
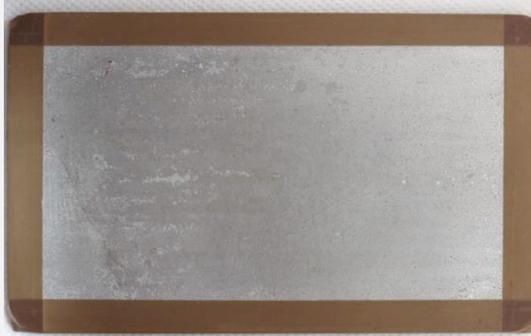
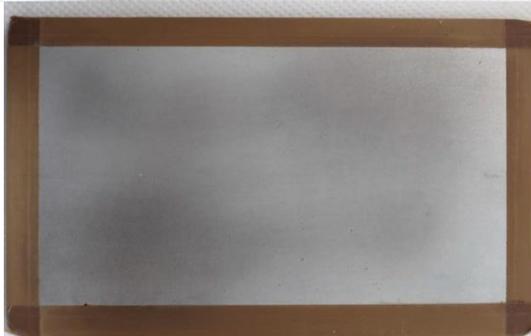
materiales fue de 240 horas, superando el estimado que nos pide la norma militar MIL-BTL-81706B, la cual se aplica en el sector militar, marítimo y aeroespacial.

Dicha norma nos indica diferentes tipos de sustratos y la resistencia que deben de tener (en horas) frente a las condiciones establecidas en la CNS, para el sustrato utilizado en esta tesis, el resultado que debíamos obtener como mínimo era un tiempo de exposición de 180 horas, los resultados fueron adecuados para esta investigación ya que se cumplieron 240 horas de exposición, sin tener picaduras o agrietamientos los cuales se pueden apreciar en la Tabla 20.

Tabla 19. Tiempo de exposición en la cámara de niebla salina del recubrimiento sobre el sustrato.

Recubrimiento	Tiempos de exposición (h)		
	24	96	240
PSR	✓	✓	✓
PSRF	✓	✓	✓
HPSR	✓	✓	✓
HPSRF	✓	✓	✓

Tabla 20. Observación de los recubrimientos durante el tiempo de exposición en la CNS.

<i>Material</i>	<i>R_p</i>	<i>Observaciones</i>	
<i>PSR</i>	10	Sin defectos o corrosión en la superficie.	
<i>HPSR</i>	10	Sin defectos o corrosión en la superficie.	
<i>PSRF</i>	9m	Presencia de varios puntos de corrosión con Esgurrimiento.	
<i>HPSRF</i>	10	Sin defectos o corrosión en la superficie.	

5.2.5 Ensayo de abrasión

La resistencia de abrasión se evalúa a través de la pérdida de peso de cada recubrimiento sobre los sustratos (ver Figura 25). Para esta prueba se realizaron ciclos de 100 rpm, hasta que se obtuviera un desgaste significativo del híbrido en el sustrato, lo que nos refleja la resistencia al desgaste por un impacto externo al material ver Tabla 21 y Tabla 22.

Tabla 21. Pérdida de peso de los recubrimientos.

Material	Pérdida de peso (g)						
	#0	#1	#2	#3	#4	#5	#6
PSR	94.6587	94.6622	94.6537	94.6485	94.6460		
PSRF	93.8713	93.8760	93.8701	93.8645	93.8598	93.8576	93.8554
HPSR	92.9364	92.9450	92.9373	92.9309	92.9262	92.9243	
HPSRF	94.2249	94.2306	94.2319	94.2286	94.2318	94.2267	94.2273

Tabla 22. Pérdida de peso de los recubrimientos.

Material	Pérdida de peso (g)						
	#7	#8	#9	#10	#11	#12	#13
HPSRF	94.2222	94.2225	94.2218	94.2172	94.2114	94.2114	94.2118

La reducción del espesor de los materiales sobre el sustrato nos indica el desgaste del híbrido, esta prueba nos da un indicativo de la resistencia a la abrasión del recubrimiento en los ciclos probados. En la Tabla 24 y Tabla 25, se muestran los espesores promedios medidos en cuatro puntos del sustrato con recubrimiento entre cada ciclo de la prueba.

En la Tabla 23, se muestra el índice de desgaste de los sustratos con recubrimiento, lo que nos indica la pérdida del peso en cada ciclo, Gráfico 1. Siendo el recubrimiento HPSRF el que menor índice de desgaste presenta debido a que fue bifuncionalizado es decir por la presencia de las nanopartículas de sílice dentro de la matriz y la funcionalización con grupos carboxilos.

Tabla 23. Índice de desgaste de los recubrimientos en cada ciclo de prueba.

Material	No. de ciclos (rpm)	índice de desgaste
PSR	300	0.04233
PSRF	500	0.03180
HPSR	400	0.03025
HPSRF	1200	0.01125

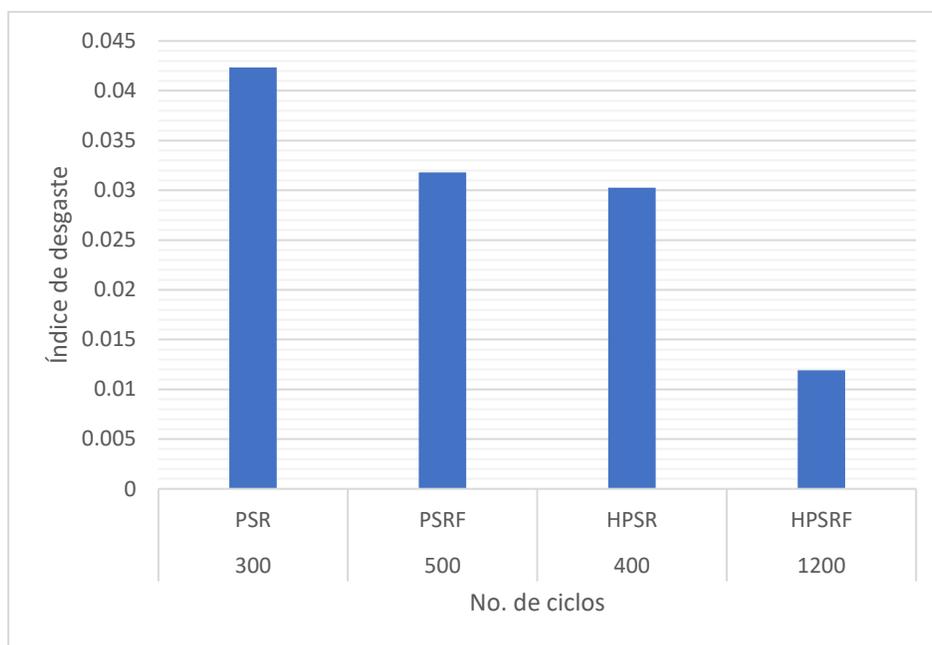


Gráfico 1. Prueba de desgaste (número de ciclos Vs. pérdida de masa) de los materiales híbridos.

Tabla 24. Espesor promedio de las muestras conforme a la norma ASTM D4060, el espesor es reportado en μm .

Material	Espesor promedio (μm)						
	#0	#1	#2	#3	#4	#5	#6
PSR	7	6.75	5.25	2	0	-	-
PSRF	7.5	7.5	7.5	6	4.75	3.5	0
HPSR	6.5	6	6	4	3	0	-
HPSRF	12.5	12.5	12.5	13	12	11	11.5

Tabla 25. Espesor promedio de las muestras conforme a la norma ASTM D4060, el espesor es reportado en μm .

Material	Espesor promedio (μm)						
	#7	#8	#9	#10	#11	#12	#13
PSR	-	-	-	-	-	-	-
PSRF	-	-	-	-	-	-	-
HPSR	-	-	-	-	-	-	-
HPSRF	10.75	10.25	8.75	7	6.25	5	0



Figura 25. Resistencia a la abrasión de los recubrimientos PSR, PSRF, HPSR y HPSRF.

5.3 Caracterización de materiales

5.3.1 Espectroscopia FTIR

5.3.1.1 *D-limoneno*

La espectroscopia infrarroja nos permite identificar los grupos funcionales de interés en una muestra, así mismo nos permite identificar las modificaciones químicas que se están realizando al material a través de las nuevas bandas que se están presentando.

El Gráfico 2 muestra el espectro del solvente natural D-Limoneno, el cual es extraído de la biomasa de naranja, comparado con el reportado en la bibliografía, Tabla 28 (Anexo I) aquí se logra apreciar que presenta los grupos funcionales característicos del D-Limoneno, las bandas de absorción en 760 cm^{-1} y 914 cm^{-1} corresponden al estiramiento simétrico y asimétrico del anillo aromático, respectivamente, también se puede observar la presencia de olefinas en la banda en 1645 cm^{-1} corresponde al estiramiento del doble enlace C=C fuera del anillo y la banda 1678 cm^{-1} la cual pertenece al mismo estiramiento dentro del anillo [40].

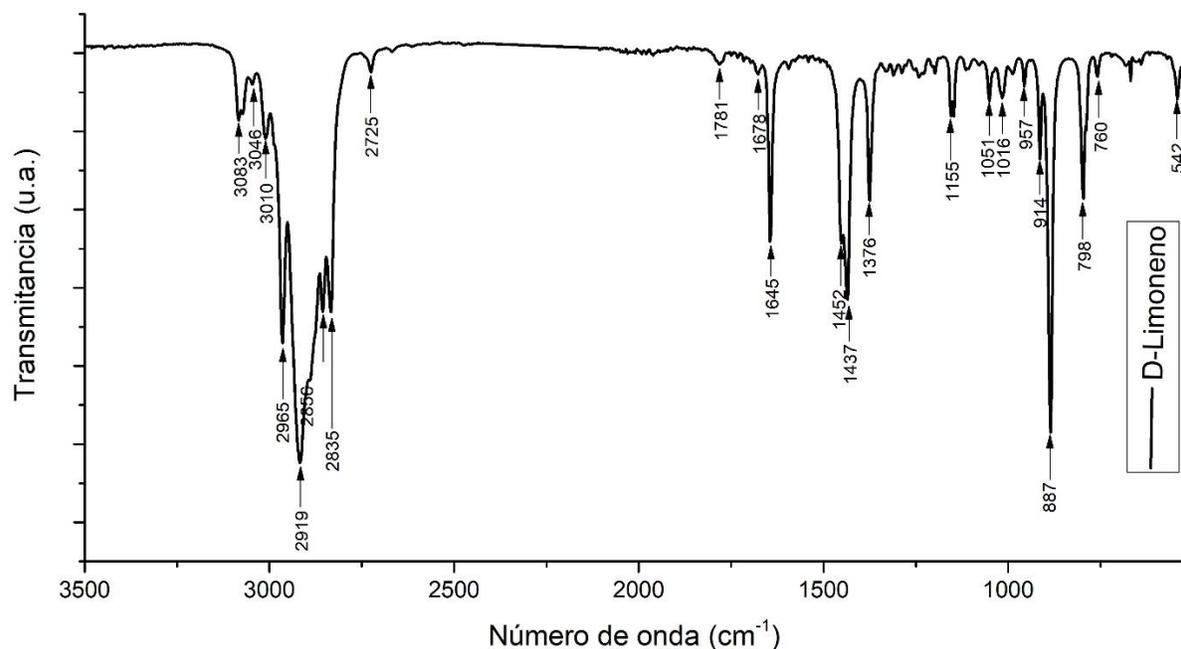


Gráfico 2 FTIR del D-Limoneno obtenido de la cáscara de naranja.

5.3.2 Poliestireno reciclado (PSR)

En el Gráfico 3, se muestra el espectro del Poliestireno Reciclado (PSR), donde se puede apreciar que la estructura química del poliestireno virgen, observando los grupos funcionales principales del poliestireno, las bandas de absorción características son 695 cm^{-1} y 754 cm^{-1} que corresponden a los enlaces C-H, las bandas en 3081 cm^{-1} y 3059 cm^{-1} correspondiente al enlace C-C y la banda de absorción en 3025 cm^{-1} corresponde al enlace C-H [40].

Este análisis muestra que la estructura del poliestireno (PSR) no ha sufrido alteraciones en su estructura química que podrían deberse a los componentes propios por ser un material de reuso.

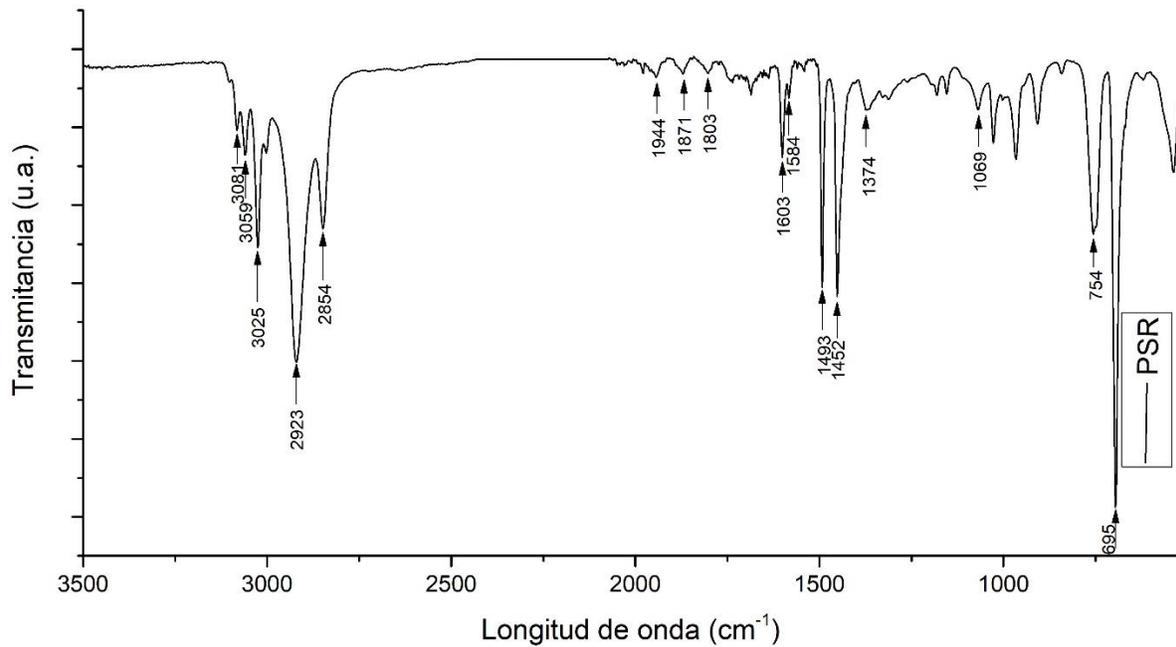


Gráfico 3 FTIR del poliestireno reciclado.

5.3.3 Nanohíbrido (HPSR), Nanohíbrido funcionalizado (HPSRF)

El Gráfico 4, muestra un comparativo entre el PSR con los híbridos HPSR y HPSRF, donde se puede apreciar las bandas del óxido de silicio y los híbridos correspondientes. La banda en 1265 cm^{-1} corresponde a la flexión Si-CH_3 , la banda de 1100 cm^{-1} pertenece al estiramiento del Si-O-Si . Para el híbrido HPSRF, la funcionalización puede apreciarse muy ligeramente en el intervalo de 1650 cm^{-1} a 1750 cm^{-1} como una banda más amplia que la del HPSR, en este intervalo se encuentra el grupo carbonilo, $-\text{C}=\text{O}$, del ácido abiético.

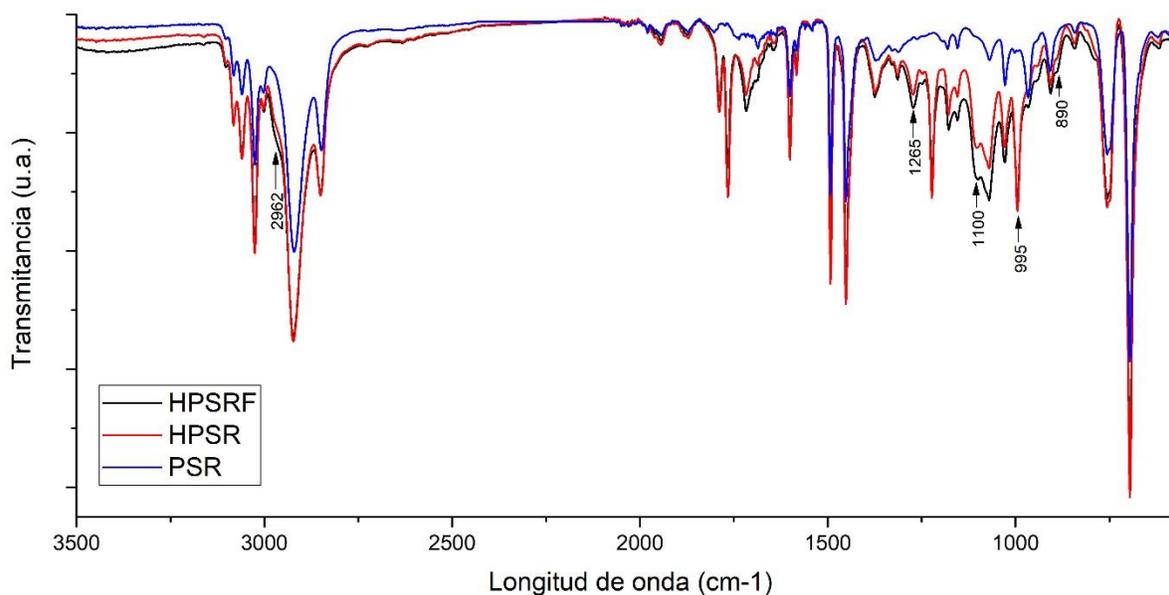


Gráfico 4 FTIR del poliestireno reciclado híbrido y su variante funcionalizada.

5.4 Espectroscopia Raman

5.4.1 Poliestireno reciclado (PSR)

La espectroscopia Raman es una técnica complementaria al FTIR que de igual manera nos permite identificar los grupos funcionales de interés en una muestra para corroborar si es la molécula que buscamos. Así mismo podemos identificar las modificaciones químicas que se están realizando al material a través de las nuevas bandas que se están presentando.

El Gráfico 5 muestra el espectro Raman del PSR, comparado con el reportado en la literatura (Anexo III) se logra apreciar que presenta los grupos funcionales característicos del poliestireno, las bandas de absorción en 3054 cm^{-1} , 2903 cm^{-1} que corresponden al estiramiento aromático del C-H, las bandas en 1155 cm^{-1} correspondiente al enlace C-C, mientras que la deformación del anillo aromático se aprecia en 622 cm^{-1} [40].

Este análisis sugiere que la estructura del poliestireno (PSR) no ha sufrido alteraciones que comprometan su estructura química causadas por su reúso.

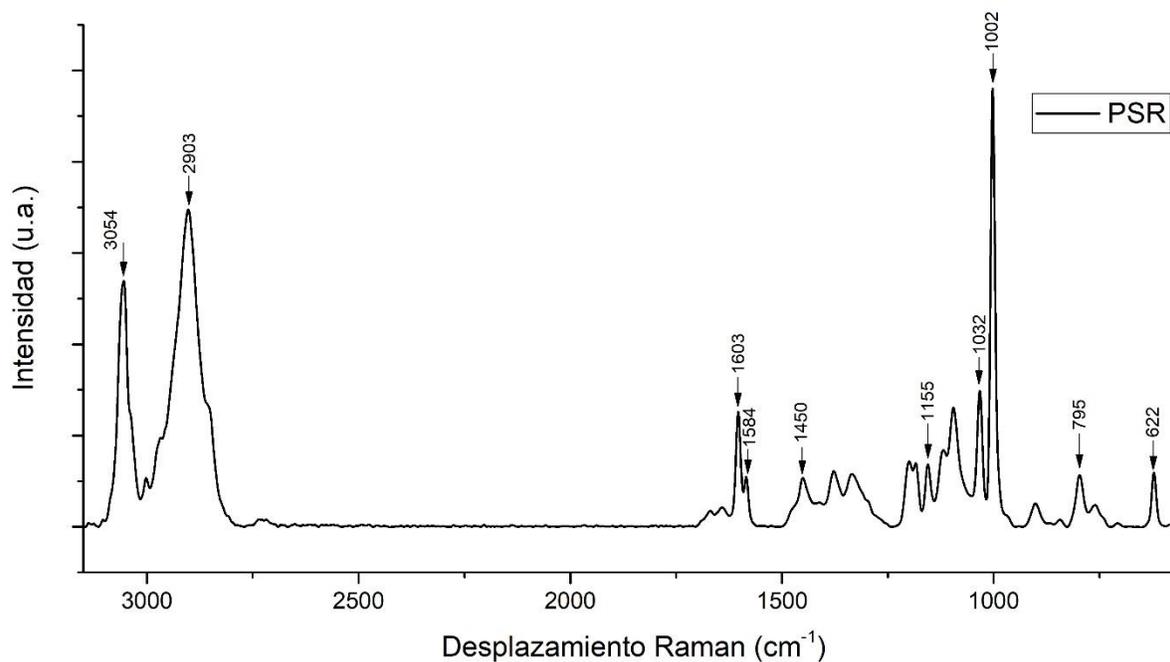


Gráfico 5 Espectro Raman del poliestireno reciclado.

5.4.2 Nanohíbrido (HPSR), Nanohíbrido funcionalizado (HPSRF)

El Gráfico 6 muestra una comparación entre el Poliestireno reciclado, PSR, el HPSR y el HPSRF, aquí se puede apreciar la banda del ácido abiético en el híbrido funcionalizado en 1720 cm^{-1} .

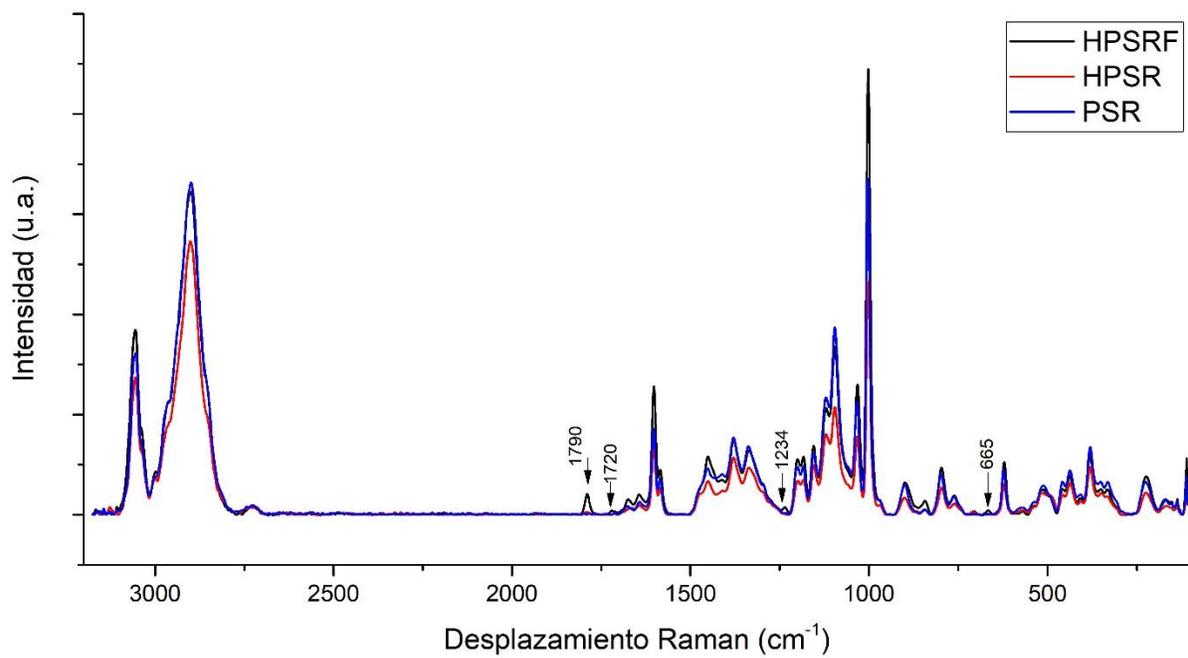


Gráfico 6 Espectro Raman del HPSRF, HPSR y PSR.

6 Conclusiones

Se ha obtenido un recubrimiento híbrido transparente con buena homogeneidad a través del proceso sol-gel verde, con el uso de poliestireno de reuso como matriz polimérica y refuerzo de nanopartículas de SiO₂, en un solvente natural D-limoneno, obtenido de biomasa de naranja.

El método de síntesis sol-gel asistido con el uso de sonoquímica y el D-limoneno, permitieron acelerar las reacciones metaestables involucradas en el proceso sol-gel y homogeneizar las nanopartículas de sílice dentro de la matriz de poliestireno reciclado. Aunado a esto se han disminuido los tiempos de reacción y las cantidades de reactivos, de acuerdo con el método tradicional.

Las espectroscopias, FTIR y Raman, muestran que el uso de poliestireno reciclado obtenido en la recuperación de desechos de contenedores de alimentos no presenta una variación en su estructura química que pueda comprometer la síntesis respecto al polímero virgen. Además, se pudo comprobar la funcionalización del poliestireno reciclado y su híbrido con la presencia de los grupos carbonilos (-C=O) del ácido abiético. De igual manera el D-limoneno obtenido recuperado de la biomasa de naranja presenta una estructura química similar y una alta pureza comparada con el de grado reactivo.

Las pruebas de solubilidad del poliestireno reciclado se obtuvieron 0.2 g/ml, demostrando que la solubilidad del polímero virgen y el reciclado son semejantes.

Mediante la técnica spin coating usada para la deposición de los recubrimientos en los sustratos se logró obtener espesores de películas de hasta 7 µm con alto grado de uniformidad y reproducibilidad con una variación de ±1 µm.

Este material híbrido HPSRF, presentó resistencia al rayado, abrasión y protección contra la corrosión en sustratos de aluminio 7075-T6.

De los resultados obtenidos de las pruebas mecánicas basadas en las normas ASTM, se obtuvo lo siguiente:

- I. En el ensayo de adhesión con cinta (ASTM D3359–17), se muestra que el poliestireno reciclado y el funcionalizado (PSR y PSRF), y sus nanohíbridos (HPSR y HPSRF) no presentaron desprendimiento del recubrimiento, obteniendo una clasificación de 5B, lo que representa el nivel más alto de adhesión.
- II. Los recubrimientos PSRF y su nanohíbrido HPSRF, obtuvieron un valor en la escala de dureza al lápiz de 5H (ASTM D3363 – 05), lo que nos indica que la funcionalización de los materiales hace a estos recubrimientos resistentes al desgaste por daños externos, por lo que funcionarán como protectores del sustrato.

- III. En cuanto a la resistencia a la abrasión (ASTM D4060–14), se observa que el nanohíbrido con poliestireno funcionalizado HPSRF y el nanohíbrido sin funcionalizar HPSR poseen mayor resistencia al desgaste respecto al poliestireno reciclado PSR, debido a la presencia de las nanopartículas de sílice y la funcionalización del PSR.
- IV. Los resultados de Intemperismo acelerado en la cámara de niebla salina (ASTM B117–07), muestran que el recubrimiento del nanohíbrido funcionalizado logra soportar 240 horas de exposición sin sufrir ampolladuras o picadura en los sustratos. Las horas de exposición se basaron en el tiempo mínimo requerido de la norma MIL-BTL-81706B.

El nanohíbrido de poliestireno reciclado funcionalizado HPSRF, es el que presenta las mejores propiedades mecánicas y resistencia a la humedad respecto a los materiales preparados.

El recubrimiento del nanohíbrido de HPSRF, es quien presenta con el sustrato utilizado, los valores permitidos con los requerimientos de algunas normas aeronáuticas, lo que abre una posibilidad para ser considerado como recubrimiento protector contra la corrosión. Cabe mencionar que debido a que se está utilizando un material de reuso, es necesario garantizar la reproducibilidad del recubrimiento con los estándares de la industria aeronáutica por lo que se requerirá de otras pruebas específicas, en cuanto a la aplicación y las condiciones ambientales al que será expuesto, como resistencia a la temperatura y presión, por ejemplo.

7 Trabajos futuros

Los trabajos que podrían complementar esta tesis son:

- Hidrofobicidad a través del ángulo de contacto.

Las mediciones del ángulo de contacto se utilizan para determinar la capacidad de un sustrato sólido para repeler un líquido. En el caso más sencillo, la hidrofobicidad (propiedad de repeler el agua) del sustrato se comprueba poniendo una gota de agua en la superficie del sustrato. Con aumento de los ángulos de contacto contra un determinado líquido, la propiedad del sustrato de repeler este líquido también se incrementa. En el caso del agua como líquido de prueba, los sustratos con un ángulo de contacto de $> 90^\circ$ se consideran hidrofóbicos, o lo que es lo mismo repelentes al agua. El método del ángulo de contacto está bien establecido y es adecuado para la evaluación de sustratos sólidos con geometría plana, como por ejemplo, placas de metal, placas de vidrio o láminas de polímero [41].

- Control térmico.

Los sistemas de control térmico se clasifican en pasivos o activos. Los sistemas pasivos no utilizan piezas móviles ni calentadores. El control se consigue mediante el uso de revestimientos de control térmico, aislamiento multicapa, espejos de superficie posterior o de segunda superficie y radiadores pasivos. Los materiales de control térmico se caracterizan por su absorción, emisividad, reflectividad y transparencia [42].

- Intemperismo acelerado (en la radiación solar donde será expuesto).

La intemperie artificial consiste en exponer las muestras de ensayo a una fuente de luz UV artificial en una cabina en la que se controlan la temperatura, la humedad y la pulverización de agua. El problema de este enfoque es determinar los efectos sinérgicos (interacciones) entre los diferentes parámetros del proceso de intemperismo. El parámetro clave en todos los aparatos de intemperismo acelerado es la fuente de luz UV, que debería simular idealmente la radiación solar. Los principales tipos de fuentes de luz artificial que se utilizan son: arco de carbono, arco de xenón y tubo fluorescente. La luz UV puede dividirse en tres grupos de longitudes de onda:

Los rayos UV-A (315-400 nm) son los menos perjudiciales para los polímeros, ya que constituyen el 6% de la radiación solar total que llega a la tierra;

la UV-B (280-315 nm) es más perjudicial para los polímeros, formando el 0,1% del total de la radiación solar que llega a la tierra; y

la UV-C (< 280 nm) es la más perjudicial para los polímeros, pero es filtrada por la atmósfera terrestre [43].

8 Referencias

- [1] W. Brothers, "Aerospace materials: past, present and future," *Introd. to Aerosp. Mater.*, pp. 15–38, 2012, doi: 10.1533/9780857095152.15.
- [2] C. Meola, S. Boccardi, and G. maria Carlomagno, "Composite Materials in the Aeronautical Industry," *Infrared Thermogr. Eval. Aerosp. Compos. Mater.*, pp. 1–24, 2017, doi: 10.1016/b978-1-78242-171-9.00001-2.
- [3] A. Karakoti, P. Tripathy, V. R. Kar, K. Jayakrishnan, M. Rajesh, and M. Manikandan, "Finite element modeling of natural fiber-based hybrid composites," in *Modelling of Damage Processes in Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites*, Elsevier, 2018, pp. 1–18.
- [4] Eric Greene Associates., "Marine Composites-page 115," p. 377, 1999.
- [5] "Materials and material requirements for aerospace structures and engines," *Introd. to Aerosp. Mater.*, pp. 39–56, 2012, doi: 10.1533/9780857095152.39.
- [6] F. C. Jr, "Chapter 1 - Introduction," in *Manufacturing Technology for Aerospace Structural Materials*, vol. 91, no. 5, Manufacturing Technology for Aerospace Structural Materials, 2006, pp. 1689–1699.
- [7] Anon, "American National Standard Alloy and Temper Designation Systems for Aluminum.," *ANSI Stand H35. 1*, vol. 1, no. M, 1972.
- [8] A. Gloria, R. Montanari, M. Richetta, and A. Varone, "Alloys for aeronautic applications: State of the art and perspectives," *Metals (Basel)*, vol. 9, no. 6, pp. 1–26, 2019, doi: 10.3390/met9060662.
- [9] R. N. Parkins, *Stress-corrosion cracking*, vol. 9, no. 1. 1964.
- [10] R. Asmatulu, *Nanocoatings for corrosion protection of aerospace alloys*. Woodhead Publishing Limited, 2012.
- [11] B. N. Popov, "Evaluation of Corrosion," *Corros. Eng.*, pp. 1–28, 2015, doi: 10.1016/b978-0-444-62722-3.00001-x.
- [12] K. P. Balan, "Chapter Nine - Corrosion," *Metall. Fail. Anal.*, pp. 155–178, 2018, doi: 10.1016/B978-0-12-814336-0.00009-3.
- [13] D. Snihirova, S. V. Lamaka, and M. F. Montemor, *Smart composite coatings for corrosion protection of aluminium alloys in aerospace applications*. Elsevier Ltd, 2016.
- [14] T. Markley, F. Blin, M. Forsyth, and B. Hinton, *Multifunctional rare earth organic corrosion inhibitors*. Woodhead Publishing Limited, 2014.
- [15] S. Affatato and D. Brando, "Introduction to wear phenomena of orthopaedic implants," *Wear Orthop. Implant. Artif. Joints*, pp. 3–26, 2013, doi: 10.1533/9780857096128.1.3.
- [16] R. L. Deuis, C. Subramanian, and J. M. Yellup, "Abrasive wear of aluminium

- composites - A review," *Wear*, vol. 201, no. 1–2, pp. 132–144, 1996, doi: 10.1016/S0043-1648(96)07228-6.
- [17] C. S. P. E. Irving, *Polymer composites in the aerospace industry*, vol. 53, no. 9. 2019.
- [18] A. Mouritz, *Introduction to Aerospace Materials*. 2012.
- [19] M. Niaounakis, *Polymers Used in Flexible Packaging*. 2020.
- [20] S. A. Begum, A. V. Rane, and K. Kanny, *Applications of compatibilized polymer blends in automobile industry*. Elsevier Inc., 2019.
- [21] J. G. Speight, *Monomers, polymers, and plastics*. 2020.
- [22] A. A. Shah, F. Hasan, A. Hameed, and S. Ahmed, "Biological degradation of plastics: A comprehensive review," *Biotechnol. Adv.*, vol. 26, no. 3, pp. 246–265, 2008, doi: 10.1016/j.biotechadv.2007.12.005.
- [23] P. Anastas and N. Eghbali, "Green Chemistry : Principles and Practice," pp. 301–312, 2010, doi: 10.1039/b918763b.
- [24] D. D. L. Chung, *Carbon-Matrix Composites*, Second Edi. Elsevier Inc., 2017.
- [25] S. S. Madaeni, N. Ghaemi, and H. Rajabi, *Advances in polymeric membranes for water treatment*. Elsevier Ltd, 2015.
- [26] A. E. Danks, S. R. Hall, and Z. Schnepp, "Materials Horizons," *Mater. Horizons*, vol. 3, pp. 91–112, 2016, doi: 10.1039/C5MH00260E.
- [27] A. Gedanken, "Ultrasonic Processing to Produce Nanoparticles," *Encycl. Mater. Sci. Technol.*, pp. 9450–9456, 2001, doi: 10.1016/b0-08-043152-6/01708-3.
- [28] P. P. v, *By Robert E . Apfel*, vol. 19. 1981.
- [29] M. Ashokkumar, "The characterization of acoustic cavitation bubbles - An overview," *Ultrason. Sonochem.*, vol. 18, no. 4, pp. 864–872, 2011, doi: 10.1016/j.ultsonch.2010.11.016.
- [30] T.-L. Ho, "Sonochemistry," *Distinctive Techniques for Organic Synthesis*. pp. 90–132, 1998, doi: 10.1142/9789812839732_0003.
- [31] J. Alemán *et al.*, "Definitions of terms relating to the structure and processing of sols, gels, networks, and inorganic-organic hybrid materials (IUPAC recommendations 2007)," *Pure Appl. Chem.*, vol. 79, no. 10, pp. 1801–1829, 2007, doi: 10.1351/pac200779101801.
- [32] J. A. Bonventre, "Solvents," *Encycl. Toxicol. Third Ed.*, vol. 4, pp. 356–357, 2014, doi: 10.1016/B978-0-12-386454-3.01063-0.
- [33] M. Doble and A. K. Kruthiventi, "Alternate Solvents," *Green Chem. Eng.*, pp. 93–104, 2007, doi: 10.1016/b978-012372532-5/50006-7.

- [34] A. S. H. Makhoulouf, "Handbook of Smart Coatings for Materials Protection," in *Handbook of Smart Coatings for Materials Protection*, no. 9, Intergovernmental Panel on Climate Change, Ed. Cambridge: Cambridge University Press, 2014, p. 656.
- [35] K. Mitzner, B. DOE, A. Akulin, A. Suponin, and D. Müller, "Introduction to industry standards," *Compleat. PCB Des. Using OrCAD® Capture PCB Ed.*, pp. 67–81, 2019, doi: 10.1016/b978-0-12-817684-9.00004-7.
- [36] F. Froes, R. Boyer, and B. Dutta, *Introduction to aerospace materials requirements and the role of additive manufacturing*. Elsevier Inc., 2019.
- [37] A. C. Dimian, C. S. Bildea, and A. A. Kiss, *Chemical Product Design*, vol. 35. 2014.
- [38] P. Larkin, "Introduction," in *Infrared and Raman Spectroscopy*, vol. 9, no. 10, Elsevier, 2011, pp. 1–5.
- [39] S. Yadav, S. Mattaparthi, K. Sreenivasulu, M. Khandelwal, S. Majumdar, and C. S. Sharma, "Recycling of thermoplastic polystyrene waste using citrus peel extract for oil spill remediation," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 136, no. 33, pp. 1–8, 2019, doi: 10.1002/app.47886.
- [40] P. J. Larkin, *Unknown IR and Raman Spectra*. 2018.
- [41] B. Mahltig, *Smart hydrophobic and soil-repellent protective composite coatings for textiles and leather*. Elsevier Ltd, 2016.
- [42] V. L. Pisacane, "Spacecraft Systems Design and Engineering," *Encycl. Phys. Sci. Technol.*, pp. 463–483, 2003, doi: 10.1016/b0-12-227410-5/00888-7.
- [43] W. Broughton, "Testing the mechanical, thermal and chemical properties of adhesives for marine environments," *Adhes. Mar. Eng.*, pp. 99–154, 2012, doi: 10.1533/9780857096159.2.99.

9 Anexos

9.1 Anexos I

Tabla 26. Clasificación de los resultados de las pruebas de adherencia para el método de prueba B.

CLASIFICACIÓN DE LOS RESULTADOS DE LAS PRUEBAS DE ADHESIÓN		
CLASIFICACIÓN	PORCENTAJE DE AREA REMOVIDA	SUPERFICIE DEL ÁREA DE CORTE TRANSVERSAL DE LA QUE SE HA PRODUCIDO LA DESCAMACIÓN PARA SEIS CORTES PARALELOS Y RANGO DE ADHERENCIA EN PORCENTAJE
5B	0% Nada	
4B	Menos de 5%	
3B	5 - 15%	
2B	15 - 35%	
1B	35 - 65%	
0B	Superior a 65%	

Tabla 27. Condiciones de la Cámara de niebla salina.

Tiempo de exposición: 240 horas; Equipo utilizado: MMA099
 Tipo de agua utilizada: Agua destilada tipo IV de acuerdo a ASTM D 1193-06 (2011)
 Tipo de sal utilizada: Cloruro de sodio grado analítico al 99.7% de pureza
 *Temperatura de prueba: 35.0 °C
 *pH de la solución: 6.72
 *Gravedad específica de la solución: 1.035 (25°C)
 *Volumen de solución colectado (1) en 24h: 39.7 mL / 24 horas
 *Volumen de solución colectado (2) en 24h: 39.8 mL / 24 horas
 Después de la prueba las muestras fueron enjugadas con agua y secadas al aire.
 * Promedio de los valores obtenidos durante el período de prueba

Tabla 28. Bandas FTIR características de la molécula D-limoneno.

Grupo funcional	Bandas (cm-1)	Enlace asociado
OLEFINA		
CH ₂ =CR ₂	3083, 3073	Estiramiento asimétrico CH ₂
(Vinilidina)	2989	Estiramiento simétrico CH ₂
	1781	Sobre tono: 2 x 890 cm-1
	1645	Estiramiento C=C
	1418 (hombros)	Deformación CH ₂
	887	Movimiento CH ₂
RCH=CR ₂	3046	Estiramiento CH
(anillo)		
(Trialquil)	1678	Estiramiento C=C
	798	Movimiento de CH
Anillo con 6 miembros		
	914	Anillo asimétrico estirado
	760	Estiramiento simétrico en fase de anillo
Metil		
	2965	Estiramiento asimétrico CH ₃
	2888, 2876	Estiramiento simétrico CH ₃
	1437, 1433	Deformación asimétrica CH ₃
	1376	Deformación simétrica CH ₃
Metileno		
	2919, 2914	Estiramiento asimétrico CH ₂
	2856, 2835	Estiramiento simétrico CH ₂
	1452	Deformación asimétrica CH ₂

Tabla 29. Bandas FTIR características del poliestireno.

Grupo funcional	Bandas (cm-1)	Enlace asociado
Alifático	2923	Estiramiento asimétrico CH ₂
	2854	Estiramiento simétrico CH ₂
	1452	Deformación CH ₂
Aromático	3100, 3000	Estiramiento aromático CH
	1944, 1871, 1803	Movimiento anillo CH
	1603, 1584	Cuadrante del anillo aromático
	1493, 1452	Estiramiento del semicírculo del anillo
	1374	Deformación asimétrica CH ₂
	1069	Flexión en el plano C-H
	754	Movimiento arilos adyacentes H
	695	Curva fuera del plano del anillo aromático

Tabla 30. Bandas FTIR características de los compuestos con silicio.

Grupo funcional	Bandas (cm-1)	Enlace asociado
Siliconas	1265	Flexión Si-CH ₃
	1100	Estiramiento Si-O-Si
Siloxanos	890	Estiramiento Si-OH
	995	Estiramiento en fase Si-O-R

Tabla 31. Bandas Raman características del PSR.

Grupo funcional	Bandas (cm-1)	Enlace asociado
	3054, 2903	Estiramiento aromático CH
	1603, 1584	Estiramiento del esqueleto del anillo
	1450	Tijera CH ₂
	1155	Estiramiento C-C
	1032	Deformación dentro del plano C-H
	1002	Respiración del anillo
	795	Deformación fuera del plano C-H
	622	Deformación del anillo

9.2 Anexo II

9.2.1 Trabajos generados

Unidad León
Escuela Nacional de Estudios Superiores

Universidad Nacional Autónoma de México
ESCUELA NACIONAL DE ESTUDIOS SUPERIORES UNIDAD LEÓN

OTORGA LA PRESENTE

Constancia

A:

LIC. CHAYANN EMMANUEL RUBIO RUÍZ

Por su ponencia de título *Sonoquímica: Una nueva alternativa para síntesis de nanopartículas metálicas*, impartida a los alumnos y alumnas del Programa de Maestría y Doctorado en Ciencias Médicas, Odontológicas y de la Salud.

“Por mi raza hablará el espíritu”
LEÓN, GUANAJUATO A 12 DE ENERO DE 2021


DRA. LAURA SUSANA ACOSTA TORRES
DIRECTORA


DRA. MA. CONCEPCIÓN ARENAS ARROCENA
SECRETARIA GENERAL



9.3 Anexo III

9.3.1 Fichas de seguridad

9.3.1.1 *D-Limoneno*

COMPOSICIÓN/INFORMACIÓN SOBRE LOS COMPONENTES

Nombre del producto: D-Limonene

Peso molecular: 136.23 g/mol

Fórmula: C₁₀H₁₆

PRIMEROS AUXILIOS

Inhalación: Si se inhala, trasladar a la persona al aire libre. Si la respiración es dificultosa, dar oxígeno. Si no respira, dar respiración artificial. Recibir atención médica.

Ingestión: NO inducir el vómito a menos que lo indique expresamente el personal médico. No dar por boca a una persona inconsciente. Aflojar la ropa apretada tales como collares, corbatas, cinturones o cintos, etc. Recibir atención médica.

Contacto con la piel: En caso de contacto, lavar inmediatamente la piel con abundante agua. Cubrir la piel irritada con un emoliente. Quitarse la ropa y los zapatos. Lavar la ropa antes de volver a usarla. Limpiar completamente los zapatos antes de volver a usarlos. Recibir atención médica.

Contacto con los ojos: Chequear y eliminar lentes de contacto. En caso de contacto, inmediatamente lave los ojos con abundante agua durante al menos 15 minutos. Recibir atención médica.

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS

Estado físico: Líquido

Propiedades	Valores
pH	No hay información disponible
Punto de fusión/punto de congelación	-74 °C
Punto de ebullición	176 °C
Punto de inflamación	48 °C
Densidad del líquido	0.84 g/mL
Temperatura de autoignición	255 °C

9.3.2 Ácido Abietico

COMPOSICIÓN/INFORMACIÓN SOBRE LOS COMPONENTES

Nombre del producto: Ácido Abietico

Peso molecular: 302,5 g /mol

Fórmula: $C_{20}H_{30}O_2$

PRIMEROS AUXILIOS

Inhalación: Proporcionar aire fresco. Si aparece malestar o en caso de duda consultar a un médico.

Ingestión: Enjuagarse la boca. Llamar a un médico si la persona se encuentra mal.

Contacto con la piel: Aclararse la piel con agua/ ducharse. En caso de irritaciones cutáneas, consultar a un dermatólogo.

Contacto con los ojos: Mantener separados los párpados y enjuagar con abundante agua limpia y fresca por lo menos durante 10 minutos. En caso de irritación ocular consultar al oculista.

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS

Estado físico: sólido (polvo cristalino)

Propiedades	Valores
pH	No hay información disponible
Punto de fusión/punto de congelación	164 - 175 °C
Punto de ebullición	250 °C
Punto de inflamación	no es aplicable
Densidad	Esta información no está disponible.
Temperatura de autoignición	No inflamable

9.3.3 Tetraetilortosilicato

COMPOSICIÓN/INFORMACIÓN SOBRE LOS COMPONENTES

Nombre del producto: Tetraetil Ortosilicato

Peso molecular: 208.33 g /mol

Fórmula: $C_8H_{20}O_4Si$

PRIMEROS AUXILIOS

Inhalación: Transportar a la víctima al exterior. No utilizar el método boca a boca si la víctima ha ingerido o inhalado la sustancia; administrar la respiración artificial con ayuda de una mascarilla de bolsillo dotada de una válvula unidireccional u otro dispositivo médico para reanimación respiratoria apropiado. Se necesita atención médica inmediata. Si no respira, realizar técnicas de respiración artificial.

Ingestión: NO provocar el vómito. Consultar a un médico.

Contacto con la piel: Lavar inmediatamente con abundante agua durante al menos 15 minutos. Consultar a un médico inmediatamente si se producen síntomas.

Contacto con los ojos: Enjuagar inmediatamente con abundante agua, también bajo los párpados, durante al menos 15 minutos. Consultar a un médico.

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS

Estado físico: Líquido.

Propiedades	Valores
pH	No hay información disponible
Punto de fusión/punto de congelación	-77 °C
Punto de ebullición	169 °C
Punto de inflamación	45 °C
Densidad del líquido	0.940 g/mL
Temperatura de autoignición	225 °C

9.3.4 Peróxido de benzoilo

COMPOSICIÓN/INFORMACIÓN SOBRE LOS COMPONENTES

Nombre del producto: Peróxido de benzoilo

Peso molecular: 242.23 g /mol

Fórmula: $C_{14}H_{10}O_4$

PRIMEROS AUXILIOS

Inhalación: Transportar a la víctima al exterior. Si no respira, realizar técnicas de respiración artificial. Consultar a un médico si se producen síntomas.

Ingestión: Limpiar la boca con agua y beber a continuación abundante agua. Consultar a un médico si se producen síntomas

Contacto con la piel: Lavar inmediatamente con abundante agua durante al menos 15 minutos. Si persiste la irritación cutánea, llamar a un médico.

Contacto con los ojos: Enjuagar inmediatamente con abundante agua, también bajo los párpados, durante al menos 15 minutos. Consultar a un médico.

PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS

Estado físico: Sólido.

Propiedades	Valores
pH	No hay información disponible
Punto de fusión/punto de congelación	106 °C
Punto de ebullición	No hay información disponible
Punto de inflamación	No hay información disponible
Densidad	No hay datos disponibles
Temperatura de autoignición	380 °C