

**Recubrimiento por Plasma de Superficies para
Concentración solar**

Tesis

PARA OBTENER EL GRADO ACADEMICO DE

**Maestro en Ciencia y Tecnología
en la Especialidad de Ingeniería Ambiental**

PRESENTA

Juan Carlos Erreguin Mejía

Santiago de Querétaro, Qro., México.

Resumen

En este trabajo se muestra la preparación de recubrimientos de sílice y alúmina como barreras físicas para la protección de superficies. Se lograron recubrimientos de sílice, alúmina y sílice con alúmina; estos últimos aportando propiedades superhidrofóbicas al recubrimiento. Las pruebas de recubrimiento se llevaron a cabo utilizando la técnica APPJ. Se analizó la morfología y composición de los recubrimientos por medio de MEB-EDS, observando morfologías esféricas. El área, perímetro, diámetro, altura y rugosidad fueron medidas con un equipo de microscopio digital. Se encontró que los recubrimientos de sílice con alúmina presentaron los ángulos de contacto más altos, siendo el ángulo máximo que se obtuvo de 151.7° . Se determinaron los parámetros que deben de presentar los recubrimientos de sílice con alúmina para poder presentar propiedades superhidrofóbicas, observando que el tamaño de partícula, distribución en la superficie y la altura de los aglomerados de partículas influyen considerablemente en la eficiencia que presenta el recubrimiento. Se analizó que en promedio el 37.6 % de la superficie total es lo que sostiene la gota de agua y que la altura de los aglomerados debe de estar por encima de los 20 μm . Se estudió la temperatura de la salida del plasma y la relación que había al realizar recubrimientos con un sustrato de policarbonato, obteniendo una distancia óptima para realizar el recubrimiento.

Palabras claves: Sílice, alúmina, APPJ, recubrimiento, protección, superficies.

Abstract

This work shows the preparation of silica and alumina coatings as physical barriers for the protection of surfaces. Silica, alumina and silica coatings were achieved with alumina; the latter providing superhydrophobic properties to the coating. The coating tests were carried out using the APPJ technique. The morphology and composition of the coatings were analyzed by means of MEB-EDS, observing spherical morphologies. The area, perimeter, diameter, height and roughness were measured with a digital microscope equipment. It was found that the silica coatings with alumina had the highest contact angles, being the maximum angle that was obtained of 151.7 °. The parameters that should be presented by the silica coatings with alumina to be able to present superhydrophobic properties, observing that the particle size, surface distribution and the height of the particle agglomerates have a considerable influence on the efficiency of the coating. It was analyzed that, on average, 37.6% of the total surface area is what the drop of water supports and that the height of the agglomerates must be above 20 μm. The temperature of the plasma outlet and the relation that there was when making coatings with a polycarbonate substrate were studied, obtaining an optimum distance to perform the coating.

Keywords: Silica, alumina, APPJ, coating, protection, surfaces.

Contenido

Resumen	2
Contenido	4
Índice de tablas	6
Índice de figuras	6
Introducción	9
Definición del proyecto	11
Justificación	12
Hipótesis	13
Objetivos	14
Objetivo general:	14
Objetivos específicos:	14
Capítulo I	15
1. Antecedentes	16
Concentradores solares	17
Tipos de concentradores solares	18
Corrosión	21
Corrosión de la Plata	21
Revestimiento (capa protectora)	23
Revestimientos de plata	23
Métodos de aplicación	24
Capítulo II	25
2. Metodología	26
2.1 Metodología general	26
2.2 Recubrimiento vía electroless y Depósito Químico Dinámico (DCP)	28
2.2.1 Equipos	28
2.2.2 Preparación de soluciones para metalizado	30
2.3 Funcionamiento del plasma	33
2.3.1 Proceso de encendido del modelo UPS-IN-1358 y equipo de plasma treat	33
2.3.2 Preparación de sustratos	37
2.3.3 Recubrimientos por Plasma Plus	37
2.3.3 Recubrimiento por Plasma Plus y nebulizador	40
2.3.4 Recubrimientos por Plasma Clean y nebulizador	43
2.4 Preparación de solución precursora de Alúmina	44

2.5	Evaluación de composición, morfología y propiedades físicas de los recubrimientos	46
2.5.1	microscopio digital modelo vhx5000 marca keyence	46
2.5.2	Microscopía Electrónica de Barrido y análisis por energías dispersivas de rayos X (SEM y EDS)	51
2.5.3	Ángulo de contacto marca KRUSS mod. dsa30	55
Capítulo III		63
3.	Resultados	64
3.1	Microscopio Digital	64
3.1.1	Vidrio	65
3.1.2	Polycarbonato Celular	68
3.1.3	Polycarbonato Liso	72
3.2	Fluorescencia de Rayos X	76
3.2.1	Polycarbonato	77
3.2.2	Vidrio	77
3.3	Ángulo de contacto	78
3.3.1	Aguas	78
3.3.2	Aceite	83
3.4	Microscopio Electrónico de Barrido con detector EDS	85
3.4.1	Recubrimientos en vidrio	85
3.4.2	Recubrimiento en polycarbonato monolítico	91
3.4.3	Recubrimientos en polycarbonato celular	96
3.5	Rugosidad	101
3.6	Medición de área de recubrimientos de sílice con alúmina	102
3.7	Comparación y análisis de recubrimientos superhidrofóbicos	105
Capítulo IV		107
	Capítulo IV: Conclusiones	108
Perspectivas		110
Bibliografía		111
Anexos		118

Índice de tablas

<i>Tabla 1</i> tipos de sustratos utilizados y parámetros utilizados para cada uno. _____	39
<i>Tabla 2</i> Identificación de las muestras analizadas en las distintas caracterizaciones. _____	64
<i>Tabla 3.</i> Resultados obtenidos en el análisis de RXF para el recubrimiento de sílice sobre policarbonato. _____	77
<i>Tabla 4.</i> Elementos obtenidos en recubrimiento de sílice aplicado sobre Vidrio. _____	77
<i>Tabla 5.</i> Resultados obtenidos en la prueba de ángulo de contacto _____	78
<i>Tabla 6.</i> Resultados de las pruebas de ángulo de contacto con aceite. _____	84
<i>Tabla 7.</i> Muestras analizadas por MEB-EDS, con especificaciones correspondientes. _____	85
<i>Tabla 8.</i> Composición cuantitativa de los elementos presentes en la muestra V-01. _____	86
<i>Tabla 9.</i> Composición cuantitativa de los elementos presentes en la muestra V-04. _____	89
<i>Tabla 10.</i> Composición cuantitativa de los elementos presentes en la muestra P-04. _____	91
<i>Tabla 11.</i> Composición cuantitativa de los elementos presentes en la muestra P-03. _____	93
<i>Tabla 12.</i> Composición cuantitativa de los elementos presentes en la muestra P-01. _____	95
<i>Tabla 13.</i> Composición cuantitativa de los elementos presentes en la muestra PC-02. _____	97
<i>Tabla 14.</i> Composición cuantitativa de los elementos presentes en la muestra PC-04. _____	99
<i>Tabla 15.</i> Resultados de las áreas, perímetros y diámetros analizados. _____	102
<i>Tabla 16.</i> Resultados de las áreas, perímetros y diámetros analizados. _____	103
<i>Tabla 17.</i> Resultados de las áreas, perímetros y diámetros analizados. _____	104
<i>Tabla 18.</i> Parámetros promedio de relevancia para lograr superficies superhidrofóbicas. _____	105

Índice de figuras

<i>Ilustración 1</i> Captación de energía solar por Torre con campo de espejos o heliostatos. _____	18
<i>Ilustración 2</i> Captación de energía solar por Disco Stirling. _____	19
<i>Ilustración 3</i> Captación de energía solar por sistema cilindro-parabólico. _____	19
<i>Ilustración 4</i> Captación de energía solar por sistema Fresnel. _____	20
<i>Ilustración 5</i> soluciones A, B, C y RED2010 _____	30
<i>Ilustración 6</i> flecha roja indicando el tanque del oxidante y flecha verde indicando el tanque del reductor. _____	31
<i>Ilustración 7</i> flecha roja indicando donde se coloca el activante y la flecha verde señala donde se coloca el agua desionizada _____	31
<i>Ilustración 8</i> medidores de presión del equipo Jet Metal _____	32
<i>Ilustración 9(A)</i> Proceso de tratamiento de fuego sobre el sustrato (B) enjuague del sustrato con agua desionizada después del tratamiento con fuego _____	32
<i>Ilustración 10</i> Aplicación sobre el sustrato de la solución agente oxidante y reductor _____	32
<i>Ilustración 11</i> manómetro de aire marca pesto. _____	34
<i>Ilustración 12</i> equipo de plasma marca PLASMA TREAM. _____	35
<i>Ilustración 13</i> Condiciones operables de uso para equipo de plasma _____	35
<i>Ilustración 14</i> nivel de precursor con el que cuenta con el equipo de plasma para su operabilidad. _____	36
<i>Ilustración 15</i> Interruptor indicador del encendido de plasma de acuerdo con el tipo de uso que se necesite (clean o Plus). _____	36
<i>Ilustración 16</i> Sustrato sometido a plasma clean para la activación y limpieza de la superficie del sustrato. _____	37
<i>Ilustración 17</i> Recubrimiento con plasma plus a los sustratos. _____	38
<i>Ilustración 18</i> Cambio de fuerza, lo que indica el funcionamiento correcto para la utilización de recubrimientos usando el plasma plus. _____	38
<i>Ilustración 19</i> operación de plasma con parámetros estándar. _____	39
<i>Ilustración 20</i> nebulizador ultrasónico tipo hospitalario marca YUE HUA modelo WH-2000. _____	40

Ilustración 21 Recipiente del nebulizador donde se coloca la solución precursora para su aplicación sobre el sustrato	40
Ilustración 22 Nebulizador ultrasónico listo para su utilización con el plasma y obtener los recubrimientos.	41
Ilustración 23 Flujo del precursor para la obtención de recubrimientos sobre los sustratos.	41
Ilustración 24 Uso del plasma plus con el nebulizador ultrasónico para la obtención de recubrimientos.	42
Ilustración 25 Verificación de neblina a través del plasma plus.	42
Ilustración 26 Nebulizador ultrasónico con plasma clean para la obtención de recubrimientos sobre la superficie de los sustratos.	43
Ilustración 27 Verificación de la niebla atravesando el plasma clean.	44
Ilustración 28 Preparación de solución precursora de aluminio para la obtención de recubrimientos.	45
Ilustración 29 Botón POWER del microscopio	46
Ilustración 30 Botón POWER del monitor	46
Figura 31 inicialización del sistema	47
Figura 32 error de inicialización del sistema	47
Figura 33 ajuste de enfoque y bloqueo de platina	48
Figura 34 control del enfoque	48
Ilustración 35 zum del microscopio digital	49
Figura 36 direcciones de ejes X.Y	49
Figura 37 joystick	49
Figura 38 captura de imagen	50
Figura 39 guardar imágenes	50
Figura 40 exit	50
Figura 41 interruptor de apagado	51
Ilustración 42 Microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-6510LV y con un equipo acoplado de EDS marca BRUKER.	52
Ilustración 43 Preparación de muestras para el análisis en SEM y EDS.	53
Ilustración 44 SPI-MODULE* Sputter Coater con el cual se recubrieron las muestras no conductoras con una capa de Au de 2nm de espesor.	53
Ilustración 45 Equipo EDS marca BRUKER acoplado al SEM para realizar un mapeo de composición.	54
Ilustración 46 Equipo de medición Kruss y equipo de computo	56
Ilustración 47 Botón encendido del equipo de medición kruss	56
Ilustración 48 Barra de menú principal	56
Ilustración 49Pestaña view de barra de menú principal	57
Ilustración 50 Panel de control (Enmarcado en rojo)	57
Ilustración 51 Rellenado de aguja	57
Ilustración 52 Aguja posicionada (flecha azul), muestra colocada (flecha roja)	58
Ilustración 53 Control deslizante para posicionar aguja (Enmarcado en color rojo)	58
Ilustración 54 Comenzar grabación	58
Ilustración 55 Aguja posicionada mostrada en el monitor (flecha roja) dosificación líquida (enmarcada en azul).	59
Ilustración 56 Nombrar y guardar video.	59
Ilustración 57 Imagen de gota depositada mostrada en el reproductor.	60
Ilustración 58 Posición de línea base (flecha azul).	60
Ilustración 59 Resultados arrojados (enmarcados colores rojos), iconos señalados (flechas azul y rojo).	60
Ilustración 60 Tabla de resultados (pestañas seleccionadas enmarcadas en rojo).	61
Ilustración 61Selección de parámetros deseados	61
Ilustración 62 Creación de reporte	61
Ilustración 63 Blanco de vidrio A) imagen óptica del microscopio B) imagen 3D de la superficie	65
Ilustración 64 muestra de vidrio recubierta con SiO2 A) imagen óptica B) imagen 3D de la superficie	65
Ilustración 65. Micrografía de la superficie de la muestra V-02 (A) y vista en 3D de la superficie (B).	66
Ilustración 66 Micrografía de la superficie de la muestra V-03 (A) y vista en 3D de la superficie (B).	67
Ilustración 67Micrografía de la superficie de la muestra V-04 (A) y vista en 3D de la superficie (B).	68
Ilustración 68 Micrografía de la superficie de la muestra BPC (A) y vista en 3D de la superficie (B).	69
Ilustración 69. Micrografía de la superficie de la muestra PC-01 (A) y vista en 3D de la superficie (B).	69

Ilustración 70. Micrografía de la superficie de la muestra PC-02 (A) y vista en 3D de la superficie (B).	70
Ilustración 71. Micrografía de la superficie de la muestra PC-03 (A) y vista en 3D de la superficie (B).	71
Ilustración 72. Micrografía de la superficie de la muestra PC-04 (A) y vista en 3D de la superficie (B).	72
Ilustración 73. Micrografía de la superficie de la muestra BP (A) y vista en 3D de la superficie (B).	73
Ilustración 74. Micrografía de la superficie de la muestra P-01 (A) y vista en 3D de la superficie (B).	74
Ilustración 75. Micrografía de la superficie de la muestra P-02 (A) y vista en 3D de la superficie (B).	74
Ilustración 76. Micrografía de la superficie de la muestra P-03(A) y vista en 3D de la superficie (B).	75
Ilustración 77. Micrografía de la superficie de la muestra P-04 (A) y vista en 3D de la superficie (B).	76
Ilustración 78. Gráfica obtenida de la señal de carbono presente en la muestra.	77
Ilustración 79. Ángulos de contacto obtenidos en las muestras de vidrio. A) Blanco, B) V-01, C) V-02, D) V-03, E) V-04.	80
Ilustración 80. Ángulos de contacto obtenidos en las muestras de policarbonato monolítico. A) Blanco, B) P-01, C) P-02, D) P-03, E) P-04.	81
Ilustración 81. Ángulos de contacto obtenidos en las muestras de policarbonato monolítico. A) Blanco, B) PC-01, C) PC-02, D) PC-03, E) PC-04.	82
Ilustración 82. Ángulos de contacto con aceite, obtenidos para las muestras con resultados superhidrofóbicas	83
Ilustración 83. Gráfica de comparación entre ángulos de contacto con agua y aceite.	84
Ilustración 84. Micrografía obtenida por MEB para la muestra V-01, realizada a 10000x	85
Ilustración 85. Mapeo composicional a 13000x, obtenidos en la muestra V-01.	87
Ilustración 86. Micrografía obtenida por MEB para la muestra V-02, realizada a 2000x.	87
Ilustración 87. Mapeo composicional obtenido a 9000x, para la muestra V-02.	88
Ilustración 88. Micrografía obtenida por MEB para la muestra V-04, realizada a 4500x.	89
Ilustración 89. Mapeo composicional obtenido a 10000x, para la muestra V-04.	90
Ilustración 90. Micrografía obtenida por MEB para la muestra P-04, realizada a 5000x.	91
Ilustración 91. Mapeo composicional obtenido a 19000x, para la muestra P-04	92
Ilustración 92. Micrografía obtenida por MEB para la muestra P-03, realizada a 10000x.	93
Ilustración 93. Mapeo composicional obtenido a 19000x, para la muestra P-03.	94
Ilustración 94. Micrografía obtenida por MEB para la muestra P-01, realizada a 5000x.	95
Ilustración 95. Mapeo composicional obtenido a 10000x, para la muestra P-01	96
Ilustración 96. Micrografía obtenida por MEB para la muestra PC-02, realizada a 5000x.	96
Ilustración 97. Mapeo composicional obtenido a 10000x, para la muestra PC-02.	98
Ilustración 98. Micrografía obtenida por MEB para la muestra PC-04, realizada a 5000x.	99
Ilustración 99. Mapeo composicional obtenido a 3500x, para la muestra PC-04.	100
Ilustración 100. Pruebas de rugosidad entre los blancos del sustrato y las muestras recubiertas. A) V-04, B) P-04 y C) PC-04	101
Ilustración 101. Micrografías obtenidas con el microscopio digital, donde se muestra con color rojo las partes con mayor altura y aglomeración de partículas para la muestra V-04.	102
Ilustración 102. Micrografías obtenidas con el microscopio digital, donde se muestra con color rojo las partes con mayor altura y aglomeración de partículas para la muestra P-04.	103
Ilustración 103. Micrografías obtenidas con el microscopio digital, donde se muestra con color rojo las partes con mayor altura y aglomeración de partículas para la muestra PC-04.	104
Ilustración 104. Muestras con resultados superhidrofóbicas, prestando el color opalescente A) PC-04, B) V-04 y C) P-04.	105

Introducción

El suministro de energía puede ser uno de los mayores problemas económicos que los seres humanos se enfrentan en nuestra sociedad hoy en día. Dado que muchos de los recursos energéticos que actualmente se explotan se están agotando, las energías renovables se están convirtiendo en una solución que vale la pena [1]. Esto se está estudiando a fondo en todo el mundo, en la medida en que muchos países han venido desarrollando numerosos programas de energía renovable en los últimos años [2], [3] y [4], especialmente, en el campo de la energía solar [5-9].

La energía solar de plantas de concentración parece jugar un papel decisivo en la combinación de energías renovables [10], además de las tecnologías fotovoltaicas [11] y los colectores solares térmicos [12]. El número de publicaciones científicas sobre energía solar ha experimentado un aumento significativo en las últimas tres décadas, siendo los Estados Unidos el que encabeza la lista [13].

Se espera que la energía solar térmica represente aproximadamente el 11% de la generación total de electricidad en el 2050 y el 79% de toda la electricidad será proporcionado por fuentes renovables [14].

Los concentradores solares son muy buenos ejemplos utilizados para la concentración de energía solar. Estos consisten en un espejo parabólico que refleja la radiación solar en el receptor para la calefacción de diversos fluidos (agua, aire, medios especiales de transferencia de calor) o para la producción de vapor.

La concentración de energía y la eficiencia teórica con esta tecnología son buenas alternativas, ya que ofrecen posibilidades prometedoras para el futuro de reducción de costos [14].

Entre los metales utilizados como base para los concentradores solares, la plata (Ag) y el aluminio (Al) son los mejores reflectores solares, poseen una reflectancia de aproximadamente 97 % y 92 %, respectivamente. La plata metálica es usada en la producción de concentradores solares debido a sus propiedades ópticas.

Desafortunadamente, la estabilidad química de la plata no es tan alta como la de otros elementos y, expuesta a diferentes ambientes, la característica favorable de la plata puede ser afectada severamente por la interacción de la superficie con el ambiente.

Las condiciones ambientales imponen demandas estrictas sobre el material, cuya superficie se deteriorará más o menos después de la exposición al medio ambiente. La pérdida de reflectividad solar puede ser resultado de la erosión o la reacción química con azufre y/o cloro o la oxidación de la superficie.

Los concentradores solares deben cumplir una serie de requisitos en cuanto a sus prestaciones ópticas, durabilidad, costos, problemas ambientales, etc. En primer lugar, se busca mejorar su reflectancia, requiriéndose especialmente buenas propiedades de reflectancia especular en el rango del espectro solar.

Un aspecto crucial es que los concentradores solares están permanentemente expuestos a condiciones ambientales que potencialmente causan estrés y degradación a lo largo del tiempo, tales como: humedad, polvo, abrasión, radiación UV, temperaturas elevadas, etc. Para la mayoría de los concentradores solares, la exposición a intemperie puede conducir a la pérdida de la reflectancia. Es por tanto significativo el análisis de concentradores solares expuestos a condiciones de intemperie, así como mediante simulaciones de las condiciones anteriores y la búsqueda de mejorar tanto los materiales como los procesos para aumentar el tiempo de vida media útil de estas estructuras.

El proyecto propuesto dará lugar a la realización de un estudio del comportamiento en condiciones de intemperie de superficies de plata con recubrimiento protector (orgánico e inorgánico) en gran dimensión, en las que se buscará asociar la correlación de la función de trabajo con los procesos de cambios físicos, químicos y electroquímicos en su superficie. Además, se profundizará en la química, las propiedades morfológicas y estructurales de los recubrimientos aplicados a la superficie de plata y la interacción entre ambos

Definición del proyecto

La idea fundamental de esta investigación es desarrollar un recubrimiento compuesto que posea propiedades físicas y mecánicas resistentes (menor peso, mayor resistencia a la corrosión, resistencia a la abrasión, compresión, delgado, etc.), con el fin de que pueda ser empleado en propósitos de protección, El proceso de investigación está formado por las siguientes cinco etapas:

- 1) Elaboración de los precursores, que puede ser: a) Np`s de Si b) Np`s de Al
- 2) mezcla de las Np`s;
- 3) Aplicación de los precursores;
- 4) Etapa de pruebas y, caracterizaciones,
- 5) prueba en campo piloto.

Justificación

Los concentradores solares juegan un papel muy importante en el ámbito de la explotación de la energía solar. Con el fin de profundizar en la eficacia de un concentrador a largo plazo, inicialmente deben ser conocidas las propiedades de los materiales y debe ser entendida la degradación de la superficie del material debido al envejecimiento o a las condiciones ambientales.

Debido a que una superficie metálica de plata puede sufrir daños por las condiciones atmosféricas que se presentan cuando son expuestas a condiciones de intemperie, es de interés fundamental entender la química que ocurre en las superficies con el fin de ser capaz de controlar la degradación del material en un futuro cercano. Esto implica el estudio de las reacciones que se producen in situ y de manera resuelta en el tiempo con el fin de desarrollar métodos y estrategias para reducir o incluso detener y prevenir esos ataques.

Los concentradores solares deben cumplir una serie de requisitos en cuanto a sus propiedades ópticas, durabilidad, costos, problemas ambientales, etc. En primer lugar, se busca mejorar su reflectancia, requiriéndose especialmente buenas propiedades de reflectancia especular en el rango del espectro solar.

Un aspecto crucial es que los concentradores solares están permanentemente expuestos a condiciones ambientales que potencialmente causan estrés y degradación a lo largo del tiempo, tales como: humedad, polvo, abrasión, radiación UV, temperaturas elevadas, etc. Para la mayoría de los concentradores solares, la exposición a intemperie puede conducir a la pérdida de la reflectancia. Es por tanto significativo el análisis de concentradores solares expuestos a condiciones de intemperie, así como mediante simulaciones de las condiciones anteriores y la búsqueda de mejorar tanto los materiales como los procesos para aumentar el tiempo de vida media útil de estas estructuras.

Este trabajo de tesis se enfocará en el uso de polimerización por plasma para aplicar recubrimientos en grandes áreas de superficies reflectoras y absorbentes en concentración solar. Se destaca la evaluación de superficies en condiciones reales de operación en un campo solar experimental construido por la UAQ-CIDETEQ en Juriquilla, Qro

Hipótesis

La proyección por plasma de recubrimientos sobre una superficie de plata especular, en un sustrato plástico, la protegería de reacción química y corrosión en caso de que el espesor de película, la homogeneidad y la densidad de capa logren ser adecuadas y sin calentamiento excesivo para el sustrato

Objetivos

Objetivo general:

Preparación de formulaciones para uso en dispositivo de proyección térmica por plasma en la obtención de recubrimientos de protección de superficies en planta piloto que se utilizará en la preparación de estructuras para concentración solar de torre central, cilíndrico-parabólicas y Fresnel.

Objetivos específicos:

1. Llevar a cabo el depósito de películas reflectoras de plata sobre superficies de polímero orgánico mediante la técnica de Deposición Química Dinámica (Dynamic Chemical Plating, DCP).
2. Fabricar concentradores solares con superficies de plata.
3. Evaluar la superficie recubierta con la capa de protección de SiO₂ aplicada por polimerización por plasma.
4. Maximizar las propiedades de reflectividad en función del acabado en la superficie.

Capítulo I

Antecedentes

1. Antecedentes

Desde hace dos décadas han aparecido una gran cantidad de estudios sobre las propiedades mecánicas y tecnológicas de los recubrimientos cerámicos obtenidos por proyección térmica. La elección de estos materiales está basada, principalmente, en el gran número de aplicaciones de estos recubrimientos con propiedades térmicas, mecánicas y tribológicas mejoradas. El destino de estas aplicaciones abarca, tanto a sectores industriales más tradicionales: metalmecánico, cerámica, papel, textil, fabricación de bienes de equipo; como industrias de alta tecnología: automoción, energía, biotecnología, aeroespacial, etc.

En este trabajo se pretende desarrollar nuevos recubrimientos de base alúmina-sílice. Debido a sus excelentes prestaciones tribológicas, resistencia a la corrosión y erosión, esos materiales se emplean en cojinetes (superficies de cabeza imantada), correderas, juntas, instrumentos de corte, moldeo y piezas de motores de propulsión [1]. Otro sector importante que requiere este tipo de material es el sector naval, en: guardacabos, conjuntos soldados, correderas, soportes frontales y de puerta, brazos, pasadores, guías de periscopio, pistones hidráulicos, conjuntos de engranajes de reducción [2], tanto en la industria portuaria como en naves y submarinos. El empleo de recubrimientos en el sector la automoción permite reducir el peso de los componentes de los motores con una mejor eficacia de consumo de combustible. Esta reducción de peso del motor también es importante para la vida útil del vehículo.

Existe gran variedad de métodos físicos, químicos y galvánicos de protección de la superficie. La elección del método de protección y del material del recubrimiento depende de las condiciones de trabajo de la pieza a proteger. Sin embargo, cabe señalar la tendencia en los países desarrollados de sustituir procesos “sucios”, como son los galvánicos, por técnicas de proyección térmica con el propósito de solucionar problemas ecológicos.

La deposición por plasma atmosférico (Atmospheric Plasma Spraying APS) es la técnica de proyección más ampliamente utilizada en aplicaciones industriales para la obtención de recubrimientos cerámicos. Sus particularidades, comparando con la proyección a la llama, son mayor temperatura y velocidad de las partículas, así como la atmósfera inerte.

requerida en la proyección. Su elección se justifica por el relativamente bajo coste económico y su alto rendimiento en comparación con la técnica de proyección por llama de alta velocidad (High Velocity Oxy-Fuel HVOF) [3], además de ciertas características superiores del recubrimiento, como son la menor porosidad y la mayor resistencia al desgaste [4].

Los materiales llamados nanoestructurados poseen granos con cristales de tamaño menor de 100 nm. Los cristales de escala nanométrica pueden contener desde unas pocas decenas hasta centenas de átomos. Los granos con cristales de tamaño nanométrico modifican propiedades de los materiales cerámicos y metálicos: las cerámicas se vuelven ligeramente más dúctiles como resultado de la capacidad de deslizamiento de los granos más pequeños entre sí. Sus propiedades ópticas, catalíticas y eléctricas también son distintas a cerámicas con cristales micrométricos. Por otro lado, los metales con estructura nanométrica se vuelven más resistentes siguiendo la ley de Hall-Petch, bien conocida en metalurgia.

El aumento de la resistencia ocurre como resultado de la disminución de la cantidad de dislocaciones en las fases nanométricas del metal. A menor tamaño de grano de una aleación, mayor la superficie ocupada por los bordes de grano, por lo que se disminuye el movimiento libre de dislocaciones. Como es conocido, el movimiento de dislocaciones disminuye la resistencia y dureza de metales y aleaciones [5].

Ante estas antecedentes nos planteamos una investigación en la que sería interesante aprovechar las propiedades únicas de los materiales nanométricos para la protección de superficies. Aunque hay que tener en cuenta las particularidades del proceso de obtención de los recubrimientos. El polvo de cerámico de partida para proyección térmica presenta una distribución típica de tamaño de partícula de entre 10 μm a 100 μm . Esta tecnología adolece de la posibilidad de proyección directa de partículas de tamaño inferior a 5 μm porque obstruyen los tubos de alimentación. Por otro lado, surgen problemas de estabilización del chorro de plasma al inyectar las partículas de este rango de tamaños dado que es necesario un alto de flujo de gas portador. Además, las nanopartículas tienden a presentar niveles bajos de inercia para penetrar en las capas aplastadas del recubrimiento, lo que hace el proceso de deposición poco eficiente, mermando sus potenciales propiedades [6].

Concentradores solares

Los colectores o concentradores solares de energía son un tipo de dispositivos intercambiadores de calor que transforman la energía de la radiación solar en energía térmica que es transportada mediante un fluido de trabajo. En los concentradores solares la energía proveniente del Sol se concentra en un dispositivo receptor donde dicha energía se absorbe en la superficie y se transforma en calor por conducción. Este calor es removido por un fluido (normalmente aire, agua o aceite) que fluye a través del receptor [15].

La clasificación de colectores solares también puede realizarse en dos categorías: los que tiene sistema de concentración y los que carecen de éste. En un colector no concentrador con seguimiento aparente del Sol el área de apertura del colector es igual al área de recepción, mientras que en un colector concentrador con seguimiento solar el área de apertura es más grande que el área de recepción. En los colectores concentradores se usan dispositivos que reflejan o refractan la luz hacia el área de del receptor más pequeña, es decir, la energía solar se concentra teniendo una mayor densidad de flujo radiactivo por unidad de área [16].

Tipos de concentradores solares

Actualmente existen cuatro sistemas de captación y concentración: Torres centrales, Disco Stirling o parabólico, Canal Parabólico y concentradores tipo Fresnel.

a) Torres Centrales: consiste en un campo de espejos que orienta la radiación hacia una torre concentrando toda la radiación en un punto donde se ubica un receptor (Ilus. 1).

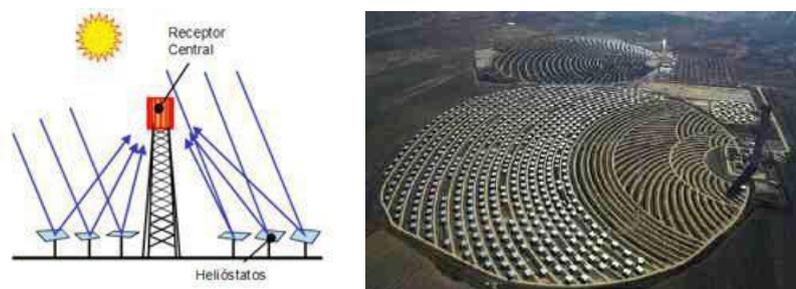


Ilustración 1 Captación de energía solar por Torre con campo de espejos o heliostatos.

b) Disco Stirling o plato parabólico: consisten en un espejo con forma de antena parabólica que concentra toda la radiación en un punto donde se coloca un receptor/motor (Ilus. 2).



Ilustración 2 Captación de energía solar por Disco Stirling.

c) Canal Parabólico: es el sistema más utilizado actualmente, consiste en una serie de espejos con forma de un media caña o canal con geometría parabólica (en algunos casos circular), y que por encima de ellos (en la línea focal) se encuentra colocada la tubería con el fluido transportador de calor, la función de los espejos es concentrar la máxima energía posible en los tubos (Ilus. 3).

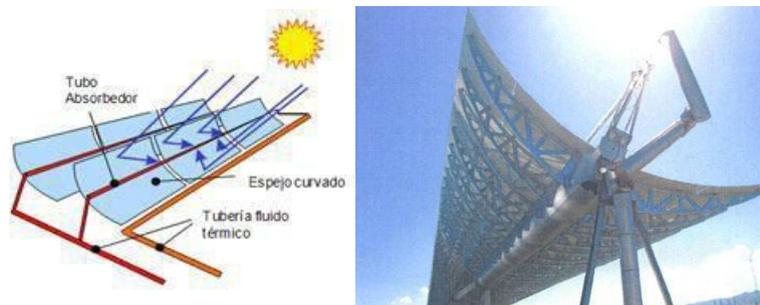


Ilustración 3 Captación de energía solar por sistema cilindro-parabólico.

d) Concentrador Fresnel reflectivo: en este sistema los espejos son planos y están colocados en el mismo plano horizontal, van girando a lo largo del día o periódicamente según su orientación para ir reflejando los rayos solares sobre la línea focal donde pasa el tubo con el fluido calor-transportador (Ilus. 4).

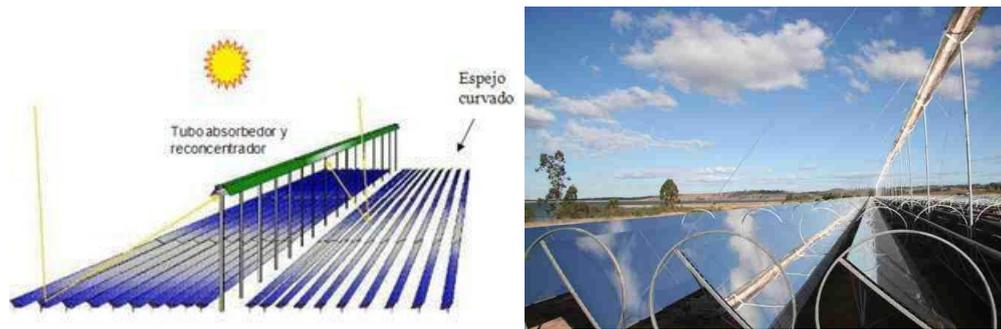


Ilustración 4 Captación de energía solar por sistema Fresnel.

Un concentrador es, por tanto, un reflector, o componente de tecnología solar, que refleja la luz del sol que viene de un concentrador primario sobre el punto o línea focal [17].

Los reflectores para aplicaciones de energía solar deben cumplir una serie de requisitos [18]:

- Deben reflejar tanto como sea posible la radiación solar incidente útil en los absorbentes térmicos solares.
- El material reflector y su estructura de apoyo debe ser de bajo costo en comparación con las celdas solares o absorbentes térmicos sobre la que el reflector concentra la radiación.
- La alta reflectancia debe mantenerse durante toda la vida útil del receptor, que es a menudo más de 20 años.
- Si es necesario, la limpieza, la superficie debe limpiarse fácilmente sin dañar sus propiedades ópticas y el mantenimiento no debe ser caro.
- La construcción debe ser mecánicamente fuerte para resistir vientos fuertes, tormentas de nieve, vibraciones, etc.
- El reflector de preferencia debe ser ligero y fácil de montar.
- El material reflector debe ser amigable con el medio ambiente y no debe contener compuestos peligrosos.
- El aspecto visual del reflector debe ser estético, ya que los concentradores solares a menudo son grandes y deben colocarse completamente visible en los espacios abiertos de modo que la abertura de concentrador no es la sombra de los objetos en los alrededores.

El requisito óptico que debe cumplirse para materiales reflectores en aplicaciones de energía solar térmica es una alta reflectancia en todo el rango de longitudes de onda del espectro solar (300 - 2500 nm).

Un reflector solar no está sujeto a las mismas altas temperaturas y los ciclos térmicos como un absorbedor solar. Sin embargo, las condiciones ambientales imponen demandas estrictas sobre el material, cuya superficie se deteriorará más o menos después de la exposición al medio ambiente. La pérdida de reflectividad solar puede ser resultado de la erosión o la oxidación de la superficie, la acumulación de suciedad en el reflector, etc. [19]. Aunque la degradación causada por la acumulación de polvo en la superficie reflectante es esencialmente reversible, la oxidación de la superficie no lo es [18].

Corrosión

La corrosión es el daño irreversible de un metal causado por reacción con su medio ambiente. En suelos y algunos otros ambientes, esta reacción es electroquímica, una reacción redox donde algunos reactantes en el suelo son reducidos (tomando electrones del metal) mientras que el metal es oxidado a iones positivos [20].

Como resultado, algunos de los elementos del metal o aleación cambian de su estado metálico a un estado no metálico. Los productos de corrosión pueden ser especies disueltas o productos de corrosión sólidos [21]. Puesto que las reacciones electroquímicas son el origen de la corrosión, la superficie del metal corroído es considerada un electrodo [22].

La corrosión es un proceso de oxidación químico o electroquímico, en el cual el metal transfiere electrones del ambiente y se somete a un cambio de valencia de cero a un valor positivo. El ambiente puede ser líquido, gas o híbrido sólido-líquido. Estos ambientes son llamados electrolitos ya que tienen capacidad conductora para transferir electrones por intermediación de especies química iónicas [23].

Corrosión de la Plata

La corrosión de plata comprende reacciones complejas debido a las diferentes reacciones físicas y químicas de la superficie. Como muchas investigaciones macroscópicas a largo plazo de la corrosión atmosférica de plata se han dedicado en el pasado, el conocimiento de las reacciones químicas exactas que ocurren en la superficie durante las primeras etapas de la corrosión es todavía rudimentaria.

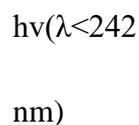
Muchos estudios se han centrado en el deslustre de la plata debido al azufre que contiene contaminantes, y podría ser demostrado que la presencia de un oxidante fuerte, tal como el ozono

aumenta la velocidad de corrosión de la plata si H₂S o SO₂ están presentes en la atmósfera, pero el mecanismo específico para la interacción del oxidante aún no ha sido identificado [24].

Los parámetros ambientales atmosféricos, tales como la temperatura, la humedad relativa, la radiación, y las especies químicas agresivas incluyendo azufre y cloruro, afectan a la corrosión de la plata.

La humedad relativa (RH) es un factor bien conocido que juega un papel importante. La corrosión atmosférica generalmente aumenta con el aumento de la RH. Se observó la corrosión atmosférica de la plata sólo en la presencia de humedad, y la cantidad de humedad adsorbida en la superficie de plata era una función de RH [25]. La deposición de partículas contaminantes en el ambiente en la superficie también juega un factor importante en la corrosión atmosférica de plata [26]. Condiciones de flujo de aire, gravedad, fuerzas electrostáticas y gradientes de temperatura influyen fuertemente en la velocidad de corrosión a través de sus influencias sobre el transporte de los contaminantes en el aire a la superficie metálica. La plata es muy sensible a O₃, NH₃, H₂S y Cl₂, pero relativamente insensible a las especies Hall y SO₂. Oxidantes tal como O₃, NO₂ y Cl₂ también puede incrementar la tasa de formación de Ag₂S. Los productos de corrosión más comunes son Ag₂S y AgCl [27].

La luz ultravioleta también puede alterar el medio ambiente, ya que puede descomponer el ozono para formar oxígeno atómico tal como se muestra en la reacción (1). Si la longitud de onda es lo suficientemente corta, también puede dividir el oxígeno molecular para formar dos átomos de oxígeno como se muestra en la reacción (2) [28].



Por otra parte, la interacción de ozono y plata es de interés fundamental y práctico. La plata no se oxida por O₂ a temperatura y presión ambiente; en cambio, el O₂ es quimisorbido disociativamente para formar átomos de oxígeno disuelto en la superficie y el coeficiente de fricción disociativo para O₂ en las superficies de plata es extremadamente bajo y varía entre 10⁻⁴ hasta 10⁻⁶ dependiendo del plano cristalográfico.

Los óxidos formados en las ecuaciones (3) son también de interés práctico. Tanto Ag₂O y AgO son tecnológicamente materiales importantes, con aplicaciones en sistemas de baterías y en el campo de la catálisis heterogénea y ciencia de los materiales de alto rendimiento [29].



Revestimiento (capa protectora)

Una forma general de proteger a los metales de diferentes agresiones ambientales es aplicando películas protectoras o recubrimientos que permitan también conservar las propiedades deseadas del sustrato a proteger como es la apariencia óptica. Existen varias técnicas para proteger metales como, deposición electroquímica y sol-gel, híbridos, entre otras.

Revestimientos de plata

Algunos tratamientos superficiales incluyen recubrimientos metálicos por galvanoplastia, tales como recubrimientos finos transparentes de Ni (15 nm), Rh, Pt, Ir y Pd [26]. La aplicación de estos recubrimientos es complicado y caro, y contienen pocos datos de rendimiento.

Hay varios revestimientos basados en materiales orgánicos, que proporcionan películas hidrofóbicas en Ag que son resistentes a la oxidación en ensayos acelerados. Los recubrimientos orgánicos protegen a Ag mediante la formación de una barrera física, y generalmente se usan para el almacenamiento y visualización de los cubiertos. El principal problema con estas capas es el hecho de que son casi siempre visibles y, son demasiado delgada, no son lo suficientemente protectoras.

Al considerar los enfoques anteriores, junto con esquemas recién concebidos, los criterios que se utilizarán para un buen tratamiento anticorrosión para Ag deben ser:

- Alta protección;
- Bajo impacto ambiental;
- Ninguna coloración;

- El bajo costo de los materiales y alto rendimiento de proceso (de bajo espesor);
- Facilidad de reparación del revestimiento;
- Durabilidad del recubrimiento, incluyendo su capacidad para soportar manejo.

Recubrimientos apropiados deben ser lo más fino posible, de manera que no afecten al aspecto de la superficie atractiva de la plata [31].

Métodos de aplicación

El método para aplicar un revestimiento [31] a una superficie depende de varios factores como la composición del líquido de recubrimiento, el espesor requerido, la velocidad de producción y consideración de costo, tamaño y requerimientos ambientales.

Con cualquier método, la eficiencia de transferencia es una medida de suma importancia. La eficiencia de transferencia es la proporción de recubrimiento que se suministra para el proceso y se deposita sobre la superficie de trabajo. Algunos de los métodos incluyen:

- i. Uso de brochas y rodillos: tiene una alta eficiencia de transferencia. Son convenientes para bajos volúmenes de producción, pero no para producción masiva. Mientras el uso de brocha es versátil, el empleo de rodillos se limita a superficies planas.
- ii. Aplicación por aspersion (spraying): el proceso obliga al líquido de recubrimiento a atomizarse dentro de un vapor fino inmediatamente antes de la deposición sobre la superficie de la parte. Cuando las gotas chocan con la superficie se extienden y fluyen juntas para formar un recubrimiento uniforme dentro de la región localizada de la aspersion.
- iii. Recubrimiento por inmersión y por flujo: estos métodos aplican grandes cantidades de recubrimiento líquido a la parte de trabajo y permiten drenar el exceso para reciclarlo. En el recubrimiento por flujo, las partes de trabajo se mueven a través de una cabina cerrada para pintura en donde una serie de boquillas bañan las superficies de la parte con el líquido para recubrimiento. El exceso de líquido se drena de regreso a un vertedero. Lo cual permite que se reutilice. El recubrimiento por inmersión, se sumerge la parte en un tanque abierto con material de recubrimiento líquido, cuando se retira la parte, el exceso de líquido se drena de vuelta al tanque.
- iv. Eletrorecubrimiento: es una variante del recubrimiento por inmersión, en cual la parte se carga en forma eléctrica y después se sumerge en un baño de pintura que ha recibido una carga opuesta; esto mejora la adhesión.

Capítulo II

Metodología

2. Metodología

2.1 Metodología general

En esta sección se incluye una descripción de la metodología a seguir (diagrama 1 y 2) y los tipos de materiales a probar en el transcurso de la realización del proyecto.

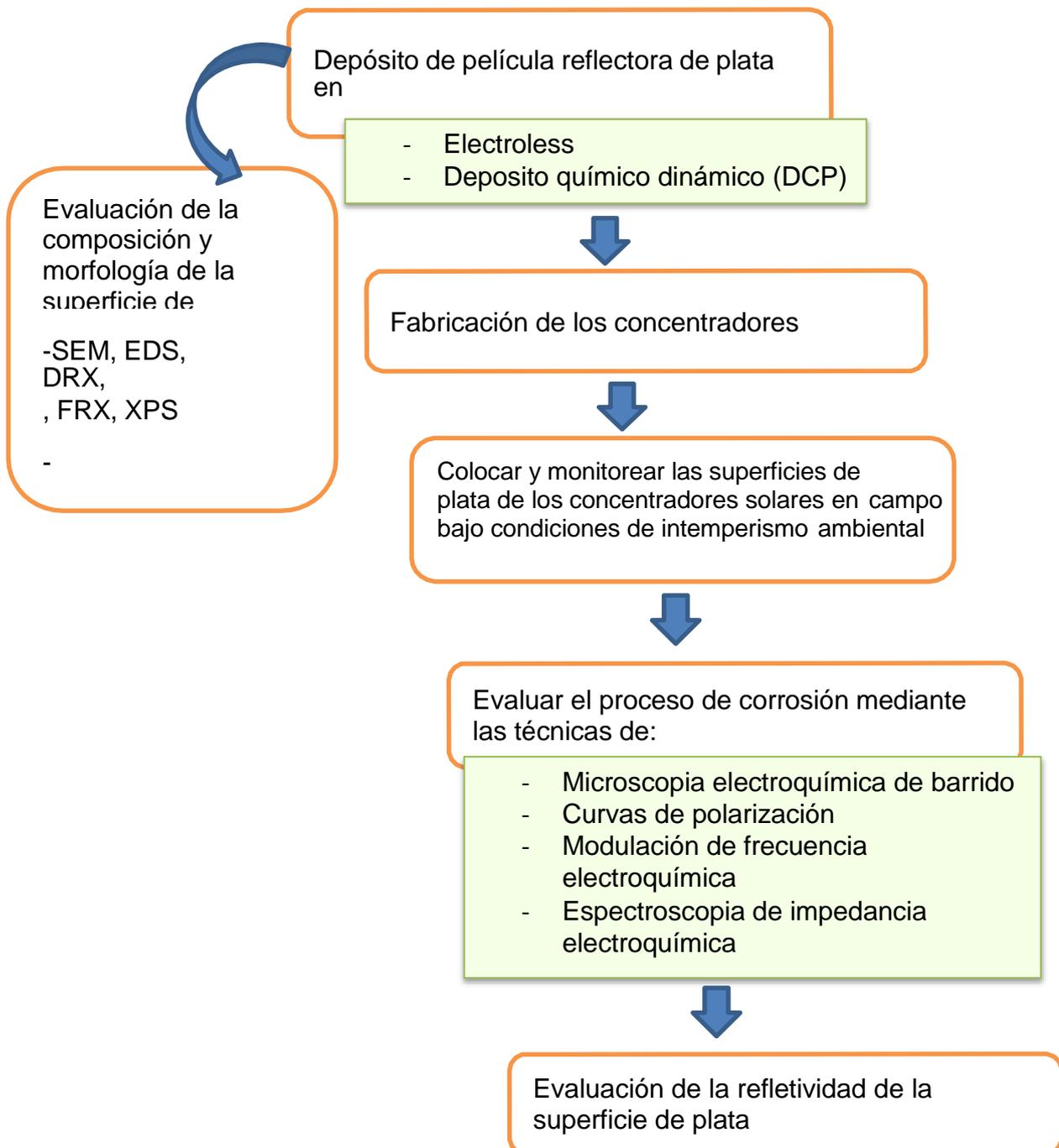


Diagrama 1. Proceso de estructuración y monitoreo en condiciones de intemperie de las superficies de plata de los concentradores solares.

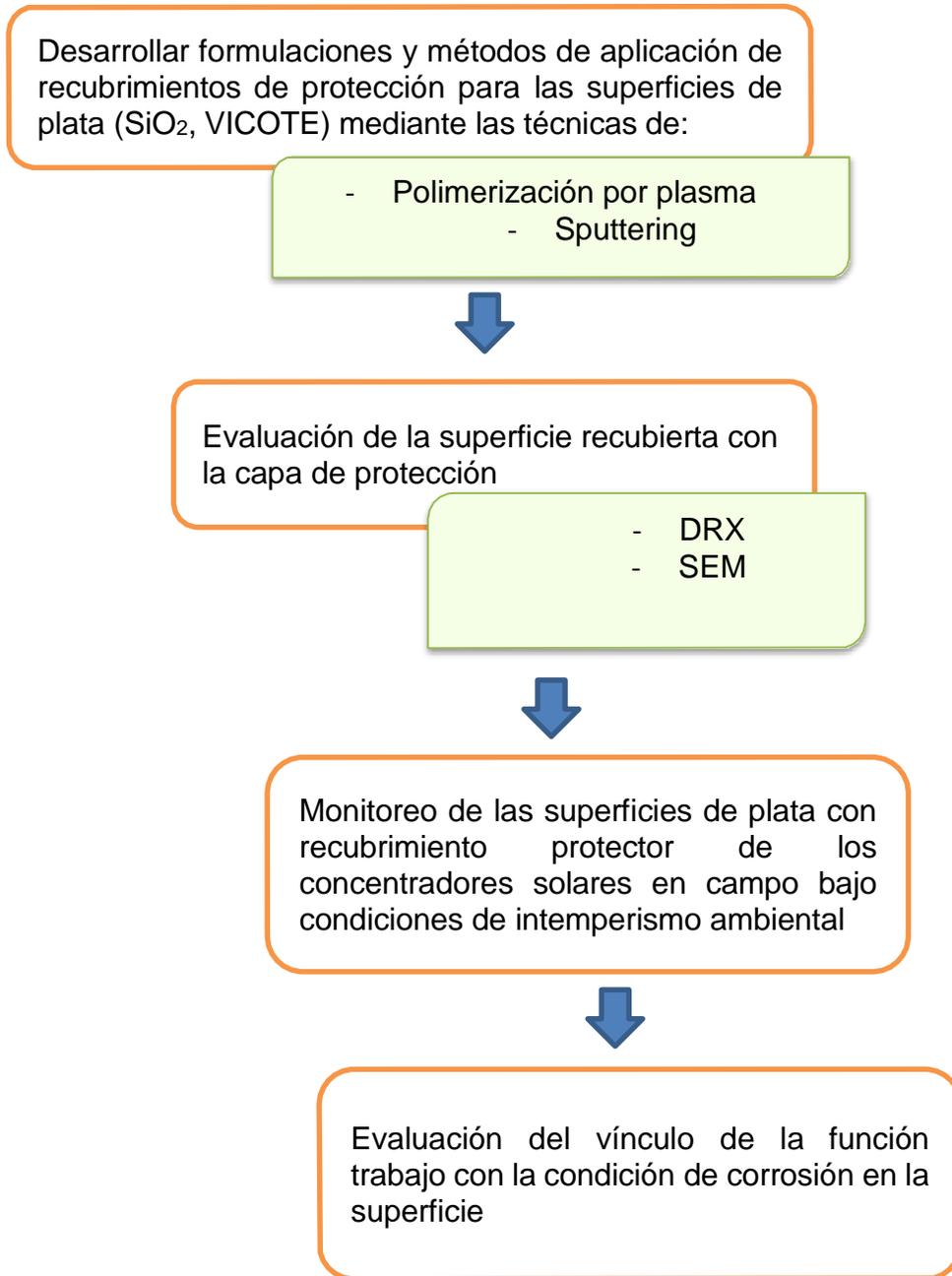


Diagrama 2. Formulación, aplicación y monitoreo de películas de plata con recubrimiento protector en condiciones de intemperismo ambiental.

2.2 Recubrimiento vía electroless y Depósito Químico Dinámico (DCP)

Se empleará como base un sustrato polimérico flexible o rígido (policarbonato de 1.5 mm de espesor), sobre el que se depositará mediante el método DCP y electroless, plata metálica por rociado, cuya metodología se encuentra y usará a nivel industrial. En la cara delantera del polímero se colocará un recubrimiento reflejante de plata de 100 nm de espesor.

2.2.1 Equipos

Se utilizó una estación de espray manual marca Jet Metal Technologies modelo UMMA UN M para la deposición de Ag sobre la superficie.

En el laboratorio de metalizado se llevan a cabo los recubrimientos de Ag sobre sustratos de vidrio y policarbonato, también en el laboratorio se pintan los recubrimientos de Ag para que se protejan contra las condiciones ambientales.

Se presenta un diagrama general (Diagrama 3) del proceso de metalizado sobre sustratos de vidrio o policarbonato

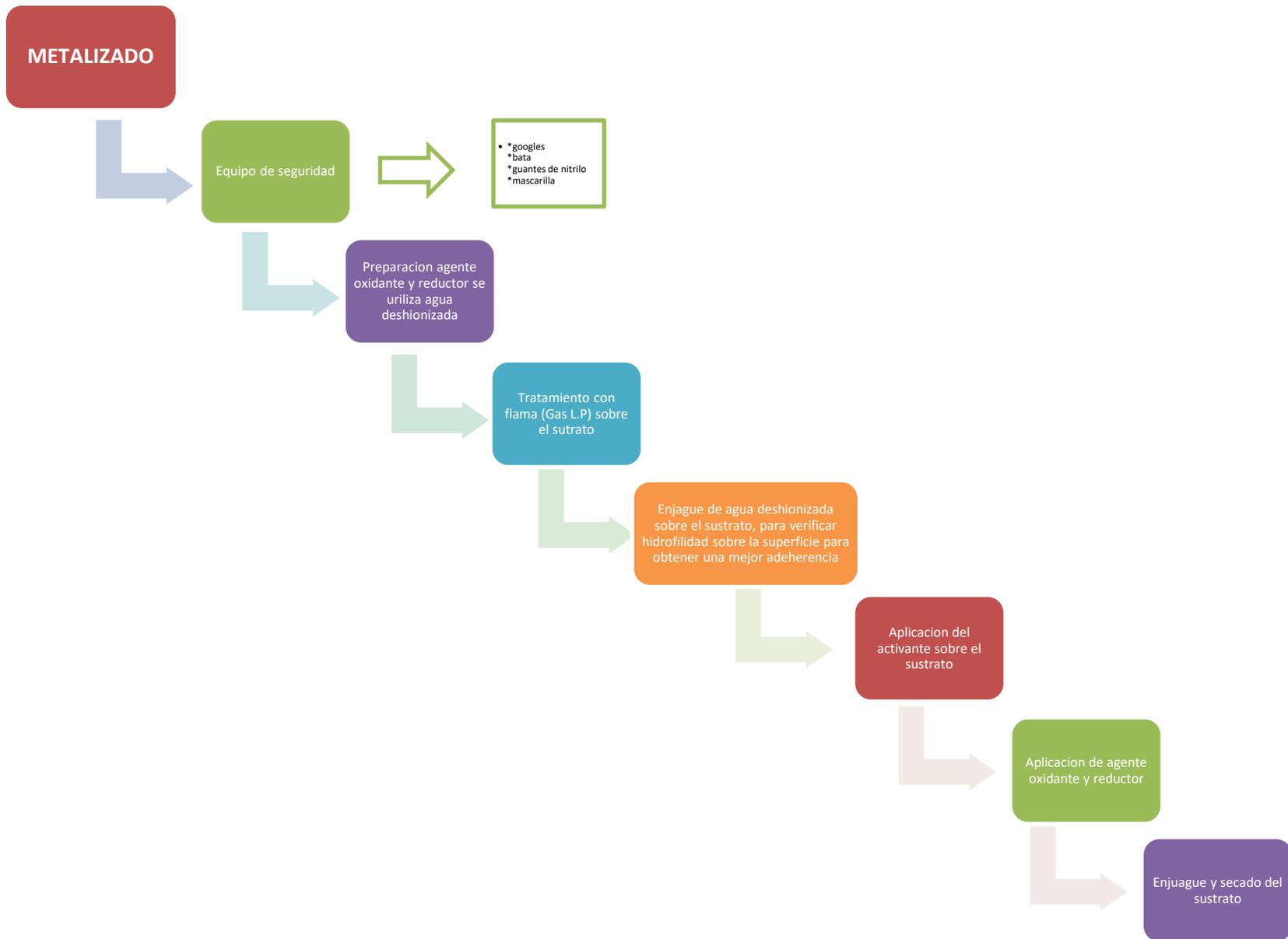


Diagrama 3 Proceso de metalizado sobre sustratos, utilizados para la elaboración de espejos para concentradores solares.

2.2.2 Preparación de soluciones para metalizado

Para realizar el recubrimiento se preparan las soluciones, las cuales están identificadas como:

- Solución A, solución B, solución C (agente oxidante)
- Agente reductor (RED2010)
- Agente activante (cloruro de estaño)

El procedimiento para llevar a cabo la preparación del agente oxidante consiste en mezclar en un vaso de precipitado de un litro se colocan 300 mL de agua desionizada, se agregan 36 mL de solución B se coloca agua desionizada para disolver posterior a esto se agregan 20 mL de A, 18 mL de solución C y finalmente se afora a un litro la solución debe tener un color cristalino como agua.



Ilustración 5 soluciones A, B, C y RED2010

Posteriormente se prepara el reductor para esto se añade 300 mL de agua desionizada en un vaso de precipitado de 1 litro y se agregan 100 mL de RED 2010 y se afora a 1L.

Para finalizar se toma el agente activante el cual se encuentra en refrigeración para conservar su vida útil ya que estando expuesto a temperatura ambiente su vida media de este agente activante es de aproximadamente media hora.

En un vaso de precipitado de medio litro con agua desionizada se agregan 5 mL de activante y se afora a 500 mL.

Se colocan las soluciones en sus respectivos lugares tal como lo muestra las Ilustraciones 6 y 7.

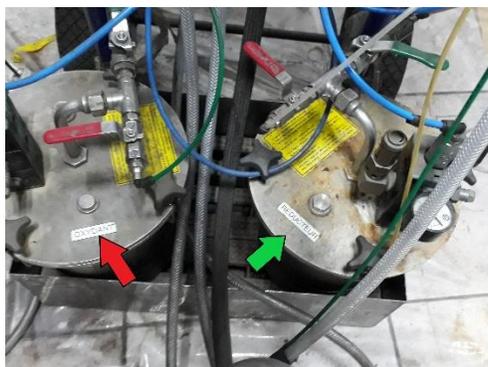


Ilustración 6 flecha roja indicando el tanque del oxidante y flecha verde indicando el tanque del reductor.

En la ilustración 7 se muestran las pistolas de gravedad donde se pone el agua desionizada así mismo como el activante.



Ilustración 7 flecha roja indicando donde se coloca el activante y la flecha verde señala donde se coloca el agua desionizada

Se verifica la presión en el equipo (ilustración 7) y se checa que las pistolas estén en perfectas condiciones y no tapadas, al tener todo el equipo listo se realiza un pretratamiento de la superficie con flama a las muestras que no se les hizo ningún otro pretratamiento.



Ilustración 8 medidores de presión del equipo Jet Metal

Una vez verificadas las presiones se comienza a realizar el proceso de metalizado, se inicia con el tratamiento de flama (Ilus 9-A) para posteriormente realizar un enjuague con agua desionizada para verificar la hidrolisis sobre el sustrato (Ilus 9-B).

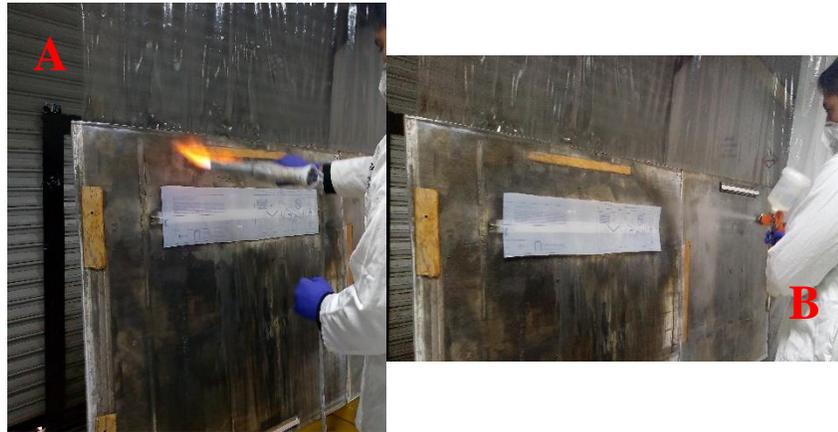


Ilustración 9(A) Proceso de tratamiento de fuego sobre el sustrato (B) enjuague del sustrato con agua desionizada después del tratamiento con fuego

Después de verificar que la superficie cumpla con dicha característica después se le aplica el activante y finalmente las soluciones de agente oxidante y reductor (Ilus 10), estas se hacen pasar por la superficie hasta que la capa de plata comience a ser visible, por lo regular se tiene la indicación de dar 16 capas.



Ilustración 10 Aplicación sobre el sustrato de la solución agente oxidante y reductor

2.3 Funcionamiento del plasma

Se muestra la metodología general del encendido del equipo de plasma (Diagrama 4).



Diagrama 4 proceso de encendido del UPS

2.3.1 Proceso de encendido del modelo UPS-IN-1358 y equipo de plasma treat.

Se muestra la metodología (Diagrama 5) de encendido del equipo alimentador UPS

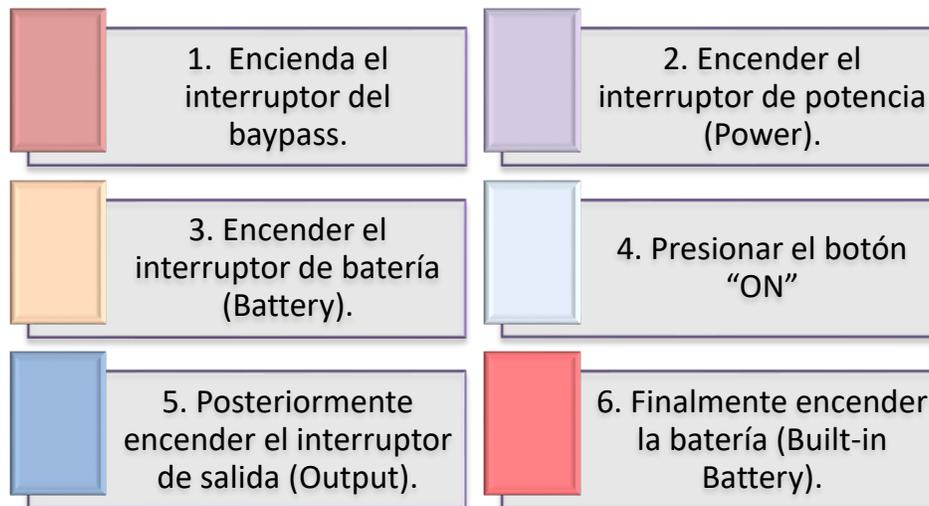


diagrama 5 encendido de los interruptores del UPS.

Después de realizar el procedimiento anterior se abre la entrada de aire (gas de arrastre) y se verifica que la presión se encuentre en 5 bares (Ilus 11).

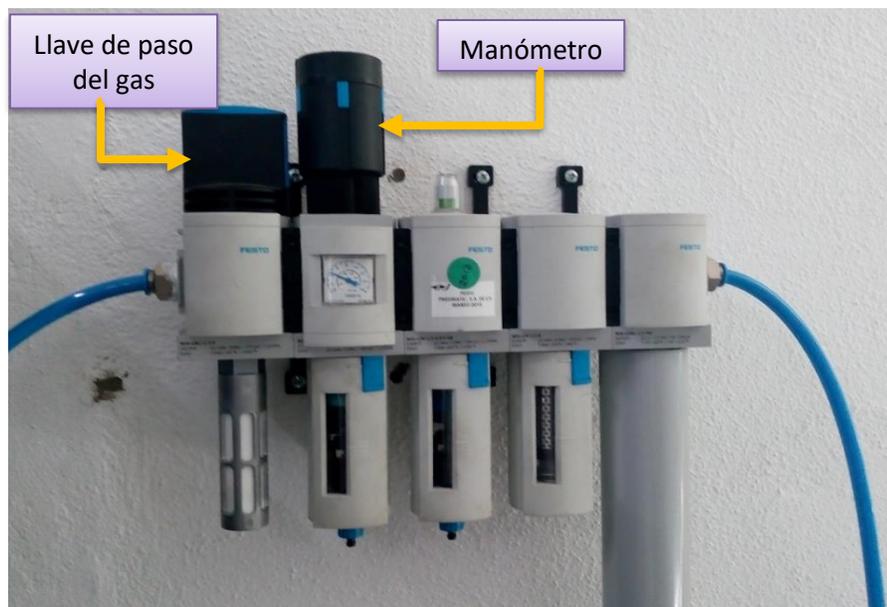


Ilustración 11 manómetro de aire marca pesto.

A continuación, se enciende el equipo de plasma girando de la perilla roja hacia la derecha (Ilus 12). Se esperan unos minutos mientras el equipo enciende.

Ya que esté listo, en la pantalla aparecerá una leyenda que dice "accionar por favor" se da clic y se configura para que comience a funcionar.

Por último, se presiona el botón para encender el generador (Generator on) y se espera a que la temperatura llegue a los 120 °C.

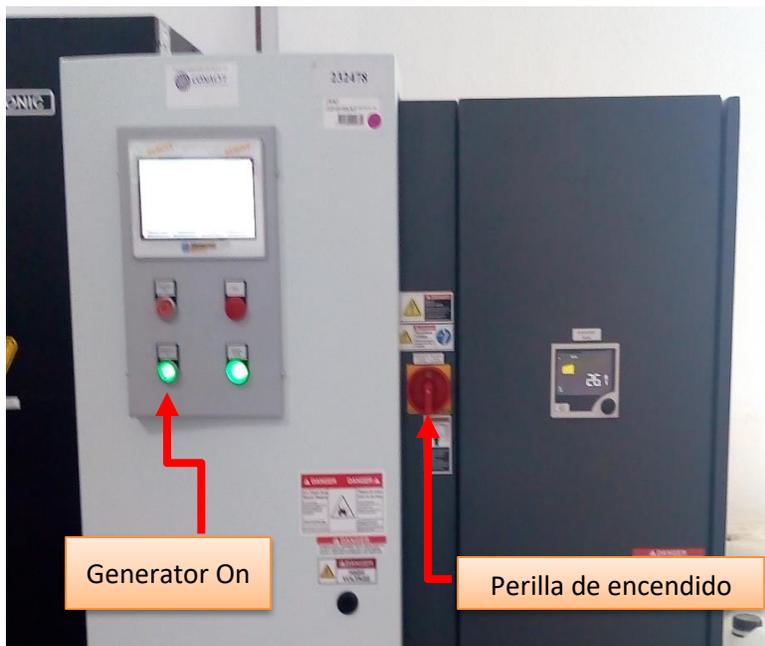


Ilustración 12 equipo de plasma marca PLASMA TREAM.

Las condiciones correctas para que este se encuentre en parámetros operables son las mostradas en la ilustración

parámetro						usuario activo:
						none
parámetro	real:	consigna:	min.	max:	advertencia:	
tanque gas	4733 mBar					
tanque	2729 ml		1000 ml	6500 ml	OK	1500 ml OK
filtrar entrada	2298 mBar		1500 mBar	2500 mBar	OK	OK
filtrar salida	2295 mBar		1500 mBar	2500 mBar	OK	OK
precursor boquilla	0.2 g/h	30.0 g/h	0.0 g/h	50.0 g/h	OK	OK
precursor boquilla mea	0.2 g/h		0.0 g/h	50.0 g/h	OK	OK
ionización gas boquilla	1 L/h	2000 L/h	1500 L/h	2500 L/h	OK	OK
portador gas boquilla	301 L/h	300 L/h	250 L/h	350 L/h	OK	OK
portador gas boquilla n	305 L/h		250 L/h	350 L/h	OK	OK
evaporador boquilla	120 °C	120 °C	100 °C	140 °C	OK	OK

Avería / reset

Polimerización

Cambiar de usuario

Menú principal

Ilustración 13 Condiciones operables de uso para equipo de plasma

13.

Otra condición importante que se debe verificar es el nivel del precursor con el que cuenta el equipo, cuando se utilizó el equipo su nivel era de 26.1% como se muestra en la ilustración



Ilustración 14 nivel de precursor con el que cuenta con el equipo de plasma para su operabilidad.

14.

Para encender el Plasma Plus o Clean, se debe de oprimir el botón correspondiente de encendido para cada uno de ellos (Ilus 15).

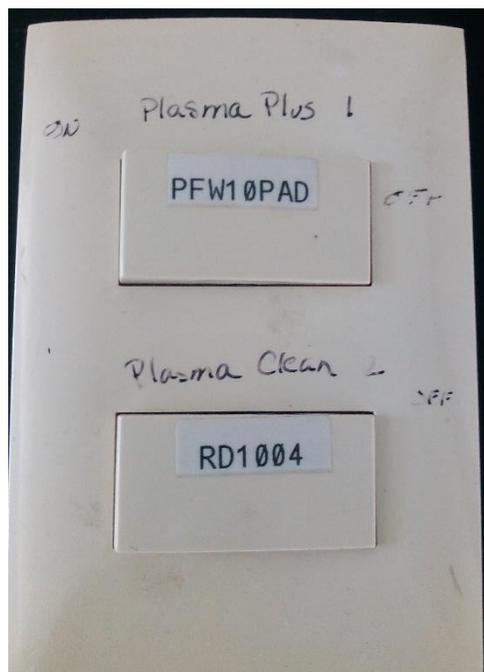


Ilustración 15 Interruptor indicador del encendido de plasma de acuerdo con el tipo de uso que se necesite (clean o Plus).

El equipo de plasma con el que se trabajó es un sistema industrial de polimerización por plasma.

2.3.2 Preparación de sustratos

Se utilizaron sustratos de policarbonato y vidrio estos fueron identificados de acuerdo con los tratamientos que se les hicieron.

Insertar imagen de los sustratos

2.3.3 Recubrimientos por Plasma Plus

Al sustrato se le colocó en la parte inferior un pequeño pedazo de cinta doble cara industrial, para que este se adhiera en otra superficie donde sea más fácil manipularlo y no se salga de posición con el aire que produce el plasma al aplicar el recubrimiento. Al comenzar con el proceso de recubrimiento del sustrato, primeramente, se pasa bajo el Plasma Clean como se muestra en la Ilustración 16 para que se realice la activación de la superficie para poder crear nuevos enlaces y a su vez, limpiar la superficie.

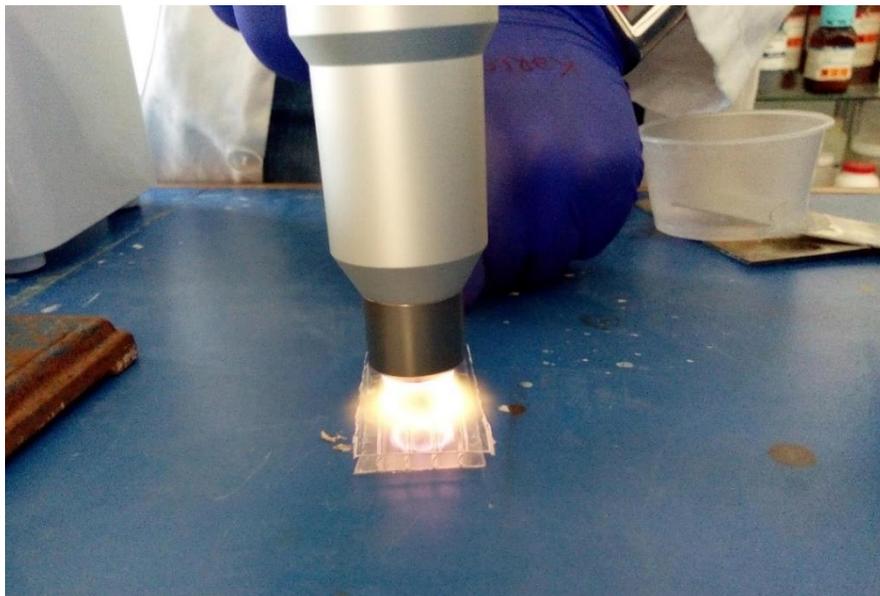


Ilustración 16 Sustrato sometido a plasma clean para la activación y limpieza de la superficie del sustrato.

Posteriormente el sustrato se llevó hacia el Plasma Plus para comenzar con el recubrimiento, Se colocó debajo de la boquilla del plasma plus como se muestra en la ilustración 17

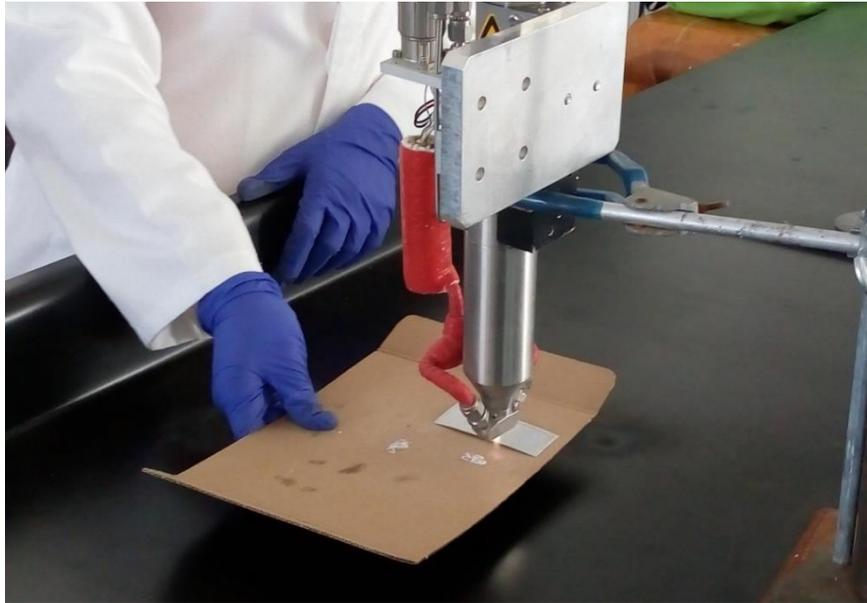


Ilustración 17 Recubrimiento con plasma plus a los sustratos.

Se enciende el plasma oprimiendo el botón de encendido que le corresponde y se verifica que este saliendo correctamente el plasma (se observa el cambio de fuerza en la salida del plasma como se muestra en la Ilustración 18 A y B).

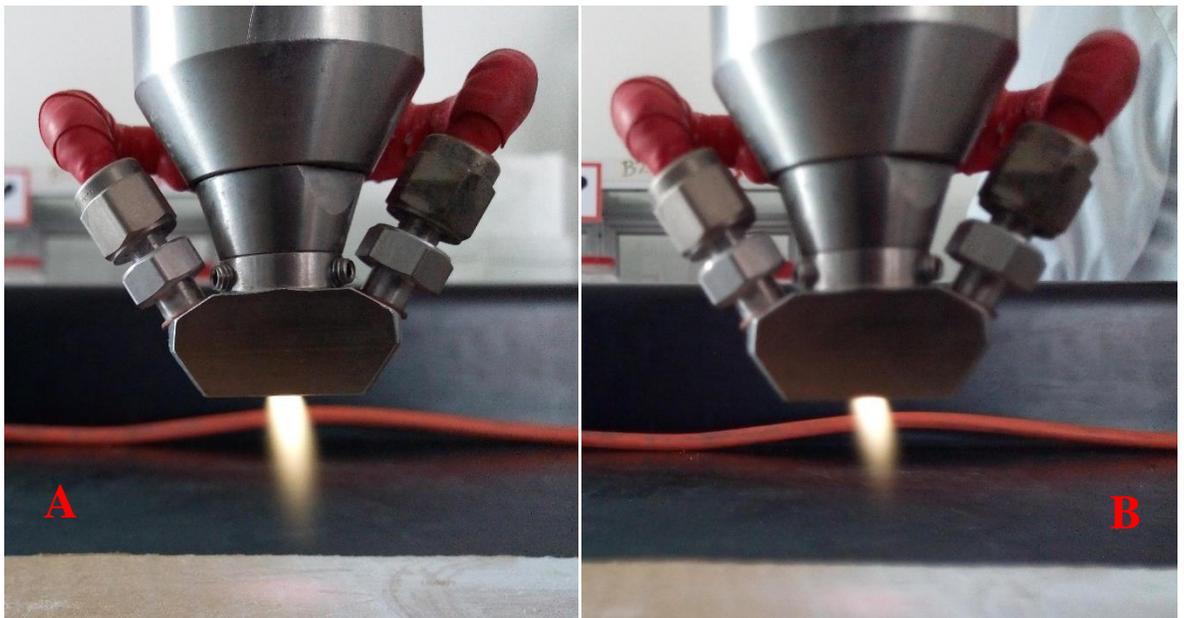


Ilustración 18 Cambio de fuerza, lo que indica el funcionamiento correcto para la utilización de recubrimientos usando el plasma plus.

Los sustratos que se utilizaron fueron de diferente material, esto influyo con la distancia a la que se debía de aplicar el recubrimiento, ya que no todos los materiales presentaban la misma resistencia hacia la energía y temperatura con la que el plasma trabaja, debido a esto dependiendo el material, se trabajó a la distancia con la que el material no presentaba ningún daño, como se muestra en la tabla 1.

Tabla 1 tipos de sustratos utilizados y parámetros utilizados para cada uno.

Material	Distancia
Policarbonato	Se aplicó a .7cm, 1 cm, 1.5 cm y no presento ningún deterioro en su superficie.
Vidrio	Se aplicó dentro del plasma, en la punta del plasma y a distancias de .07cm y 1 cm de distancia sin presentar ningún deterioro en su superficie.
Aluminio	Se aplicó dentro del plasma, en la punta del plasma y a distancias de 0.7cm y 1 cm de distancia sin presentar ningún deterioro en su superficie.
Cobre	Se aplicó dentro del plasma, en la punta del plasma y a distancias de 0.7cm y 1 cm de distancia sin presentar ningún deterioro en su superficie.

La Ilustración 19 muestra la aplicación del recubrimiento por medio del plasma Plus a 0.7 cm de distancia.



Ilustración 19 operación de plasma con parámetros estándar.

2.3.3 Recubrimiento por Plasma Plus y nebulizador

Se utilizó un nebulizador ultrasónico tipo hospitalario (Ilus 20) marca YUE HUA modelo WH-2000.

Para utilizar el nebulizador en primer lugar, se debe agrega agua hasta la marca indicada (Ilus 20) en el equipo.

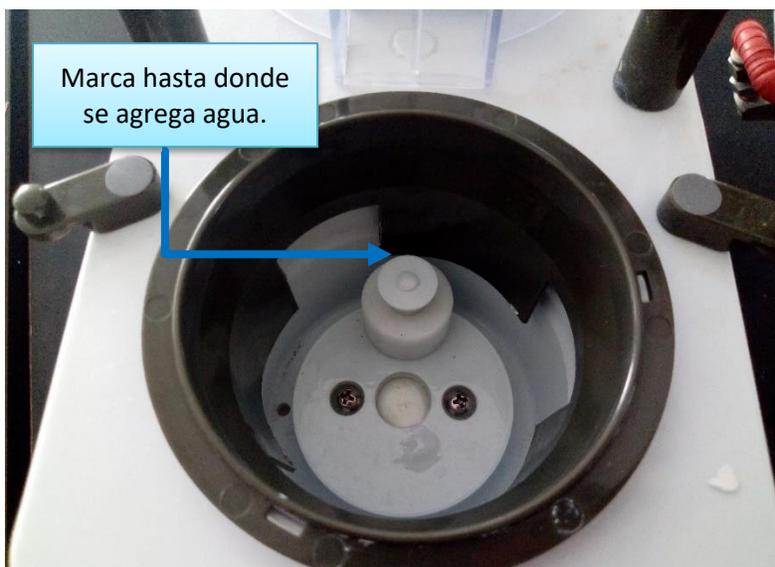


Ilustración 20 nebulizador ultrasónico tipo hospitalario marca YUE HUA modelo WH-2000.



Ilustración 21 Recipiente del nebulizador donde se coloca la solución precursora para su aplicación sobre el sustrato

Posteriormente se coloca la solución precursora en el recipiente que contiene el nebulizador (Ilus 21) y se coloca en el equipo.

A continuación, se colocó la tapa para cerrar el recipiente donde está el precursor. Se eligió la manguera que se utilizaría y se colocó en la boquilla de salida como se muestra en la Ilustración 22.

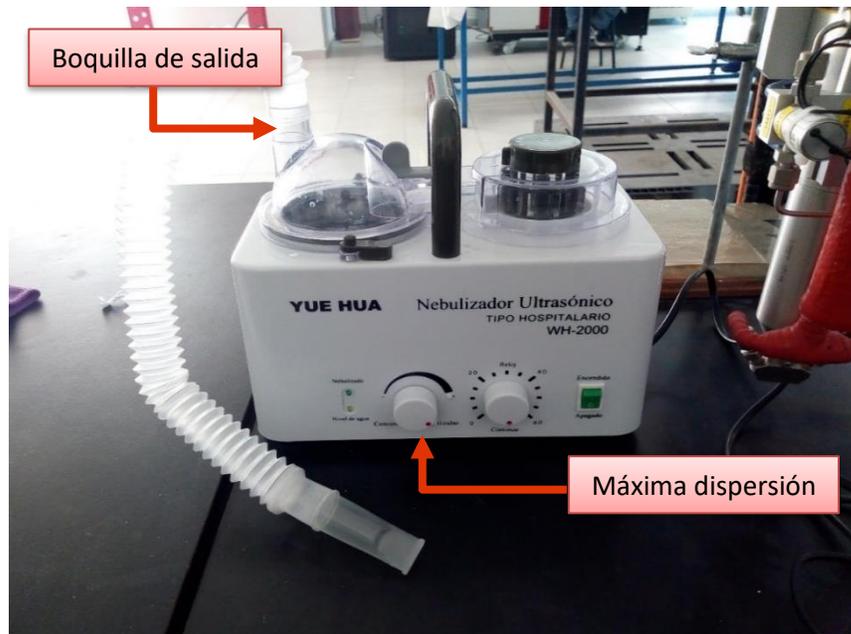


Ilustración 22 Nebulizador ultrasónico listo para su utilización con el plasma y obtener los recubrimientos.

Por último, se enciende el nebulizador y se pone en la máxima dispersión de partículas. Verificar que la solución este saliendo de una manera correcta como observa en la Ilustración 23



Ilustración 23 Flujo del precursor para la obtención de recubrimientos sobre los sustratos.

Para utilizarlo junto con el plasma Plus (seguir el procedimiento anterior “Recubrimiento por plasma Plus), se debe de acercar la manguera a la boquilla de salida del plasma para que la niebla atraviese el plasma y se depositen las partículas en el sustrato después de que hayan pasado por el plasma (Ilustración 24).

Es importante verificar que el vapor que arroja el nebulizador este atravesando en su



Ilustración 24 Uso del plasma plus con el nebulizador ultrasónico para la obtención de recubrimientos.

mayoría, el plasma como se observa en la Ilustración 25

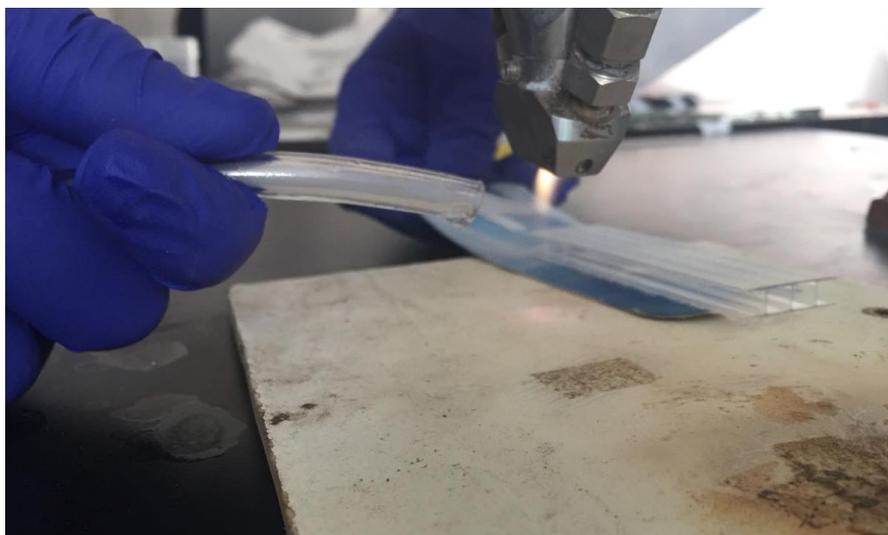


Ilustración 25 Verificación de neblina a través del plasma plus.

Cuando se trabaja con el nebulizador es muy importante no olvidar usar los equipos de seguridad que se necesitan (guantes batas, googlees, cubre bocas, etc.).

2.3.4 Recubrimientos por Plasma Clean y nebulizador

Para utilizar el plasma Clean se siguieron los mismos pasos para encender el plasma que se han mencionado anteriormente (Funcionamiento del Plasma), posteriormente se encendió el Plasma Clean presionando el botón de encendido que le corresponde.

Posteriormente el sustrato se colocó en la parte inferior de la boquilla del plasma para que la manguera de salida del nebulizador quede colocada justo donde sale el plasma como se muestra en la Ilustración 26 y de esta forma, la niebla del nebulizador pase a través del plasma Clean y sea impulsado hacia el sustrato y finalmente se realice el recubrimiento.

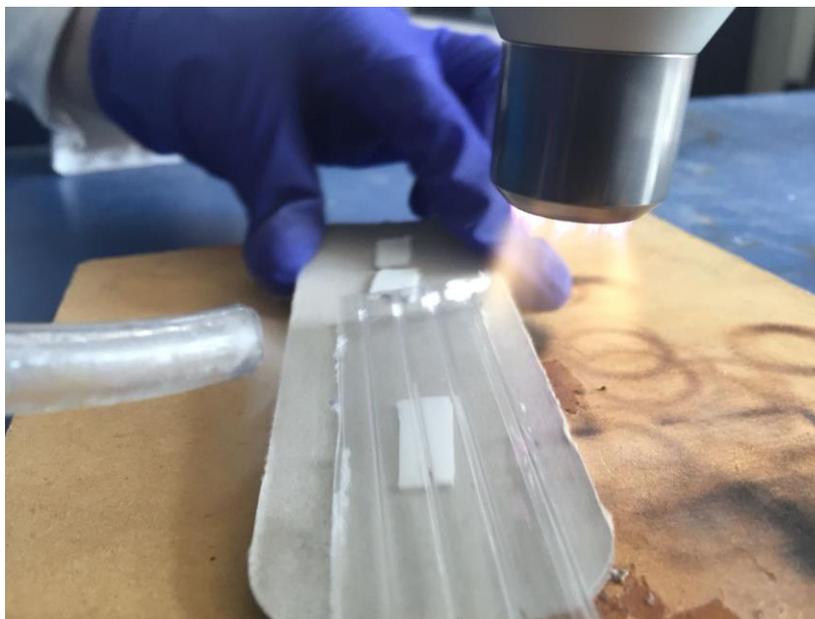


Ilustración 26 Nebulizador ultrasónico con plasma clean para la obtención de recubrimientos sobre la superficie de los sustratos.

En la Ilustración 27 se puede observar como la niebla del nebulizador pasa exactamente dónde está saliendo el plasma Clean.

Este procedimiento se utiliza únicamente cuando se tenga un precursor diferente al de

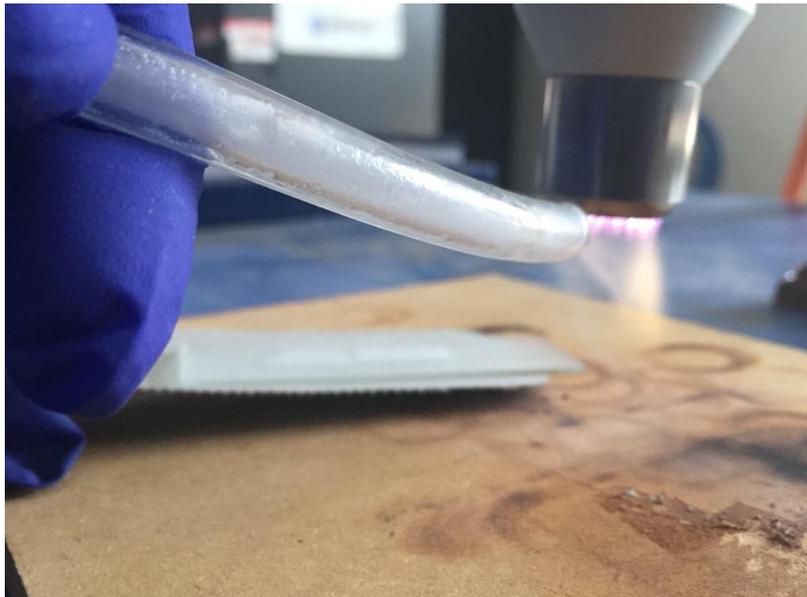


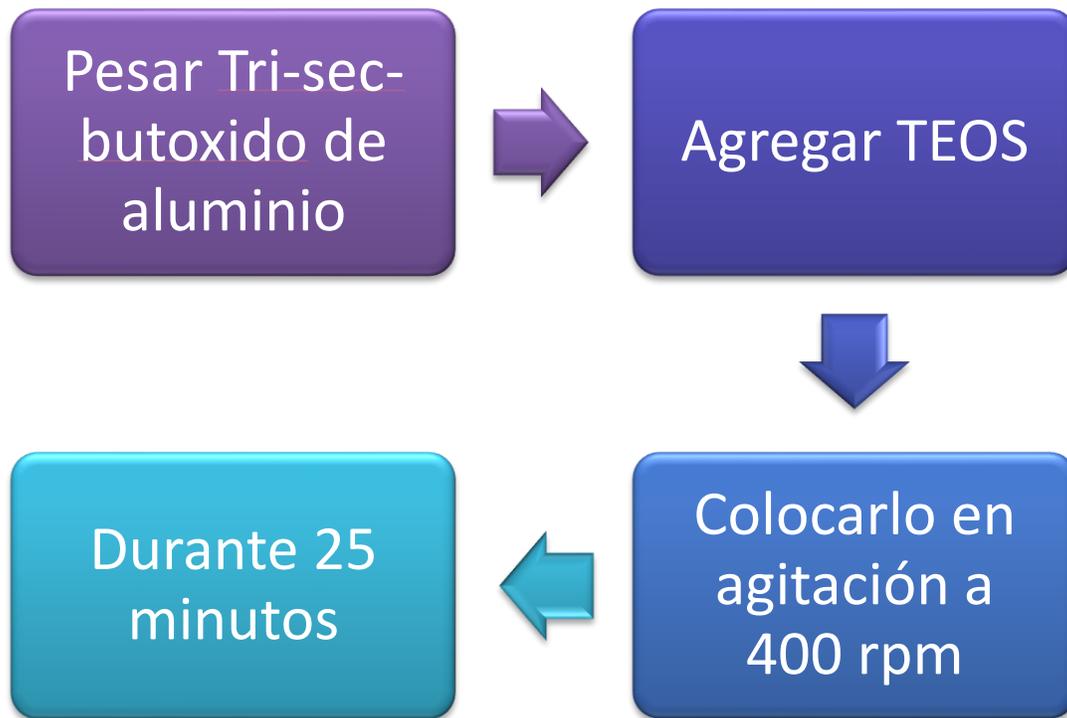
Ilustración 27 Verificación de la niebla atravesando el plasma clean.

sílice, en este caso se utilizó con el precursor de alúmina

2.4 Preparación de solución precursora de Alúmina

Materiales:

- ❖ TEOS (tetraetil ortosilicato) 18.2 ml.
- ❖ Tri-sec-butoxido de Aluminio 1.5 gr.
- ❖ Agitador magnético.
- ❖ Parrilla de agitación.
- ❖ Vaso de precipitado de 50 ml.



Primeramente, se pesa el Tri-sec-butoxido de Aluminio en el vaso de precipitado y después se le agrega el TEOS con ayuda de una pipeta.

Se coloca en agitación 25 minutos a 400 rpm, como se observa en la Ilustración 28



Ilustración 28 Preparación de solución precursora de aluminio para la obtención de recubrimientos.

NOTA: Su gelificación se produce en un lapso muy corto, por lo que se utilizó la solución prácticamente al instante.

2.5 Evaluación de composición, morfología y propiedades físicas de los recubrimientos

2.5.1 microscopio digital modelo vhx5000 marca keyence

Diagrama 6 donde se muestra la operación general del microscopio digital.



diagrama 6 Operación básica del microscopio digital modelo vhx marca keyence.

ENCENDIDO DEL EQUIPO

Se enciende el interruptor principal que se encuentra en la parte inferior izquierda del microscopio en la Ilustración 29

A continuación, se presiona el botón de POWER (Ilus 30) ubicado en el monitor del equipo en la parte inferior derecha del panel frontal.

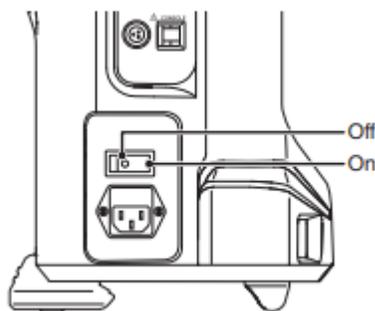


Ilustración 29 Botón POWER del microscopio



Ilustración 30 Botón POWER del monitor

INICIALIZACION DE LA ETAPA MOTORIZADA XY

Para inicializar el equipo en XY primero se deberá presionar un apartado a lado inferior derecho el cual se llama “inicialización XY” al dar en este botón nos aparecerá la siguiente ventana que se observa en la Ilustración 31.

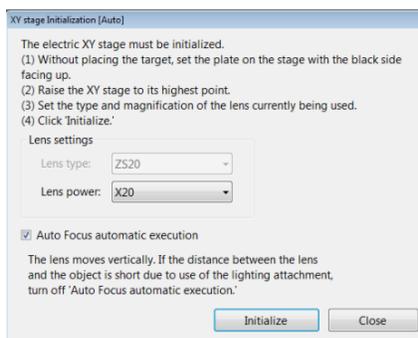


Figura 31 inicialización del sistema

Se presiona el botón de inicialización y se espera un momento después haga clic en [Inicializar].

Luego, comienza la inicialización, el mensaje de finalización aparece después de que se completa la inicialización θ

En ocasión de que la inicialización de θ falle, el siguiente mensaje de error (Ilustración 32) será mostrado y la inicialización se llevara a cabo de manera manual

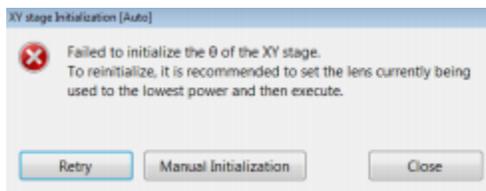


Figura 32 error de inicialización del sistema

AJUSTE DEL ENFOQUE

Se realiza subiendo la platina del microscopio en una altura que sea eficiente para que la imagen se pueda mostrar, para ello se mueve la perilla señalada con la flecha azul (Ilus 33) y después de tener la altura correcta y enfoque se bloquea (perilla señalada con la flecha roja en la Ilustración 33).



Figura 33 ajuste de enfoque y bloqueo de platina

Se puede manipular el enfoque con el control (Ilus 34) el cual nos permite monitorear el enfoque.

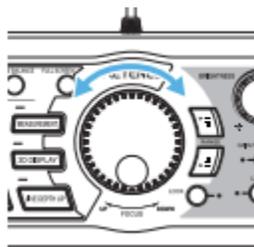


Figura 34 control del enfoque

AJUSTE DEL ZOOM

Para ajustar el zoom en el microscopio se gira la perilla de la siguiente manera tal como lo muestra la Ilustración 35, se ajusta a necesidad del usuario.

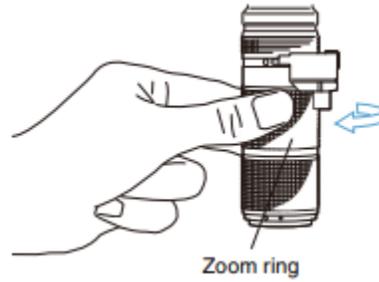


Ilustración 35 zum del microscopio digital

MOVIMIENTO EN EJE X Y

En la Ilustración 36 se muestran las direcciones en las que se puede mover la platina del microscopio para observar las diferentes zonas que se quieren apreciar en una muestra.

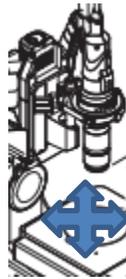


Figura 36 direcciones de ejes X.Y

Control de comando para manipular el desplazamiento del lente del microscopio a lo largo de nuestra muestra con una palanca ubicada en el centro de las flechas azules en la Ilustración 37.

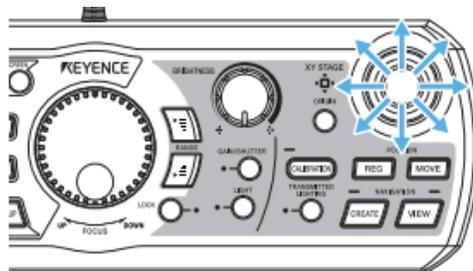


Figura 37 joystick

CAPTURA Y GUARDADO DE IMAGENES

Presiona la tecla REC ubicada en el joystick tal como lo señala la Ilustración 38



Figura 38 captura de imagen

A continuación, aparecerá la siguiente ventana mostrada en la Ilustración 39

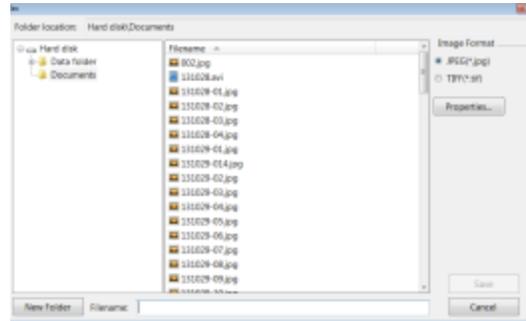


Figura 39 guardar imágenes

Donde se selecciona la carpeta en donde se desea guardar las imágenes tomadas con el microscopio digital, al tener nuestras imágenes se pasan a una memoria USB y se realiza el siguiente paso.

APAGADO DEL EQUIPO

Se selecciona el botón EXIT (Ilus 40)



Figura 40 exit

Después se selecciona el modo APAGAR y el equipo se apagará, posterior a esto se apaga el botón localizado en la parte inferior izquierda del microscopio digital para apagarlo (Ilus 41).

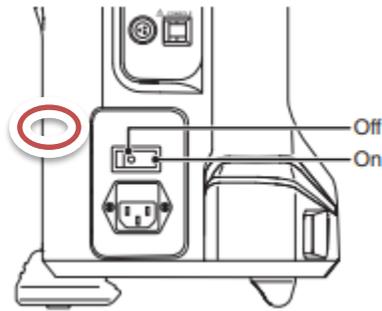


Figura 41 interruptor de apagado

2.5.2 Microscopía Electrónica de Barrido y análisis por energías dispersivas de rayos X (SEM y EDS)

Las imágenes microestructurales de los precursores se obtuvieron usando un Microscopio electrónico de barrido JEOL•JSM-6510 LV, resolución de 3.0 nm (a 30 kV WD = 8 mm), con aumentos que van de 5X hasta 300, 000X en 149 pasos. Las muestras fueron evaluadas en alto vacío. Adicionalmente, se empleó la unidad de análisis de EDS para la determinación de la composición química semicuantitativa de los materiales evaluados. Las muestras que se utilizaron para los análisis fueron metalizadas con oro en un sputtering (SPI-MODULE* Sputter Coater.)

En el diagrama 7 se muestra la metodología general que se utilizó para analizar las muestras en el SEM.



diagrama 7 metodología general del uso y preparación de muestras para el análisis en SEM y EDS.

Se trabajó con un Microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-6510LV (Ilus 42) y con un equipo de EDS marca BRUKER.



Ilustración 42 Microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-6510LV y con un equipo acoplado de EDS marca BRUKER.

En primer lugar, se deben de elegir que muestras que se necesitan analizar con esta técnica de caracterización y conocer que es lo que se necesita analizar de estas por medio del equipo. Después, de conocer las muestras a analizar se preparan, para esto, se cortaron las muestras a un tamaño de 1 cm x 1 cm (verificar que el material y/o recubrimiento de la muestra no se dañe al cortarlo) como se observa en la Ilustración 43.

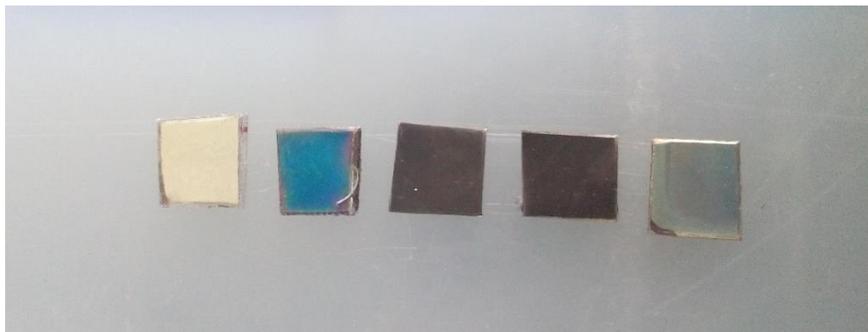


Ilustración 43 Preparación de muestras para el análisis en SEM y EDS.

Nota: Verificar si la muestra es conductora.

En caso de que la muestra no sea conductora, se deberá de realizar un recubrimiento previo al análisis de SEM, deberá de ser recubierto con oro (Au) en una capa de aproximadamente 2 nm, en la Ilustración 44 se observa el equipo de sputtering para recubrir las muestras.



Ilustración 44 SPI-MODULE Sputter Coater con el cual se recubrieron las muestras no conductoras con una capa de Au de 2nm de espesor.*

Al tener ya las muestras listas, se continúa con el análisis SEM; para empezar, las muestras se deben de pegar a la base de la porta muestra del SEM con un pequeño pedazo de cinta adhesiva de carbono.

El equipo debe de llegar a un alto vacío para poder empezar a trabajar y analizar las muestras en óptimas condiciones.

Se introduce la muestra a la cámara donde se analiza y se cierra perfectamente.

Después de esto, el encargado del equipo de SEM comenzara a manipular el equipo electrónico del microscopio para enfocar correctamente la muestra. Se darán las especificaciones de lo que se quiere analizar al encargado del equipo.

Para realizar el análisis EDS, el encargado del microscopio deberá de manipular otro equipo de cómputo complemento del equipo SEM (Ilus 45) para poder obtener los resultados requeridos.

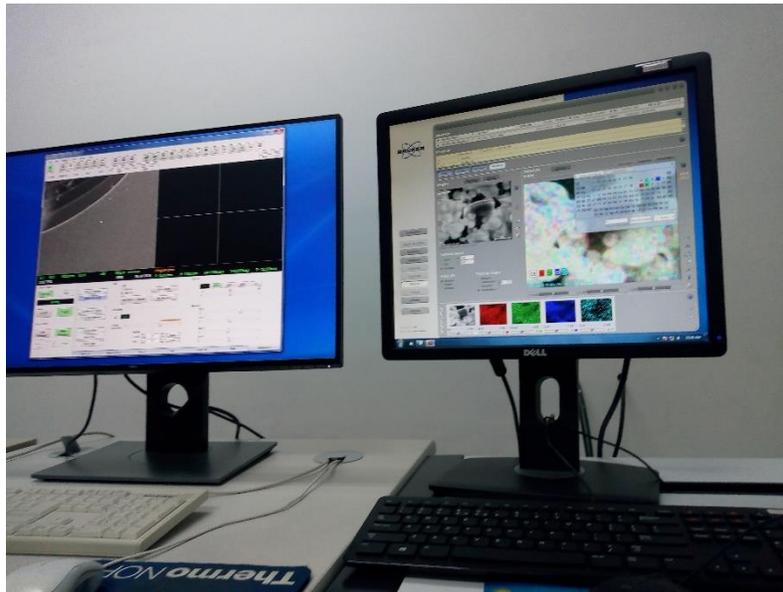


Ilustración 45 Equipo EDS marca BRUKER acoplado al SEM para realizar un mapeo de composición.

Al terminar de analizar las muestras, el equipo se debe de apagar correctamente, esto lo realiza el encargado de equipo de SEM.

2.5.3 Ángulo de contacto marca KRUSS mod. dsa30

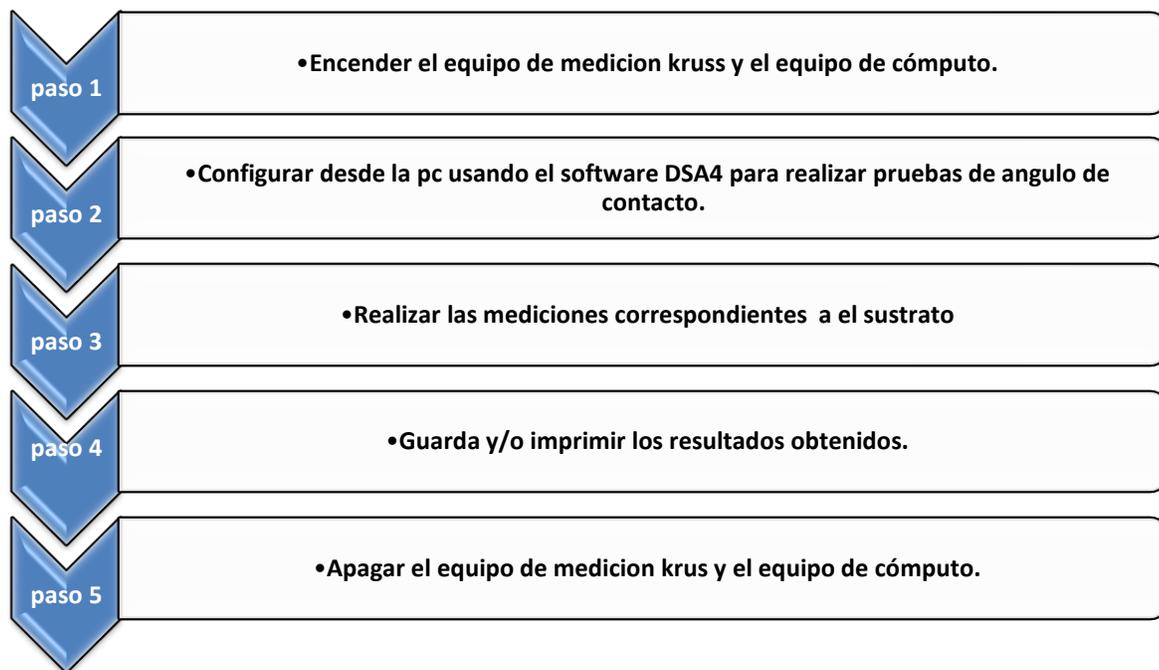


diagrama 8 Metodología general del equipo de medición de ángulo de contacto

El equipo de medición “KRUSS Mod. DSA30 de ángulo de contacto y energía de superficie de sólidos” está vinculado a un equipo de cómputo desde el cual se monitorea el proceso que se lleva a cabo para la medición, además de realizar los ajustes y especificaciones de esta; para esto se utiliza el Software Drop Shape Analysis (DSA4)

También está constituido por otras secciones fundamentales. La primera son los recipientes de almacenamiento en la cual se depositan las sustancias que se usaran para someter a prueba nuestras muestras. La segunda son las agujas; estas están conectados a los recipientes y cada aguja está conectada específicamente a un recipiente. La tercera es el sistema óptico con el que se monitorea la muestra a escala con ayuda del monitor de la CPU. La cuarta es el Porta muestra que se localiza debajo de las agujas. De manera general el equipo está constituido por secciones que se mueven de manera mecánica para ajustar la posición de agujas, muestra y lente.



Ilustración 46 Equipo de medición Kruss y equipo de cómputo

Encender el equipo de medición KRUSS y el equipo de cómputo

El equipo principal se enciende a través del botón “power” posicionado en el costado izquierdo del equipo, una vez realizado esto se encenderá las lámparas que iluminan la zona donde se depositan las muestras. Independientemente encender el equipo de cómputo.

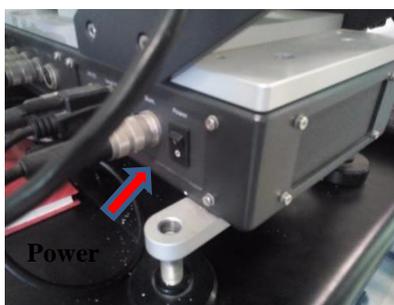


Ilustración 47 Botón encendido del equipo de medición kruss

Configurar desde el pc usando el software DSA4 para realizar pruebas de ángulo de contacto.

Iniciar el software “Drope Shape Analysis (DSA4)”. La primera configuración recomendada consiste en usar el modo estándar para llevar a cabo las corridas, dirigirse a la barra de menú principal y seleccionar Tolls>>Run mode>>standar mode.

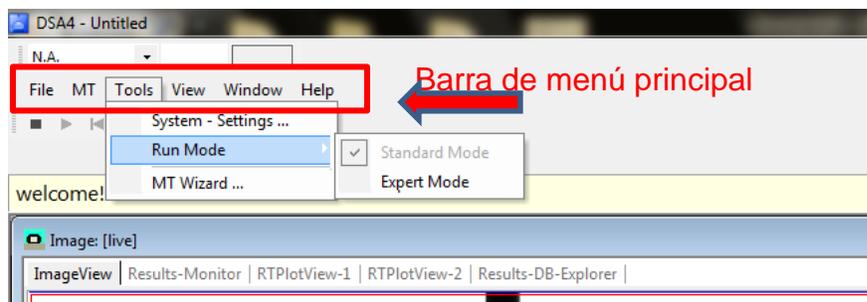


Ilustración 48 Barra de menú principal

Abrir el panel de control. El panel de control principal se abre desde la barra de menú principal seleccionando View>>Control Panel& MT- Explorer.

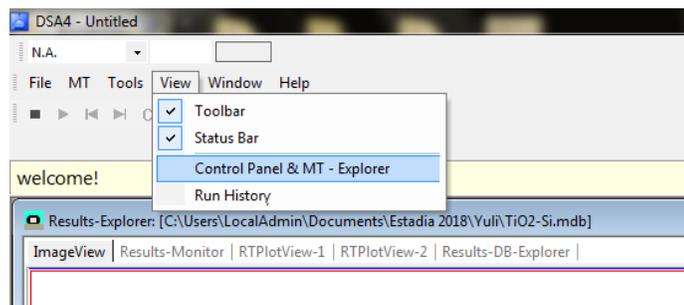


Ilustración 49 Pestaña view de barra de menú principal

Seleccionar la sustancia para realizar la prueba. Se selecciona desde el panel de control, cada sustancia debe estar etiquetada adecuadamente, por ejemplo, para el caso del agua esta etiqueta corresponde a S-3, siendo así seleccionamos S-3 en el panel de control en la pestaña Dosing

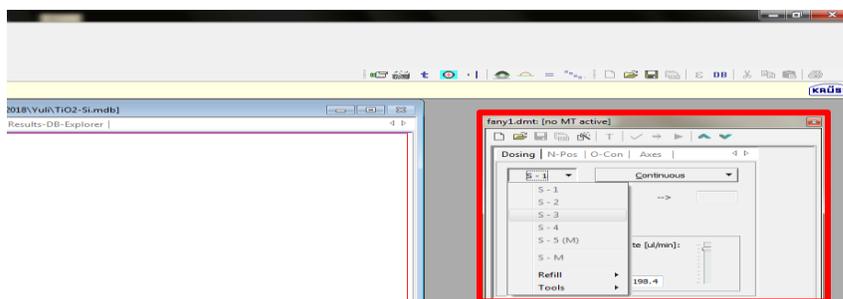


Ilustración 50 Panel de control (Enmarcado en rojo)

Rellenar aguja. ¡En el panel de control se simboliza un cilindro que muestra el porcentaje de llenado de la aguja, de ser necesario rellenar seleccionando del panel de control Dosing>>Refill>>Refill now!

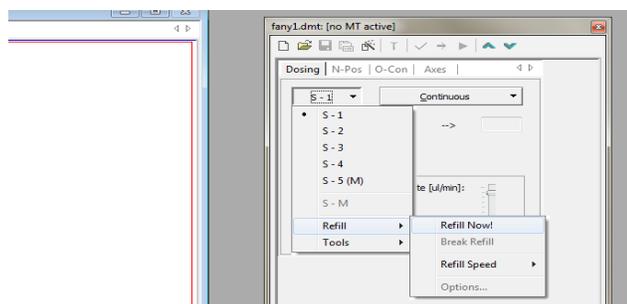


Ilustración 51 Rellenado de aguja

Colocar la muestra. Se coloca sobre el porta muestras, verificar que el monitor muestre la imagen de esta muestra en la ventana Imagen View (El monitor ofrece una imagen en blanco y negro), de ser necesario ajustar el lente.

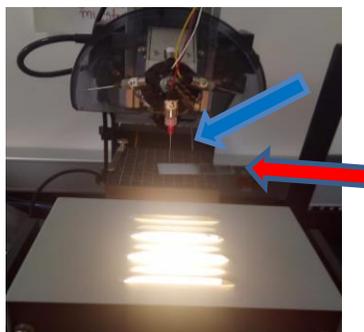


Ilustración 52 Aguja posicionada (flecha azul), muestra colocada (flecha roja)

Posicionar la aguja. La posición de altura de la aguja y el desplazamiento hacia la izquierda y la derecha se controlan desde la pestaña "N-Pos" (Enmarcado en color azul en la figura 1 7) del Panel de control. La aguja debe controlarse con el teclado o ingresando la coordenada. El control deslizante indica la posición actual. También se puede usar para mover la aguja, pero no es adecuada para un ajuste fino. Verificar que la aguja esté bien posicionada y que sea visualizada en el monitor.

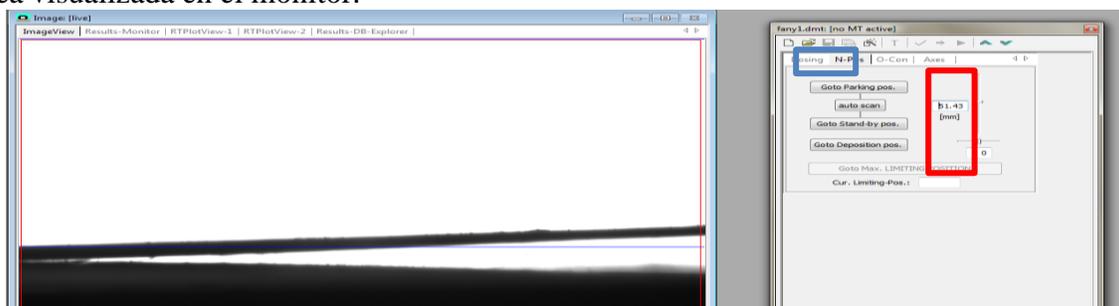


Ilustración 53 Control deslizante para posicionar aguja (Enmarcado en color rojo)

Antes de realizar las mediciones se requiere de una imagen que el software sea capaz de analizar, para ello es necesario grabar el proceso de la caída de la gota sobre la superficie de la muestra. Para ello dirigirse a la barra de menú principal y dar clic sobre Start Recording

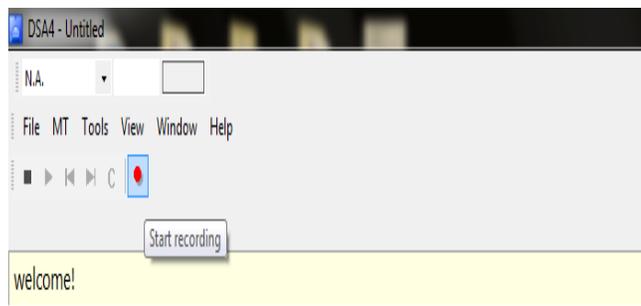


Ilustración 54 Comenzar grabación

Depositar la gota. Inmediatamente después de empezar a grabar el video, hacer clic sobre el icono  (Dosificación líquida) que se encuentra en el menú contextual del panel de control. Una vez depositada la gota sobre la muestra se sube la aguja en la ventana “N-pos” cuidando que no se derrame una segunda gota, si es necesario usar algodón o papel para secar esta segunda gota directamente de la aguja.

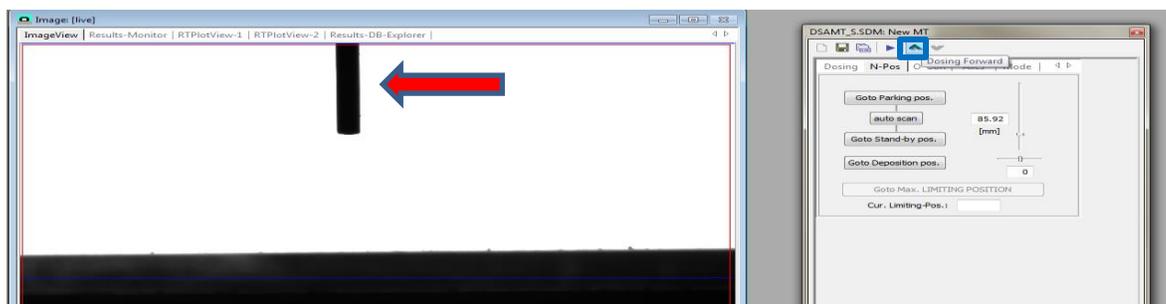


Ilustración 55 Aguja posicionada mostrada en el monitor (flecha roja) dosificación líquida (enmarcada en azul).

Esperar a que el video termine su grabación, una vez termine el tiempo indicado saldrá el salvapantallas que nos mostrara el directorio para poder guardar el video.

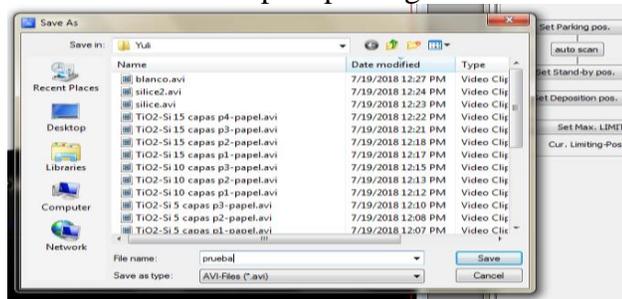


Ilustración 56 Nombrar y guardar video.

Realizar las mediciones correspondientes al sustrato

Buscar imagen de la gota. Abrir video guardado anteriormente desde la barra de menú principal File>>Open, este se reproducirá en la ventana Imagen View, que funciona como asistente de reproductor de video. Buscar el momento ideal para realizar las determinaciones correspondientes



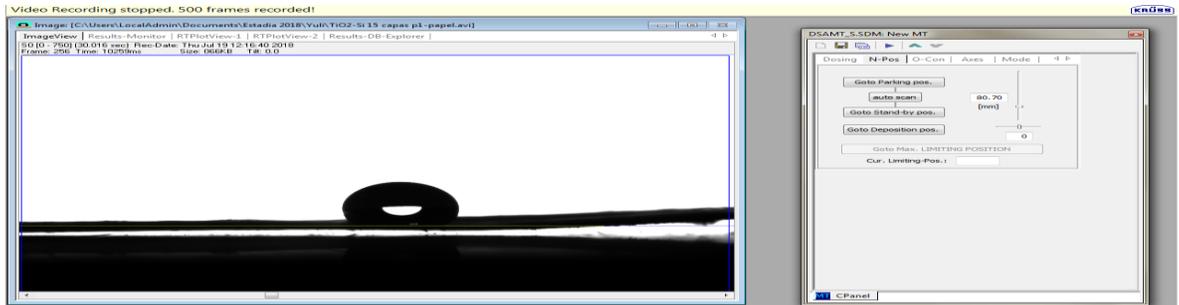


Ilustración 57 Imagen de gota depositada mostrada en el reproductor.

Determinar posición de línea base. La línea de base es el borde en el punto de contacto entre el líquido y el sólido. Hacer clic en el botón  (Baseline Determination) en el menú contextual para determinar la línea base de la imagen.

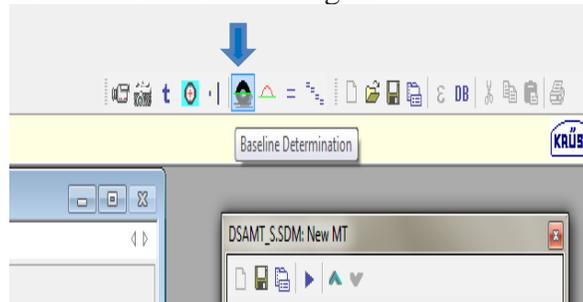


Ilustración 58 Posición de línea base (flecha azul).

Realizar determinación del ángulo de contacto. presionar Profile Extraction (Icono ) y acto seguido Computation (Icono ) con esto finalmente se arrojan los resultados que se muestran en color azul en la parte superior izquierda de la ventana Imagen view, además se graficaran las líneas en torno a los ángulos de contactos en la imagen.

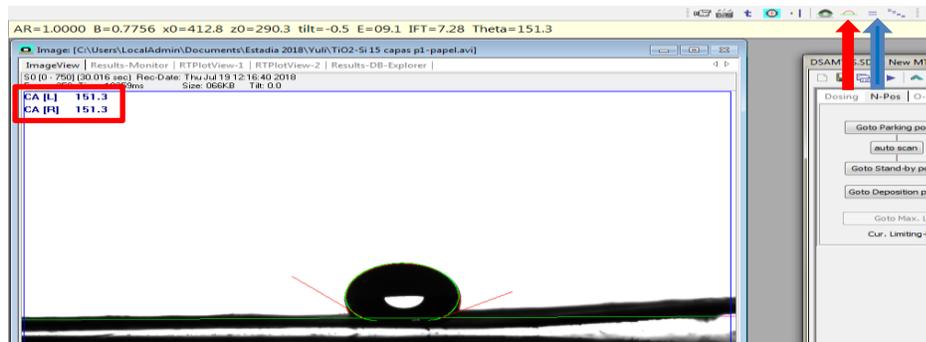


Ilustración 59 Resultados arrojados (enmarcados colores rojos), iconos señalados (flechas azul y rojo).

Guarda y/o imprimir los resultados obtenidos.

Los resultados también se muestran de forma tabular en la opción “Results-monitor” guardar los datos con la opción” results-BD-explorer” y se selecciona la corrida que se desea guardar haciendo clic derecho para poder crear el reporte Create Report

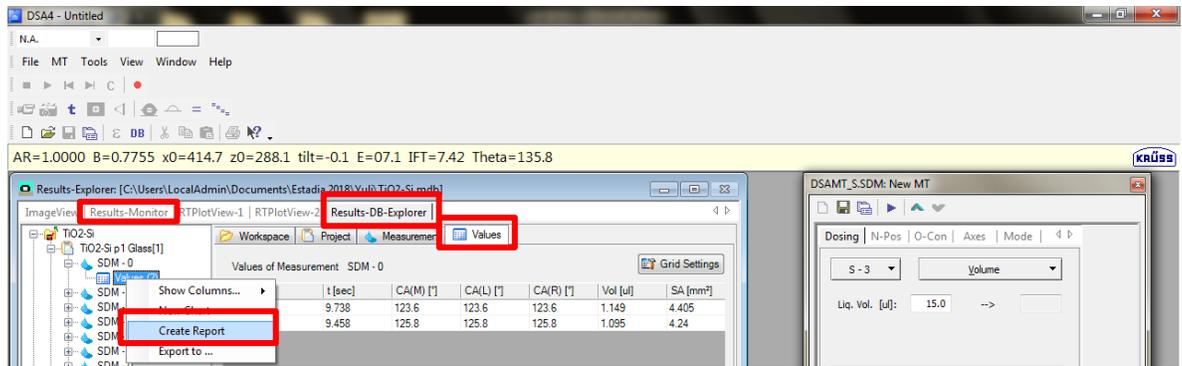


Ilustración 60 Tabla de resultados (pestañas seleccionadas enmarcadas en rojo).

Crear reporte. Seleccionar los parámetros que se desean registrar en el reporte en la pestaña Tabla Propeties:

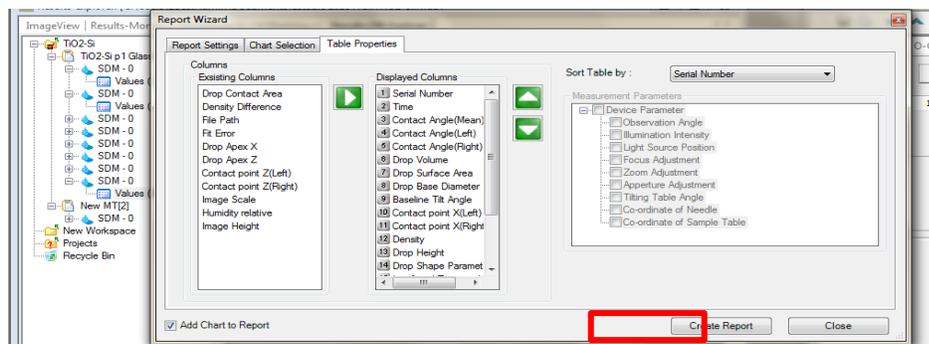


Ilustración 61 Selección de parámetros deseados

Configurar el reporte en cuanto al tipo de letra, títulos, etc. en la pestaña Report Settings; hacer clic en Create Report, se abrirá una nueva ventana Print Opcion, donde se podrá elegir las opciones de impresión. Finalmente presionar Start.

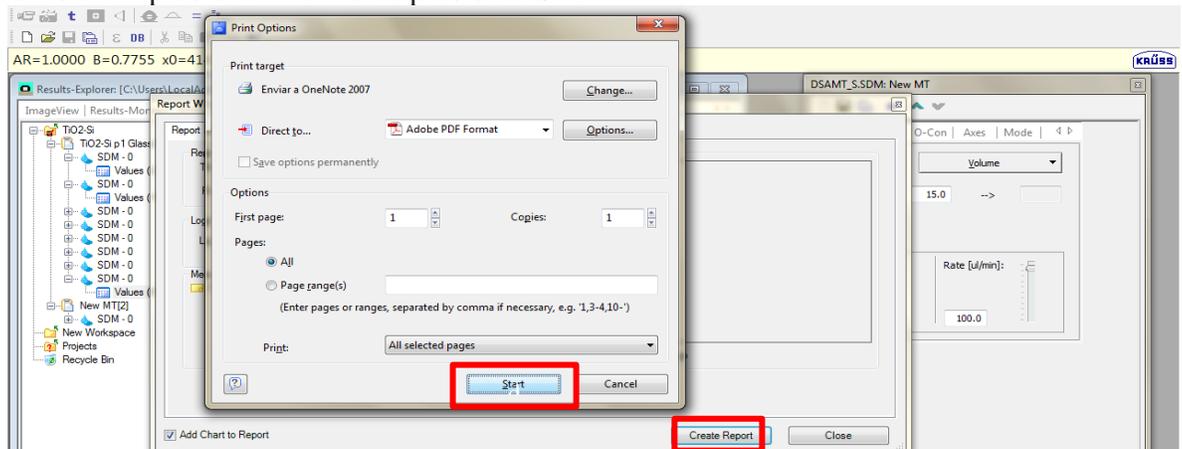


Ilustración 62 Creación de reporte

Apagar el equipo de medición krus y el equipo de cómputo.

Para apagar el equipo solo se requiere apagar la CPU, como comúnmente se hace, y apagar el equipo de medición con el interruptor Power.

Capítulo III

Resultados

3. Resultados

3.1 Microscopio Digital

Para realizar las muestras, se recubrieron 12 sustratos, cada uno con diferentes condiciones en su recubrimiento y 3 blancos, de los cuales su nomenclatura y condiciones se presentan en la tabla 2

Tabla 2 Identificación de las muestras analizadas en las distintas caracterizaciones.

Nomenclatura	Material	Recubrimiento
Blanco V	Vidrio	Sin recubrimiento
Muestra V1	Vidrio	SiO ₂
Muestra V2	Vidrio	Al ₂ O ₃
Muestra V3	Vidrio	SiO ₂ + Al ₂ O ₃ baja concentración
Muestra V4	Vidrio	SiO ₂ + Al ₂ O ₃ alta concentración
Muestra BPC3	Policarbonato celular	Sin recubrimiento
Muestra PC1	Policarbonato celular	SiO ₂
Muestra PC2	Policarbonato celular	Al ₂ O ₃
Muestra PC3	Policarbonato celular	SiO ₂ + Al ₂ O ₃ baja concentración
Muestra PC4	Policarbonato celular	SiO ₂ + Al ₂ O ₃ alta concentración
Muestra BP2	Policarbonato liso	Sin recubrimiento
Muestra P1	Policarbonato liso	SiO ₂
Muestra P2	Policarbonato liso	Al ₂ O ₃
Muestra P3	Policarbonato liso	SiO ₂ + Al ₂ O ₃ baja concentración
Muestra P4	Policarbonato liso	SiO ₂ + Al ₂ O ₃ alta concentración

3.1.1 Vidrio

Blanco de vidrio

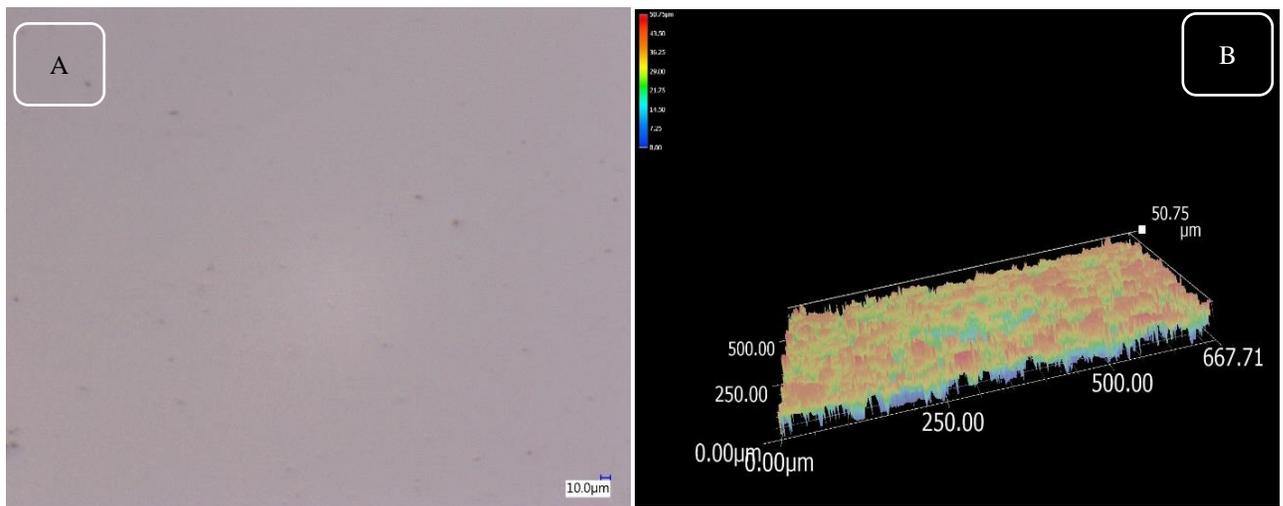


Ilustración 63 Blanco de vidrio A) imagen óptica del microscopio B) imagen 3D de la superficie

En la Ilustración 63-A) podemos observar la microfografía del blanco de vidrio a una escala de 10 μm, se observa una superficie completamente lisa, sin ningún color en específico, en la Ilustración 63-B) se puede observar que la superficie del porta muestra de vidrio presenta una superficie en su mayoría uniforme ya que los valles y crestas que se observan son de color naranja lo cual no indica que todos están en el mismo rango de altura que es de 50.75 μm.

V1

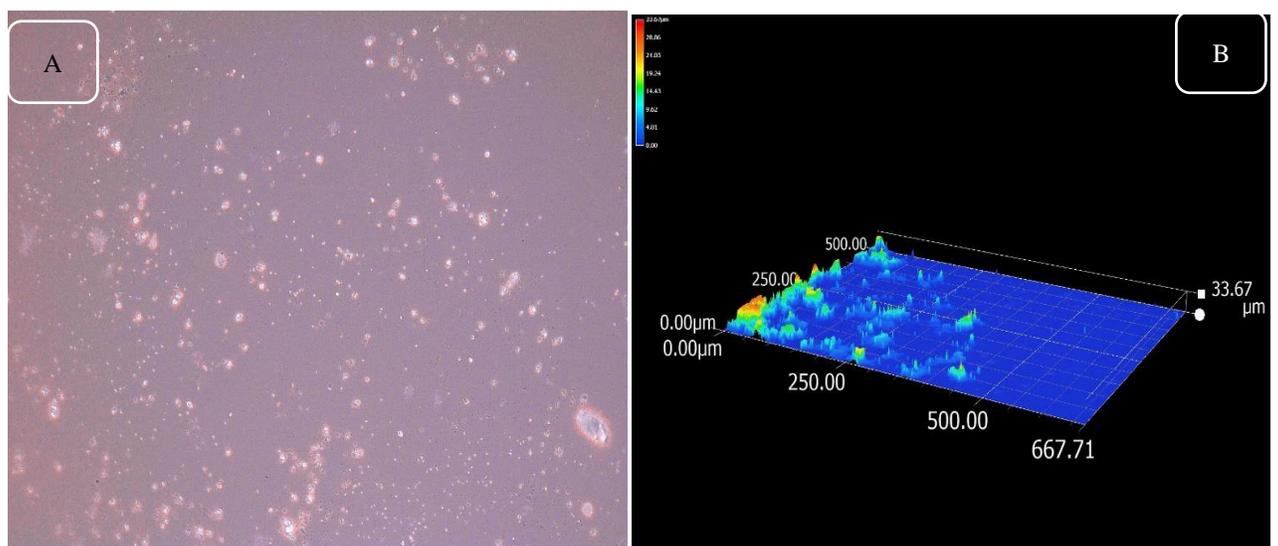


Ilustración 64 muestra de vidrio recubierta con SiO₂ A) imagen óptica B) imagen 3D de la superficie

En la Ilustración 64-A se puede observar cómo cambia la superficie principalmente en su color del recubrimiento y que presenta algunas partes en un color más brillante, lo cual se le puede atribuir que en estas partes hay más partículas de sílice y lo corroboramos con la figura 64-B ya que, en esta se observa que los montes que se ven en la imagen 3D son atribuidos a las partes más brillantes en la figura 64-A.

La superficie, en su mayoría se ve homogénea, solo se observan partes con un relieve más alto que el resto y son las que se presentan en color rojo como altura mayor. El punto más alto que se registró en la superficie es de $33.67\ \mu\text{m}$. Se presenta un cambio representativo en comparación al blanco (BV-01), lo que nos comprueba que si existe la presencia de una capa de recubrimiento.

V2

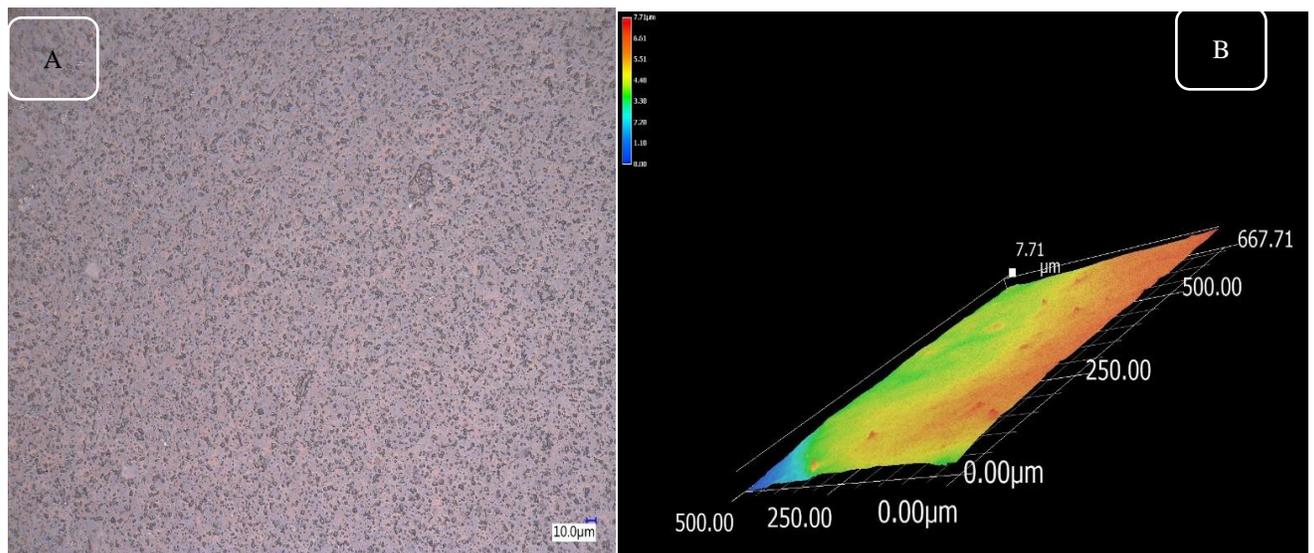


Ilustración 65. Micrografía de la superficie de la muestra V-02 (A) y vista en 3D de la superficie (B).

En la Ilustración 65-A se observa la superficie de esta muestra con una escala de 10 μm , donde la superficie se ve de un tono grisáceo con pequeños puntos negros, en la Ilustración 65-B se observa que la superficie está en su mayoría a una misma altura, por lo que este recubrimiento fue más homogéneo. Se observan pequeños montes con una altura máxima de 7.71 μm , esos montes se pueden atribuir a las manchas más oscuras que se presentan en la Ilustración 65-A

V3

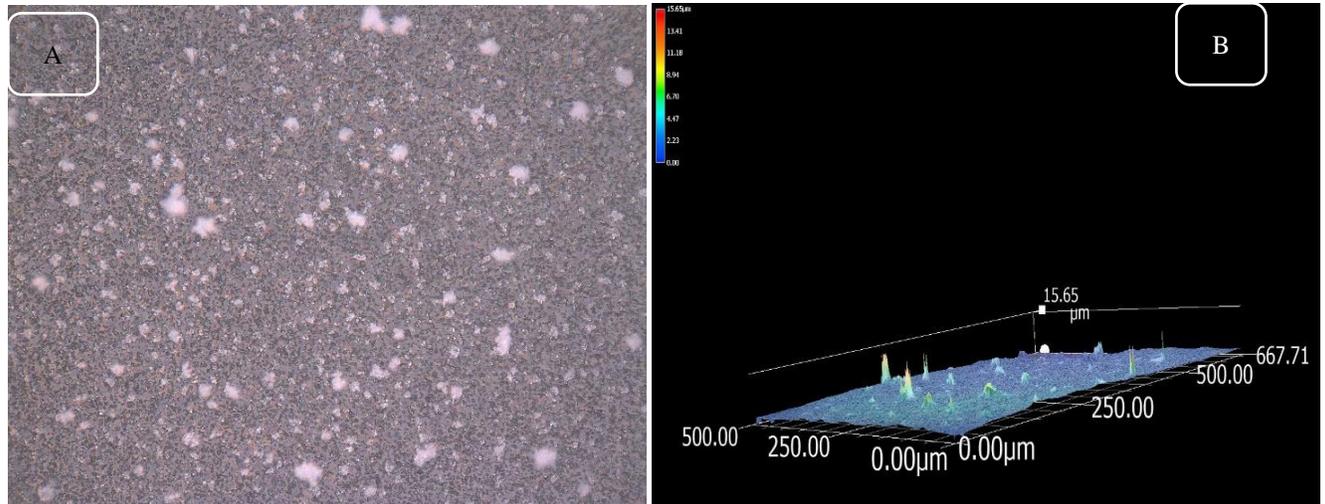


Ilustración 66 Micrografía de la superficie de la muestra V-03 (A) y vista en 3D de la superficie (B).

Si comparamos las Ilustraciones 65 y 66 podemos observar que es una combinación de las dos, ya que en estas micrografías el recubrimiento es una combinación de sílice con alúmina, por las que sus características se combinaron, en la Ilustración 66-A se observa un recubrimiento de un tono gris oscuro con pequeño puntos más claro, haciendo referencia a la Ilustración-B donde en la superficie, se observa la presencia de crestas y montes en diferentes puntos de la superficie por lo que podemos atribuir que esos montes son en donde están los puntos blancos, el monte más alto es de 15.65 μm . La superficie, aunque presenta algunos montes, en su mayoría tiende a ser homogénea, en comparación con el blanco (Ilustración 63) se observan grandes cambios.

V4

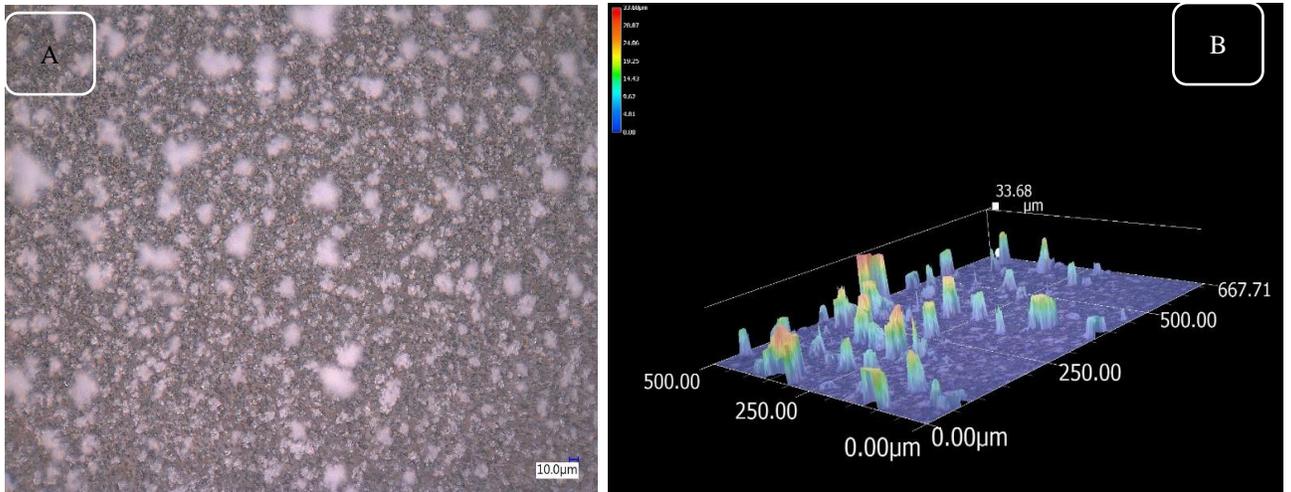


Ilustración 67 Micrografía de la superficie de la muestra V-04 (A) y vista en 3D de la superficie (B).

La Ilustración 67-A presenta mucha similitud con la Ilustración 66-A , pero en este caso se observa una mayor cantidad de puntos de color claro y en comparación con la Ilustración -B podemos ver que sus montes son más anchos y de mayor altura y hay más sobre área y están distribuidos en toda la superficie, lo antes mencionado se atribuye a que esta muestra está recubierta en mayor concentración por lo que hizo que estos montes aumentaran de tamaño y estén presentes en mayor cantidad, el punto más alto en la superficie fue de 33.68 μm .

3.1.2 Policarbonato Celular

BLANCO DE POLICARBONATO CELULAR

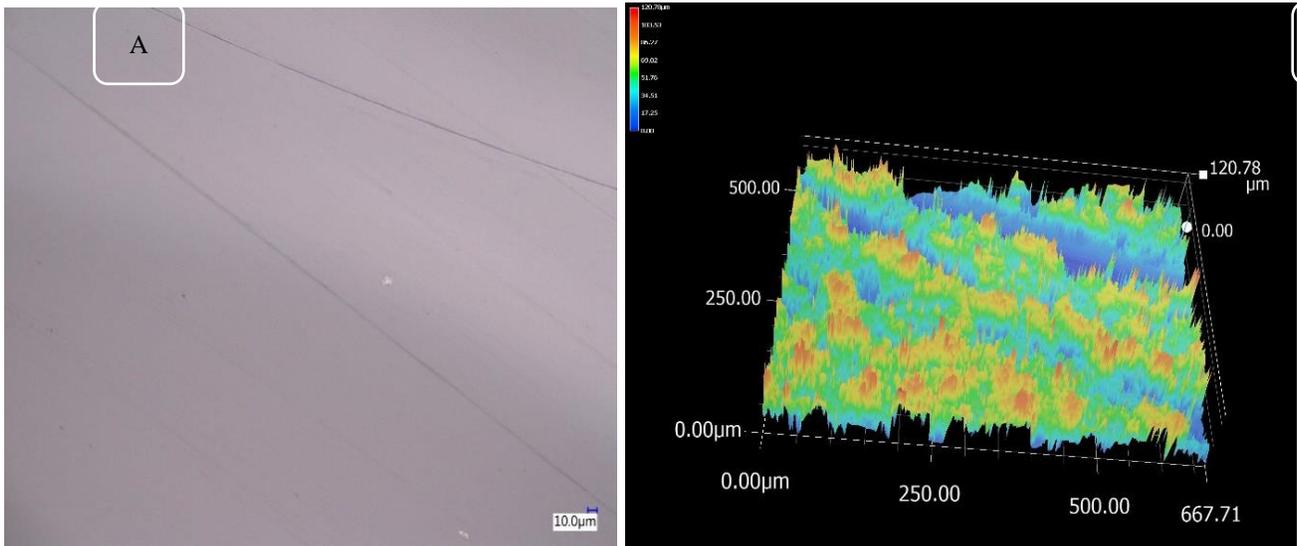


Ilustración 68 Micrografía de la superficie de la muestra BPC (A) y vista en 3D de la superficie (B).

Podemos observar en la Ilustración 68-A la superficie del blanco de policarbonato, se puede ver que la superficie es completamente lisa, la superficie tiene rayones que se aprecian en la imagen 3D (Ilustración 68-B) se observan con mayor claridad, ya que las zonas azules son donde se encuentran estas rayas, y las zonas de color naranja es en donde se encuentra el punto más alto de la superficie, este llega a alcanzar una altura de 120.78 μm .

PC1

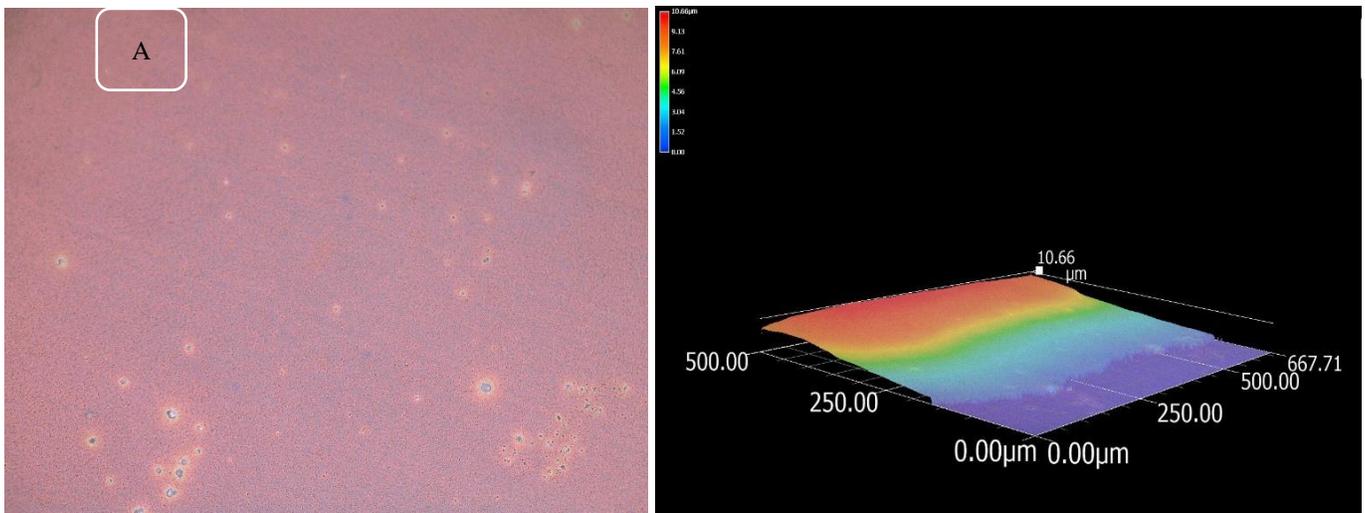


Ilustración 69. Micrografía de la superficie de la muestra PC-01 (A) y vista en 3D de la superficie (B).

En la Ilustración 69-A se observa el cambio de tonalidad en la superficie, comparándolo con el blanco, se puede apreciar un color rosa. Podemos observar que en esta superficie no hay ninguna protuberancia, esto nos indica que todo el recubrimiento se aplicó de forma homogénea, pero se observa en la imagen en 3D (Ilustración 69-B) que hay partes en donde existe una mayor cantidad de recubrimiento, esto se atribuye a la aplicación del recubrimiento, ya que en la parte más gruesa del recubrimiento es donde se aplicó por más tiempo la capa del recubrimiento, se presenta el punto más alto en 10.66 μm .

PC2

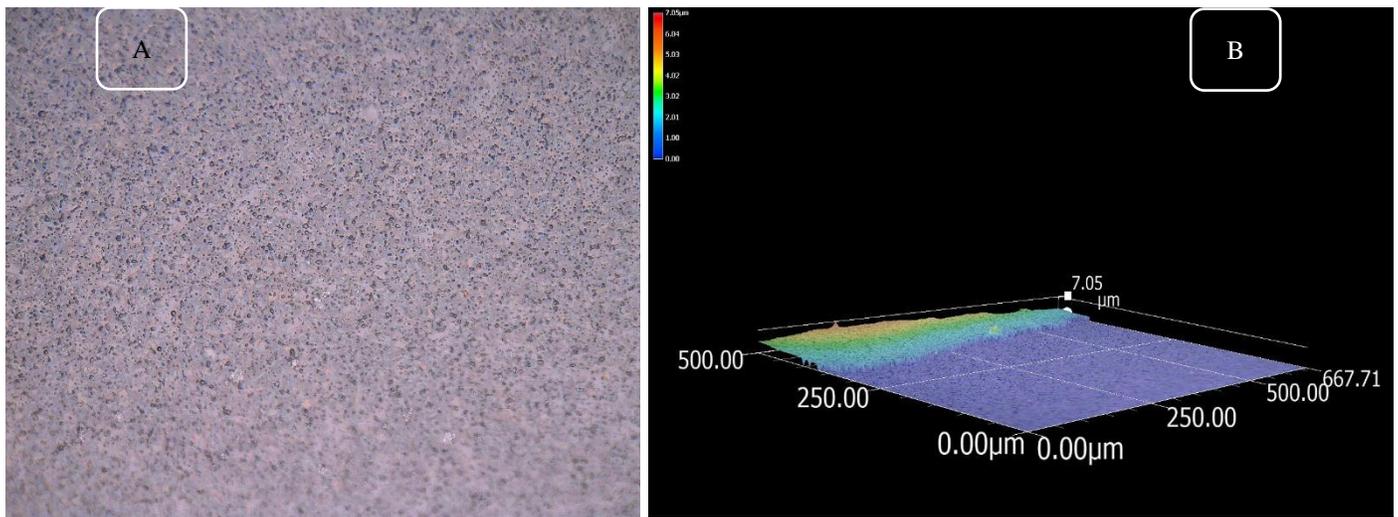


Ilustración 70. Micrografía de la superficie de la muestra PC-02 (A) y vista en 3D de la superficie (B).

En la Ilustración 70-A se observa el recubrimiento que se aplicó en la superficie del sustrato, se muestra que hay pequeños puntos negros distribuidos sobre toda la superficie, en la imagen 3D (Ilustración 70-B) podemos observar que la superficie esta lisa, ya que en esta muestra tampoco hay presencia de montes, solo se observa un cambio en la altura del recubrimiento, esto se atribuye a la forma de aplicación del recubrimiento. La altura máxima fue de 7.05 μm y se puede ver que la superficie es homogénea.

PC3

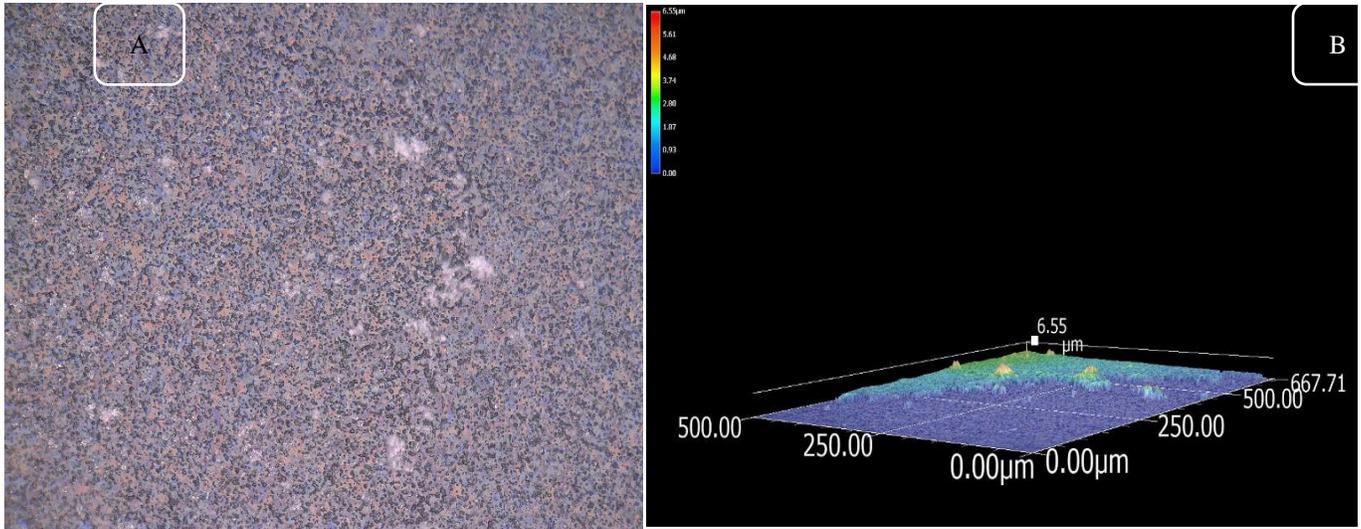


Ilustración 71. Micrografía de la superficie de la muestra PC-03 (A) y vista en 3D de la superficie (B).

La combinación de los dos precursores da resultados característicos en todas las muestras en las cuales se les aplico este recubrimiento, como lo es en este caso, podemos observar nuevamente en la Ilustración 71-A, que se observa un cambio de color en tono gris oscuro y con algunos puntos blancos, se nota la gran diferencia que existe con respecto al blanco; en la imagen en 3D (Ilustración- B) se ve que existen pequeños montes en la superficie, el más alto con un tamaño de 6.55 μm . También podemos observar que la superficie de este recubrimiento es homogénea.

PC4

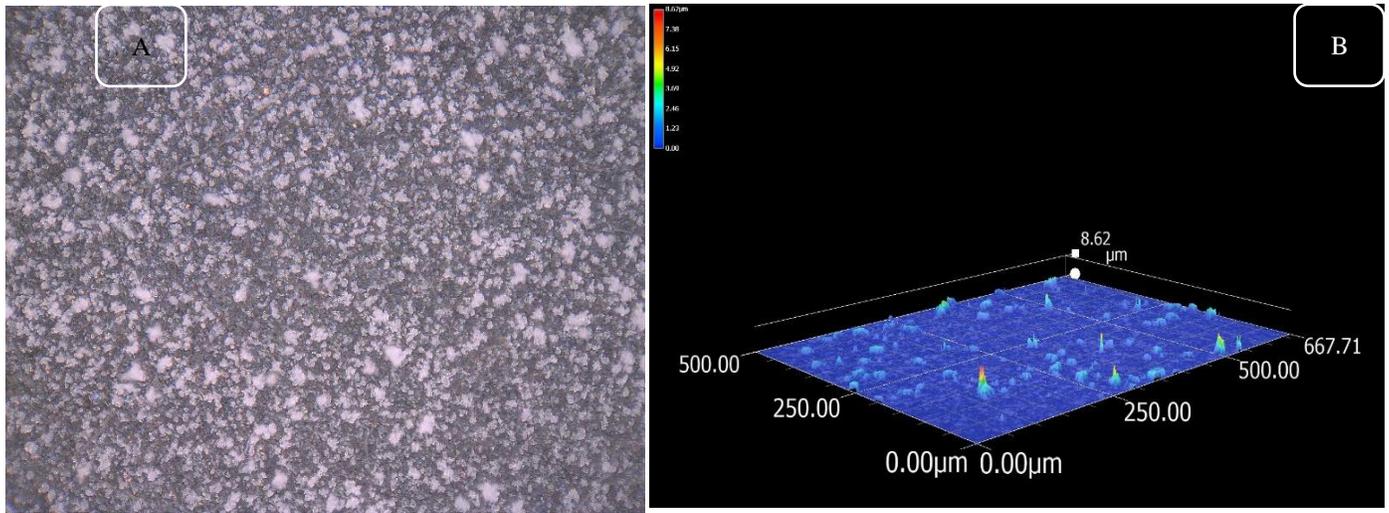


Ilustración 72. Micrografía de la superficie de la muestra PC-04 (A) y vista en 3D de la superficie (B).

En esta Ilustración 72-A se muestra el recubrimiento combinado con sílice y alúmina en alta concentración. Este presenta menos montes que los anteriores, sin embargo, están presentes en toda la superficie, pero en tamaños más pequeños, ya que el punto más alto que se encontró fue de 8.62 μm . El recubrimiento se puede ver en la Ilustración 72-A del tono característico de este tipo de recubrimiento que es de color gris oscuro y puntos blancos. Cuando se hace la comparación de las dos imágenes se observa que los montes y crestas son de los puntos blancos que se observan en la Ilustración 72-A.

3.1.3 Policarbonato Liso

BLANCO DE POLICARBONATO LISO

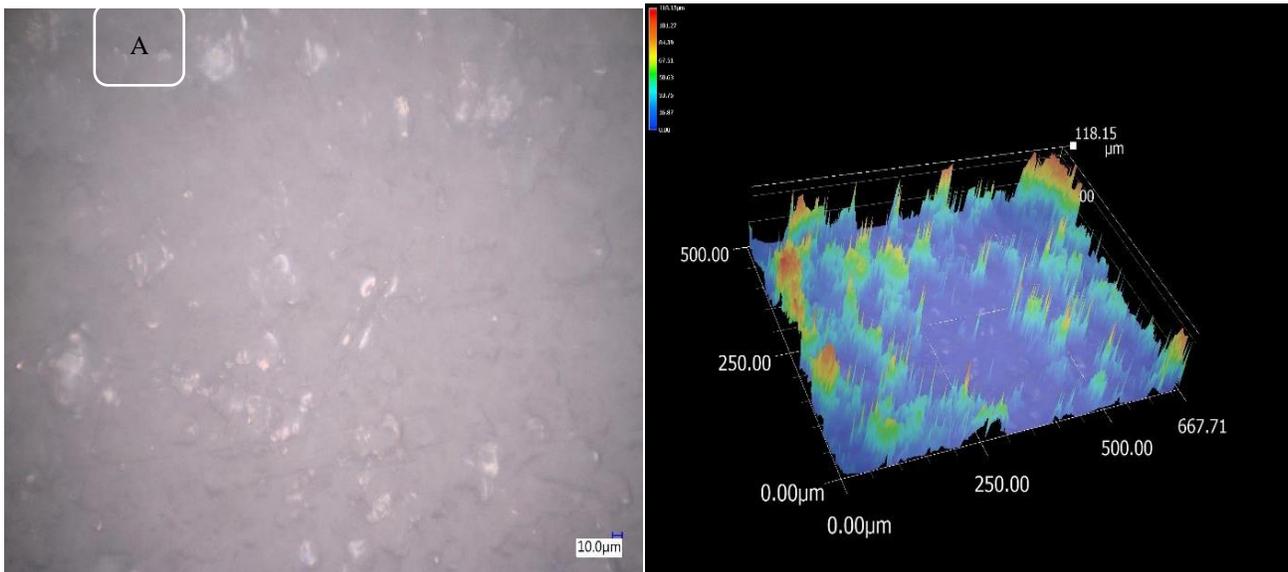


Ilustración 73. Micrografía de la superficie de la muestra BP (A) y vista en 3D de la superficie (B).

En la Ilustración 73-A podemos observar la superficie de la muestra en una escala de 10 μm, sin ningún tipo de recubrimiento; se puede ver que tiene un color aperlado y que se ven algunas manchas de un tono más brillante. En comparando con la Ilustración-B donde las partes que se ven más brillantes están representadas como las partes más altas de la superficie, la parte más alta es de 118.15 μm, se observa una superficie con demasiados valles y crestas por lo que no es homogénea.

P1

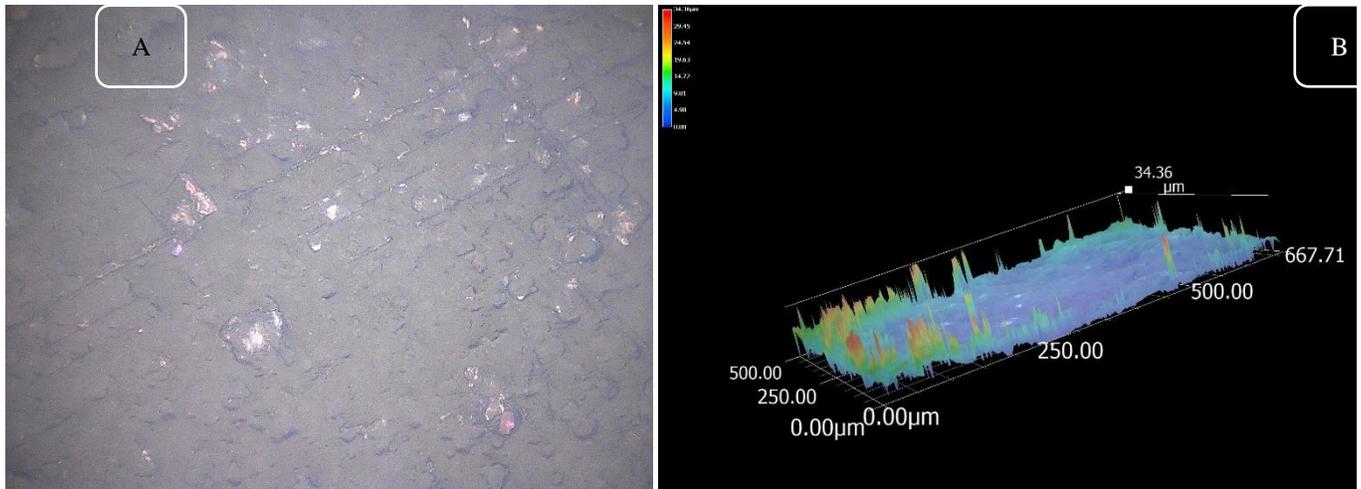


Ilustración 74. Micrografía de la superficie de la muestra P-01 (A) y vista en 3D de la superficie (B).

En la Ilustración 74-A se observa un pequeño cambio de color comparando con el blanco. En su imagen 3D (Ilustración 74-B) podemos ver que la superficie presenta valles y crestas en la orilla de la parte analizada, la parte más alta es de 34.36 μm , se observa una superficie en su mayoría homogénea.

P2

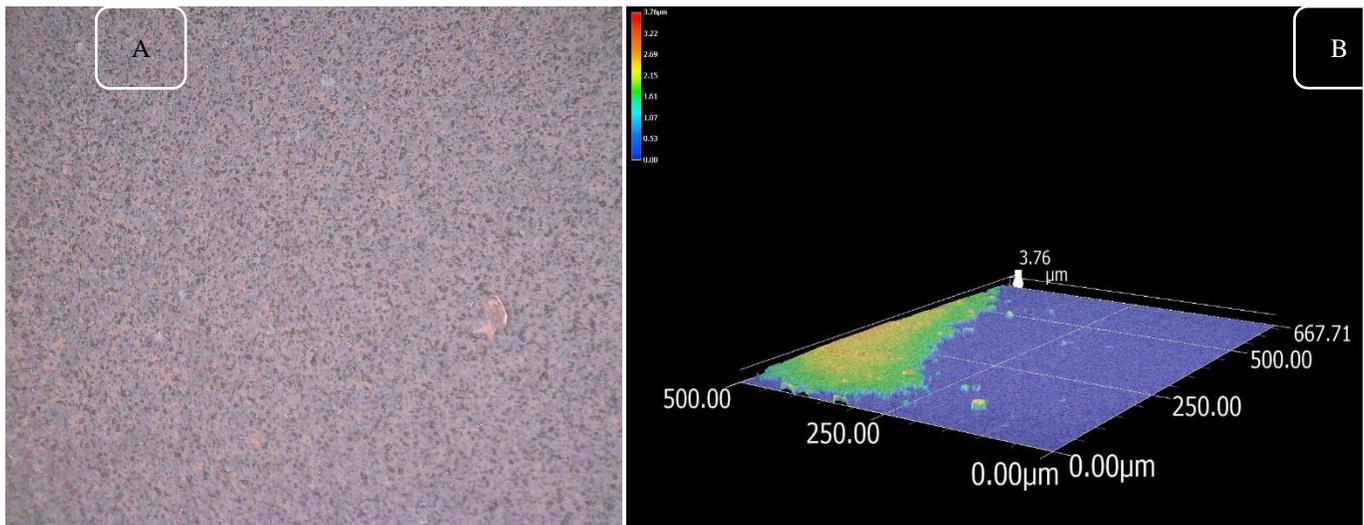


Ilustración 75 Micrografía de la superficie de la muestra P-02 (A) y vista en 3D de la superficie (B).

La Ilustración 75-A nos muestra la superficie recubierta con alúmina, se observa de un color grisáceo con puntos negros de tamaños muy diminutos. En la Ilustración 75-B se muestra la superficie en 3D, podemos observar que en su mayoría presenta una superficie bastante homogénea, ya que toda la parte de color azul es la que se observa en mayor cantidad en la muestra. Se observa una relevancia en la superficie que se muestra en color verde, pero no es de mucha altitud, ya que su altura máxima está en $3.76\ \mu\text{m}$, esto nos demuestra que es una superficie casi homogénea.

P3

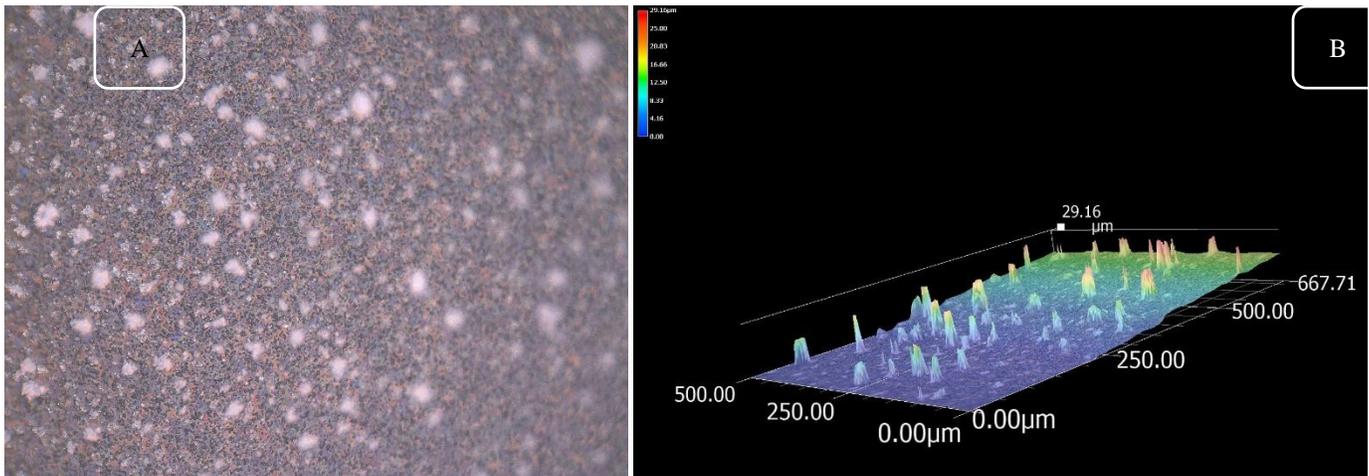


Ilustración 76. Micrografía de la superficie de la muestra P-03(A) y vista en 3D de la superficie (B).

La Ilustración 76-A nos muestra la superficie de la muestra donde se observa que hay algunos puntos más claros que el resto de la superficie; como en las muestras anteriores se observa similitud con la imagen 3D, en la Ilustración 76-B se observan crestas y montes distribuidos alrededor de toda la superficie analizada, el monte más alto que se presentó es los $29.16\ \mu\text{m}$, también se observa que hay un aumento de altura en la superficie que se observa en tonos verdes y amarillos.

P4

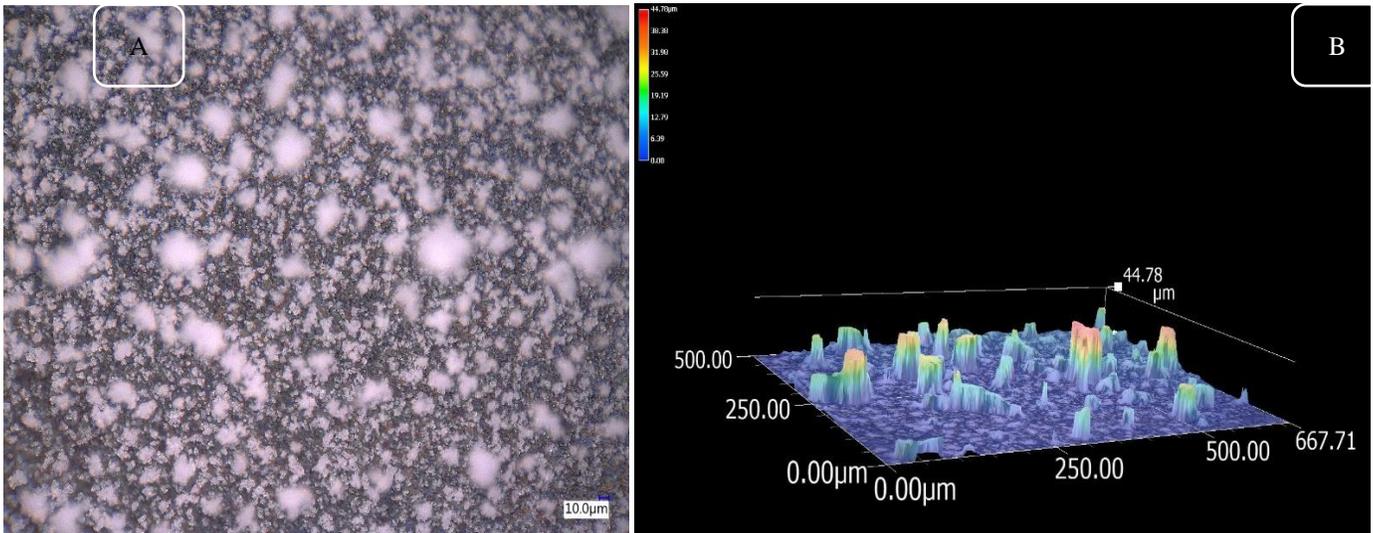


Ilustración 77. Micrografía de la superficie de la muestra P-04 (A) y vista en 3D de la superficie (B).

En la Ilustración 77-A podemos observar que, en la muestra, la parte mayoritaria de la superficie es de un color más claro que el resto de la superficie que se observa en un color gris oscuro, ya que se observan puntos más grandes que en la muestra anterior. En la Ilustración 77-B se muestra que en las superficies existen montes y crestas en todas las superficies, pero en esta ocasión son más grandes y anchos, la altura máxima de estos es de 44.78 μm, se puede ver claramente que no es una superficie homogénea a esta escala por las protuberancias que existen en la superficie.

3.2 Fluorescencia de Rayos X

Se realizó esta técnica de caracterización porque, debido a trabajos anteriores, se tenía la hipótesis de que existía la presencia de carbono en el recubrimiento de SiO₂ aplicado por el Plasma Plus. Por lo tanto, se verificó que exista la presencia de C, para ello se realizaron tres muestras con una capa de sílice bastante gruesa, una muestra de policarbonato una de cobre y otra de aluminio. Las tres muestras se analizaron en el equipo de FRX y los resultados fueron los siguientes.

3.2.1 Policarbonato

Tabla 3. Resultados obtenidos en el análisis de RXF para el recubrimiento de sílice sobre policarbonato.

Elemento	Línea	Ángulo	Total (kcps)	Net (kcps)	BG (kcps)
Si	Si Ka	108.9	172.340	171.815	0.525
O	O Ka	133.1	2.523	2.079	0.443
C	C Ka	32.2	2.599	2.307	0.293

En la Tabla 3 podemos observar los resultados cuantitativos que arrojó el equipo para la muestra de policarbonato. Se observa que, si existe una cantidad pequeña de carbono (Ilustración 78), por lo que esto confirma la hipótesis que se tenía. De igual forma podemos observar que el elemento que está presente en mayor cantidad es el Silicio.

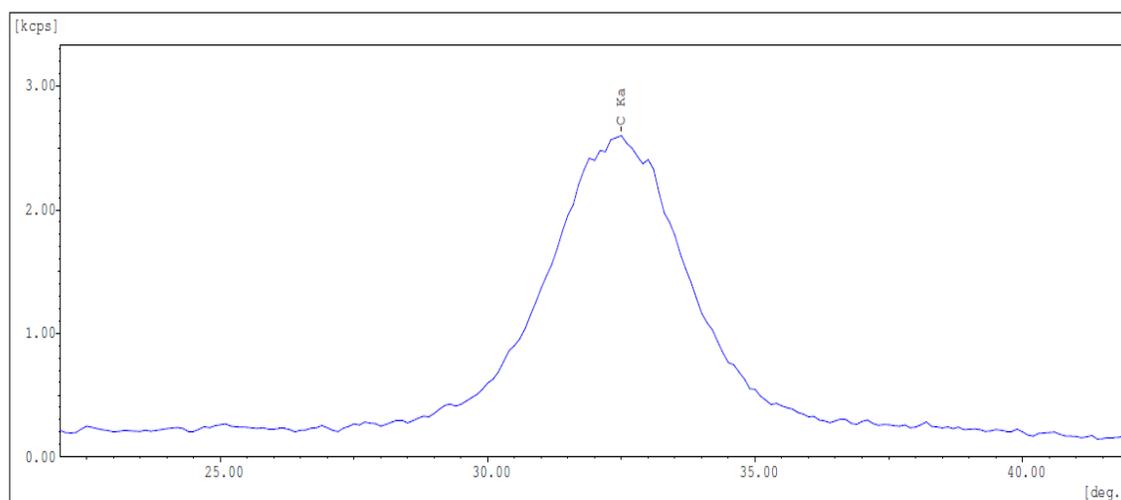


Ilustración 78. Gráfica obtenida de la señal de carbono presente en la muestra.

3.2.2 Vidrio

Tabla 4. Elementos obtenidos en recubrimiento de sílice aplicado sobre Vidrio.

Elemento	Línea	Ángulo	Total (kcps)	Net (kcps)	BG (kcps)
Si	Si Ka	108.9	234.938	234.253	0.685
O	O Ka	133.1	2.811	2.306	0.505
C	C Ka	32.2	1.569	1.329	0.239

Para la muestra de vidrio podemos observar la misma tendencia que en la muestra anterior, el carbono es el elemento que presenta en menor cantidad en la muestra, seguido del oxígeno que presenta una cantidad total baja y el silicio con la mayor cantidad del elemento en esta muestra.

El recubrimiento que se le aplico a estas muestras está compuesto de óxido de silicio (SiO_2), se tenía la hipótesis de que existía carbono en nuestro recubrimiento, lo cual se comprobó gracias a la caracterización XRF, esto es atribuido al precursor con el que trabaja el equipo de plasma, el cual es un compuesto orgánico con base de silicio (HDMSO), al romper los enlaces por medio del plasma se vuelven a enlazar elementos de carbono entre sí mismos, depositándose en el recubrimiento de sílice, por ello podemos encontrar presencia de carbono en los recubrimientos.

3.3 Ángulo de contacto

3.3.1 Aguas

La finalidad era crear superficies superhidrofóbicas con sílice y alúmina, para conocer si los recubrimientos que se realizaron lograron su finalidad, se realizaron las pruebas de ángulo de contacto.

A las mismas muestras que se observaron en el microscopio digital, se realizó ángulo de contacto.

Los resultados fueron los siguientes (Tabla 5)

Tabla 5. Resultados obtenidos en la prueba de ángulo de contacto

Muestra	Ángulo (Θ)	Condición
BV-01	41.1	Hidrofílico
V-01	133.1	Superhidrofóbico
V-02	41.6	Hidrofílico
V-03	99.0	Hidrofóbico
V-04	151.7	Superhidrofóbico
BP-02	79.1	Hidrofílico
P-01	93.8	Hidrofóbico
P-02	41.3	Hidrofílico
P-03	98.6	Hidrofóbico
P-04	132.9	Superhidrofóbico
BPC-03	63.7	Hidrofílico
PC-01	78.9	Hidrofílico
PC-02	30.7	Hidrofílico
PC-03	89.3	Hidrofóbico
PC-04	124.8	Superhidrofóbico

En la Tabla 5 podemos observar todos los ángulos de contacto que se obtuvieron en las pruebas finales; las muestras V-01, V-04, P-04 y PC-04, fueron las únicas que presentaron la

propiedad de superhidrofobicidad, esto es atribuido al recubrimiento que se le aplico, ya que estas muestras son las que su recubrimiento contiene alúmina y sílice en alta concentración, por lo que estas condiciones son las que ayudaron a crear esta propiedad en conjunto con la técnica APPJ.

Estos resultados se atribuyen a que el recubrimiento característico que se les aplico (sílice y alúmina) les dio la propiedad que presentan, ya que fueron las únicas muestras que presentaron estas características, la combinación de sílice con alúmina en alta concentración fue lo que ayudo a cambiar sus propiedades de la muestra.

El tamaño de la gota que se cae del equipo de ángulo tiene un volumen de 10 microlitros.

En la Ilustración 79 se observan las imágenes obtenidas en la prueba de ángulo de contacto para las muestras de vidrio.

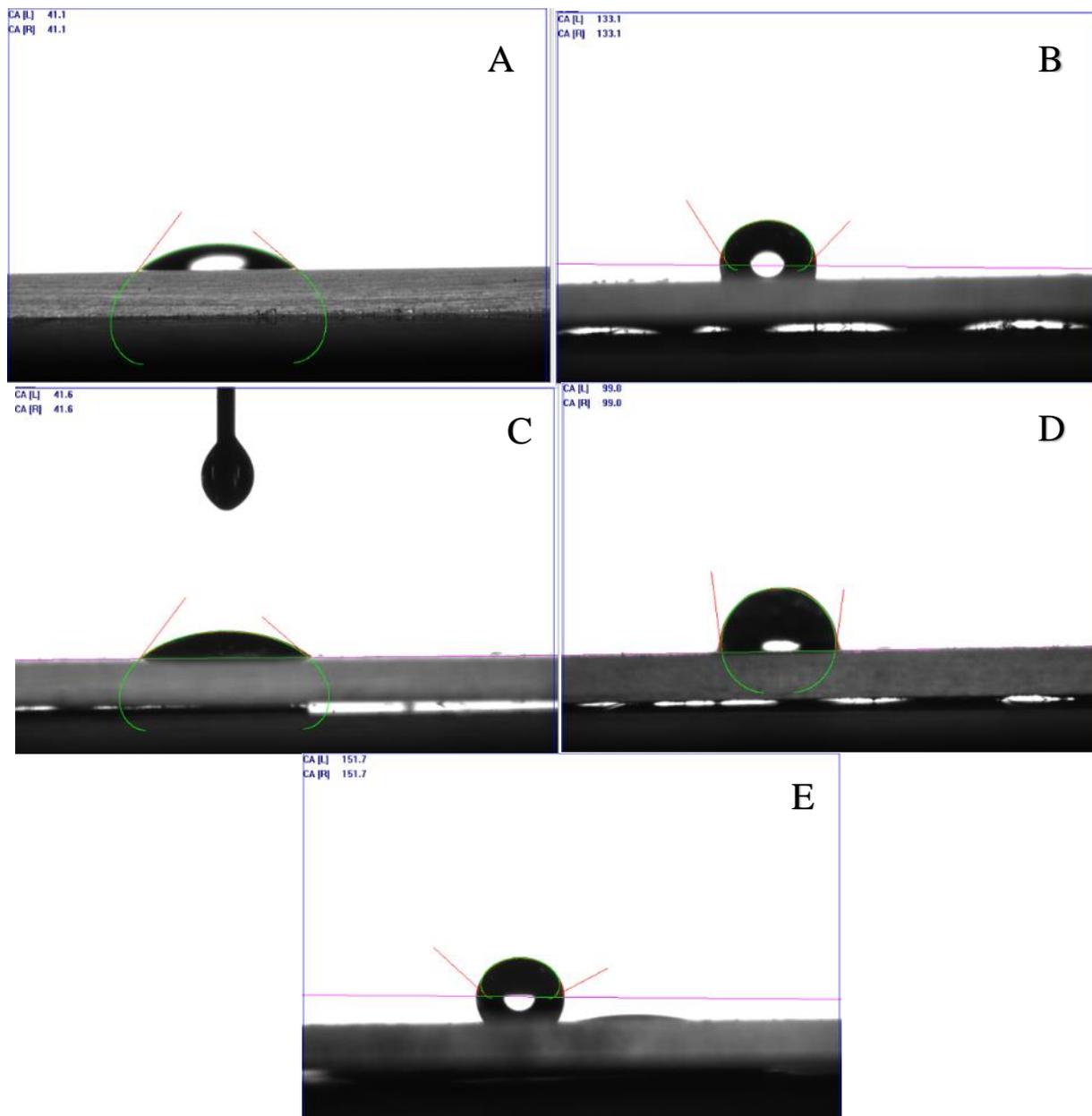


Ilustración 79. Ángulos de contacto obtenidos en las muestras de vidrio. A) Blanco, B) V-01, C) V-02, D) V-03, E) V-04.

En las Ilustraciones que se tomaron del ángulo de contacto sobre las muestras de vidrio, se puede observar cómo cambia en gran medida el tamaño de la gota; el blanco es el que presenta el ángulo menor como se observa en la Ilustración 79-A, y la muestras que presentan las propiedades superhidrofóbicas es la muestra con el recubrimiento de sílice combinado con alúmina en alta concentración (Ilustración 79-E, y con el recubrimiento de sílice como

se observa en la Ilustración 79-B, el recubrimiento de alúmina (Ilustración 79-C no presento ningún cambio ya que su ángulo de contacto es muy similar al del blanco y el recubrimiento de alúmina y sílice en baja concentración (Ilustración 79-D) presento un ángulo hidrofóbico sin embargo no era lo que se deseaba obtener.

La Ilustración 80 presenta las imágenes obtenidas en las pruebas de ángulo de contacto para los sustratos de policarbonato monolítico.

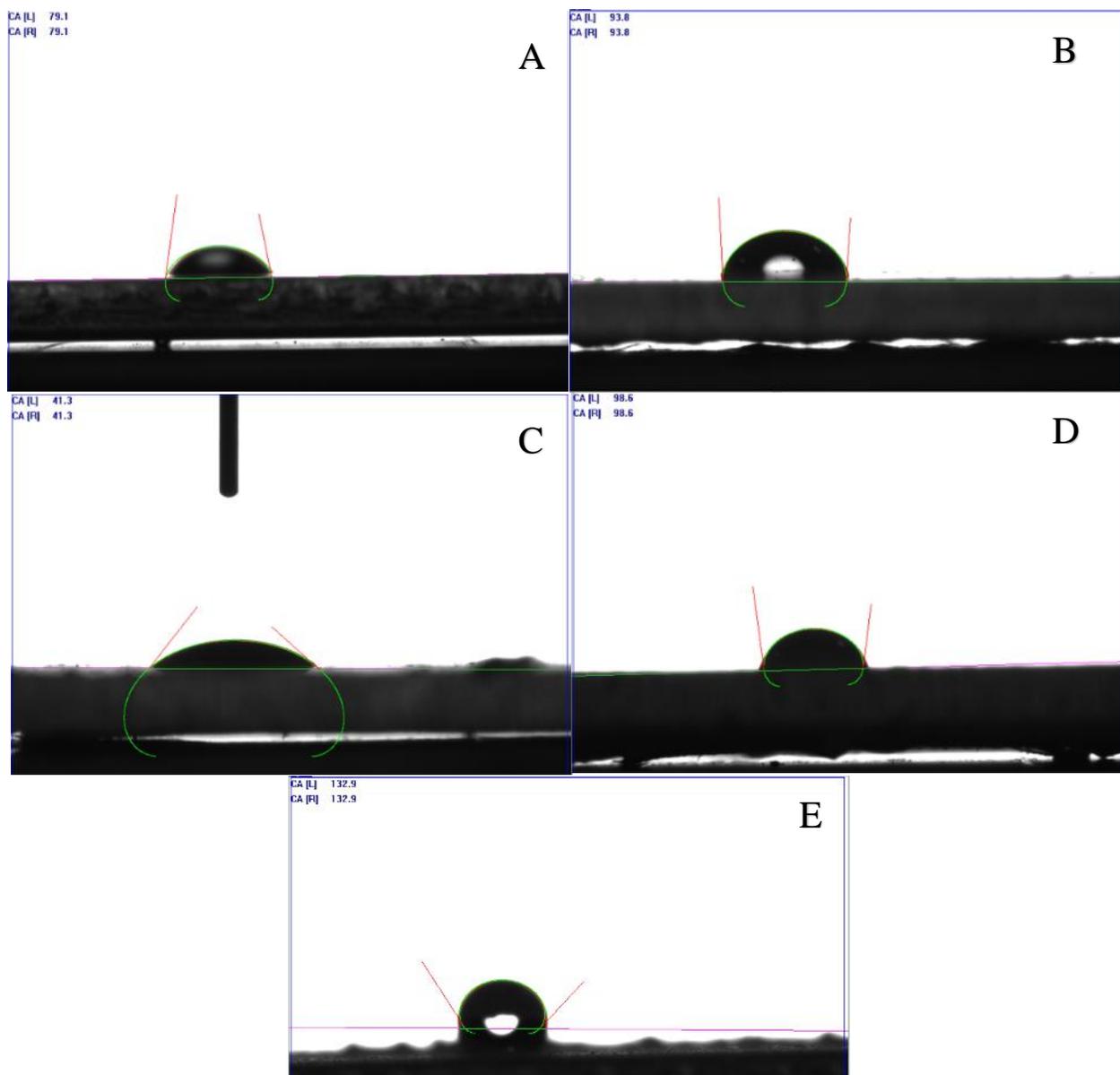


Ilustración 80. Ángulos de contacto obtenidos en las muestras de policarbonato monolítico. A) Blanco, B) P-01, C) P-02, D) P-03, E) P-04.

Podemos observar que en la Ilustración 80-C se muestra la imagen con menor ángulo de contacto, que fue la recubierta con alúmina, incluso tuvo un ángulo menor que el de su blanco Ilustración 80-A, las muestras B y D presentan únicamente propiedades hidrofóbicas. La

única muestra de policarbonato monolítico que presento superhidrofobicidad fue la de sílice con alúmina en alta concentración (igual que en el caso anterior) como se observa en la Ilustración 80-E.

En la Ilustración 81 se observan los ángulos de contacto obtenidos en las pruebas para los sustratos de policarbonato celular.

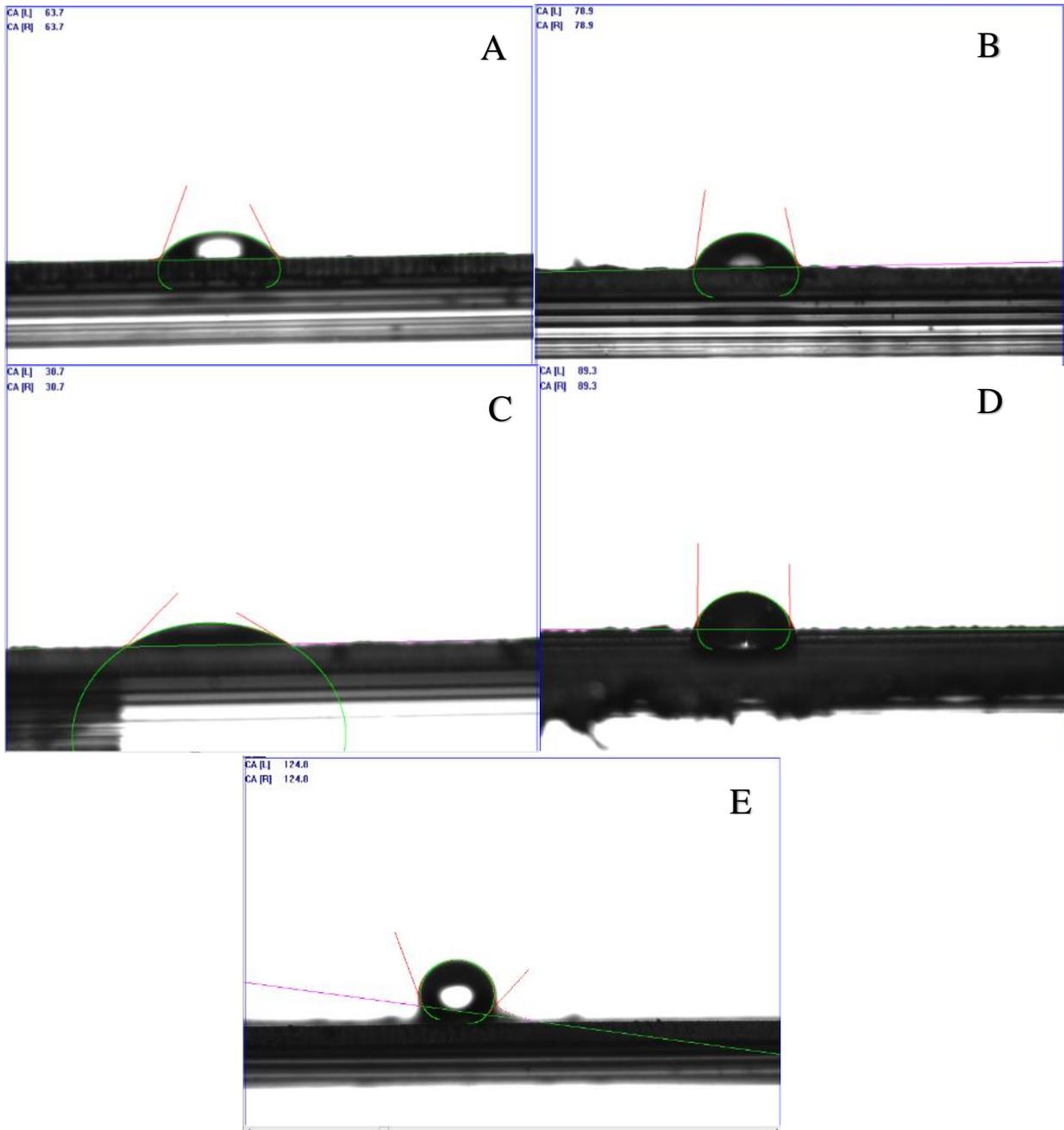


Ilustración 81. Ángulos de contacto obtenidos en las muestras de policarbonato monolítico. A) Blanco, B) PC-01, C) PC-02, D) PC-03, E) PC-04.

En la Ilustración 81 (A, B y C), los sustratos de policarbonato celular presentan propiedades hidrofílicas, la muestra que se recubrió con alúmina (Ilustración 81-C) se volvió hidrofílico, con un ángulo de contacto incluso menor que la del blanco (Ilustración 81-A), no era lo que se buscaba, pero es otro resultado relevante. La muestra que se observa en la Ilustración 81-D) presenta condiciones hidrofóbicas, mientras que la última muestra (Ilustración 81-E) presenta propiedades superhidrofóbicas, esto es atribuido por el recubrimiento que se le realizó, ya que al igual que en todos los sustratos anteriores, el recubrimiento con sílice y alúmina en alta concentración fue el que logro presentar las características que se buscaban obtener.

3.3.2 Aceite

Para poder hacer una comparación entre dos líquidos de diferente polaridad, se realizó el análisis de ángulo de contacto con otro líquido, que en este caso fue aceite.

Se realizó la prueba a las muestras con resultados superhidrofóbicos (V-04, P-04 y PC-04). Los resultados se observan en la Ilustración 82.

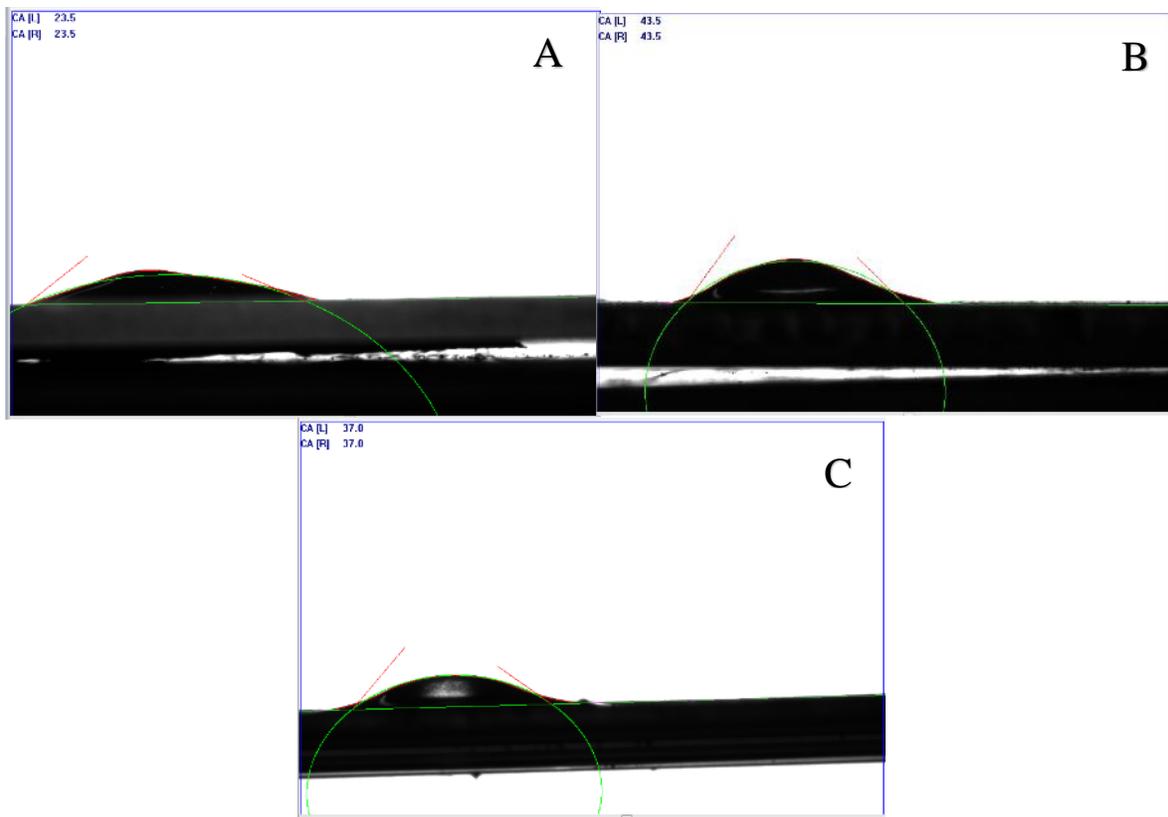


Ilustración 82. Ángulos de contacto con aceite, obtenidos para las muestras con resultados superhidrofóbicas

Los valores obtenidos se muestran en la Tabla 6.

Tabla 6. Resultados de las pruebas de ángulo de contacto con aceite.

Muestra	Recubrimiento	Ángulo (Θ)
V-01	Sílice	50.2
V-04	Sílice + Alúmina alta concentración	23.5
P-04	Sílice + Alúmina alta concentración	43.5
PC-04	Sílice + Alúmina alta concentración	37.0

Como se observa en la Ilustración 82 al hacer la prueba con aceite, los ángulos que se obtienen son demasiado pequeños, con ello podemos atribuir que las propiedades del recubrimiento solo sirven para el agua. Y que con el aceite solo se obtiene propiedades oleofílicas.

En la Ilustración 83 observamos una comparación de los ángulos de contacto realizados con agua y con aceite.

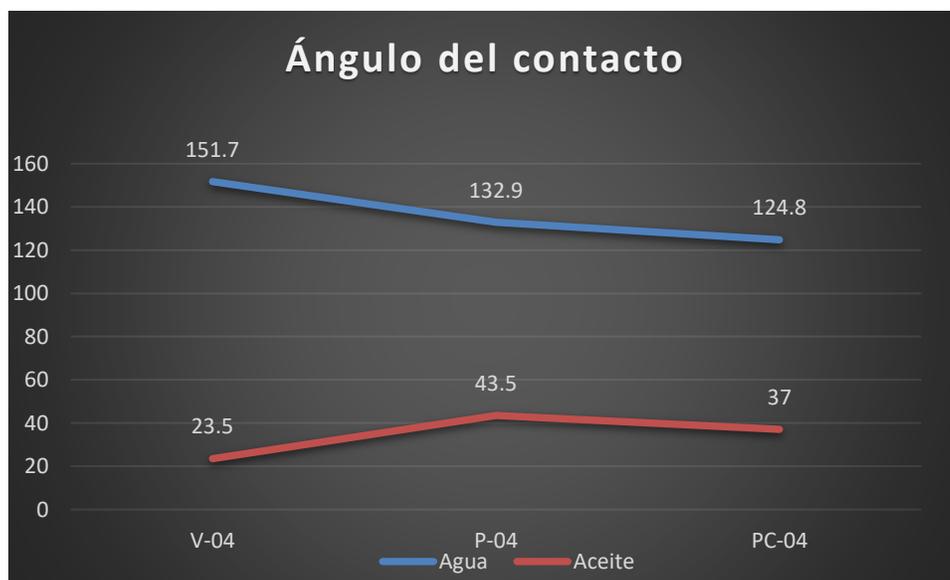


Ilustración 83. Gráfica de comparación entre ángulos de contacto con agua y aceite.

Podemos observar en la Ilustración 83, que no hay similitud en estos ángulos. Mientras que los ángulos del agua fueron muy altos, con el aceite pasa lo contrario, los ángulos que se obtuvieron son muy pequeños. Con esto demostramos que los recubrimientos solo presentan propiedades superhidrofóbicas.

3.4 Microscopio Electrónico de Barrido con detector EDS

Se analizaron 8 muestras representativas en MEB-EDS las cuales se representarán en la Tabla 7 y posteriormente se analizarán las micrografías obtenidas.

Tabla 7. Muestras analizadas por MEB-EDS, con especificaciones correspondientes.

Nomenclatura	Sustrato	Recubrimiento
F-S1	Vidrio	SiO ₂
F-A1	Vidrio	Al ₂ O ₃
F-SAC1	Vidrio	SiO ₂ + Al ₂ O ₃ alta concentración
F-S2	Policarbonato monolítico	SiO ₂
F-SA2	Policarbonato monolítico	SiO ₂ + Al ₂ O ₃ baja concentración
F-SAC2	Policarbonato monolítico	SiO ₂ + Al ₂ O ₃ alta concentración
F-A3	Policarbonato celular	Al ₂ O ₃
F-SAC3	Policarbonato celular	SiO ₂ + Al ₂ O ₃ alta concentración

3.4.1 Recubrimientos en vidrio

En la Ilustración 84 se observa las micrografías obtenidas por MEB para la muestra V-01.

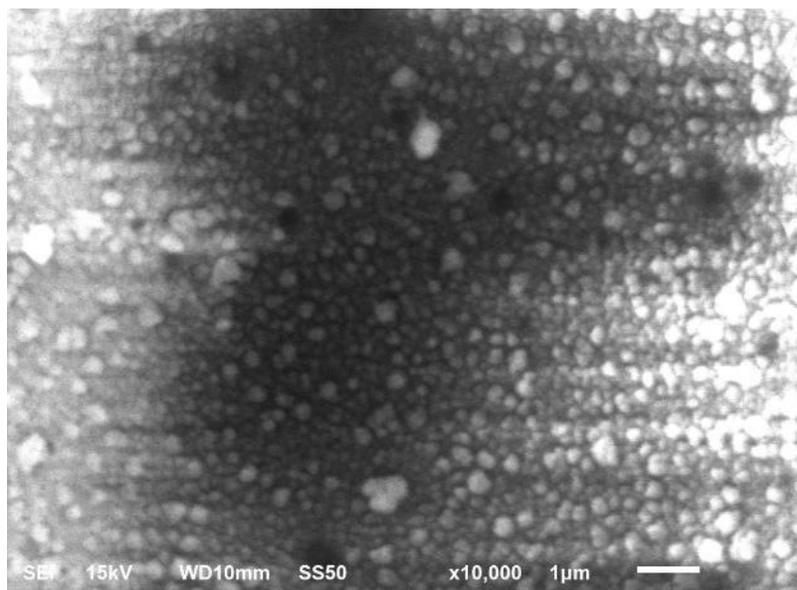


Ilustración 84. Micrografía obtenida por MEB para la muestra V-01, realizada a 10000x

En la micrografía (Ilus 84) de la muestra F-S1 a 10000 aumentos, podemos observar que las partículas de sílice presentan una morfología esférica de tamaños muy pequeños, aproximadamente de 200 a 400 nm, también se puede observar en la Figura 102 que estas partículas se encuentran dispersas en toda la superficie analizada, en algunas partes se puede observar una mayor aglomeración de las partículas ya que se observan puntos más brillosos y grandes que los demás. De acuerdo con su morfología podemos atribuir la propiedad superhidrofóbica que presenta a que la forma esférica de las partículas no permite el anclaje de las partículas de agua.

En el análisis por EDS, se obtuvieron los siguientes resultados de la composición del recubrimiento de la muestra F-S1 como se muestra en la Tabla 8.

Tabla 8. Composición cuantitativa de los elementos presentes en la muestra V-01.

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	39.90	46.52	55.60	6.16
Si	14	K-series	27.14	31.65	21.55	1.20
C	6	K-series	6.81	7.94	12.64	2.35
Na	11	K-series	6.81	7.94	6.60	0.51
Ca	20	K-series	2.79	3.25	1.55	0.17
Mg	12	K-series	1.71	1.99	1.57	0.15
Al	13	K-series	0.61	0.71	0.50	0.08
Total:			85.76	100.00	100.00	

Desafortunadamente, como se puede observar en la Tabla 8 se encontraron elementos que la muestra no debería tener, los cuales son Ca, Na, Al, Mg, esto se atribuye a que existió una contaminación en la muestra, debido a que se trabaja a presión atmosférica, el polvo no se pudo eliminar completamente, esto minerales que aparecen suelen estar en la tierra, por ello, se atribuye su presencia en la muestra. Sin embargo, podemos observar la presencia de los elementos que queríamos obtener, que es Si y O. el elemento de oxígeno es el que presenta la mayor cantidad de este elemento reflejado en el análisis EDS para esta muestra.

En la Ilustración 85 se observa el mapeo realizado a la muestra V-01 y se obtuvieron los resultados siguientes.

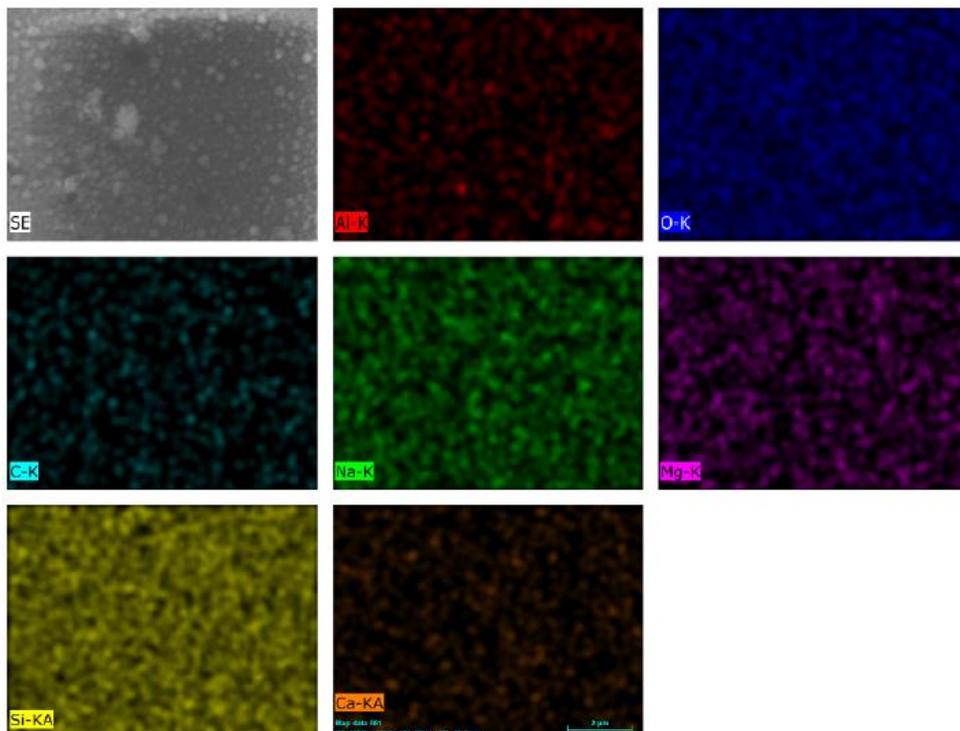


Ilustración 85. Mapeo composicional a 13000x, obtenidos en la muestra V-01.

Como podemos ver en la Ilustración 85 se sigue observando la presencia de los elementos que contaminaron la muestra. Sin embargo, los elementos que se querían encontrar están presentes en la muestra, en una cantidad mayor. El mapeo se realizó a 13000 aumentos. En la Ilustración 86 se observa la micrografía de la muestra V-02 obtenida por MEB.

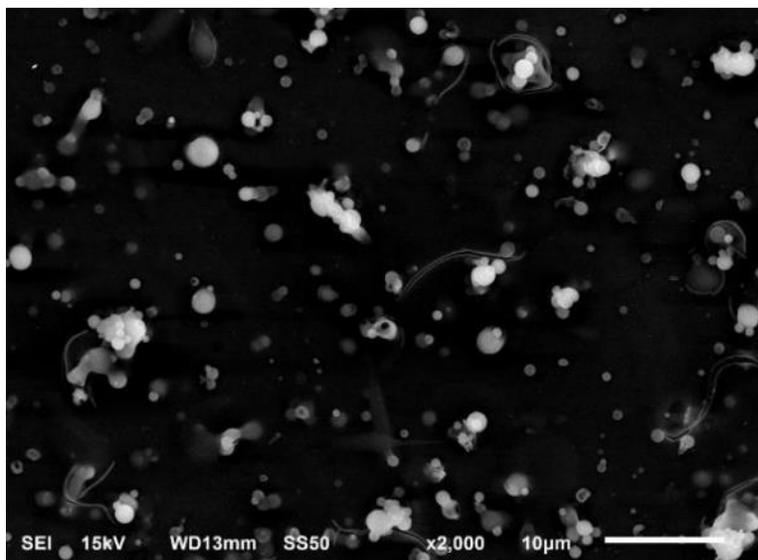


Ilustración 86. Micrografía obtenida por MEB para la muestra V-02, realizada a 2000x.

Como se observa en la Ilustración 86 las partículas se encuentran dispersas en la superficie, su distancia es grande, y los aglomerados que se logran ver son pequeños, la morfología de las partículas es esféricas, con tamaños de 700 hasta 2000 nm. Podemos atribuir que la muestra F-A1 no presento propiedades hidrofóbicas debía a que sus partículas se encuentran bastante separadas en la superficie.

En la Ilustración 87 se muestra el análisis por EDS que se le realizó a la muestra V-02. Presentando el mapeo de la muestra analizada.

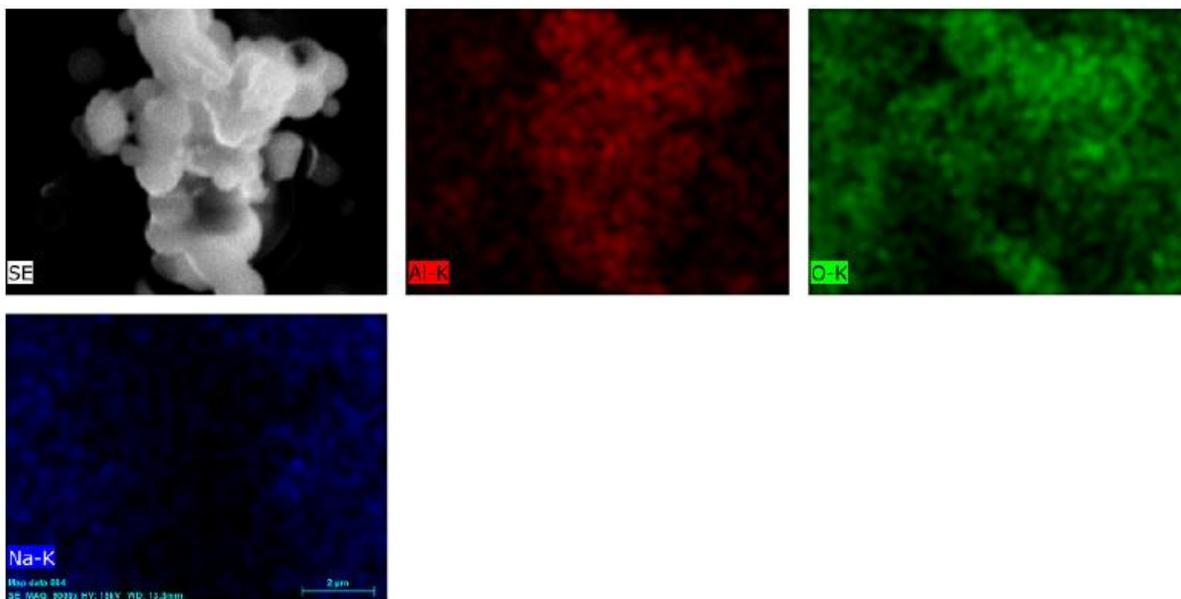


Ilustración 87. Mapeo composicional obtenido a 9000x, para la muestra V-02.

En este mapeo realizado a 9000x, podemos observar que la muestra presenta contaminación de Na, lo cual podemos atribuir al polvo que se pudo haber depositado en el sustrato. Sin embargo, se observa con claridad la presencia de Al y O en las partículas analizadas, lo que nos ayuda comprobar que tenemos un recubrimiento de alúmina presente en la muestra, y que el sodio se ve fuera de la parte donde están las partículas.

La Ilustración 88 nos muestra la micrografía obtenida por MEB de la muestra V-04.

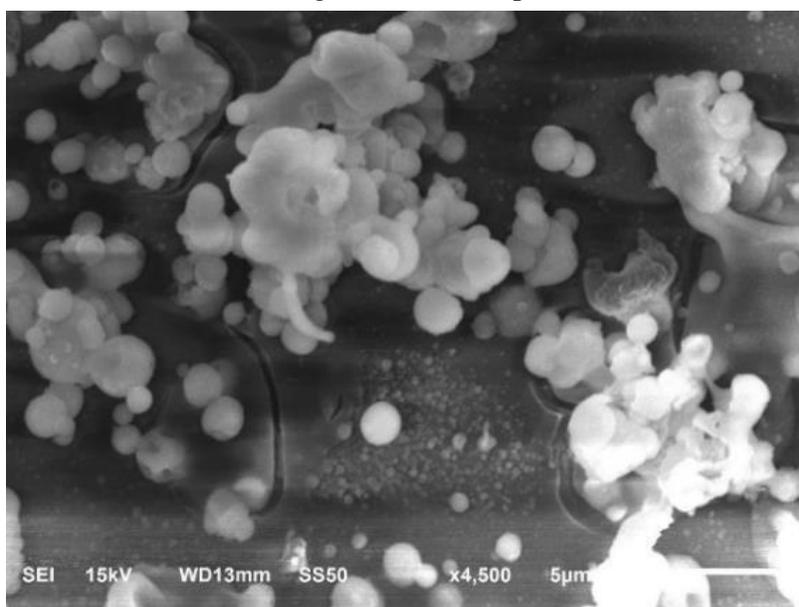


Ilustración 88. Micrografía obtenida por MEB para la muestra V-04, realizada a 4500x.

En la Ilustración 88 se puede ver la micrografía a 4500 aumentos, donde se observan aglomerados muy grandes de partículas, lo cual se le atribuye a que fue una muestra con mayores capas de recubrimiento, por lo que permito más dispersión de partículas hacia el sustrato, la morfología se presenta nuevamente esférica. Si observamos con detalle se observan esferas más pequeñas en la parte inferior central de la figura, estas esferas de menor tamaño son atribuida al recubrimiento de sílice, ya que en micrografías anteriores los recubrimientos de sílice se muestran de esta forma. Por estas características físicas de las partículas es que se le atribuye las propiedades superhidrofóbica que presento la muestra. V-04.

Podemos observar en la Tabla 9, el análisis puntual EDS que se le realizó a la muestra V-04.

Tabla 9. Composición cuantitativa de los elementos presentes en la muestra V-04.

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	46.29	52.26	59.76	6.70
Si	14	K-series	23.69	26.74	17.42	1.05
C	6	K-series	8.49	9.59	14.60	2.55
Al	13	K-series	6.20	7.00	4.74	0.35
Na	11	K-series	3.07	3.47	2.76	0.26
Mg	12	K-series	0.83	0.94	0.71	0.10
Total:			88.57	100.00	100.00	

Se presentó contaminación en la muestra, como se muestra en la Tabla 9 esto, como se mencionó anteriormente es debido a que se trabaja a presión atmosférica y el polvo del ambiente contiene estos elementos (Na y Mg) que serán tomados como contaminantes, los elementos que nos interesan (Si, Al, O), están presentes en la muestra; los elementos que se presentan en mayor cantidad son silicio y oxígeno.

En la Ilustración 89 se muestra el mapeo de la muestra V-04.

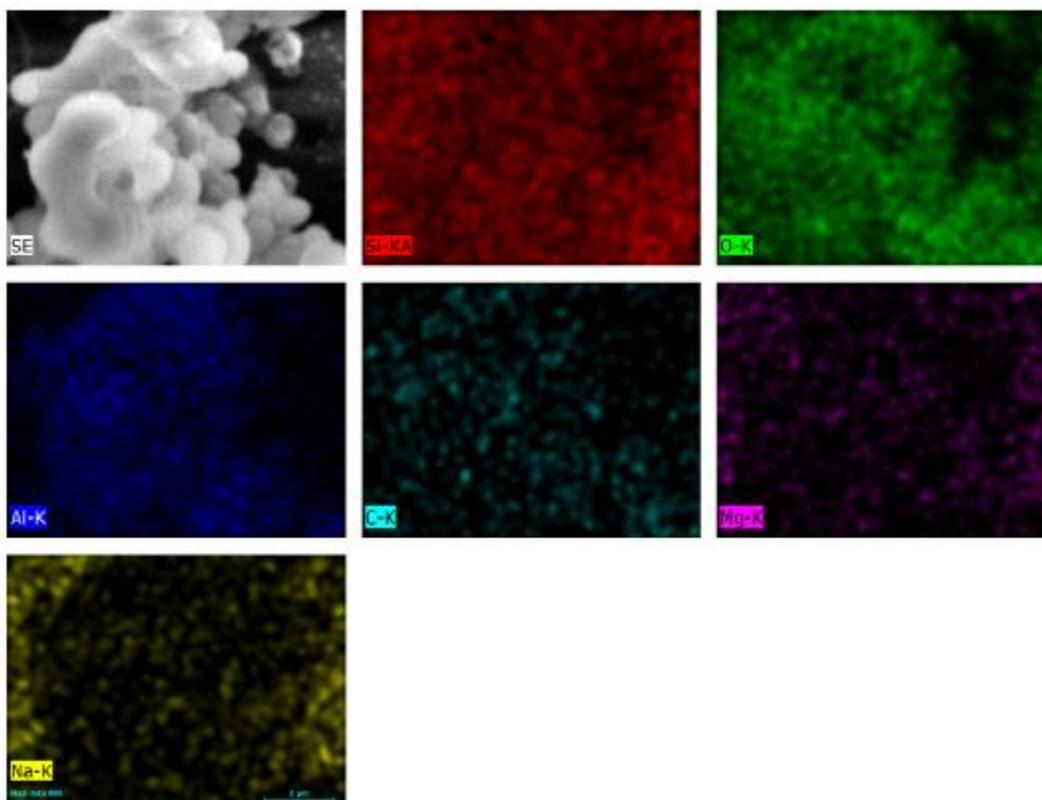


Ilustración 89. Mapeo composicional obtenido a 10000x, para la muestra V-04.

Podemos observar la micrografía a 10000x en la Ilustración 89, nos muestra los elementos presentes en la muestra; se observan los elementos contaminantes (Na, Mg y C) que son atribuidos a la contaminación del ambiente que fue depositado en forma de polvo en el recubrimiento. Para los elementos que nos interesan, que son Si, Al y O, podemos ver que el mapeo muestra que están presentes en la mayor parte de la superficie de la muestra analizada, lo que nos ayuda a comprobar que se hizo un recubrimiento efectivo de estos elementos. El silicio se puede ver en toda la superficie analizada, ya que como se mencionó anteriormente se atribuye las partículas más pequeñas al silicio, para la alúmina, se observa que tiene la forma particular con la que se observa en la micrografía con la que se analizó.

3.4.2 Recubrimiento en policarbonato monolítico

En la Ilustración 90 podemos observar la micrografía de MEB obtenidas de la muestra P-04.

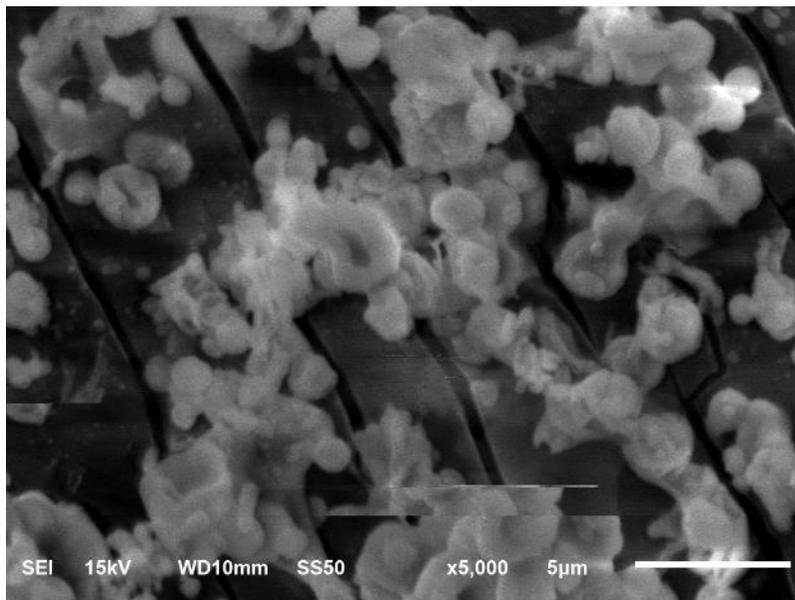


Ilustración 90. Micrografía obtenida por MEB para la muestra P-04, realizada a 5000x.

En la Ilustración 90, se muestra la micrografía a 5000 aumentos, donde se puede observar que la combinación de sílice con alúmina en alta concentración crea una morfología diferente. Algunas partículas presentan una forma de dona, aunque sigue existiendo la presencia de partículas con forma de esferas, las partículas son de un tamaño más grande que de las muestras analizadas anteriormente, estas partículas presentan tamaños de 1.5 μm aproximadamente. Se observan grietas en la superficie, esto se atribuye a la aplicación el recubrimiento, esto debido a la energía y temperatura del plasma, y que este material no lo resiste; aunque a simple vista no se ve, a esta escala se hace visible, sin embargo, eso no afecto las propiedades superhidrofóbica que presento esta muestra.

En el análisis por EDS, se obtuvieron los siguientes resultados (Tabla 10) de la composición del recubrimiento de la muestra P-04.

Tabla 10. Composición cuantitativa de los elementos presentes en la muestra P-04.

El AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8 K-series	33.39	50.14	54.30	5.83
Si	14 K-series	16.08	24.15	14.90	0.76
C	6 K-series	11.89	17.86	25.76	3.73
Al	13 K-series	5.23	7.86	5.04	0.32
Total:		66.60	100.00	100.00	

Se observa en la Tabla 10 los elementos existentes en la muestra; existe la presencia de Al, Si, O, C. esta muestra se recubrió de alúmina con sílice, por lo que los elementos que se observan son los correctos y, el elemento con mayor cantidad es el oxígeno, esto se atribuye a la aplicación de los precursores ya que los dos contienen oxígeno. La presencia de carbono que se observa se atribuye al sustrato que se utilizó en esta prueba que es policarbonato, y también como se había presentado anteriormente en este trabajo por medio de XRF, se comprobó la presencia de carbono en el recubrimiento de sílice.

El mapeo de esta muestra se muestra en la Ilustración 91, donde se observa la presencia de los elementos en la micrografía de la muestra.

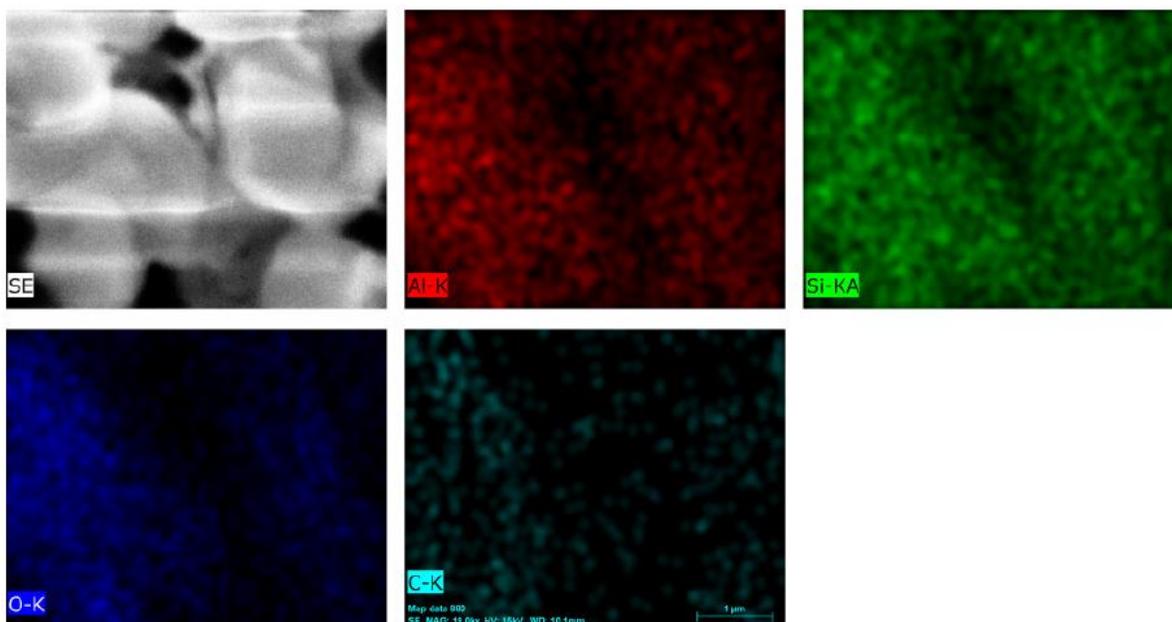


Ilustración 91. Mapeo composicional obtenido a 19000x, para la muestra P-04

Como podemos observar en la Ilustración 91 se muestra la composición del recubrimiento de la muestra. La micrografía está a 19000x y en ella podemos observar que en toda esa superficie hay presencia de Al, Si, O y C y que presenta una concentración alta de estos elementos.

En la Ilustración 92 podemos observar la morfología obtenida por MEB para la muestra P-03.

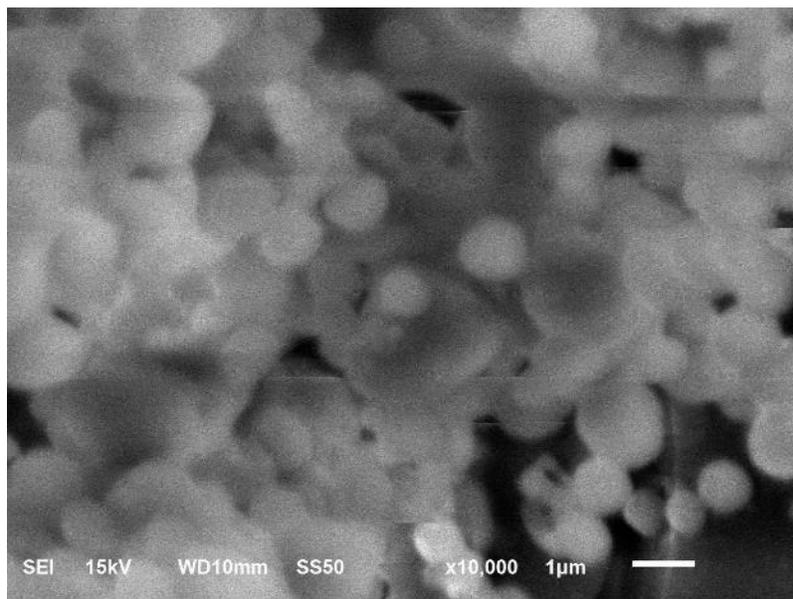


Ilustración 92. Micrografía obtenida por MEB para la muestra P-03, realizada a 10000x.

Se puede observar la micrografía a 10000 aumentos en la Ilustración 92, donde la morfología que presenta este recubrimiento son partículas esféricas de tamaños diversos que van desde 200 a 1500 nm, los aglomerados de partículas se observan muy dispersos esto se atribuye a que fue un recubrimiento con baja concentración de partículas. Se puede observar un agrietamiento en la parte inferior, debido a que el material recubierto fue policarbonato y este material no soporta la temperatura como la que trabaja el plasma.

En el análisis por EDS, se obtuvieron los siguientes resultados de la composición del recubrimiento de la muestra F-SA2 que se observan en la Tabla 11.

Tabla 11. Composición cuantitativa de los elementos presentes en la muestra P-03.

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	45.81	54.44	59.48	7.39
Si	14	K-series	16.55	19.67	12.24	0.78
C	6	K-series	11.99	14.25	20.74	3.76
Al	13	K-series	9.79	11.63	7.54	0.54
Total:			84.14	100.00	100.00	

En la Tabla 11 podemos observar los elementos existentes en la muestra P-03, existe la presencia de Si, Al, O y C, al ser un recubrimiento de alúmina con sílice se obtuvieron los

elementos que la muestra debía tener, en esta muestra el elemento con la mayor cantidad fue el oxígeno.

El mapeo de la muestra se muestra en la Ilustración 93, donde se puede observar la presencia de los elementos

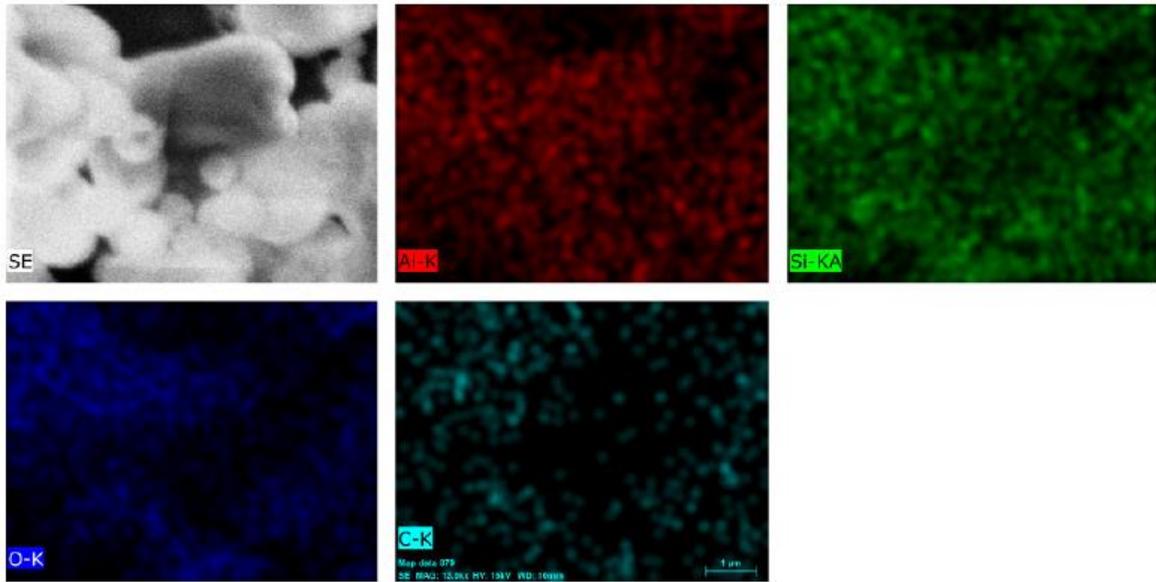


Ilustración 93. Mapeo composicional obtenido a 19000x, para la muestra P-03.

En la Ilustración 93 se puede observar la composición de la muestra, podemos notar que todos los elementos están presentes en toda la parte de la muestra analizada, de igual forma se observa que el oxígeno está presente en mayor cantidad en la muestra. Se analizó la muestra a 13000x.

En la Ilustración 94 se muestra la micrografía obtenida por MEB para la muestra P-01.

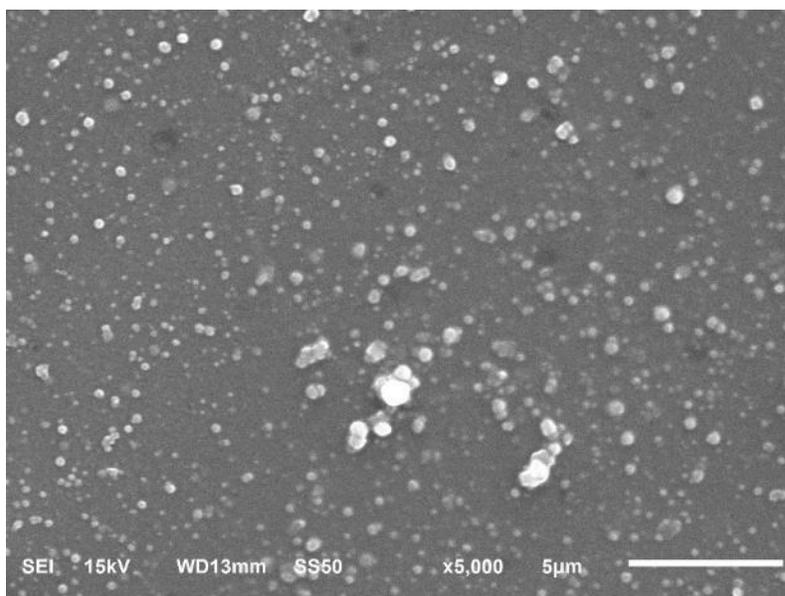


Ilustración 94. Micrografía obtenida por MEB para la muestra P-01, realizada a 5000x.

En la micrografía a 5000 aumentos que se muestra en la Ilustración 94 podemos observar que las partículas de sílice obtenidas en este recubrimiento son de tamaños bastante pequeños, sus tamaños van de 200 a 600 nm. Con esto podemos atribuir las propiedades hidrofóbicas que otorga el recubrimiento de sílice por medio del plasma, ya que como se encuentran dispersas en toda la superficie y la distancia entre partículas es pequeña, se atribuye que no permite que las partículas de agua tengan el suficiente enganche.

El análisis por EDS se muestra en la Tabla 12, donde se observan los elementos que se encontraron en la muestra.

Tabla 12. Composición cuantitativa de los elementos presentes en la muestra P-01.

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
C	6	K-series	29.48	45.64	54.92	5.28
O	8	K-series	28.41	43.97	39.73	5.06
Si	14	K-series	6.72	10.39	5.35	0.34
Total:			64.61	100.00	100.00	

Como se observa en la Tabla 12, se obtuvieron los resultados de los elementos que contenía la muestra, estos elementos son silicio y oxígeno, lo cuales son característicos de la sílice, se muestra que hay presencia de carbono, pero como ya se mencionó anteriormente, se debe a que el sustrato está hecho a base de carbono.

El mapeo de la muestra P-01 se observa en la Ilustración 95. Observándose los elementos que contiene la muestra.

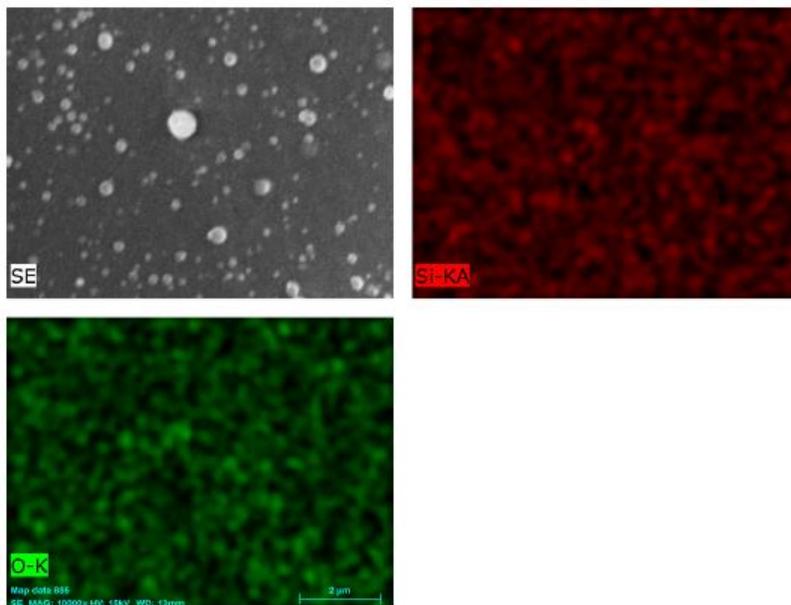


Ilustración 95. Mapeo composicional obtenido a 10000x, para la muestra P-01

En la Ilustración 95 observamos la micrografía a 10000x, donde podemos mirar los elementos presentes en la muestra que se analizó. El Si y O son los elementos representativos del recubrimiento y están presentes en toda la muestra analizada.

3.4.3 Recubrimientos en policarbonato celular

En la Ilustración 96 se muestra la micrografía obtenida por MEB para la muestra PC-02.

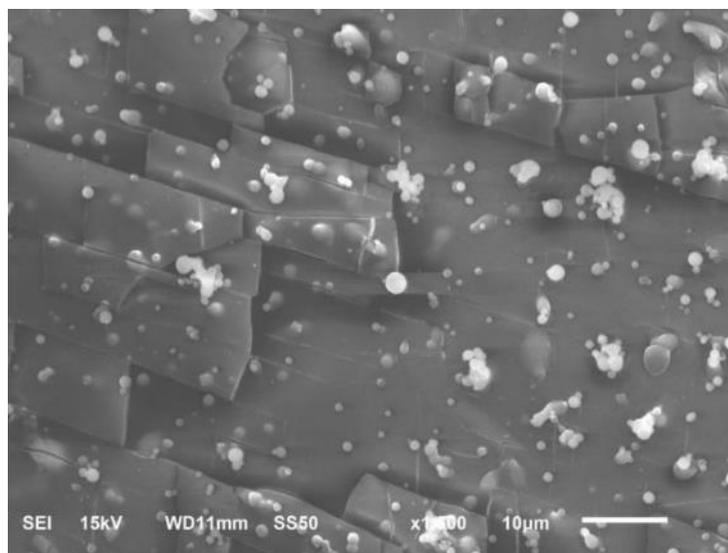


Ilustración 96. Micrografía obtenida por MEB para la muestra PC-02, realizada a 5000x.

Podemos observar la micrografía a 1500 aumentos en la Ilustración 96, donde la morfología obtenida en este recubrimiento es esférica con tamaños de 630 nm a 2400 nm, en este recubrimiento de alúmina las partículas en tamaño son más grandes que el recubrimiento anterior de alúmina, además de que las partículas están demasiado dispersas, por lo que a esto se le atribuye que no presenten propiedades hidrofóbicas. Podemos observar que la superficie del material no es lisa y que también presenta grietas en la superficie debida a la energía y temperatura del plasma, ya que el policarbonato solo soporta hasta 120°C. A simple vista esta característica no se observa, pero a escala micrométrica si la podemos ver.

Al realizar el análisis con EDS para la muestra PC-02 se obtuvieron los siguientes resultados que se muestran en la Tabla 13.

Tabla 13. Composición cuantitativa de los elementos presentes en la muestra PC-02.

			[wt. %]	[wt. %]	[at. %]	[wt. %]
C	6	K-series	55.29	55.29	64.15	8.02
O	8	K-series	36.23	36.23	31.55	5.89
Al	13	K-series	4.46	4.46	2.30	0.26
Si	14	K-series	3.93	3.93	1.95	0.22
Na	11	K-series	0.07	0.07	0.04	0.04
Ca	20	K-series	0.02	0.02	0.01	0.03
Mg	12	K-series	0.01	0.01	0.00	0.03
Total:			100.00	100.00	100.00	

En la Tabla 13, podemos observar que nuevamente, que la muestra está contaminada, ya que este recubrimiento es únicamente de alúmina y se presentan elementos extras los cuales son: Mg, Na, Ca y Si, esto se atribuye a la contaminación de la muestra, que pudo haber sucedido por el ambiente ya que se trabajó a presión atmosférica y se pudieron haber colocado en partículas de polvo. Sin embargo, si existe la presencia de los elementos que se querían obtener que son Al y O. El carbono se observa en mayor porcentaje ya que el sustrato es policarbonato celular.

Para el mapeo de la muestra se presenta la Ilustración 96 donde se observa la presencia de los elementos que presenta la muestra PC-02.

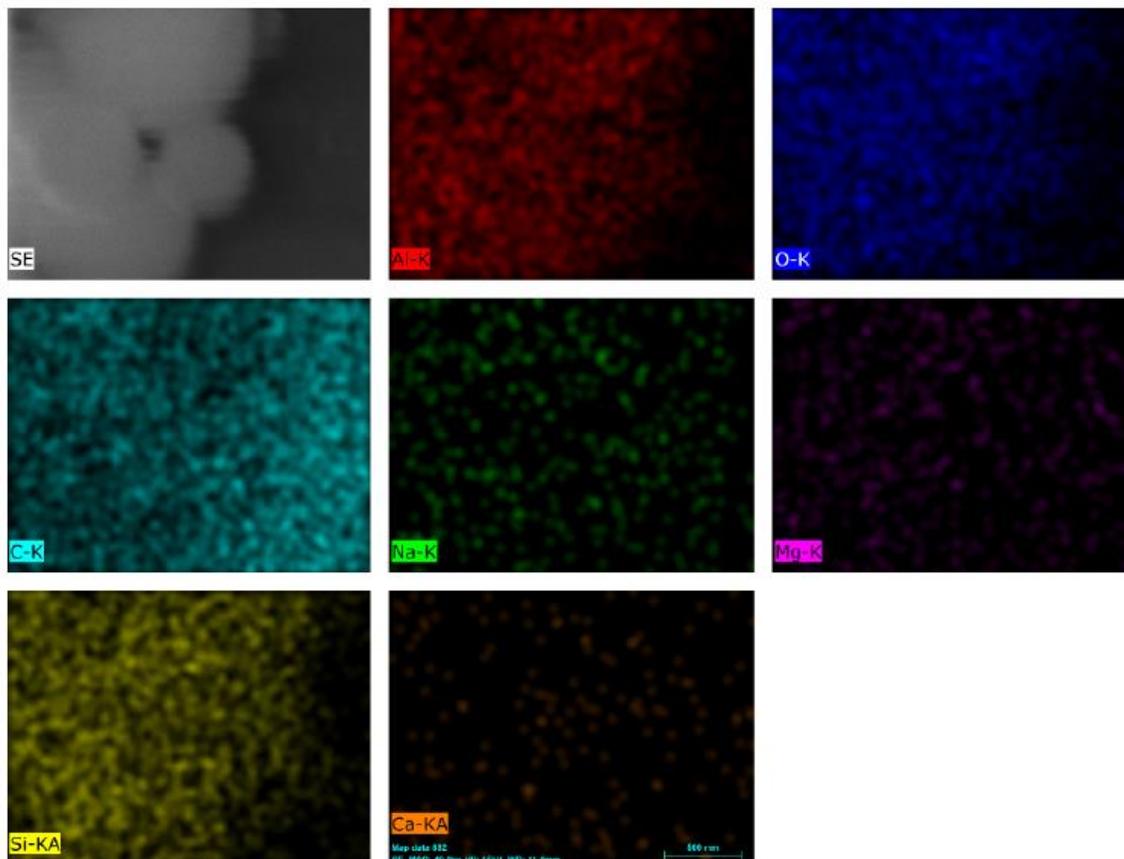


Ilustración 97. Mapeo composicional obtenido a 10000x, para la muestra PC-02.

En la Ilustración 97 podemos observar el mapeo a 4000x, en donde existe una considerable presencia de carbono, pero esto es atribuido a que el sustrato es de policarbonato. Los elementos contaminantes Na, Mg, Ca se presentan en muy poca cantidad en la muestra, sin embargo, el silicio se presenta en mayor cantidad. Los elementos fundamentales (Al y O) se encuentran presentes en la parte donde se observa que está presente la molécula.

En la Ilustración 98 se observa la micrografía realizada a la muestra PC-04 por medio de MEB.

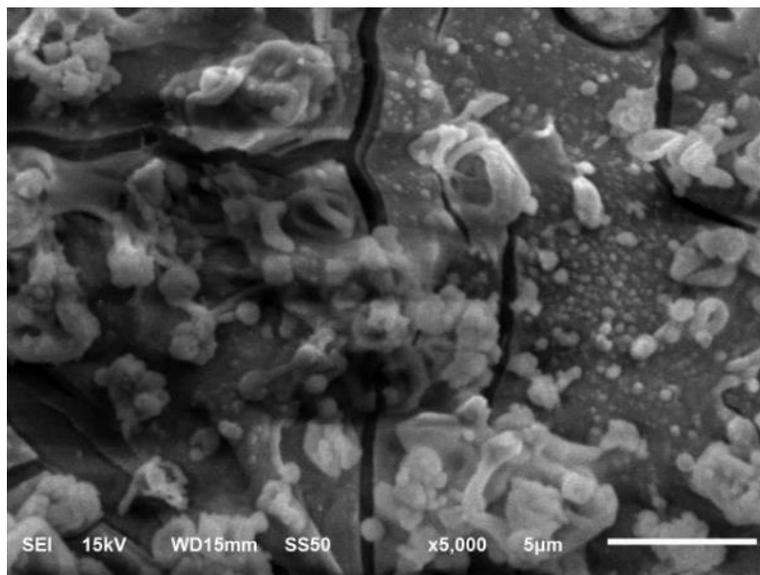


Ilustración 98. Micrografía obtenida por MEB para la muestra PC-04, realizada a 5000x.

La micrografía a 5000 aumentos que se muestra en la Ilustración 98 es diferente a las demás, la morfología de las partículas en forma de esfera está presente, pero de igual forma se observan partículas con una forma similar a una dona y a formas cilíndricas más alargadas. En la parte donde no hay aglomerados podemos observar esfera de menor tamaño, las cuales son atribuidas a la sílice. Las partículas van en tamaños de 800 a 1500 nm. En esta muestra se presentan muchos aglomerados de partículas con poca distancia entre ellos, a lo cual se atribuye las propiedades superhidrofóbicas que presento. Se puede observar que existen grietas en el recubrimiento, esto se atribuye a las propiedades del policarbonato que se utilizó, ya que no soporta temperaturas muy altas, sin embargo, esto no afecta las propiedades de la muestra.

En el análisis EDS que se le realizo a la muestra PC-04, los resultados que se obtuvieron se muestran en la Tabla 14.

Tabla 14. Composición cuantitativa de los elementos presentes en la muestra PC-04.

			[wt. %]	[wt. %]	[at. %]	[wt. %]
O	8	K-series	47.61	52.53	60.75	6.89
Si	14	K-series	23.94	26.41	17.40	1.06
C	6	K-series	7.65	8.44	13.01	2.38
Al	13	K-series	6.28	6.93	4.75	0.35
Na	11	K-series	3.13	3.45	2.78	0.27
Ca	20	K-series	1.18	1.30	0.60	0.10
Mg	12	K-series	0.85	0.93	0.71	0.10
Total:			90.63	100.00	100.00	

Podemos observar en la Tabla 14 que los elementos que se querían obtener en el recubrimiento están presentes, sin embargo, se presentan contaminantes en la muestra, los cuales son Na, Mg, y Ca, lo cual se le atribuye a la aplicación del recubrimiento a presión atmosférica, los contaminantes pudieron venir del polvo en el ambiente.

En la Ilustración 99 se muestra el mapeo de esta muestra PC-04.

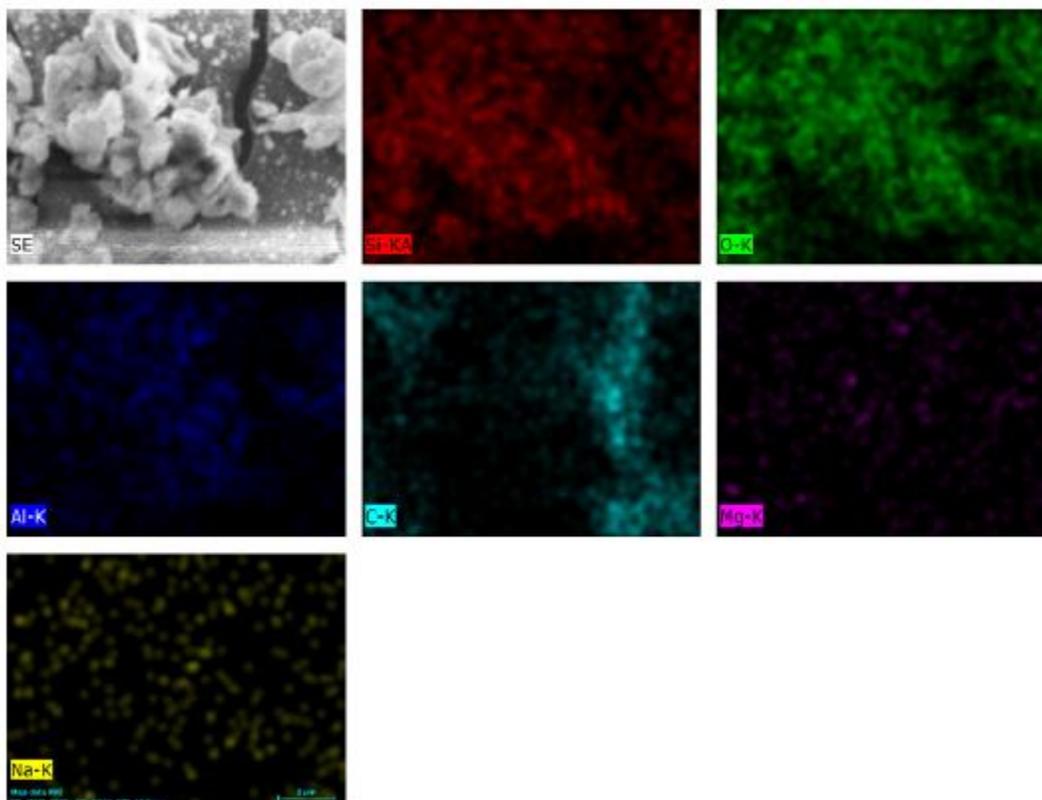
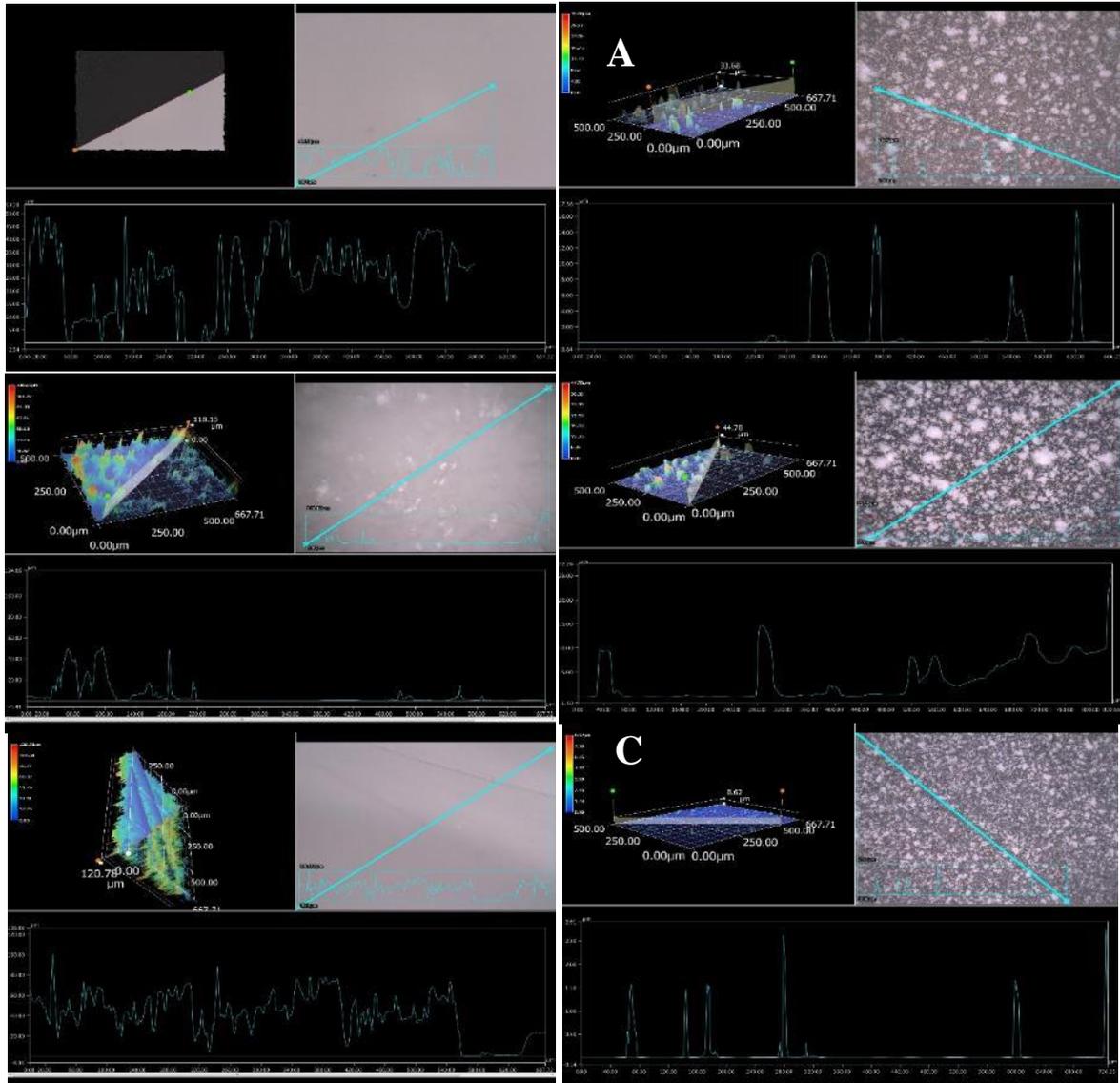


Ilustración 99. Mapeo composicional obtenido a 3500x, para la muestra PC-04.

El mapeo se realizó a 3500x. Los elementos contaminantes Na, Mg, Ca y C, que se observan en la Ilustración 99 no se encuentran en toda la superficie analizada. Los elementos del recubrimiento el Si, Al y O son lo que predominan en la muestra. El silicio se observa bien distribuido en toda la parte analizada unto con el oxígeno, y el aluminio lo podemos observar en la parte donde se observa las moléculas de mayor tamaño en la micrografía.

3.5 Rugosidad

Se expondrá la rugosidad que presentaron las muestras V-04, P-04 y PC-04 en comparación con sus blancos en la Ilustración 100.



Podemos observar que la rugosidad que presentan las muestras recubiertas (A, B, C) cambia considerablemente a como lo era en un principio, aunque se observan menos cambios de altura que los blancos, esto ayudo ya que está distribuido de una forma en la que ayudo a poder tener una energía de superficie menor.

3.6 Medición de área de recubrimientos de sílice con alúmina

Al analizar todos los resultados, se pudieron observar conductas similares en las muestras con propiedades superhidrofóbicas. Al analizarlas se atribuyó que adoptan esta propiedad por la forma, distribución, diámetro y altura de las partículas depositadas; al tener aglomeración de partículas esféricas distribuidas en la superficie, provocan que la tensión superficial de la gota de agua sea mayor, por lo que no le es posible distribuirse en la superficie. Para corroborar cuanta área es la que sostiene la gota se realizó el análisis de las superficies con mayor altura en la muestra que presentaron propiedades superhidrofóbicas, esto se realizó en el equipo de microscopio digital. Los resultados se muestran en las páginas siguientes.

Para la muestra V-04, se obtuvo la siguiente micrografía (Ilust. 101), en donde se muestran en color rojo, las áreas de mayor altura y donde hay más aglomeración de partículas.

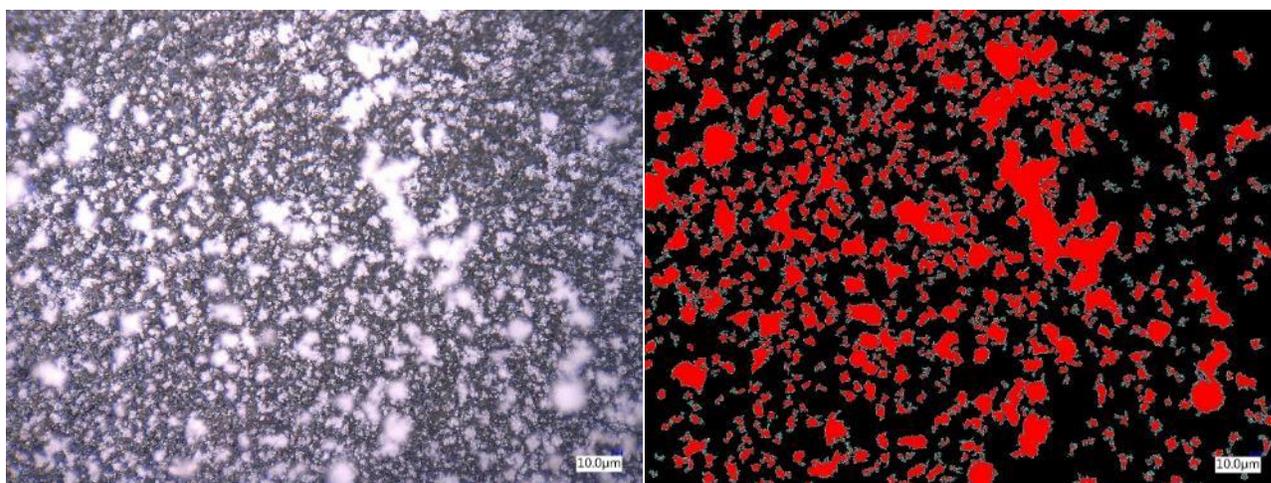


Ilustración 101. Micrografías obtenidas con el microscopio digital, donde se muestra con color rojo las partes con mayor altura y aglomeración de partículas para la muestra V-04.

En la Tabla 15 se muestran las medidas obtenidas en el análisis.

Tabla 15. Resultados de las áreas, perímetros y diámetros analizados.

	Área μm^2	Perímetro μm	Diámetro máx. μm	Diámetro mín. μm
Promedio	233.4	111.1	22.9	13.7
Máx.	9248.5	1949.3	235.6	96.6
Min	34.8	25.8	8.3	4.6
Área total		100372.6	μm^2	
Conteo		430	pzs	
Relación de áreas		30	%	
Superficie total de la región		334382.6	μm^2	

Con estos resultados podemos realizar un análisis cuantitativo de la superficie de la muestra. Solo un 30 % del área total analizada se utiliza para sostener la gota. En promedio el área de la aglomeración de partículas es de $233.4 \mu\text{m}^2$. Sin embargo, podemos observar que existen áreas de tamaños más grandes, de hasta $9248.5 \mu\text{m}^2$. El diámetro promedio fue de $22.9 \mu\text{m}$.

En la Ilustración 102 se observa la muestra P-04, donde podemos observar la micrografía y el área con mayor altura y aglomeraciones de partículas (en color rojo).

En la Tabla 16 se muestran los resultados obtenidos del análisis.

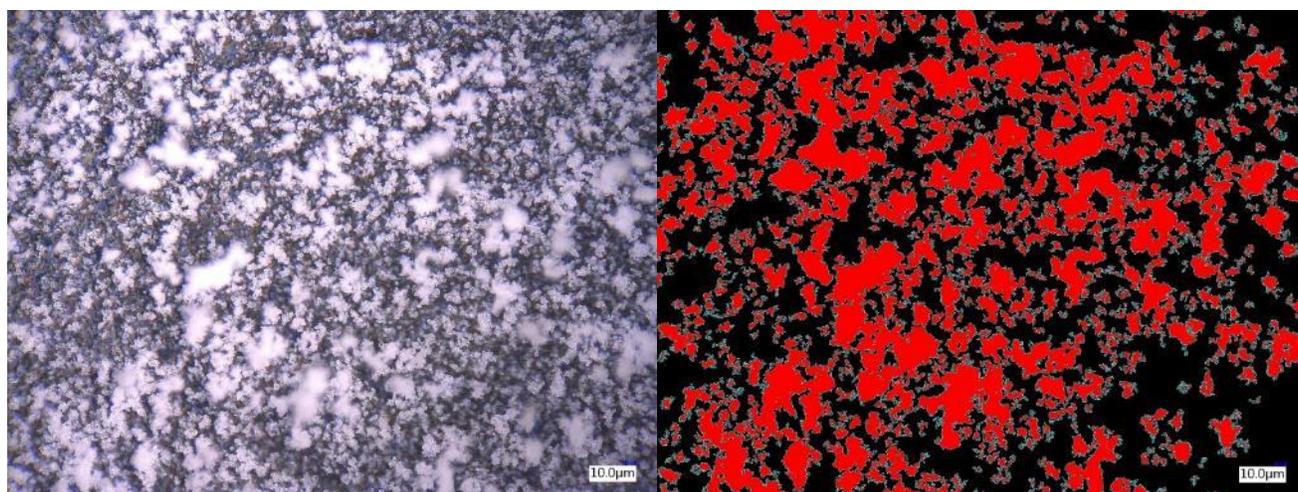


Ilustración 102. Micrografías obtenidas con el microscopio digital, donde se muestra con color rojo las partes con mayor altura y aglomeración de partículas para la muestra P-04.

Tabla 16. Resultados de las áreas, perímetros y diámetros analizados.

	Área μm^2	Perímetro μm	Diámetro máx. μm	Diámetro mín. μm
Promedio	617	214.8	29.6	18.6
Máx.	28770.8	6914.9	431.8	263.6
Min	34.8	28.9	8.5	5
Área total		146228.8	μm^2	
Conteo		237	pzs	
Relación de áreas		43.7	%	
Superficie total de la región		334382.6	μm^2	

Al analizar los resultados, se observa que el total de área en donde la gota se sostiene es de 43.7 % una cantidad mayor que en la muestra anterior (V-04). El promedio de tamaño de áreas es de $617 \mu\text{m}^2$ y el diámetro de $29.6 \mu\text{m}$. Por lo que se observa, en esta muestra los aglomerados son de tamaños mayores y existe una mayor cantidad de ellos.

En la Ilustración 103, se observa la muestra PC-04, donde podemos observar la micrografía y el área con mayor altura y aglomeraciones de partículas (en color rojo).

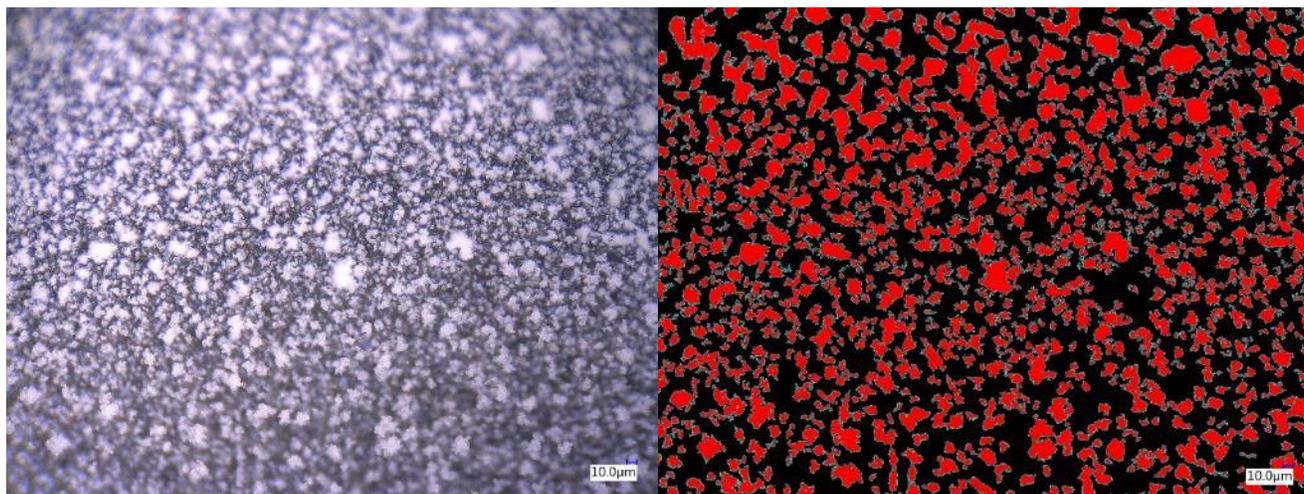


Ilustración 103. Micrografías obtenidas con el microscopio digital, donde se muestra con color rojo las partes con mayor altura y aglomeración de partículas para la muestra PC-04.

En la Tabla 17 se muestran los resultados obtenidos del análisis.

Tabla 17. Resultados de las áreas, perímetros y diámetros analizados.

	Área μm^2	Perímetro μm	Diámetro mín. μm	Diámetro máx. μm
Promedio	255.8	126.4	15.5	25.3
Máx.	2454.1	1003.4	71	128.7
Min	34.8	24.8	3.3	7.7
Área total		130978.3	μm^2	
Conteo		512	pzs	
Relación de áreas		39.2	%	
Superficie total de la región		334382.6	μm^2	

Analizando los resultados, en esta muestra el área total que abarca la aglomeración de partículas y que será donde la gota se sostendrá es de 39.2 %, en la Figura 103 se observa que los aglomerados de partículas son de áreas más pequeñas que las muestras anteriores, y se puede comprobar con los resultados cuantitativos, ya que el promedio de área es $255.8 \mu\text{m}^2$, el más bajo presentado hasta ahora y el diámetro promedio es de $15.5 \mu\text{m}$.

Analizando los resultados de los recubrimientos de sílice con alúmina a través de todas las técnicas, se encontró similitudes entre ellos. Comparando MEB, microscopio digital y ángulos de contacto, se presenta una relación con el tamaño de aglomerados. La muestra PC-04 que es la que presenta el área de aglomerados más pequeños es la que tiene el ángulo de contacto menor (124.8). La muestra P-04, en caso contrario, presenta los aglomerados más grandes y su ángulo de contacto es más alto que el anterior (132.9°). Y por último la primera

muestra V-04 presenta tamaños intermedios y con un porcentaje menor de área total de aglomerados, fue la que presentó el ángulo de contacto más alto (151.7°).

Con esto podemos conocer el tamaño de partículas que se deben de lograr para poder aumentar aún más el ángulo de contacto.

Es importante mencionar que todas las muestras presentadas en este apartado exhiben un color opalescente en toda la superficie como se muestra en la Ilustración 104. Este color es atribuido al recubrimiento con alúmina.

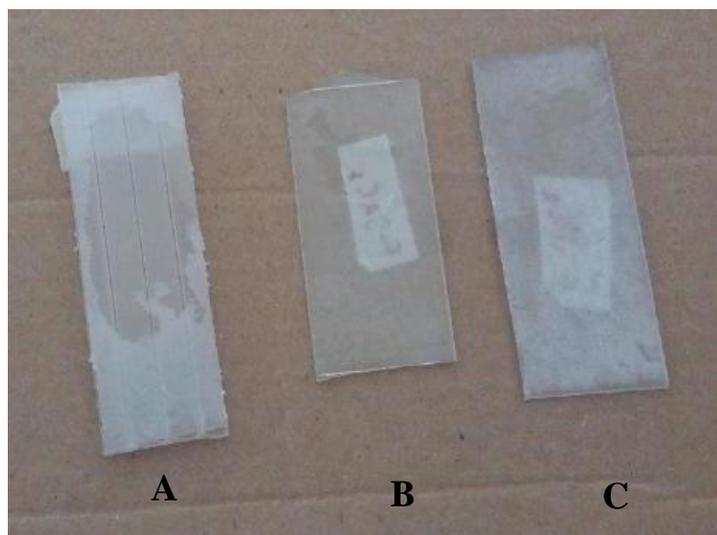


Ilustración 104. Muestras con resultados superhidrofóbicas, prestando el color opalescente A) PC-04, B) V-04 y C) P-04.

3.7 Comparación y análisis de recubrimientos superhidrofóbicos

Para analizar los resultados con más relevancia y similitud en sus propiedades se analizarán las muestras con recubrimiento de sílice con alúmina en alta concentración (V-04, P-04 y PC-04).

En la Tabla 18 se presentan el promedio de las medidas obtenidas en los análisis de las 3 muestras mencionadas anteriormente.

Tabla 18. Parámetros promedio de relevancia para lograr superficies superhidrofóbicas.

Muestra	Área μm^2	Perímetro μm	Altura μm	Diámetro μm	Tamaño de partícula μm	Ángulo de contacto Θ
V-04	233.4	111.1	22	18.3	0.993	151.7
P-04	617	214.8	26	24.1	0.487	132.9
PC-04	255.8	126.4	5	20.4	0.936	124.8

Como podemos observar en la Tabla 18 el ángulo de contacto mayor fue el de la muestra V-04, esta muestra presento las áreas más pequeñas en promedio. Sin embargo, en la Figura 120 se observa que el tamaño de área es variado, la altura es buena de 22 μm , los aglomerados son grades y bastos en toda la superficie como se muestra en la Ilustración 67. El tamaño de partícula es de 0.993 μm siendo el tamaño de partícula más grande. La altura, área y diámetro de los aglomerados, es a lo que se atribuye que presente el ángulo de contacto mayor.

Para la muestra P-04, tienen el promedio de área, perímetro, diámetro y altura más grande de las tres muestras. Sin embargo, el tamaño de partícula es el más pequeño. El ángulo de contacto es bueno con 132.9°. Si observamos la Ilustración 72 aunque las partículas en promedio son las más pequeñas, las áreas de mayor aglomeración son bastante grandes, están distribuidas en toda la superficie y su altura es muy buena, por lo que se atribuye lo antes mencionado a la propiedad superhidrofóbica que presento.

Por último, la muestra PC-04, en donde presenta el promedio de área mayor, el perímetro diámetro y tamaño de partícula son similares a la muestra V-04. Sin embargo, lo que afecto a esta muestra fue la altura de los aglomerados de partículas, como se puede observar en la Ilustración 77; ya que presenta una altura de 5 μm en promedio en toda la superficie, por lo que esto se atribuye a que haya sido la muestra con el menor ángulo de contacto, debido a que la altura de los aglomerados es muy pequeña. Aunque se observa en la Ilustración 103 que es la muestra más uniforme, no logra ángulos muy altos. En la micrografía MEB (Ilustración 98), se observan morfologías diferentes a las esféricas, esto también pudo ser otra causa que afecto las propiedades de la muestra.

Basándose en estos resultados se propone la siguiente ecuación:

$$\mathbf{a = f (A, h, D)}$$

a = Ángulo de contacto

h = Altura

f = Función

A = Área

D = Diámetro

Esto quiere decir que el ángulo de contacto que se obtenga estará en función del área, altura y diámetro de los aglomerados de partículas existentes en el recubrimiento del sustrato.

Capítulo IV

Conclusiones

Capítulo IV: Conclusiones

Se logró la obtención de recubrimientos de sílice, alúmina y sílice con alúmina para obtener un recubrimiento que es capaz de proteger la superficie en la que se colocó, obteniendo recubrimientos con propiedades superhidrofóbicas.

Se estudió el daño causado por la temperatura de la salida del plasma, a las muestras de policarbonato y se determinó la distancia a la que su aplicación ya no genera daños, la cual fue de 0.7 cm. La aplicación del recubrimiento al policarbonato con plasma causaba grietas en la superficie del material.

La morfología y tamaño de la partícula que presentaban los recubrimientos se determinó a través del análisis MEB, obteniendo morfologías esféricas en las partículas de aluminio y silicio. Su composición elemental fue analizada por medio de EDS, observando la presencia de los óxidos metálicos de Al y Si.

Se realizó ángulo de contacto con aceite a las muestras con propiedades superhidrofóbicas, para conocer si presentaban propiedades oleofóbicas. Al comparar los resultados, se demostró que el recubrimiento únicamente presenta superhidrofobicidad, debido a que la diferencia entre ángulo de contacto con aceite fue en promedio de 101.8° menos a comparación con los ángulos de contacto con agua. Se determinaron los ángulos de contacto obtenidos en los distintos recubrimientos y sustratos (policarbonato y vidrio), encontrando que los recubrimientos de sílice con alúmina en alta concentración presentaron los ángulos de contacto más altos, siendo el valor máximo de 151.7° .

Se analizó el área, perímetro, diámetro, altura y rugosidad de los aglomerados de partículas de las muestras con resultados de superficies superhidrofóbicas por medio del equipo de Microscopio Digital. Se observó que la altura, el área y el diámetro de los aglomerados de partículas en la superficie influyen considerablemente en la eficiencia que presenta el recubrimiento con propiedades superhidrofóbicas. De igual forma, se analizó que en promedio el 37.6 % de la superficie total es lo que sostienen la gota de agua y que la altura de los aglomerados debe de estar por encima de los 20 μm . Proponiendo la siguiente ecuación: $a = f(A, h, D)$, en donde se propone que el tamaño de ángulo que se presente estará en función a la altura, área y diámetro de los aglomerados de las partículas del recubrimiento. Esto referenciado a la parte física de los recubrimientos.

Se presentó una muestra de sílice con propiedades superhidrofóbicas, lo cual se atribuye a la aplicación del plasma. Sin embargo, al no tener un proceso automatizado del plasma es difícil poder tener las condiciones exactas con las que se pueda replicar esto. En los próximos meses el proceso de recubrimiento por plasma se automatizará.

Se observó que en la parte química se obtendrán resultados iguales utilizando cualquier precursor, debía a que, al usar un precursor orgánico o metálico, va a presentar siempre la misma tendencia de obtener el óxido de ese metal y el carbono enlazado a otro carbono con un doble enlace, como se ha demostrado en estudios previos.

Se preparó la solución precursora de alúmina, para utilizarla en los recubrimientos combinados, aplicándola como una propuesta extra a la técnica APPJ, utilizando un nebulizador ultrasónico para la dispersión de las partículas.

Perspectivas

De manera general, y analizando los resultados se puede proponer que se vislumbra el gran potencial que estos materiales tienen para su posible aplicación como capa de recubrimiento, Al analizar una forma diferente de sintetizar los precursores, para verificar si existe algún cambio significativo en las propiedades que presenta la superficie.

- Cambiar el gas de arrastre de Aire a Helio para estudiar qué cambios presentan los recubrimientos, ya que se espera que el Helio no sea altamente reactivo como el Aire.
- Buscar la manera de realizar el recubrimiento de alúmina como una capa transparente.
- Utilizar sustratos diferentes como metales corrosivos, polímeros con problemas de ralladuras y sensibles a la radiación UV.
- Realizar técnica de XPS para conocer los enlaces que presenta el carbono observado en los recubrimientos.
- Realizar XPS a los diferentes recubrimientos que se realizaron para conocer los enlaces que se formaron.
- Realizar DRX a la solución precursora de alúmina para observar en qué fase se encuentra.
- Comprobar por medio de la técnica de XPS si existe algún enlace Al-Si, en los recubrimientos combinados.

Bibliografía

1. Peavy, H.S. Rowe, D.R. and Tchobanoglous, G. (1985). Environmental engineering. McGraw-Hill. New York.
2. Drucker, P.F. (1968). The age of discontinuity, Harper & Row. London, England.
3. Damtoft, J. S., Lukasik, J., Herfort, D., Sorrentino, D. and Gartner, E. M. (2008). Sustainable development and climate change initiatives. Cement and Concrete Research. 38: 115-127.
4. Simbaña, A. y Mera, M. (2009). Ensayo de materiales compuestos en la elaboración de tableros mixtos para el aprovechamiento de residuos agroindustriales. II Simposio: Aprovechamiento de residuos agroindustriales como fuente sostenible de materiales de construcción. Valencia, España.
5. Saravanana, S.D., and Senthil Kumarb, M. (2013). Effect of Mechanical Properties on Rice Husk Ash Reinforced Aluminum alloy (AlSi10Mg) Matrix Composites. Procedia Engineering 64: 1505 – 1513.
6. Alfaro, E.F., Dias, D.B., and Silva, L.G.A. (2013). The study of ionizing radiation effects on polypropylene and rice husk ash composite. Radiation Physics and Chemistry. 84: 163–165.
7. Martin, S.J., Madre, S.M.A. y Franco, G.J.M. (2004). Ingeniería de materiales para industria y construcción. MIRA EDITORES. España.
8. Sampieri, B.S. (2012). Caracterización de un compuesto fibrorreforzado. Tesis Doctoral, CINVESTAV, Querétaro.
9. Derek Hull, T.W. (1996). An introduction to composite materials. 2nd Edition. Cambridge University Press. Cambridge.
10. Davidovits, J. (2011). Geopolymer Chemistry & Applications. 3rd Edition. Institut Géopolymère. Saint-Quentin, Francia.

11. Muntingh, Y. (2006). Durability and diffusive behavior evaluation of geopolimERIC material. Máster of Science in engineering (chemical engineering) thesis. University of Stellenbosch. Stellenbosch, South Africa.
12. Van Dam, T.J. (2010). Geopolymer concrete. Tech Brief. U.S. Department of transportation, Federal highway Administration. FHWA-HIF-10-014.
13. He, J., Jie, Y., Zhang, J., Yu, Y. and Zhang, G. (2013). Synthesis and characterization of red mud and rice husk ash-based geopolymer composites. Cement & Concrete Composites 37: 108–118.
14. Provis, J.L., and van Deventer J.S.J. (2009). Geopolymers: structure, processing, properties and industrial applications. CRC and Woodhead Publishing Limited. USA.
15. Davidovits, J. (1991). Geopolymers: inorganic polymeric new materials. Journals of Thermal Analysis. 37: 1633-1656.
16. Xu, H. and Van Deventer, J.S.J. (2000). Geopolymerisation of multiple minerals. Minerals Engineering. 15: 1131-1139.
17. Phair, J.W. and Van Deventer, J.S.J. (2001). Effect of silicate activator pH on the leaching and material characteristics of waste-based inorganic polymer. Minerals Engineering. 14 (3): 289-304.
18. Davidovits J. (2002). 30 years of successes and failures in geopolymer applications market trends and potential breakthroughs. Proceedings Geopolymer 2002 conference. Melbourne, Australia.
19. Shi, C., Fernández, A., Palomo, A. (2011). New cements for the 21st century: The pursuit of an alternative to Portland cement. Cement and Concrete Research. 41: 750-763.
20. Puertas F., Martínez-Ramírez S., Alonso S., and Vázquez T. (2000). Alkali-activated fly ash/slag cements: Strength behavior and hydration products. Cement and concrete research. 30: 1625-1632.

21. Purdon, A.O. (1940). The action of alkalis on blast-furnace slag. J Soc Chem Ind- Trans Commun. 59: 191-202.
22. Duxson P., Provis J.L., Lukey G.C., and van Deventer, J.S.J. (2007). The role of inorganic polymer technology in the development of “green concrete”. Cement and Concrete Research. 37: 1590- 1597.
23. Fernández-Jiménez, A. and Palomo, A. (2003). Characterization of fly ashes. Potential reactivity as alkaline cements. Fuel. 82: 2259-2265.
24. . Gonzáles-Hernández, J. and Pérez-Robles, J.F. (2000). Vidrios SiO₂ nanocompuestos preparados por sol-gel: revisión. Superficies y vacío, 11: 1-16.
25. Cioffi, R., Maffucci, L. and Santoro L. (2003). Optimization of geopolymer synthesis by calcination and polycondensation of a kaolinitic residue. Resourc Conserv Recyc. 40: 27-38.
26. Steveson M. and Sagoe-Crentsil K. (2005). Relationships between composition, structure and strength of inorganic polymers Part I Metakaolin-derived inorganic polymers. Journal of Materials Science. 40: 2023 – 2036.
27. Serrano, T., Borrachero, M.V., Monzó, J.M. y Payá J. (2012). Morteros aligerados con cascarilla de arroz: diseño de mezclas y evaluación de propiedades. Dyna, 175: 128-136.
28. Treviño, B., Gómez, I. (2002). Obtención de fases del cemento utilizando deshechos agrícolas e industriales. Ciencia UANL. 5 (2): 190-196.
29. Mafla, B.A. (2009). Uso de la cascarilla de arroz como material alternativo en la construcción. Inventum. Facultad de Ingeniería Uniminuto, 6: 74-78.
30. Ahumada, L.M., Rodríguez-Páez, J.E. (2006). Uso del SiO₂ obtenido de la cascarilla de arroz en la síntesis de silicato de calcio. Revista Acad. Coloma. Cien. 30 (117): 581-594.

31. Ferreira-Leitao, V., Fortes Gottschalh, L.M., Ferrara, M.A., Lima Nepomuceno, A., Correa Molinari, H.B. (2010). Biomasa residues in Brazil: availability and potencial uses. Waste and Biomass Valorization. 1(1): 165-176.
32. Soltani, N., Bahrami, A., Pech-Canul, M.I. and González, L.A. (2015). Review on the physicochemical treatments of rice husk for production of advanced materials. Chemical Engineering Journal. 264: 899–935.
33. Jearanaisilawong, P., Eahkanong, S., Phungsara, B., Manonukul. A. (2015). Determination of in-plane elastic properties of rice husk composite. Materials and Design. 76: 55–63.
34. Zain, M.F.M., Islam, M.N., Mahmud, F., Jamil, M. (2011). Production of rice husk ash for use in concrete as a supplementary cementitious material. Construction and Building Materials. 25: 798–805.
35. Torkaman, J., Ashori, A., Momtazi, A.S. (2014). Using wood fiber waste, rice husk ash, and limestone powder waste as cement replacement materials for lightweight concrete blocks. Construction and Building Materials. 50: 432–436.
36. Chabannes, M., Bénézet, J-C., Clerc, L., Garcia-Diaz, E. (2014). Use of raw rice husk as natural aggregate in a lightweight insulating concrete: An innovative application. Construction and Building Materials. 70: 428–438.
37. Rêgo, J.H.S., Nepomuceno, A.A., Figueiredo, E.P., Hasparyk, N.P. (2015). Microstructure of cement pastes with residual rice husk ash of low amorphous silica content. Construction and Building Materials. 80: 6–68.
38. Zahedi, M. A., Ramezani pour, A., Ramezani pour, A. M. (2015). Evaluation of the mechanical properties and durability of cement mortars containing nanosilica and rice husk ash under chloride ion penetration. Construction and Building Materials. 78: 354–361.
39. Ahmaruzzaman, M. (2010). A revire on the utilization of fly ash. Progress in energy and combustion science. 36: 327-363.
40. Shi, C., Krivenko, P., Della, R. (2006). Alkali-Activated Cements and Concretes. Taylor & Francis. New York.

41. Oshi, R., Lohtia, R. (1997). Fly ash in concrete: Production properties and uses. Overseas publishes association. Netherlands.
42. Norma ASTM C 618-99. (1999). Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for use as a Mineral Admixture in Concrete. ASTM International.
43. ASTM C 125-13 a. (2013). Standard terminology relating to concrete and concrete aggregates.
44. Neville, A.M. and Brooks, J.J. Concrete technology. 2^{da} Edition. Pearson education limited. 2010.
45. Eduardo Ríos Gonzales. (2011). Empleo de la Ceniza de Bagazo de Caña de Azúcar (CBCA) como Sustituto Porcentual del Agregado Fino en la Elaboración de concreto Hidráulico. Tesis de Licenciatura. Facultad de Ingeniería Civil, Universidad Veracruzana, Veracruz, México.
46. S.H. Kosmatka, B. Kerkhoff. W.C. Panarese y J. Tanesi. (2004). Diseño y control de mezclas de concreto. Portland cement association. Skokie, Illinois, EE.UU.
47. Uriel Hernández Jaén. (2011). Comportamiento mecánico y físico del mortero a base de CBCA como árido en aplanados en muro. Tesis de Especialidad. Facultad de Ingeniería Civil, Universidad Veracruzana, Veracruz, México.
48. NMX-C-061-ONNCCE- Industria de la construcción. -Cementos- Determinación de la resistencia a la compresión de cementantes hidráulicos.

NMX-C-059-ONNCCE- Industria de la construcción. - Determinación del tiempo de fraguado de cementantes hidráulicos (método Vicat).

NMX-C-062-ONNCCE- Industria de la construcción. Método de prueba para determinar la sanidad de cementantes hidráulicos.
49. <http://quimica.unab.cl/> (17/06/2015)
50. <http://journals.aps.org/> (28/05/2015)

51. Corle, T.R. and Kino, G.S. (1996). Confocal scanning optical microscopy and related imaging systems. Academic Press, Nueva York.
52. Yuan, C., Peng, Z. and Yan, X. (2005). Surface characterization using wavelet theory and confocal laser scanning microscopy. Journal of Tribology. 127: 394-404.
53. <http://www.medic.ula.ve/> (02/07/2015)
54. Kurtis, K.E., El-Ashkar, N.H., Collins, C.L. and Naik, N.N. (2003). Examining cement-based materials by laser scanning confocal microscopy. Cement & concrete. 25:695-701.
55. Hinojosa, M., Bouchaud, E. y Nghiem, B. (2000). Rugosidad a larga distancia en superficies de fractura de materiales heterogéneos. Ingenierías, Vol. III. 7: 16-21.
56. Hinojosa, M. y Reyes, M. (2001). La rugosidad de las superficies: topometría. Ingenierías, Vol. IV, 11: 7-33.
57. Estrada-Arreola F. (2010). La química aplicada para la obtención de nuevos materiales compósitos. Editorial Académica Española.
58. Velásquez, R. (1998). Preparación y caracterización de polímeros no contráctiles vía separación de fases monómeros acrílicos. Tesis de maestría. Facultad de Ciencias, Universidad Nacional Autónoma de México, México.
59. Ghavidel, R., Madandoust, R., Ranjbar, M. M. (2015). Reliability of pull-off test for steel fiber reinforced self-compacting concrete. Measurement, 73: 628–639
60. Mendoza, S.J.F. (2013). Efecto de la ceniza volante tipo F y del hule reciclado de neumáticos en las propiedades mecánicas del concreto. Tesis de Maestría. Facultad de Ingeniería, Universidad Autónoma de Querétaro, Querétaro, México.
61. Hola, J., Sadowski, L., Reiner, J., Stach, S. (2015). Usefulness of 3D surface roughness parameters for nondestructive evaluation of pull-off adhesion of concrete layers. Construction and Building Materials. 84: 111–120.

62. Toirac, C.J. (2009). La resistencia a compresión del hormigón, condición necesaria pero no suficiente para el logro de la durabilidad de las obras. Ciencia y sociedad. 4(34): 463-504.

63. Márquez, E.A. (2005). Crecimiento y caracterización de películas delgadas ferroeléctricas de $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ por la técnica de RF-SPUTTERING. Tesis de Maestría. Instituto Politécnico Nacional. Altamira, Tamaulipas.

64. Rodríguez, M.E.D. (2009). Eficiencia de activadores alcalinos basados en diferentes fuentes de sílice para la producción de sistemas geopoliméricos de ceniza volante. Trabajo de Investigación CST/MIH-05. Universidad Politécnica de Valencia. Valencia, España.

Anexos

En este apartado se presentan algunos resultados que se fueron obteniendo en el transcurso de la experimentación y, aunque presentan evidencia de las características del recubrimiento, no fueron utilizados en el texto para el análisis y discusión.



Ilustración 105. Campo solar experimental, ubicado en Juriquilla, Qro