



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO

Instituto Tecnológico de Pachuca

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE PACHUCA

Síntesis y aplicación de un recubrimiento híbrido para reducir desgaste en palas de generadores eólicos

TESIS PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO EN
INGENIERÍA MECÁNICA PRESENTA

ING. JOSÉ LUIS REYES HERNÁNDEZ

DIRECTOR:

DR. ARMANDO IRVIN MARTÍNEZ PÉREZ

CO-DIRECTOR:

DR. EDGAR ERNESTO VERA CÁRDENAS

Pachuca de Soto, Hidalgo septiembre de 2021



Carretera México-Pachuca Km. 87.5, Col. Venta Prieta,
Pachuca, Hidalgo. C.P. 42080 A.P. 276
Tels.: (771) 7105251, 170 0301, 170 0345 y 170 0687
tecnm.mx | pachuca.tecnm.mx





Consejo de Posgrado de la Maestría en Ingeniería Mecánica
A C T A

Siendo las 13:00 horas del 19 de febrero de 2020, reunidos a distancia, el Consejo de Posgrado de la Maestría en Ingeniería Mecánica manifiesta la APROBACIÓN del tema de Tesis: *Síntesis y aplicación de un recubrimiento híbrido para reducir desgaste en palas de generadores eólicos*, con el siguiente contenido:

- Resumen/Abstract
- Nomenclatura
- Contenido
- Índice de cuadros, gráficas y figuras.
- 1- Introducción
- 2- Estado del arte
- 3- Marco teórico
- 4- Materiales y métodos
- 5- Resultados
- Conclusiones
- Bibliografía
- Apéndices

Para cubrir el requisito correspondiente a la Tesis para que el Ing. José Luis Reyes Hernández obtenga el grado de Maestro en Ingeniería Mecánica, bajo la dirección del Dr. Armando Irvin Martínez Pérez.

ATENTAMENTE

El Hombre Alimenta el Ingenio en Contacto con la Ciencia
EL CONSEJO DE POSGRADO

Dr. Hugo Francisco Abundis
Fong

Dr. Armando Irvin Martínez
Pérez

Dr. Luis Manuel Palacios
Pineda

Dra. Erika Osiris Ávila Dávila

Dr. Ignacio Ramírez Vargas

Dr. Edgar Ernesto Vera
Cárdenas

Dra. Marisa Moreno Ríos

Dr. Juan Serrano Arellano

Dr. Valente Hernández Pérez





**C. ING. JOSÉ LUIS REYES HERNÁNDEZ
PRESENTE**

La que suscribe, jefa de la División de Estudios de Posgrado e Investigación, le comunica que los miembros de la Comisión Revisora, designada por el Consejo de Posgrado de la Maestría en Ingeniería Mecánica para examinar su Tesis:

Síntesis y aplicación de un recubrimiento
híbrido para reducir desgaste en palas de
generadores eólicos

se han reunido, y después de intercambiar opiniones manifiestan su aprobación de la Tesis, en virtud que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes y, en consecuencia, se autoriza su impresión.

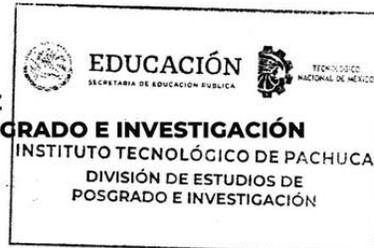
Sin otro particular por el momento, quedo de Usted.

ATENTAMENTE

El Hombre Alimenta el Ingenio en Contacto con la Ciencia

M. A. C. ELODIA CLAUDIA GUERRERO ORTIZ
JEFA DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

C.p. Archivo
ECGO/LMPP



Agradecimientos

Agradezco a Dios por permitirme realizar mis metas.

Agradezco con todo mi cariño y amor para mi fuente de inspiración en todo momento a mi familia ya que sin su apoyo no hubiera sido posible haberlo lograrlo.

A mis padres por su cariño, amor y fuerza para inspirarme como persona, su fortaleza son la motivación para lograr mis sueños, siempre siendo un ejemplo para mí.

A mi novia por su apoyo, dándome un ejemplo de tenacidad y constancia, demostrándome día a día que su cariño es una constante en mi vida.

A mis 2 hermosas hijas, porque ellas me dan la motivación de seguir superándome.

A mi director de tesis Dr. Armando Irvin Martínez Pérez, por su gran apoyo y gran compromiso para terminar esta tesis, siendo un extraordinario profesor y amigo.

Agradezco a los Doctores Marisa Moreno Ríos y Edgar Ernesto Vera Cárdenas por las aportaciones y correcciones de la tesis.

A los doctores que me dieron clase durante el transcurso de mi estancia en la maestría, otorgando sus conocimientos.

A la División de Estudios de Posgrado e Investigación y a la Coordinación de la Maestría en Ingeniería Mecánica por el apoyo en el ingreso al laboratorio de posgrado durante el periodo de pandemia.

Al CONACyT por el apoyo económico y otorgarme la beca durante mi formación.

Agradezco las facilidades otorgadas en el uso de la infraestructura de LIDTRA, a través de los proyectos: LN295661, LN254119 y LN299082.

Resumen

Los materiales manejados para la elaboración de las palas de los aerogeneradores presentan desgaste por erosión de forma localizada en el borde de ataque, principalmente las fabricadas de fibra de vidrio, por lo que se busca reducir el desgaste e incrementar su tiempo de vida útil aplicando un recubrimiento híbrido resistente a la erosión. En este trabajo se reporta la obtención de una serie de recubrimientos híbridos base Polimetilmetacrilato (PMMA) y Sílice (SiO_2), los cuales fueron aplicados sobre sustratos de fibra de vidrio para su evaluación tribológica en una máquina de erosión horizontal. Estos recubrimientos híbridos buscan cambiar las características de la superficie de la fibra de vidrio, con el objetivo de mejorar las propiedades del conjunto. La aplicación de los recubrimientos de la serie PMMA/ SiO_2 sobre los sustratos de fibra se llevaron a cabo por la técnica de dip-coating o inmersión. La estructura química de los compuestos híbridos conseguidos, utilizando un espectrofotómetro de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR), así como la dureza Shore, igualmente se utilizó un rugosímetro para obtener la rugosidad Ra de los recubrimientos y el perfil de la huella de desgaste generada por las pruebas de erosión. Con base a los resultados presentados se espera aplicar estos recubrimientos en el borde de ataque de los alabes de los generadores eólicos para reducir su desgaste por erosión y por lo tanto incrementar su tiempo de vida útil.

ABSTRACT

The materials handled for the manufacture of wind turbine blades show erosion wear in a localized way on the leading edge, mainly those made of fiberglass, so it seeks to reduce wear and increase their useful life by applying a Erosion resistant hybrid coating. This work reports the obtaining of a series of hybrid coatings based on Polymethylmethacrylate (PMMA) and Silica (SiO₂), which were applied on fiberglass substrates for tribological evaluation in a horizontal erosion machine. These hybrid coatings seek to change the characteristics of the fiberglass surface, with the aim of improving the properties of the whole. The application of the coatings of the PMMA / SiO₂ series on the fiber substrates was carried out by the dip-coating or immersion technique. The chemical structure of the hybrid compounds obtained, using a Fourier Transform Infrared (FTIR) spectrophotometer, as well as the Shore hardness, a roughness meter was also used to obtain the Ra roughness of the coatings and the profile of the generated wear trace. by erosion tests. Based on the results presented, it is expected to apply these coatings to the leading edge of the wind generator blades to reduce their erosion wear and therefore increase their useful life.

Contenido

1. Introducción.....	12
1.1 Planteamiento del problema	13
1.2 Justificación.....	13
1.3 Objetivos	14
2. Estado del arte	15
2.1 Erosión en las palas	15
2.2 Recubrimiento aplicado a las palas.....	17
2.3 Recubrimientos de materiales híbridos.....	19
2.4 Formación general de recubrimientos híbridos inorgánicos / orgánicos	21
2.5 Propiedades y aplicaciones de materiales híbridos.....	22
2.6 Síntesis por el método de Sol-gel a base de silicio	23
2.7 Catálisis ácida y básica dentro de una matriz orgánica.....	26
2.8 Aplicaciones de los materiales híbridos	26
2.9 Aplicaciones de materiales en la zona de ataque de las palas.....	29
2.10 Partículas de refuerzo	29
2.11 Materiales utilizados en las palas de los aerogeneradores comerciales	30
2.11.1 Aleaciones de aluminio (6063).....	30
2.11.2 Madera.....	30
2.11.3 Polímero reforzado con fibra de vidrio.....	31
2.11.4 Polímero reforzado con fibra de carbono	31
2.11.5 Plástico (PP – Polipropileno).....	32
2.11.6 Plástico (PE – Polietileno).....	32
3. Marco Teórico	33
3.1 Aerogeneradores.....	33
3.2 Materiales usados para la elaboración de los álabes.....	34
3.3 Erosión.....	35
3.4 Mecánica de erosión por impacto de partícula sólida.....	36
3.5 Ángulo de impacto	37
3.6 Forma	39
3.7 Tamaño.....	39
3.8 Métodos de aplicación de recubrimientos poliméricos.....	40
3.8.1 Brochas y rodillos.....	40
3.8.2 Aplicación por aspersión (spraying).....	41
3.8.3 Inmersión (proceso de dip-coating).....	42
3.8.4 Recubrimiento por flujo.....	43

3.9 Caracterización de los materiales	44
3.9.1 RMN (Resonancia Magnética Nuclear): las ventajas de la espectroscopia	44
3.9.2 La espectroscopia de fotoelectrones de rayos X (XPS)	45
3.9.3 Microscopía electrónica de barrido	46
3.9.4 Difracción de rayos X.....	47
3.9.5 Espectroscopía infrarroja y análisis de espectros.....	48
3.9.6 Dureza	49
3.9.7 Rugosidad.....	50
3.9.7.1 Perfilometría.....	50
3.9.8 Adherencia.....	51
4. Materiales y Métodos	53
4.1 Materiales	53
4.2 Preparación de probetas.....	53
4.2.1 Limpieza de las probetas	54
4.2.2 Pruebas de disolución	55
4.3 Síntesis del recubrimiento híbrido	56
4.3.1 Sol-gel	56
4.3.2 PMMA.....	57
4.3.3 Solución híbrida.....	58
4.4 Aplicación de recubrimientos.....	58
4.4.1 Diseño y fabricación de inmersor	58
4.4.1.1 Gripper.....	60
4.4.1.2 Control de velocidad.....	61
4.4.1.3 Cambio de giro del motor para retirar el sustrato	62
4.4.1.4 Servomotor del gripper	63
4.4.2 Proceso de la aplicación de los recubrimientos híbridos	68
4.5 FTIR (Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier).....	70
4.6 Dureza	70
4.7 Rugosidad y perfilometría	71
4.8 Pruebas de adherencia	72
4.9 Prueba de erosión	73
5. Resultados y discusión	78
5.1 FTIR	78
5.2 Rugosidad.....	80
5.3 Dureza	82
5.4 Adherencia.....	84
5.5 Caracterización tribológica.....	85

5.5.1 Pruebas de erosión	85
5.5.2 Perfil de huella.....	87
5.5.3 Resumen de resultados	89
6. Conclusiones	95
Referencias	97

Lista de figuras

<i>Figura 1. Borde de ataque de una pala erosionada por partículas (Damiani, 2018).....</i>	<i>15</i>
<i>Figura 2. Fibra de vidrio y fibra de carbono (Tecnología de los Plásticos, 2011).....</i>	<i>17</i>
<i>Figura 3. Resina de poliéster curado UV H61 (GLASPOL, 2019)</i>	<i>18</i>
<i>Figura 4. Recubrimiento PMMA/TEOS (Acosta, 2007).....</i>	<i>19</i>
<i>Figura 5. Componentes de un recubrimiento (Recubrimientos superficiales, 2016)</i>	<i>20</i>
<i>Figura 6. Recubrimiento multifuncional (Laurentia, 2015).....</i>	<i>22</i>
<i>Figura 7. Esquema de las etapas del proceso Sol-Gel. 1. Hidrólisis del precursor inorgánico, 2. Etapa de condensación, formación y estabilización del sol, 3. Crecimiento del clúster, 4. Reacciones químicas que endurecen y compactan la estructura polimérica, 5-6 Secado y Evaporación de geles llamados; 7. Argeles o xerogeles, 8. Síntesis viscosa, 9. Formación de un material cerámico, 10. Formación de una película densa, 11. Obtención de diversos materiales mediante el control en su composición y estructura. 12. Aplicaciones (Juan C. Morales Gomeroa, 2017).....</i>	<i>25</i>
<i>Figura 8. Materiales orgánicos-inorgánicos con diferentes modos de incorporar organocatalizadores (Fernández, 2012).....</i>	<i>27</i>
<i>Figura 9. Dimensiones de las diferentes partículas que se trabajan en nanotecnología (Limón, 2017)</i>	<i>28</i>
<i>Figura 10. Partes de un aerogenerador (Energía eólica y aerogeneradores, 2014)</i>	<i>33</i>
<i>Figura 11. Erosión a diferentes ángulos de ataque (M. A. Islam, 2016)</i>	<i>36</i>
<i>Figura 12. Visualización de la resistencia a la erosión de materiales tanto duros como elásticos (Cabrera B. A., 2015).....</i>	<i>37</i>
<i>Figura 13. Visualización de los mecanismos de erosión de materiales dúctiles y frágiles (Cabrera B. A., 2015)</i>	<i>38</i>
<i>Figura 14. Partículas erosivas a) Esferas de vidrio, b) Carburo de Tungsteno, c) Alúmina, d) Diamantes (Arriero) (Martínez Arriero, 2015) (Martínez Arriero, 2015).....</i>	<i>39</i>
<i>Figura 15. Desgaste en función del tamaño de la partícula. Degaste de Cobre por partículas SiC bajo los sistemas de erosión (masa perdida/masa de abrasivo) y en abrasión de dos y tres cuerpos (volumen removido / (carga x distancia)) (Martínez Arriero, 2015).....</i>	<i>40</i>
<i>Figura 16. Recubrimiento por método de rodillo y brocha (Fibraplus, 2015)</i>	<i>41</i>
<i>Figura 17. Aplicación por aspersión en la industria automotriz (Ibakimya, 2020).....</i>	<i>42</i>
<i>Figura 18. Etapas del proceso de inmersión-extracción: Las condiciones principales del sol para preparar recubrimientos por inmersión son principalmente baja concentración y baja viscosidad (Juan C. Morales Gomeroa, 2017).....</i>	<i>43</i>

Figura 19. Cabina para recubrimiento de flujo (Ferrepo, 2018)	44
Figura 20. Esquema simplificado del RMN 1HBF (Fundamentos de espectroscopia RMN, 2016).....	45
Figura 21. Esquema del principio de la espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (steemit, 2018)	46
Figura 22. Esquema general de un microscopio electrónico de barrido (URJC, 2018).....	47
Figura 23. Diagrama general de un difractómetro de rayos X (Biotronic, 2016)	48
Figura 24.. Diagrama de funcionamiento de un espectrómetro infrarrojo (Noria, 2017).....	49
Figura 25. Componentes de un rugosímetro perfilométrico (Rodríguez O. F., 2016)	51
Figura 26. Panel de prueba estándar y configuración de muestra (ASTM, D3163 – 01, 2014)	53
Figura 27. Probeta de fibra de vidrio	54
Figura 28. Limpieza de probetas.....	54
Figura 29. Disolventes utilizados para la prueba de disolución.....	55
Figura 30. Sustrato atacado con los disolventes.....	56
Figura 31. Solución sol-gel.....	57
Figura 32. Solución PMMA-B.....	57
Figura 33. Relación de la solución híbrida.....	58
Figura 34.Elementos principales del inmersor	59
Figura 35. Control principal del inmersor.....	60
Figura 36. Gripper o pinza de dos dedos	60
Figura 37. Circuito para el control de velocidad.....	61
Figura 38. Circuito para cambio de giro del motor (Puente H, 2007- 2020).....	63
Figura 39. Circuito usado para el servomotor del gripper (Supply, 2019).....	64
Figura 40. Esquema que muestra la modulación según los milisegundos (Supply, 2019).....	65
Figura 41. Inmersor de velocidad variable	65
Figura 42. Isométrico del inmersor que muestra la mayoría de sus partes	66
Figura 43. Parte superior, lateral y frontal del inmersor	66
Figura 44. Gripper, servomotor, motor DC de 12v y fuente de poder del inmersor	67
Figura 45. Gripper utilizado para el inmersor	67
Figura 46. Aplicación del recubrimiento con ayuda del inmersor.....	68
Figura 47. Recipientes de aluminio para inmersión	69
Figura 48. Extracción y secado de las probetas	69
Figura 49. Espectrofotómetro de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR).....	70
Figura 50. Durómetro Shord-D.....	71
Figura 51. Medición de rugosidad.....	72
Figura 52. Probeta evaluada	72
Figura 53. Balanza analítica Ohaus PX124/E Pioneer	73
Figura 54. Máquina de erosión.....	74
Figura 55. Tolla de almacenamiento.....	74

Figura 56. Manómetro y válvula.....	75
Figura 57. Anemómetro digital	75
Figura 58. Arena de mar con partículas angulares con variedad de picos	76
Figura 59. Tamaño de partículas.....	76
Figura 60. Pruebas de erosión por impacto de partículas sólida.....	77
Figura 61. Estructura química de PMMA (Lvz, 2018).....	78
Figura 62. Espectros FTIR de la fibra de vidrio, recubrimientos PMMA-A/SiO ₂ y PMMA-B/SiO ₂	79
Figura 63. Gráfica de magnitudes promedio de rugosidad	81
Figura 64. Representación gráfica de la desviación estándar en a las muestras	81
Figura 65. Magnitudes promedio de dureza	83
Figura 66. Dureza en función del SiO ₂	83
Figura 67. Desviación estándar mayor respecto a la dureza.....	84
Figura 68. Esfuerzos cortante máximos soportados por los recubrimientos	85
Figura 69. Pérdida de masa total en la fibra de vidrio y recubrimientos híbridos	86
Figura 70. Pérdida de masa en cada probeta	87
Figura 71. Huella de desgaste por la prueba de erosión	88
Figura 72. Perfil de huella.....	89
Figura 73. Pérdida de masa en función de la dureza.....	91
Figura 74. Pérdida de masa en función de la rugosidad, Ra.....	92
Figura 75. Pérdida de masa en función de la adherencia.....	93
Figura 76. Gráfica comparativa de Adherencia (MPa), Rugosidad, Ra y pérdida de masa (%).....	94

Lista de tablas

Tabla 1. Propiedades del Aluminio 6063 forjado (ASHBY, 2015).....	30
Tabla 2. Propiedades de una Madera dura: roble, en la dirección de las líneas (ASHBY, 2015).....	30
Tabla 3. Propiedades de un material compuesto de Matriz Epóxica (ASHBY, 2015).....	31
Tabla 4. Propiedades de un material compuesto de Matriz Epóxica (ASHBY, 2015).....	31
Tabla 5. Propiedades del Polipropileno (ASHBY, 2015).....	32
Tabla 6. Propiedades del Polietileno (ASHBY, 2015).....	32
Tabla 7. Tabla de comparación de los diferentes disolventes sobre la fibra de vidrio	55
Tabla 8. Composición en relación de volumen (v/v) de la serie de soluciones PMMA-A/SiO ₂ y PMMA-B/SiO ₂	58
Tabla 9. Tabla comparativa de rugosidad, Ra (μm).....	80
Tabla 10. Mediciones de dureza.....	82
Tabla 11. Cargas y esfuerzos máximos aplicados.....	85
Tabla 12. Peso en gramos(gr) de la fibra de vidrio y recubrimientos híbridos	86
Tabla 13. Tabla resumen.....	90

1. Introducción

Las palas son consideradas unos de los elementos más importantes de un generador eólico, son las que se encargan de aprovechar la energía del viento para transformar el movimiento lineal en un movimiento de rotación (Premkumar, 2015). Los materiales que tradicionalmente eran utilizados para la fabricación de las palas se han sustituido actualmente por plásticos y resinas, por lo que, la fibra de vidrio es utilizada en el 99% de los grandes generadores eólicos. Existe una predisposición muy clara hacia el uso de resina epóxica reforzada con fibra de vidrio o fibra de carbono. En el caso de las turbinas pequeñas, también el 99% usan materiales plásticos y muy pocos fabricantes utilizan madera. Durante su funcionamiento los generadores eólicos están expuestos al clima local, por lo que las palas se erosionan debido a los impactos con el agua de la lluvia, el granizo, o están contaminados con insectos. Debido a la velocidad del aire y velocidad de rotación, el desgaste por erosión ocurre principalmente en la región del borde de ataque, esto provoca una disminución en su eficiencia de conversión, así como posibles fallas estructurales, esto se podría prevenir aplicando una protección en el borde de ataque para reducir su erosión, incluso con las palas una vez instaladas.

Actualmente no existe reportado en la literatura un recubrimiento el cual de protección y que pueda aplicarse en las palas cuando ya estén instaladas, solo existen recubrimientos no especializados que se le aplican a tablas de surf, que es una resina de poliéster que cuando es aplicado este recubrimiento, solo protege a las palas de la degradación por los rayos UV, ya que tiene un mal rendimiento ante la erosión (Zulfikar MA, 2006). Pero existen otras alternativas que no han sido exploradas para disminuir el deterioro por erosión en palas, una de ellas es el uso de materiales híbridos a base de Polimetilmetacrilato (PMMA) y Tetraetilortosilicato (TEOS), los cuales han sido ampliamente utilizados como inhibidores de corrosión, en microfiltros en medicina y en refuerzos de superficies para reducir el rayado. Hasta el momento existe poca información reportada en aplicaciones de estos materiales como recubrimientos en sistemas de energías renovables y en específico en palas de generadores eólicos como protector de erosión. Otras propiedades que presentan estos materiales híbridos de PMMA-TEOS al ser aplicados como recubrimientos son la adaptabilidad de forma, estabilidad térmica, transparencia, resistencia a la corrosión, excelente adherencia y se puede aplicar a grandes áreas en solución. La elaboración de

estos materiales híbridos es por la vía síntesis sol-gel, que es la incorporación de grupos orgánicos utilizando silicatos modificados orgánicamente (Mammeri F. L., 2006).

En este trabajo se propone la obtención de un material híbrido PMMA/TEOS para ser aplicado como recubrimiento sobre los bordes de ataque de los álabes de fibra de vidrio y fibra carbono de los generadores eólicos, con el objetivo de disminuir el deterioro por erosión e incrementar el tiempo de vida de los materiales utilizados.

1.1 Planteamiento del problema

Actualmente existe una gran diversidad de materiales resistentes a la erosión que son aplicados a sistemas de energías renovables, particularmente en los aerogeneradores se utilizan materiales compuestos como la fibra de vidrio y fibra de carbono para la fabricación de álabes (Premkumar, 2015). Su principal problema que presentan es el deterioro por erosión en el borde del ataque, ya que en esta sección impacta el aire con partículas de polvo, insectos, agua, granizo, etc. (Thomas, 2018), generando mayor daño debido a la rotación de las palas afectando el rendimiento del aerogenerador de manera importante.

Los recubrimientos de poliéster que existen y que son aplicados en las palas presentan prácticamente una nula oposición ante el impacto de las partículas que generan la erosión, solo reducen el envejecimiento por la exposición a los rayos UV. La fibra de carbono es un material que resiste la erosión y es estable térmicamente, pero resulta ser muy costoso comparado con la fibra de vidrio, respecto a la erosión por partículas sólidas el desgaste presentado es alto en ambos materiales, es por este motivo que se pretende desarrollar un recubrimiento que reduzca el desgaste por erosión y aumente el tiempo de vida en las palas de fibra de carbono y fibra de vidrio. (Thomas, 2018).

1.2 Justificación

Desarrollar un recubrimiento híbrido con resistencia a la erosión que se pueda aplicar al borde de ataque de las palas de los aerogeneradores tendrá un impacto a nivel tecnológico en parques eólicos en México y en otros países. Oaxaca es uno de los pocos lugares en el mundo que cuenta con un factor de potencia de más del 90%, es decir que el viento sopla a buena velocidad durante casi todo el día y la noche (Romero, 2016), esto indica que el desgaste generado en esta región sobre las palas es mayor, por lo que, es necesario proponer una solución para reducir este daño y como consecuencia que el mantenimiento preventivo y correctivo sea menor, lo que va a contribuir a un

desarrollo tecnológico para la atención del problema prioritario de Energía y Cambio Climático identificado por Programas Nacionales Estratégicos (PRONACES). La caracterización del material híbrido se realizará en el laboratorio de posgrado del Instituto Tecnológico de Pachuca, en el LIDTRA del Centro de Investigación y Estudios Avanzados del I.P.N. unidad Querétaro y en la Universidad Politécnica de Pachuca, esto hace que el proyecto propuesto sea factible, ya que se tiene el apoyo de otras instituciones que cuentan con la infraestructura requerida, además de tener actualmente los materiales necesarios para la síntesis del recubrimiento. Al crear un recubrimiento híbrido para las palas en el borde de ataque de los aerogeneradores se estará creando tecnología de punta para nuestro país, ya que la aplicación en aerogeneradores de este tipo de recubrimiento no ha sido reportada hasta el momento.

1.3 Objetivos

Objetivo general

Obtener una serie de recubrimientos híbridos a base Polimetilmetacrilato (PMMA) y Tetraetilortosilicato (TEOS), con la finalidad de evaluarlos tribológicamente y con base a los resultados obtenidos, proponer su posible aplicación sobre el borde de ataque de los alabes de fibra de vidrio de los aerogeneradores para reducir su desgaste por erosión.

Objetivos específicos

1. Revisar el estado del arte sobre recubrimientos híbridos aplicados en materiales compuestos y sus aplicaciones.
2. Diseñar y fabricar un inmersor para la aplicación de los recubrimientos de los materiales híbridos sobre sustratos de fibra de vidrio.
3. Obtener una serie de recubrimientos híbridos PMMA/SiO₂ solución variando su concentración en volumen aplicando la vía sol-gel.
4. Llevar a cabo la aplicación de los recubrimientos de los materiales híbridos sobre sustratos de fibra de vidrio por el método de inmersión.
5. Determinar la composición de los recubrimientos híbridos por espectroscopia FT-IR para verificar su obtención.
6. Determinar las propiedades de la superficie del recubrimiento por perfilometría y durómetro Shore D.

7. Realizar la caracterización tribológica del recubrimiento a partir de la prueba de erosión horizontal, por partícula sólida.

2. Estado del arte

2.1 Erosión en las palas

Durante su funcionamiento las turbinas eólicas operan en la atmósfera inferior, las cuales están expuestas al clima local, como consecuencia los álabes del generador eólico se erosionan por el impacto de gotas de lluvia, granizo, partículas de arena de mar o están contaminadas con insectos. Debido a una mayor velocidad de rotación, la erosión ocurre principalmente en la región externa de la pala conocida como borde de ataque, para prevenir su desgaste por erosión, es posible instalar una protección, que se puede aplicar en los álabes después de su instalación. Se sabe que la erosión conduce a una mayor resistencia, especialmente en ángulos horizontales respecto al ataque de la pala, (Thomas, 2018). En la Figura 1 se muestra lo que provoca la erosión en el borde de ataque de los álabes de un aerogenerador.



Figura 1. Borde de ataque de una pala erosionada por partículas (Damiani, 2018)

Estudios recientes de OEM (*Original Equipment Manufacturer*) de turbinas también enfatizan la importancia de la ingeniería de superficie para otros componentes, por ejemplo, la erosión del borde de ataque de la pala es un foco de preocupación porque conduce a una potencia reducida de generación, potencialmente daño estructural.

La erosión aumenta con la velocidad relativa del aire y con la velocidad de rotación, sabiendo que se necesita renovar o modificar el material con lo que están fabricadas las palas del aerogenerador, por este motivo es de interés proponer un desarrollo tecnológico que ayude a reducir su desgaste (Premkumar, 2015).

El generador NREL de 5 MW con álabes limpios y desgastados por erosión, fue comparado con álabes recubiertos con protección en el borde de ataque en una simulación, el análisis modeló que en comparación con los álabes del rotor limpios y erosionados, los resultados arrojaron que el comportamiento aerodinámico de los álabes fuertemente erosionados pueden provocar pérdidas de potencia del 9%, opuestamente con el recubrimiento los alabes solo tienen un pequeño impacto en la potencia de la turbina de menos del 1%. (Thomas, 2018).

Se han analizado los efectos de la rugosidad de la superficie debido a insectos o hielo en la turbina eólica, pero no se dice mucho sobre el efecto de la erosión del borde de ataque debido a la lluvia o el granizo, solo mostrando dentro de los experimentos de campo que aumentó la rugosidad con el impacto de los insectos en el borde del ataque del álabe, por lo que se concluyó que la contaminación puede conducir a pérdidas de energía de más del 25%. Se puede esperar que la fuerte erosión, conduce a pérdidas de energía aún mayores. Experimentos de rugosidad en perfiles aerodinámicos presentados por Janiszewska (Matthias Schramm, 2017), mostraron una disminución en la elevación máxima del 25%, mientras que la mínima la resistencia se incrementó en un 60%.

Se investigó el efecto de la erosión en las superficies de sustentación de forma experimental con diversos grados de erosión, donde las mediciones se realizaron en números de Reynolds entre $Re=1 \times 10^6$ y $Re = 1.85 \times 10^6$ de flujo laminar en un túnel de viento subsónico de baja turbulencia. En el caso de fuerte erosión se redujo en un 17% en comparación con la elevación de la superficie aerodinámica limpia, y la resistencia se incrementó al 500%, aunque debe tenerse en cuenta que este aumento no se refiere al arrastre mínimo si no al arrastre laminar.

La erosión podría conducir a una pérdida en la producción anual de energía (AEP) de aproximadamente el 25%. Tomando en cuenta las simulaciones se realizaron utilizando el mismo nivel de erosión a lo largo de las palas completas, lo que probablemente no sea el caso de turbinas reales debido a las diferentes velocidades de rotación. Para evitar o prevenir la erosión, es posible utilizar protecciones especiales para los bordes de ataque. Weigel (Matthias Schramm, 2017) investigó un sistema de protección para palas de helicóptero, que son erosionadas por la lluvia o la arena, mostró que la protección utilizada podría reducir el efecto de la erosión. Aun así, las palas del helicóptero son diferentes de las turbinas eólicas debido a diferentes comportamientos de flujo y velocidades del rotor, además los materiales de las palas de los helicópteros y los posibles revestimientos son diferentes a los usados en las turbinas eólicas.

En contraste, Giguere y Selig (Matthias Schramm, 2017) investigaron experimentalmente el efecto de las palas en la turbina eólica y los perfiles aerodinámicos, las mediciones del túnel de viento se realizaron con números bajos de Reynolds de $Re = 150,000$ a $Re = 500,000$ y perfiles aerodinámicos que no se usan en turbinas más grandes. Las pérdidas de potencia debido a las palas usadas, fueron menos del 2%, que es pequeño en comparación con las pérdidas con perfiles aerodinámicos erosionados. Aun así, no se sabe cómo una protección de este tipo, cambia el rendimiento de la turbina eólica para las turbinas modernas de varios MW en comparación con formas de perfil aerodinámico erosionado.

La dinámica de fluidos computacional CFD, se usa para dar un enfoque similar a esta problemática; Corsini informa un estudio numérico de erosión por lluvia en una turbina de 6 MW y compara alabes estándar y aerodinámicamente optimizadas entre sí, haciendo una simulación de erosión por un enfoque de Euler-Lagrangian en estado estable con seguimiento, usando CFD, pero no se encuentra ninguna diferencia en potencia total o AEP entre alabes erosionadas y limpias.

Los materiales compuestos usados para los álabes de los aerogeneradores son polímeros reforzados con fibras, actualmente se utilizan la fibra de vidrio y fibra de carbono (Figura 2), debido a sus ventajas de fuerza, aunque esto representa una problemática en el reciclaje de estos materiales, haciendo que este tema sea complicado a la hora de reutilizarlos (Thomas L).

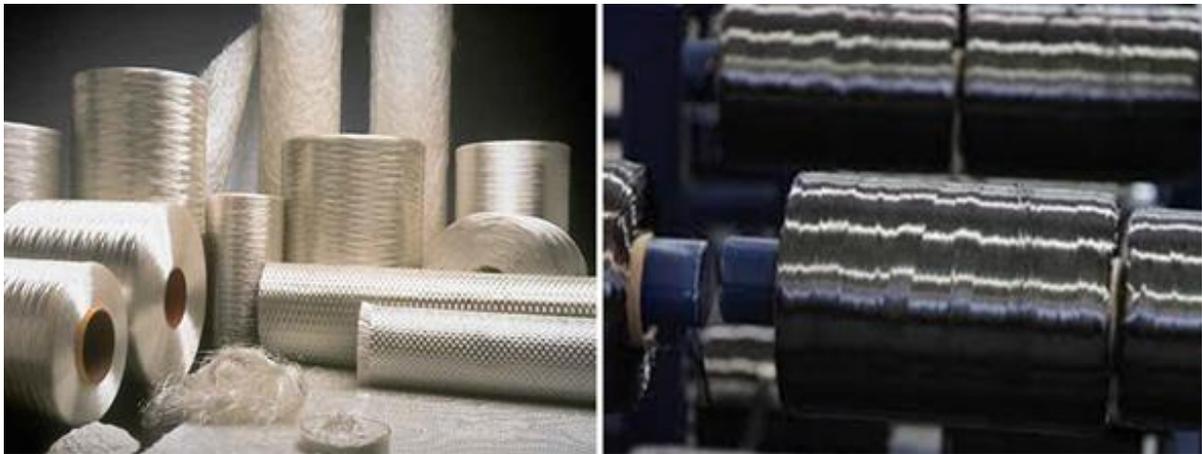


Figura 2. Fibra de vidrio y fibra de carbono (Tecnología de los Plásticos, 2011)

2.2 Recubrimiento aplicado a las palas

El recubrimiento aplicado en los álabes actualmente y el único recubrimiento reportado, es a base de resina de poliéster, la cual solo protegen a las palas de la degradación por los rayos UV, ya que tiene un mal rendimiento ante la erosión (Interempresas, 2017). En la Figura 3 se observa un

recubrimiento que se usa para las tablas de surf, que las protege de la degradación UV, es un recubrimiento parecido al que se usa para los álabes de los aerogeneradores.



Figura 3. Resina de poliéster curado UV H61 (GLASPOL, 2019)

Los recubrimientos híbridos PMMA/TEOS han sido ampliamente conocidos como inhibidores de corrosión en microfiltros, aplicaciones en instrumentos médicos y como refuerzos de superficies para reducir el rayado. Con respecto a los recubrimientos híbridos se considera un sistema terciario formado por disolvente/Polimetilmetacrilato (PMMA)/Tetraetilortosilicato (TEOS) que se incorporan por la ruta de síntesis Sol-gel. El material obtenido PMMA/TEOS, presenta propiedades como resistencia al rayado, adaptabilidad de forma, estabilidad térmica, transparencia, resistencia a la corrosión, excelente adherencia y se puede aplicar a grandes áreas en solución (Zulfikar MA, 2006).

Los parques eólicos se localizan preferentemente en regiones montañosas, con posiciones cercanas a las líneas de cúspide, o en costas en donde se suele manifestar un alto potencial del recurso, en este caso del viento. Una medida concluyente es la velocidad anual media del viento, esta es calculada mediante el valor absoluto de la velocidad y la distribución durante un año natural. La mejor manera de calcular la energía anual media de un aerogenerador es a partir de la distribución

estadística de Weibull II, considerando los valores medios que generalmente se miden a 10 metros de altura, a la altura del eje del rotor del generador eólico (Rubio M. L.-3., 2007).

Actualmente el único recubrimiento reportado, es a base de resina de poliéster, el cual solo protege a las palas de la degradación por los rayos UV, ya que tiene un alto rendimiento ante la erosión. El recubrimiento híbrido PMMA/TEOS (Figura 4) ha sido ampliamente conocido como inhibidor de corrosión en microfiltros, aplicaciones en instrumentos médicos y como refuerzos de superficies para reducir el rayado. Hasta el momento existe poca información en aplicaciones de estos recubrimientos PMMA/TEOS en energías renovables y en específico en palas de aerogeneradores como protector de erosión.

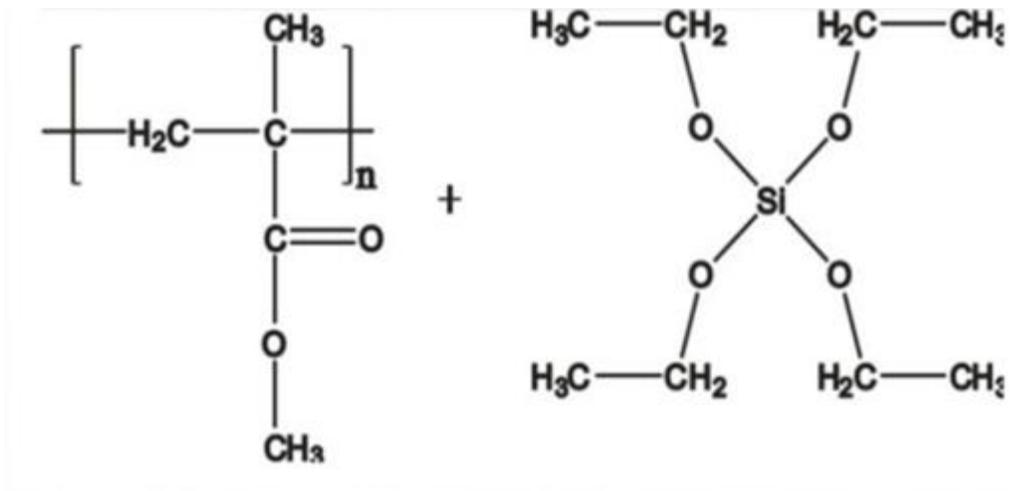


Figura 4. Recubrimiento PMMA/TEOS (Acosta, 2007)

La preparación de películas de PMMA / sílice, añadiendo Tetraetilortosilicato (TEOS) y agua en una solución de polímero de PMMA, tienen dos efectos que dominan la naturaleza del refuerzo, una es la concentración de puntos de adhesión entre la superficie de PMMA y SiO₂, que depende del tamaño y la concentración de las partículas; y el segundo es el carácter químico de la superficie que está en función del pH. También se demostró que la morfología compuesta y el grado de separación de fases son extremadamente importantes para determinar las propiedades finales del material, y estos pueden controlarse con variables tales como temperatura y pH (Zulfikar MA, 2006).

2.3 Recubrimientos de materiales híbridos

Con respecto a los recubrimientos híbridos se considera un sistema terciario formado por disolvente/Polimetilmetacrilato (PMMA)/Tetraetilortosilicato (TEOS) que se incorporan por la

ruta de síntesis Sol-gel. La estructura química PMMA/TEOS, presenta propiedades como resistencia al rayado, adaptabilidad de forma, estabilidad térmica, transparencia, resistencia a la corrosión, excelente adherencia y se puede aplicar a grandes áreas en solución (Mammeri F. L., 2006); (Yang, 2010).

Los recubrimientos orgánicos son compuestos de película delgada, que consisten en un polímero orgánico aglutinante, con una variedad de otros componentes, incluidos pigmentos, disolventes, agua y reticulados orgánicos, según el uso los componentes se mezclan en una formulación de recubrimiento, que es luego aplicado a un sustrato (Figura 5).

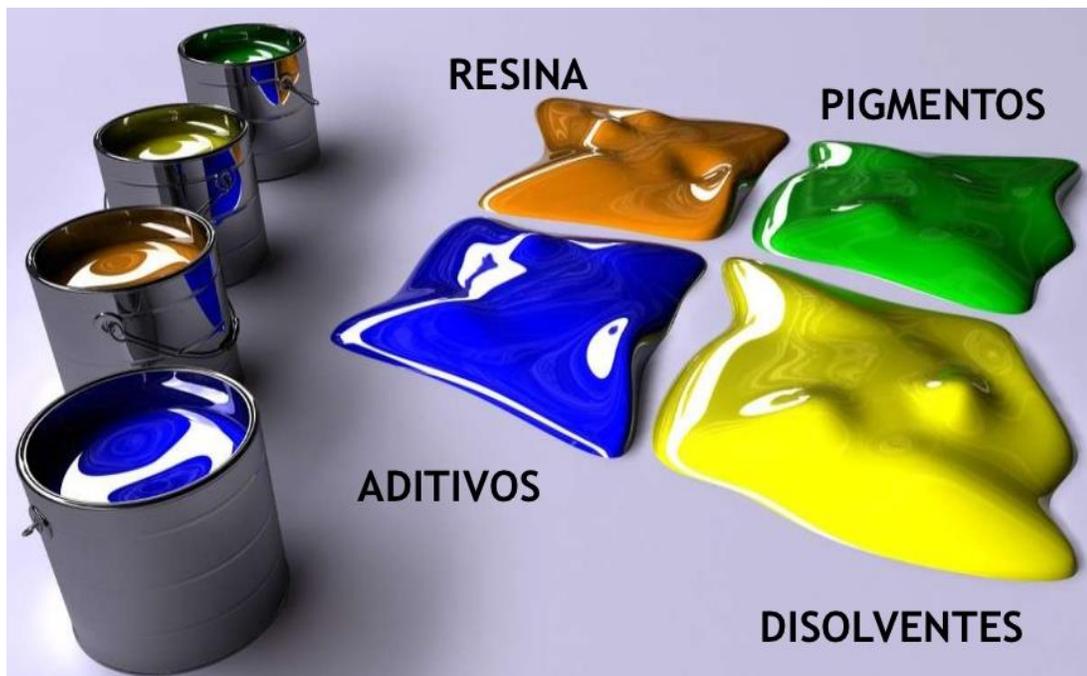


Figura 5. Componentes de un recubrimiento (Recubrimientos superficiales, 2016)

Existen recubrimientos líquidos a base de solventes orgánicos, agua o ambos; y recubrimientos en polvo en los que los polvos se aplican directamente a sustratos, cada componente tiene una función relacionada con el uso final o la película final, el aglutinante orgánico es la fase continua que une el pigmento y al relleno, juntos los pigmentos se usan para el color, la protección contra la corrosión o para cambiar propiedades de barrera, los rellenos como el carbonato de calcio se usan para reemplazar algunos de los componentes de revestimiento más caros (aglutinante y pigmento) para reducir los costos por recubrimientos líquidos, los solventes se utilizan para:

1. Disolver o hacer miscible todo el orgánico, componentes que incluyen aglutinante, reticulante y aditivos.

2. Aplicación de control viscosidad.
3. Controlar el proceso de formación de la película, los aditivos son los más versátiles, y posiblemente el más interesante de los componentes de formulación de revestimiento (Kickelbick, 2007).

2.4 Formación general de recubrimientos híbridos inorgánicos / orgánicos

Tradicionalmente, la formación de materiales cerámicos a partir de materiales sólidos requiere un calentamiento excesivo a temperaturas superiores a varios cientos de grados centígrados. En la década de 1930 los alcóxidos metálicos fueron reconocidos como potenciales precursores moleculares en la preparación de materiales cerámicos, la formación de materiales de óxido de metal a través del proceso sol-gel ha proporcionado relativamente un nuevo enfoque en la formación de cerámica y vidrios, particularmente en recubrimientos. El proceso sol-gel permite la síntesis a baja temperatura, ofrece una alta pureza y materiales de tipo cerámico homogéneo. La preparación de materiales cerámicos multi-componentes mediante el proceso sol-gel se desarrolló primero mediante un control cuidadoso de etapas de hidrólisis y condensación de alcóxidos metálicos. Este enfoque ha sido aplicado a revestimientos finos para la decoración de cristalería como reemplazo para la coloración mediante técnicas de fusión.

Los recubrimientos híbridos tipo sol-gel proporcionan aquí varias ventajas, pueden rociarse sobre el sustrato y pueden contener tintes orgánicos, lo que no es posible con los procedimientos de alta temperatura comparado con sistemas orgánicos puros convencionales, los híbridos sol-gel muestran una alta resistencia, adhesión casi perfecta, ajuste del índice de refracción y suficiente. Proporcionar una combinación de propiedades físicas que se encuentran tanto en cerámica como en polímeros produciendo un material homogéneo con inorgánicos y orgánicos con características a bajas temperaturas de curado (Figura 6).



Figura 6. Recubrimiento multifuncional (Laurentia, 2015)

Estos materiales a menudo se consideran de alto rendimiento debido a la capacidad de soportar aplicaciones de alta temperatura de los alcóxidos metálicos, el etóxido de titanio exhibe una estructura oligomérica, mientras que el isopropóxido de titanio generalmente está en forma monomérica, sin embargo, la reacción cinética y la estructura pueden controlarse mediante la elección de la matriz orgánica, para la formación de coloides sol-gel dentro de una matriz orgánica, la elección de la fase orgánica y las condiciones de curado son críticas, la mayoría de las matrices orgánicas tienen grupos de acoplamiento inherentes, concentración de agua naciente y un catalizador ácido o base. Los tres factores tienen un ajuste limitado dentro de cualquiera de las matrices orgánicas, incluida la introducción de grupos de acoplamiento auxiliares (Kickelbick, 2007).

2.5 Propiedades y aplicaciones de materiales híbridos

Casi no hay límite para las combinaciones de componentes inorgánicos y orgánicos en la formación de materiales híbridos. Por lo tanto, se pueden generar materiales con nuevas relaciones de composición-propiedad que aún no han sido posibles, ambas propiedades pueden incorporarse construyendo bloques con las propiedades específicas, en muchos casos compuestos orgánicos, que se incorporan en una matriz, materiales híbridos a base de silicatos preparados por el proceso sol-gel y dichos componentes revelan muchas ventajas en comparación con otros tipos de materiales porque la sílice es transparente y si los bloques de construcción son lo suficientemente

pequeño, no dispersa la luz, por otro lado los materiales orgánicos son a menudo más estables en una matriz inorgánica. Una de las características pasivas más prominentes de los materiales híbridos ya utilizados en la industria son los recubrimientos decorativos obtenidos por la incrustación de colorantes orgánicos en recubrimientos híbridos. Otra ventaja de los materiales híbridos es la mayor resistencia mecánica basada en las estructuras inorgánicas.

Los recubrimientos resistentes a las marcas para vidrios de plástico se basan en este principio; una de las principales ventajas de los materiales híbridos es que es posible incluir más de una función en un material simplemente incorporando un segundo componente con otra propiedad en la formulación del material, otra ventajas de los materiales híbridos, a saber, es su procesamiento bastante simple en recubrimientos y películas delgadas, puede ser una solución a esta desventaja, la aplicación de tales recubrimientos a soportes más baratos puede ser ventajoso. Se prefiere la sílice como componente inorgánico en tales aplicaciones, debido a su baja pérdida óptica; otros componentes inorgánicos, por ejemplo, la circonita, puede incorporar propiedades de alto índice de refracción, o la titania en su fase de rutilo puede ser aplicado para absorbentes de radiación UV, pueden agregar interesantes propiedades eléctricas. Los dispositivos basados en nanocompuestos para aplicaciones electrónicas y optoelectrónicas incluyen diodos emisores de luz, fotodiodos, células solares, sensores de gas y transistores de efecto de campo (Kickelbick, 2007).

2.6 Síntesis por el método de Sol-gel a base de silicio

El proceso Sol-gel a base de silicio es probablemente el que más se ha investigado; por lo tanto, los principios de reacción fundamentales se discuten usando este proceso como un sistema modelo. Un hecho importante también hace que el Sol-gel a base de silicio es predominante en el proceso en la formación de materiales híbridos, que es la simple incorporación de grupos orgánicos utilizando silicatos modificados orgánicamente. Además, los sustituyentes juegan un papel importante en la solubilidad del precursor en el solvente, se requiere agua para la reacción y si los sustituyentes orgánicos son bastante grandes, generalmente el precursor se vuelve inmisible (no se puede mezclar) el solvente, al cambiar el disolvente, se debe tener en cuenta que puede interferir en la hidrólisis (Kickelbick, 2007).

La acidez o alcalinidad (pH) juega un papel importante en el mecanismo, también en la microestructura del material final. Aplicando reacciones catalizadas por ácido una red abierta se forma en los primeros pasos de la reacción que conduce a la condensación de pequeños racimos.

La transición de un sol a un gel se define como el punto de gelación, que es cuando los enlaces entre las partículas de sol se forman de tal manera que se obtiene un material sólido que contiene poros internos que incorporan alcohol, sin embargo, en este punto la reacción no ha terminado, solo la condensación.

Las reacciones pueden durar mucho tiempo hasta que se alcanza una etapa final, este proceso es llamado envejecimiento, durante esta reacción, el material se contrae y se endurece, este proceso se lleva a cabo en el proceso de secado, donde el material adquiere un tamaño más compacto, su estructura y la reticulación asociada obtiene una mayor rigidez, durante el proceso de secado, las grandes fuerzas capilares de los líquidos se evaporan.

En los procedimientos coloidales sobresalen los soles, producidos por una suspensión coloidal de partículas sólidas dentro de un líquido, donde el término partícula se refiere a los soles formados en un medio acuosos. El método sol-gel sustituye las técnicas convencionales de obtención de materiales a altas temperaturas por un proceso que se realiza a temperaturas menores, en el cual es posible formar redes mediante polimerización de monómeros a temperatura ambiente. La ruta química del sol-gel se basa principalmente en la hidrólisis y condensación de precursores moleculares. En la Figura 7 se muestra el esquema de las rutas de obtención que se siguen en el proceso sol-gel (Kickelbick, 2007).

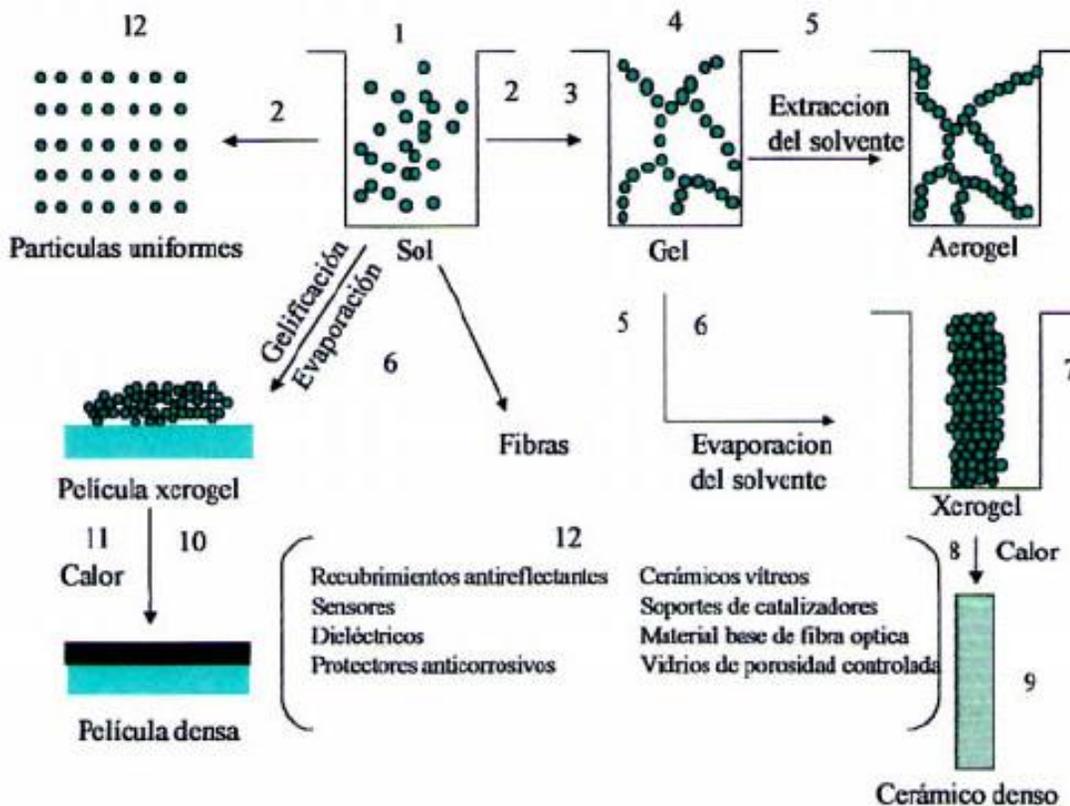


Figura 7. Esquema de las etapas del proceso Sol-Gel. 1. Hidrólisis del precursor inorgánico, 2. Etapa de condensación, formación y estabilización del sol, 3. Crecimiento del clúster, 4. Reacciones químicas que endurecen y compactan la estructura polimérica, 5-6 Secado y Evaporación de geles llamados; 7. Argeles o xerogeles, 8. Síntesis viscosa, 9. Formación de un material cerámico, 10. Formación de una película densa, 11. Obtención de diversos materiales mediante el control en su composición y estructura. 12. Aplicaciones (Juan C. Morales Gomeroa, 2017)

Los parámetros de reacción como la velocidad de secado, el tiempo de gelificación, el pH, entre otros pueden tener una influencia importante en el agrietamiento de los geles y, por lo tanto, deben optimizarse. En algunas circunstancias, la destrucción de la red de gel puede conducir a la formación de polvos, el estrés durante el proceso de secado se puede evitar si el líquido en los poros se intercambia bajo condiciones supercríticas donde la distinción entre líquido y el vapor ya no existe, este proceso conduce a los llamados aerogeles altamente porosos comparados con los xerogeles secados convencionalmente. Muchos parámetros influyen en la velocidad del sol-gel reacción; si se requiere un material homogéneo, todos los parámetros deben ser optimizados, esto es particularmente cierto si los materiales híbridos son el objetivo. Las separaciones de especies orgánicas e inorgánicas en los materiales o entre la red y los precursores no reaccionados debilitan las propiedades de los materiales, esto a menudo incluso se puede observar a simple vista si el

material se vuelve opaco. La relación agua / precursor también es un parámetro importante en el proceso Sol-gel, si los tetra-alcoxisilanos se usan como precursores, se necesitan dos moléculas de agua por compuesto de partida para formar SiO₂ completamente condensado, aplicando un menor H₂O / Si, esta relación conduciría a un alcóxido que contiene el material final (Kickelbick, 2007). En la actualidad ya existen recubrimientos híbridos (PMMA/TEOS), pero no aplicados en el borde de ataque de los alabes de los generadores eólicos para reducir su desgaste por erosión.

2.7 Catálisis ácida y básica dentro de una matriz orgánica

Los catalizadores ácidos y básicos se han utilizado ampliamente en el proceso Sol-gel, la velocidad de reacción depende en gran medida del pH de los medios, es importante que se tenga en cuenta que, dentro de una matriz orgánica, típicamente utilizada para recubrimientos, el pH está en un ambiente no acuoso y sin alcohol, lo que tiene un gran efecto en la movilidad y resistencia del catalizador. Existe una limitación adicional de la movilidad del catalizador, cuando el catalizador es parte del polímero en la columna vertebral, atado como un grupo lateral o en el extremo de la cadena, además de ser parte de la matriz orgánica, el catalizador ácido o base puede ser añadido externamente, dependiendo del precursor Sol-gel, los ácidos y las bases pueden influir en la rapidez de la hidrólisis y los pasos de condensación. Los catalizadores ácidos protegen el grupo alcoxi al mejorar la cinética de reacción, produciendo alcohol como un grupo saliente, mientras que las bases producen nucleófilos fuertes de las ligas de hidroxilo. Dependiendo de las condiciones catalíticas, la estructura de la matriz inorgánica, se puede adaptar en consecuencia. En condiciones ácidas, la tasa de condensación es lenta en relación con la tasa de hidrólisis, generalmente una estructura lineal más abierta se alcanza bajo condiciones ácidas. En condiciones básicas, la velocidad de condensación es mucho más rápida que la velocidad de hidrólisis, como resultado se está altamente condensada, esto hace que se formen grupos tridimensionales de óxido de metal que dan como resultado estructuras más cerradas.

2.8 Aplicaciones de los materiales híbridos

La mezcla de componentes orgánicos e inorgánicos en un material, permite la fabricación de sólidos híbridos de propiedades y características específicas, con estudios en catálisis, adsorción o separación, como en procesos más nanotecnológicos relacionados con la transferencia electrónica, la fotoluminiscencia o en el campo de los sensores (Inagaki, 2006), sin embargo en el área de la catálisis es donde los materiales híbridos orgánicos-inorgánicos han sido utilizados mayormente,

debido a la posibilidad de heterogeneizar funciones activas (V. Ayala, 2004). En general, se han buscado catalizadores sólidos para llevar a cabo reacciones de todo tipo, ya que permiten su recuperación y reciclado del medio de reacción.

Tiempo atrás en el diseño de materiales orgánicos-inorgánicos se usaba una simple incorporación de moléculas orgánicas en el interior de matrices inorgánicas, con la finalidad de desarrollar catalizadores heterogéneos. A pesar de que las interacciones que se establecen entre los componentes orgánicos e inorgánicos son débiles, se logró preparar catalizadores sólidos en los que la funcionalidad aportada por las moléculas orgánicas es ampliamente aprovechada, permaneciendo activa durante un largo periodo de tiempo. Prototipos representativos de este tipo de catalizadores son los formados por moléculas orgánicas ocluidas o preparados in situ (*ship-in-a-bottle*) por dentro de las cavidades de silicatos microporosos o zeolitas (García, 2004), con esta técnica se lograron superar problemas importantes vinculados a los catalizadores homogéneos, como son la separación de los productos de reacción o la recuperación y la reutilización del catalizador, es decir, etapas que, por lo general, se realizan de forma sencilla cuando se emplean catalizadores sólidos (Figura 8).

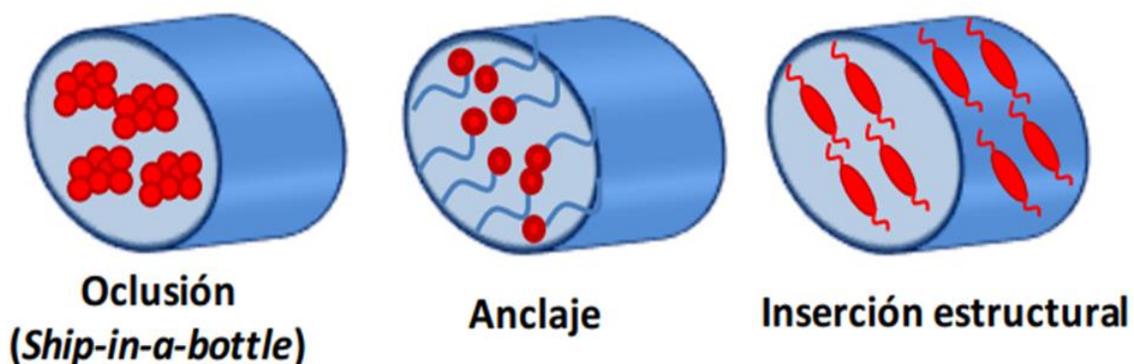


Figura 8. Materiales orgánicos-inorgánicos con diferentes modos de incorporar organocatalizadores (Fernández, 2012)

Otro rubro donde se están utilizando los materiales híbridos son la mejora de sistemas mecatrónicos, ya que una característica muy importante en los sensores y actuadores es su tiempo de respuesta, el cual se busca sea el menor posible, en el orden de fracciones de segundo. Dichas funciones deben ser exactas y precisas, razón por la cual los materiales de base para su construcción demandan ser

bio-funcionales o poli funcionales, esto se refleja en un elevado costo que puede alcanzar un sistema mecatrónico.

Se han sintetizado materiales híbridos magnéticos utilizando como matriz polímeros bio-compatibles como la carboximetilcelulosa (CMC) o el quitosano, y como fase dispersa se han manejado nanopartículas de óxido de hierro y nanopartículas de cobalto elemental. Los dos tipos de material híbrido desarrollados presentan propiedades de súper magnetismo, por lo que las películas delgadas de estos materiales sin duda tendrán aplicaciones muy interesantes en el futuro de los sistemas mecatrónicos (López Walle, 2011).

Es importante indicar que, entre las líneas de investigación emergentes en el área de la nanotecnología, se encuentra el desarrollo de los nanobiomateriales, los cuales representan a los materiales híbridos o basados en compuestos inorgánicos nanoestructurados y moléculas orgánicas (proteínas, ADN, ARN y lípidos o ácidos orgánicos). Esta área utiliza principios biológicos para el diseño y obtención de materiales, que por sus condiciones son de escala nanométrica (las proteínas globulares poseen dimensiones de 10-100 nm). La urgencia de contar con materiales nuevos, cuya capacidad de almacenamiento informático fuera superior y que ocupara menores dimensiones, generó el desarrollo de memorias portátiles de varios gigabytes de espacio en apenas unos cuantos centímetros de longitud. Diversas necesidades han motivado el desarrollo de materiales y partículas cada vez menores, desde milímetros ($1 \text{ mm} = 1 \times 10^{-3} \text{ m}$) hasta dimensiones de unos pocos nanómetros ($1 \text{ nm} = 1 \times 10^{-9} \text{ m}$ o $1 \text{ nm} = 0.000, 000, 001 \text{ m}$); este desarrollo es conocido como nanotecnología (Figura 9).

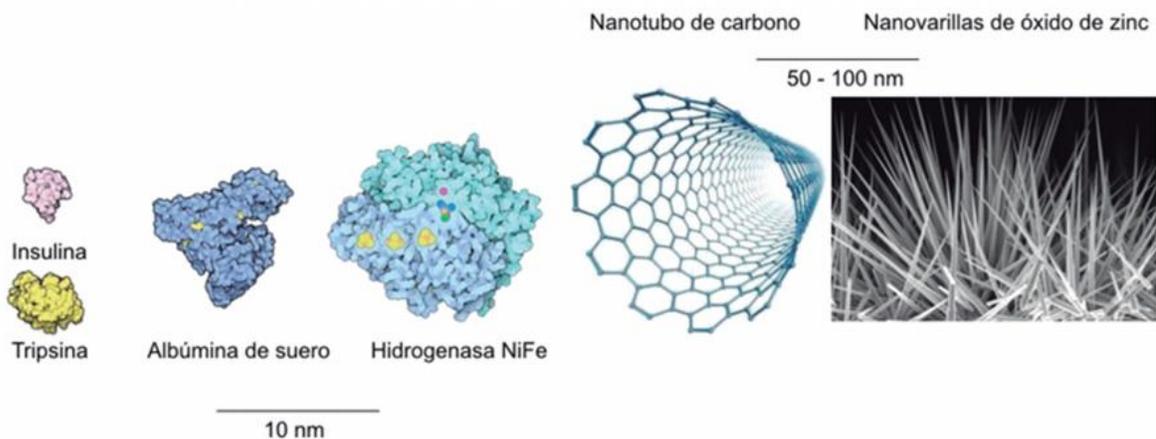


Figura 9. Dimensiones de las diferentes partículas que se trabajan en nanotecnología (Limón, 2017)

Es por esto que se busca asegurar que los materiales híbridos se realicen eficientemente, sobre materiales inorgánicos, la función natural para la cual fueron creados o a partir de la cual evolucionaron y se acoplen a las dimensiones nanométricas de los soportes. Por ejemplo, encontramos en el área energética, diseños o moléculas biológicas como las proteínas, las cuales son útiles para la producción eficiente de hidrógeno sobre materiales nanoestructurados. Esto se debe a que son moléculas robustas que han evolucionado desde hace millones de años por estos organismos como parte de su metabolismo. De tal manera que aun en ambientes extremos como la fosa de las marinas, donde la presión y temperatura son muy altas debido a la profundidad, diversos grupos de organismos son capaces de obtener energía mediante la movilización de moléculas orgánicas mediante estas proteínas intercambiando átomos de hidrógeno (Abraham Vidal-Limón, 2017).

2.9 Aplicaciones de materiales en la zona de ataque de las palas

Una empresa desarrolló un polímero híbrido que recubre el alabe y actúa como amortiguador del impacto de las gotas de lluvia para mitigar la erosión en la estructura de la turbina por impacto, una especie de goma que se coloca sobre el borde de ataque, esto hace que se amortigüe el golpe de manera que no acaban de alcanzar al sustrato de la pala (UPV, 2020).

Gracias a esta tecnología en fase de industrialización, se aplica en la fabricación de las palas para retrasar la aparición de daños con respecto a los actuales estándares en la industria. Todos los ensayos han dado tres veces más tiempo de durabilidad frente a la erosión que los otros productos del mercado. En otro proyecto de recubrimientos nanoestructurados para la mitigación de corrosión para generadores eólicos marinos, se ha desarrollado un recubrimiento a través de un cerámico llamado carburo de silicio (SiC), que por sí solo es totalmente estable en condiciones marinas, por lo que no presenta algún tipo de corrosión.

2.10 Partículas de refuerzo

La tendencia actual en la industria de la protección contra la erosión es la promoción del poliuretano (PU) como protección contra la erosión de las palas de las turbinas. Tanto como revestimientos y cintas. La patente de EE.UU. 6341747 (United States Patent Patente nº US 6,341,747 B1, 2002) muestra la posibilidad de añadir partículas reforzadoras de tamaño nanométrico en la matriz elastomérica con la intención de mejorar la resistencia a la erosión. La partícula de tamaño nanométrico aumenta la conductividad térmica, el módulo de rigidez, la dureza y la velocidad del

sonido en la matriz. La mejora de estas propiedades ayuda al nanocompuesto a absorber y disipar la energía del impacto en un volumen mayor en comparación con un material elastomérico puro (E.A. Valakera, 2015).

2.11 Materiales utilizados en las palas de los aerogeneradores comerciales

2.11.1 Aleaciones de aluminio (6063)

Esta aleación de aluminio tiene una resistencia mecánica media, puede ser tratada térmicamente y es soldable (ASHBY, 2015). El mayor problema de las aleaciones aluminio en las palas es su baja resistencia a la fatiga, sus niveles de esfuerzos admisibles disminuyen marcadamente en aplicaciones dinámicas a medida que incrementa los ciclos de esfuerzos. Las propiedades del material se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Propiedades del Aluminio 6063 forjado (ASHBY, 2015)

Propiedad o característica	Valor promedio (Valor máximo)
Densidad	2700kg/m ³ 2900kg/m ³
Módulo de Young	74 GPa (80 GPa)
Resistencia a la cedencia	352 MPa (610 MPa)
Fatiga (10 ⁷ ciclos)	133.5 MPa (210 MPa)

2.11.2 Madera

Fue la materia prima principal de la ingeniería hasta finales del siglo XVII, y sigue siendo utilizada en escala masiva para viviendas y pequeños edificios comerciales. Los materiales naturales como la madera muestran una mayor variabilidad que los materiales artificiales como el acero (ASHBY, 2015). Las propiedades del material se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Propiedades de una Madera dura: roble, en la dirección de las líneas (ASHBY, 2015)

Propiedad o característica	Valor promedio (Valor máximo)
Densidad	940kg/m ³ 1030kg/m ³
Módulo de Young	22.9 GPa (25.2 GPa)
Resistencia a la cedencia	47.5 MPa (52 MPa)
Fatiga (10 ⁷ ciclos)	47 MPa (52 MPa)

2.11.3 Polímero reforzado con fibra de vidrio

Es el material para álabes de turbinas de viento más popular, tanto para turbinas pequeñas y grandes. El problema es que tiene dificultades para ser producido en hogares o empresas pequeñas pues necesitan tecnología y equipos profesionales (ASHBY, 2015). Las ventajas que presenta este material para las palas es su rigidez moderada, alta resistencia y densidad media. Las propiedades del material se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Propiedades de un material compuesto de Matriz Epóxica (ASHBY, 2015)

Propiedad o característica	Valor promedio (Valor máximo)
Densidad	1900kg/m ³ 2100kg/m ³
Módulo de Young	13.45 GPa (12.72 GPa)
Resistencia a la cedencia	30.15 MPa (55.2 MPa)
Fatiga (10 ⁷ ciclos)	20.1 MPa (27.1 MPa)

2.11.4 Polímero reforzado con fibra de carbono

Es un material con excelente resistencia al agua y buena protección contra los rayos ultravioleta. Aquellos que presentan mayor rigidez y resistencia, se fabrican con fibras continuas incrustados en una resina termoestable (ASHBY, 2015). En los últimos años ha crecido el interés en las fibras de carbono para las palas, ya que tiene una excelente combinación de alta rigidez y resistencia con una baja densidad y peso ligero. Su principal desventaja es que la fibra de carbono es cara, por eso se utiliza comúnmente en combinación con fibra de vidrio. Las propiedades del material se muestran en la Tabla 4.

Tabla 4. Propiedades de un material compuesto de Matriz Epóxica (ASHBY, 2015)

Propiedad o característica	Valor promedio (Valor máximo)
Densidad	1550kg/m ³ 1600kg/m ³
Módulo de Young	109.5 GPa (150 GPa)
Resistencia a la cedencia	800 MPa (1050 MPa)
Fatiga (10 ⁷ ciclos)	13.06 MPa (20 MPa)

2.11.5 Plástico (PP – Polipropileno)

Un aspecto importante de PP es que es barato, ligero y dúctil, aunque presenta poca resistencia. Es más rígido que el PE y puede resistir altas temperaturas. Posee gran estabilidad ante la radiación UV (ASHBY, 2015). Las propiedades del material se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5. Propiedades del Polipropileno (ASHBY, 2015)

Propiedad o característica	Valor promedio (Valor máximo)
Densidad	900kg/m ³ 910kg/m ³
Módulo de Young	1223 GPa (1550 GPa)
Resistencia a la cedencia	28.95 MPa (37.2 MPa)
Fatiga (10 ⁷ ciclos)	13.8 MPa (16.6 MPa)

2.11.6 Plástico (PE – Polietileno)

Posee una sorprendente rigidez mecánica y resistencia, por lo que se usa en estructuras. Es barato, fácil de construir, biológicamente inerte y reciclable (ASHBY, 2015). Las propiedades se exponen en la Tabla 6.

Tabla 6. Propiedades del Polietileno (ASHBY, 2015)

Propiedad o característica	Valor promedio (Valor máximo)
Densidad	949.5kg/m ³ 960 kg/m ³
Módulo de Young	758.5 GPa (896 GPa)
Resistencia a la cedencia	23.45 MPa (29 MPa)
Fatiga (10 ⁷ ciclos)	22 MPa (23 MPa)

3. Marco Teórico

3.1 Aerogeneradores

Las palas de un aerogenerador son consideradas las partes más significativas, ya que se encargan de aprovechar la energía cinética del viento, para convertir el movimiento lineal en un movimiento de rotación, el cual es transmitido al buje y a su vez pasa a un sistema de transmisión mecánica que este acoplado al generador que transforma el movimiento de rotación en energía eléctrica (Premkumar, 2015). En la Figura 10 se indican las partes de un aerogenerador.

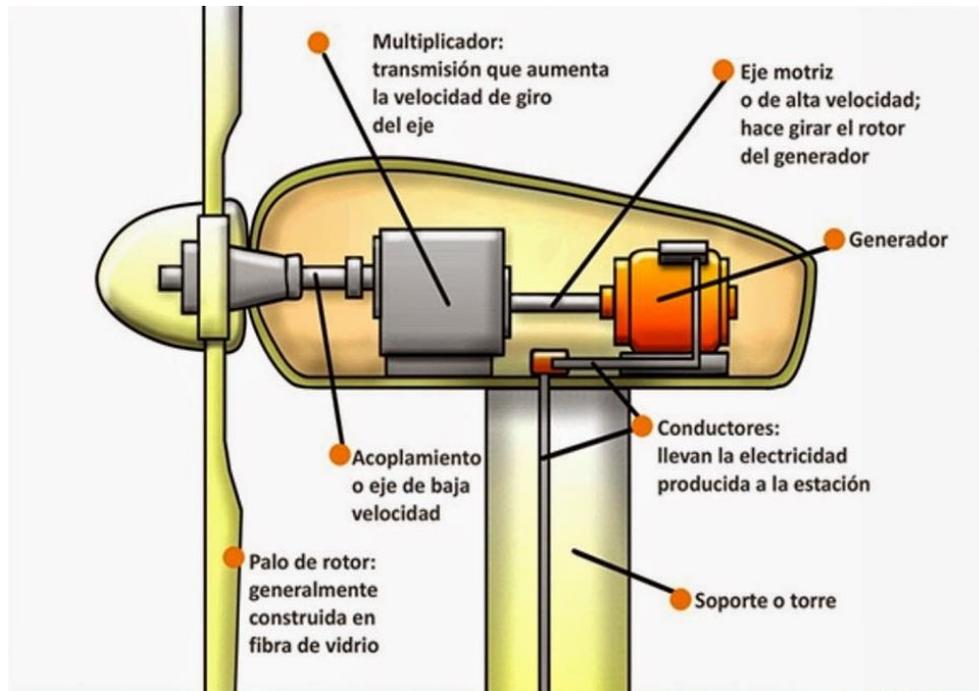


Figura 10. Partes de un aerogenerador (Energía eólica y aerogeneradores, 2014)

Los generadores eólicos son máquinas que se utilizan para aprovechar la energía del viento para la generación de energía eléctrica. Se clasifican, en función de la orientación de las palas, en las de eje horizontal y de eje vertical. Una turbina con un eje montado horizontalmente paralelo al suelo se conoce como turbina eólica de eje horizontal o (HAWT). Un aerogenerador de eje vertical (VAWT) tiene su eje normal al suelo (Jensen M. F, 2013).

Las características que debe presentar una pala de un aerogenerador son:

- Resistencia estructural
- Resistencia a la fatiga
- Rigidez

- Ligereza
- Facilidad de fabricación
- Resistente a la erosión y corrosión

3.2 Materiales usados para la elaboración de los álabes

Las palas aprovechan la fuerza del viento y transfieren su potencia hacia el buje. En un generador eólico moderno de 600 KW, un álabes mide aproximadamente 20 metros de longitud y su diseño es muy parecido al ala de un avión. Los materiales que se utilizaban para la fabricación de las palas de los aerogeneradores se han sustituido por plásticos y resinas. La fibra de vidrio se aplica al 99% de los grandes generadores eólicos. Es frecuente usar la resina de poliéster, reforzado de fibra de vidrio o fibra carbono. Respecto a los generadores pequeños, el 99 % usan materiales plásticos, solo unos pocos fabricantes utilizan madera (Rubio M. L., 2006).

Las industrias de turbinas eólicas ahora usan polímeros termoestables por su alta resistencia, rigidez y facilidad de uso, los inconvenientes de estas palas incluyen la emisión de estireno durante el procesamiento y la eliminación, después del ciclo de vida de los alabes.

Respecto de los polímeros termoplásticos pueden reciclarse y repararse debido a su cambio de fase, propiedad que se da con respecto al aumento de la temperatura; durante un estudio se compararon las propiedades mecánicas de la fibra de polipropileno con epoxi reforzado con fibra, llegando a la conclusión de que el FRP (Plástico reforzado con fibra) termoplástico tiene 7 a 8 veces menor resistencia en comparación con el FRP termoestable, pero el uso de materiales termoplásticos alternativos como la polieterimida (PEI) pueden ser una mejor opción.

Para la demanda de peso ligero de la pala de la turbina eólica, prevalece la investigación sobre materiales compuestos híbridos, Pietro Bertolotti analizó el alcance de los compuestos híbridos de fibra de vidrio y fibra de carbono en la aplicación de palas de turbinas eólicas, comparó el laminado híbrido con laminados de fibra carbono y fibra vidrio, y concluyó que el material híbrido exhibe resultados positivos, obteniendo un comportamiento bajo cargas estáticas de tracción y fatiga, las propiedades principales de la fibra de carbono es rigidez, resistencia y mejores propiedades a la fatiga, Girisha K.G comparó las propiedades de la matriz de poliéster con la matriz de resina epoxi, que están reforzadas con fibras naturales de cáñamo y yute, los resultados experimentales demuestran que el sistema de resina de poliéster con respecto a estos materiales naturales, tienen más resistencia a la tracción, a la flexión y al impacto, que el sistema de matriz de resina epoxi se

concluyó que los compuestos híbridos reforzados con fibra natural exhiben propiedades adecuadas para peso ligero y baja carga ,y el tratamiento adicional puede aumentar la adhesión entre la fibra y la matriz (Zulfikar MA, 2006).

3.3 Erosión

La erosión se define como la relación de dos cuerpos que se encuentran en contacto y movimiento, este fenómeno se presenta en la superficie de los materiales dando como resultado un desgaste que se representa como pérdida de material. El desgaste generado por la erosión es definido como el desgaste progresivo de material de una superficie sólida por la interacción mecánica entre la superficie y un fluido o por el impacto de partículas líquidas o sólidas. En casos extremos puede llegar a una pérdida de espesor considerable y producir un daño más severo, por lo que, es importante evaluar en los diversos tipos de materiales su comportamiento ante la erosión, esto para determinar su rendimiento en posibles aplicaciones en sistemas mecánicos que tienen contacto con el exterior, por la posible presencia de minerales en suspensión en el ambiente, como en el caso de los álabes de los aerogeneradores, partes de aviones, partes automotrices, entre otros.

El esfuerzo mecánico no garantiza la resistencia a la erosión, por lo que, son requeridos estudios detallados de las características del material para minimizar el desgaste (ASTM, G76-18, 2013).

Algunos factores de las partículas presentes en el ambiente que contribuyen a la erosión de una superficie son:

- Forma de la partícula
- Tamaño de la partícula
- Dureza de la partícula
- Cantidad de partículas

Los parámetros del flujo que influyen en la erosión de una superficie son:

- Los ángulos de impacto
- Velocidad de impacto
- Turbulencia del fluido

La energía cinética de las partículas que se localizan suspendidas en una corriente de aire cuando estas se encuentran contra una superficie; la velocidad de las partículas y el ángulo de impacto, combinados con el tamaño del abrasivo dan una medida de la energía cinética de las partículas incidentes. La erosión de los materiales dúctiles y frágiles contra el ángulo de impacto sufren

desgaste por un proceso de deformación plástica, en la cual el material es eliminado por la acción de desplazamiento o corte por parte de la partícula erosionada.

¿Cómo es la erosión en un material dúctil? En un material dúctil el material será eliminado por la formación de inter mecanismos de erosión. Los principales mecanismos de daño en materiales se ocasionan principalmente por deformación plástica, formación y propagación de grietas, corrosión y desgaste. La erosión es un fenómeno por medio del cual, el material es removido de una superficie durante el impacto de partículas duras, las partículas impactan la superficie del material a diversas velocidades y ángulos de incidencia. En la Figura 11, se muestra como el fenómeno de erosión depende del ángulo de impacto (ASTM, G76-18, 2013).

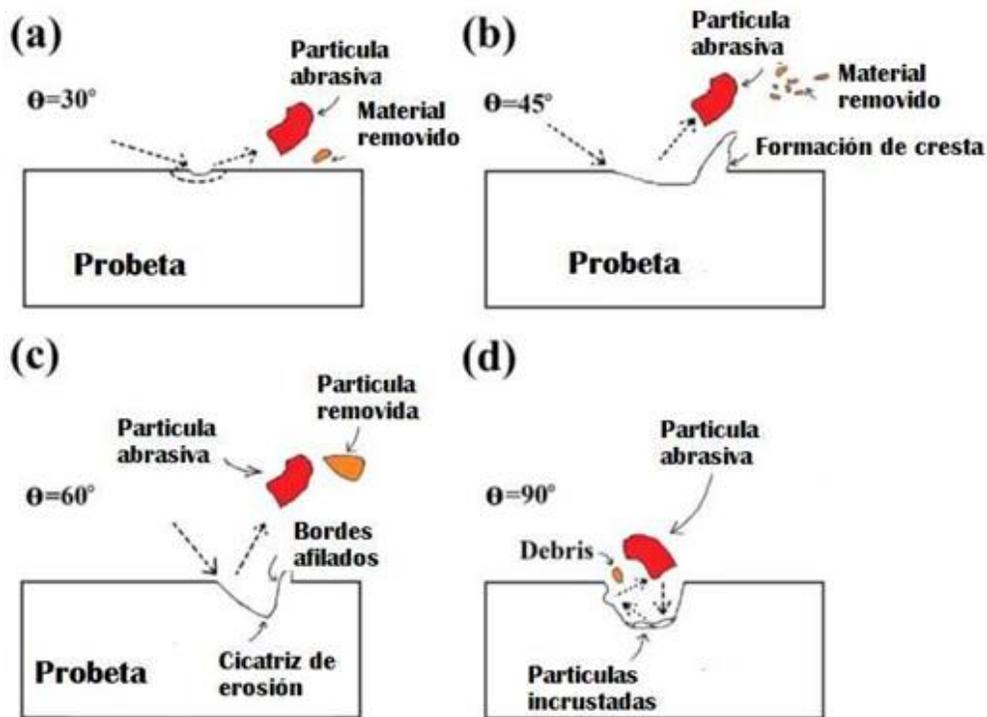


Figura 11. Erosión a diferentes ángulos de ataque (M. A. Islam, 2016)

3.4 Mecánica de erosión por impacto de partícula sólida

El desgaste se entiende como la respuesta completa del sistema y no como una propiedad única del material. El desgaste puede variar según el material de contrapartida, la presión de contacto, la velocidad de deslizamiento, la forma del contacto, el entorno y el lubricante. La erosión se define como uno de los modos de desgaste y se puede dividir en varios subgrupos. La erosión por partículas, la erosión por cavitación, la erosión por fluidos y la chispa se consideran los tipos más

comunes de erosión. Estos son causados por impactos ya sea por partículas, gotitas, burbujas o chispas eléctricas (E.A. Valakera, 2015).

3.5 Ángulo de impacto

El efecto del ángulo de impacto tiene un gran efecto sobre el daño por erosión, junto con las propiedades del material, se puede observar un efecto muy diferente. Los materiales elásticos tienden a tener una gran resistencia a la erosión por partículas que impactan en ángulos altos. El material puede absorber la energía del impacto en una deformación elástica y las partículas pueden rebotar mientras la superficie se recupera elásticamente. Se puede observar lo contrario para las superficies frágiles. Con un ángulo de impacto bajo, la partícula no transfiere una gran cantidad de energía cinética a la superficie. La partícula puede tener un rebote perfecto de la superficie, o si la superficie es muy dura, se puede observar la destrucción de partículas (Figura 12) (E.A. Valakera, 2015).

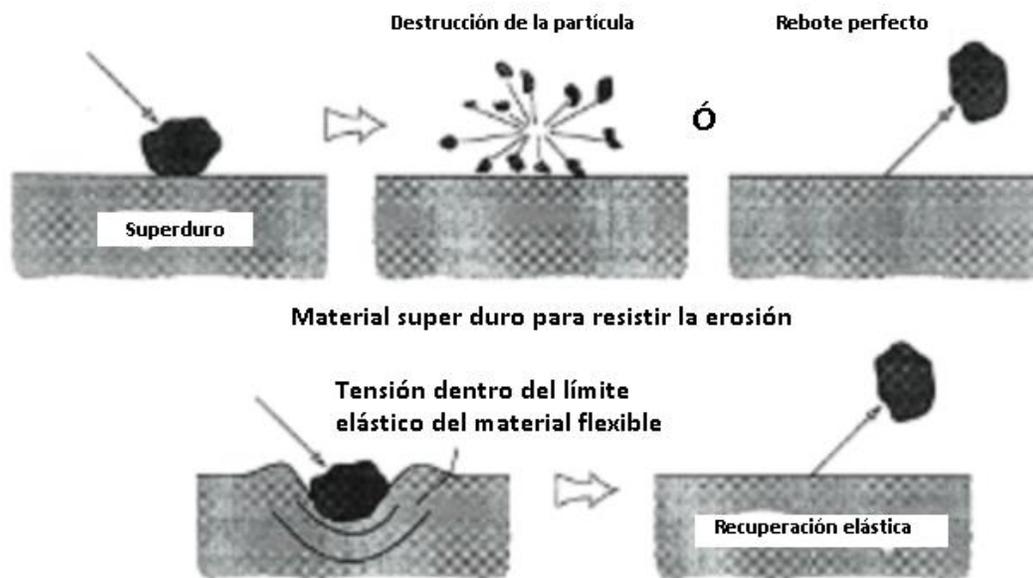


Figura 12. Visualización de la resistencia a la erosión de materiales tanto duros como elásticos (Cabrera B. A., 2015)

En caso contrario, el resultado será una resistencia a la erosión mucho menor. El material elástico no podrá reflejar la partícula con el mismo rebote perfecto que el material duro en ángulos de impacto bajos. Las partículas duras pueden penetrar en el material blando provocando un gran deterioro a través de la ruptura y la deformación plástica del sustrato. Con ángulos de impacto elevados y superficies duras, puede producirse una tendencia a la fragilidad.

El sustrato no tiene la misma capacidad para absorber la energía en la misma cantidad de volumen. Por lo tanto, pueden producirse grandes tensiones locales que causen fatiga y propagación de grietas en el sustrato. La Figura 13 presenta los numerosos mecanismos que se desarrollan durante la interacción de partículas sólidas contra la superficie impactada. a) abrasión a ángulos de impacto pequeños, este comportamiento se presenta en materiales dúctiles; b) fatiga superficial a bajas velocidades de impacto de la partícula y ángulo de incidencia grande, el cual se da principalmente en materiales frágiles; c) deformación plástica a velocidad media, ángulo grande o fractura frágil a ángulo grande, en este fenómeno el material cede por el efecto de la energía cinética; d) derretimiento superficial a alta velocidad, causado por una velocidad de impacto grande, ocurre en materiales con comportamiento dúctil; e) erosión macroscópica (Cabrera B. A., 2015)

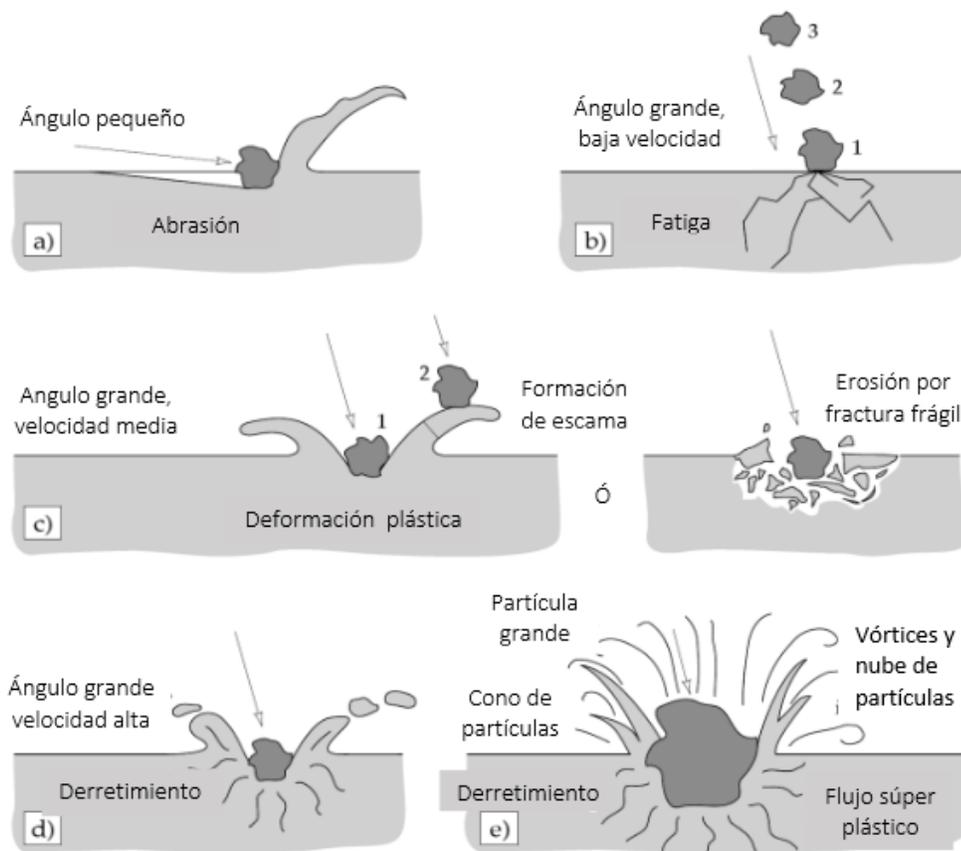


Figura 13. Visualización de los mecanismos de erosión de materiales dúctiles y frágiles (Cabrera B. A., 2015)

3.6 Forma

El comportamiento del desgaste erosivo en los materiales depende en gran medida de la forma de partícula, en las cuales donde son angulares producen un impacto de desgaste mayor respecto a las que se encuentran en una forma redonda. Hay distintas formas en las que se encuentran las partículas erosivas, en la Figura 14 se muestran algunas de ellas.

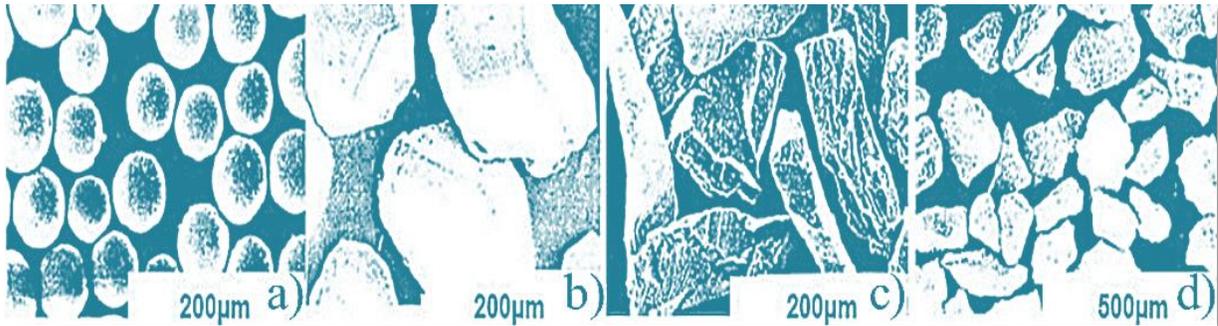


Figura 14. Partículas erosivas a) Esferas de vidrio, b) Carburo de Tungsteno, c) Alúmina, d) Diamantes (Arriero) (Martínez Arriero, 2015) (Martínez Arriero, 2015)

3.7 Tamaño

En la erosión por partículas sólidas se han encontrado diferentes patrones de comportamiento como en abrasión, en erosión de materiales dúctiles, donde se involucra el tamaño de las partículas. Lain Finnie (Martínez Arriero, 2015) expuso que las partículas menores a 10 µm tienen una cantidad de desgaste menor, por lo que estas partículas de 10 µm causan un desgaste alrededor de una cuarta parte respecto a las partículas de 100 µm. En cualquier caso, las partículas pequeñas causan menor desgaste, estos resultados se observan de manera concreta en la Figura 15.

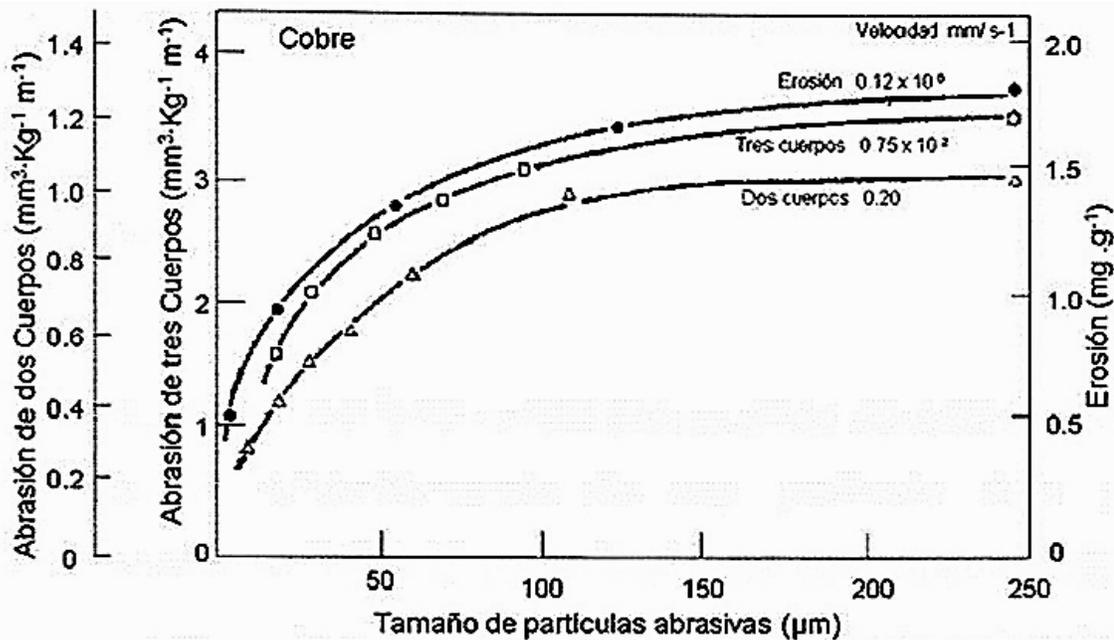


Figura 15. Desgaste en función del tamaño de la partícula. Degaste de Cobre por partículas SiC bajo los sistemas de erosión (masa perdida/masa de abrasivo) y en abrasión de dos y tres cuerpos (volumen removido / (carga x distancia)) (Martínez Arriero, 2015)

3.8 Métodos de aplicación de recubrimientos poliméricos

Existen diversos métodos de aplicación para materiales a base de polímeros, a continuación, se muestran los más utilizados.

3.8.1 Brochas y rodillos

Estos métodos son los más usados con una alta eficacia de adherencia y tiempo, que es muy cercana al 100%. Para esto los rodillos se pueden ajustar a la fabricación continua de superficies planas. El procedimiento del recubrimiento con rodillo, es adecuado para recubrimientos orgánicos de paneles y rollos de metal continuos, al igual que en tramos semejantes de plásticos, papel o tela. En la Figura 16 se muestra los dos métodos de aplicación.



Figura 16. Recubrimiento por método de rodillo y brocha (Fibraplus, 2015)

3.8.2 Aplicación por aspersión (spraying)

Este tipo recubrimiento en forma líquida es atomizado desde el interior con una pistola de pintura creando un vapor fino, primitivamente antes de depositarse sobre la superficie del material. En cuanto las partículas chocan contra la superficie éstas se extienden y fluyen unidas para formar un recubrimiento uniforme dentro de la región donde se dirigió la pintura. Por lo que la eficiencia de transferencia es baja, dando solo un 30% de eficacia de recubrimiento para este método. En este caso la eficiencia se ve en un aumento por la aspersión electrostática, ya que la superficie se carga eléctricamente y las partículas acuosas atomizadas lo hacen en forma electrostática. Por lo que la superficie atrae las gotas y aumenta la eficiencia de transferencia a 90%. Este método de aplicación es ampliamente utilizado en la producción de automotores especialmente en recubrimientos de pintura en la parte de la carrocería (Figura 17).

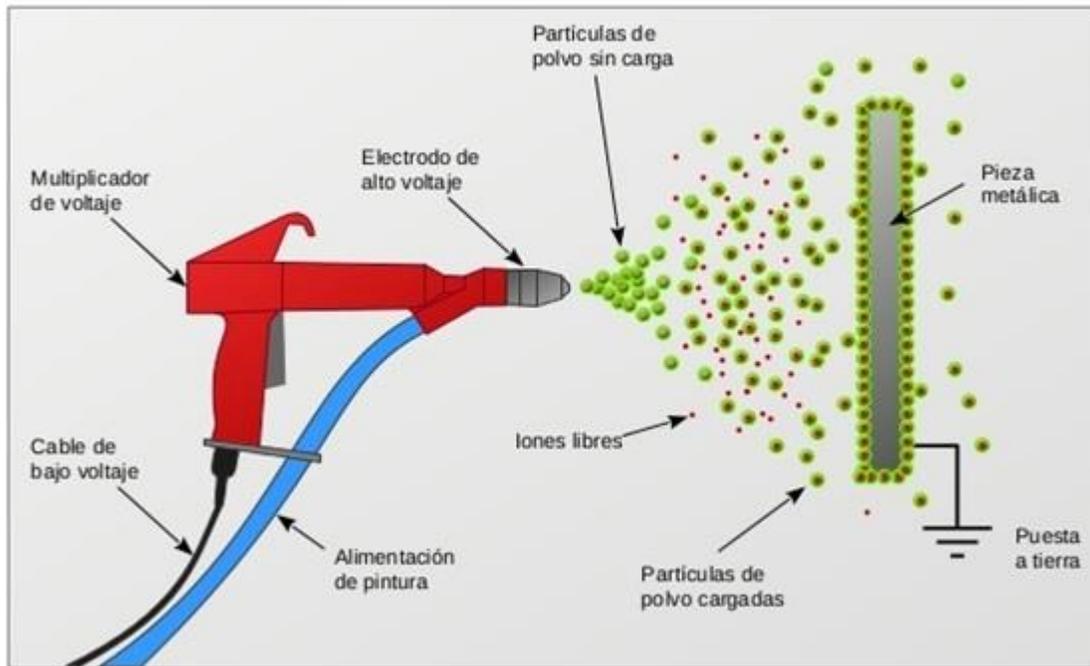


Figura 17. Aplicación por aspersión en la industria automotriz (Ibakimya, 2020)

3.8.3 Inmersión (proceso de dip-coating)

El procedimiento de dip-coating es ampliamente utilizada en la fabricación de recubrimientos sol-gel, en este proceso de inmersión el sustrato es movilizad físicamente hasta un contenedor de la solución a depositar. El sustrato se introduce en la solución hasta que ésta recubra por lo menos la superficie que se busca recubrir. Luego de esto puede presentarse un periodo de tiempo de inmersión dando con esto lugar a interacciones entre el sustrato y la solución para posteriormente extraer el sustrato a velocidad constante, de este modo, la solución se despliega por capas sobre el sustrato. Al ser extraído el sustrato, las capas más externas no interactúan con él, de tal manera que por efecto gravitacional retornan al recipiente que contiene el resto de la solución y consiste de cuatro etapas:

1. Inmersión del sustrato
2. Extracción a velocidad constante y controlada
3. Drenaje con evaporación de disolventes
4. Envejecimiento del recubrimiento.

El sustrato se sumerge en la solución hasta que se encuentra totalmente cubierto y se extrae a velocidad constante haciendo que sus condiciones sean estables y uniformes. De esta manera se

genera un recubrimiento, donde la solución queda adherida al sustrato en forma de película. Después de obtener el recubrimiento se lleva a cabo su secado y después el tratamiento térmico. En la Figura 18 se observan las etapas del proceso de inmersión antes de la etapa de consolidación térmica.

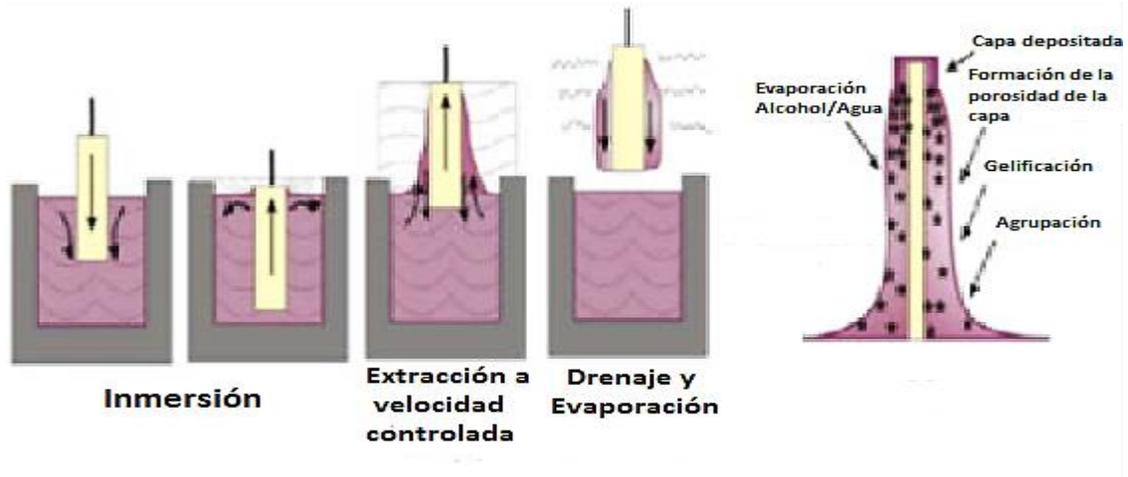


Figura 18. Etapas del proceso de inmersión-extracción: Las condiciones principales del sol para preparar recubrimientos por inmersión son principalmente baja concentración y baja viscosidad (Juan C. Morales Gomeroa, 2017)

3.8.4 Recubrimiento por flujo

En este tipo de recubrimiento las partes a cubrir se transportan a través de una cabina cerrada para pintura, dentro se encuentran unas boquillas que bañan las superficies deseadas con el líquido para recubrimiento. Por lo que, el excedente de líquido se desagua a un vertedero, lo que hace que se reutilice. En la Figura 19 se muestra una cabina que se usa para recubrimiento de flujo.



Figura 19. Cabina para recubrimiento de flujo (Ferreiro, 2018)

3.9 Caracterización de los materiales

Como los materiales inorgánicos, los híbridos son a menudo amorfos, los métodos de caracterización están bien establecidos, como la difracción de rayos X, muchos métodos utilizados están más relacionados con la caracterización de polímeros orgánicos amorfos como los de naturaleza heterogénea de los materiales híbridos, esto significa que generalmente unas variedades de las técnicas analíticas deben ser utilizadas para obtener una respuesta satisfactoria a la estructura respecto a la relación de sus propiedades.

3.9.1 RMN (Resonancia Magnética Nuclear): las ventajas de la espectroscopia

Es una técnica sensible para el entorno químico de núcleos específicos y una abundancia de núcleos, lo que la convierte también en una técnica interesante para materiales sólidos, sin embargo, contrario a la solución de RMN donde los espectros generalmente consisten de una serie de líneas muy afiladas debido al promedio de todas las interacciones anisotrópicas por el movimiento molecular en la solución, esto es diferente para una muestra sólida, donde se observan picos muy amplios debido a interacciones anisotrópicas o dependientes de la orientación. En principio, los espectros de RMN de estado sólido de alta resolución pueden proporcionar el mismo

tipo de información disponible de los espectros de RMN de la solución correspondiente, pero se requieren técnicas / equipos especiales, incluido el giro de ángulo, polarización cruzada (CP), secuencias de pulso especiales, sonda electrónica mejorada, etc. Una ventaja adicional de la técnica es que no es destructiva. En la Figura 20 se observa un bosquejo simplificado del RMN ^1H .

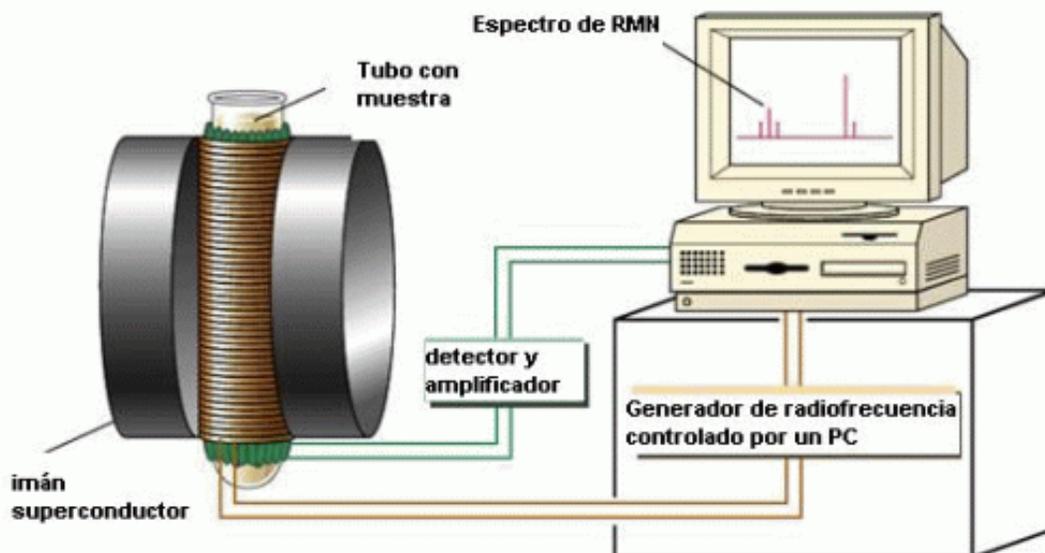


Figura 20. Esquema simplificado del RMN ^1H BF (Fundamentos de espectroscopia RMN, 2016)

3.9.2 La espectroscopia de fotoelectrones de rayos X (XPS)

Es una herramienta analítica sensible a la superficie utilizada para examinar las composiciones químicas y estado electrónico de la superficie de una muestra. La muestra se coloca bajo vacío y se bombardea con rayos X que penetran en la capa superior de la muestra (nm), donde excita electrones (denominados fotoelectrones). Esta técnica permite conseguir la composición química de varias superficies hasta de 2 nm de profundidad. Es posible determinar la composición superficial de un material, estado de oxidación y si contiene un determinado elemento. Se pueden detectar todos los elementos conocidos, exceptuando el hidrógeno. La sensibilidad depende de cada elemento en específico. En la Figura 21 se observa un esquema del principio de la espectroscopia fotoelectrónica de rayos X.

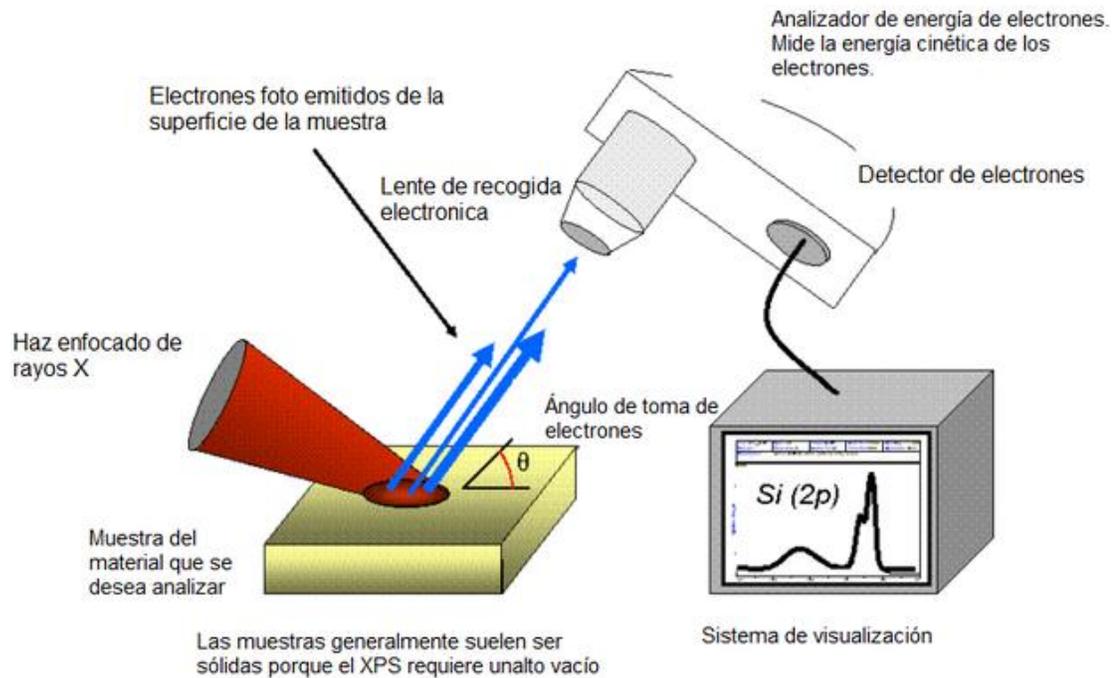


Figura 21. Esquema del principio de la espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (steemit, 2018)

3.9.3 Microscopía electrónica de barrido

La microscopía electrónica de barrido (SEM) produce imágenes de alta resolución de una superficie de muestra, tiene un aspecto característico en 3-D, por lo tanto, son útiles para juzgar la estructura superficial de la muestra. Los electrones primarios que provienen de la fuente golpean la superficie y están dispersados inelásticamente por átomos en la muestra. Además de los electrones emitidos, los rayos X también son producidos por la interacción de los electrones con la muestra. Estos se pueden detectar en un SEM equipado para espectroscopia de rayos X dispersivos de energía (EDX). Se aplican diferentes modos de localización como la detección de electrones retrodispersados o la difracción de retrodispersión de electrones (EBSD) que proporciona información cristalográfica sobre la muestra. La resolución espacial de las técnicas SEM depende de varios parámetros, la mayoría de ellos están relacionados con instrumentos. En general, la resolución se reduce de 20 nm a 1 nm, que es mucho más bajo que el de la microscopía electrónica de transmisión (TEM), pero SEM tiene algunas ventajas en comparación con TEM. Por ejemplo, se puede tomar una imagen del área grande de la muestra, usando materiales a granel como muestras, hay una variedad de modos analíticos disponibles para medir composición y naturaleza

de la muestra. En la Figura 22 se muestra esquema general de un microscopio electrónico de barrido.

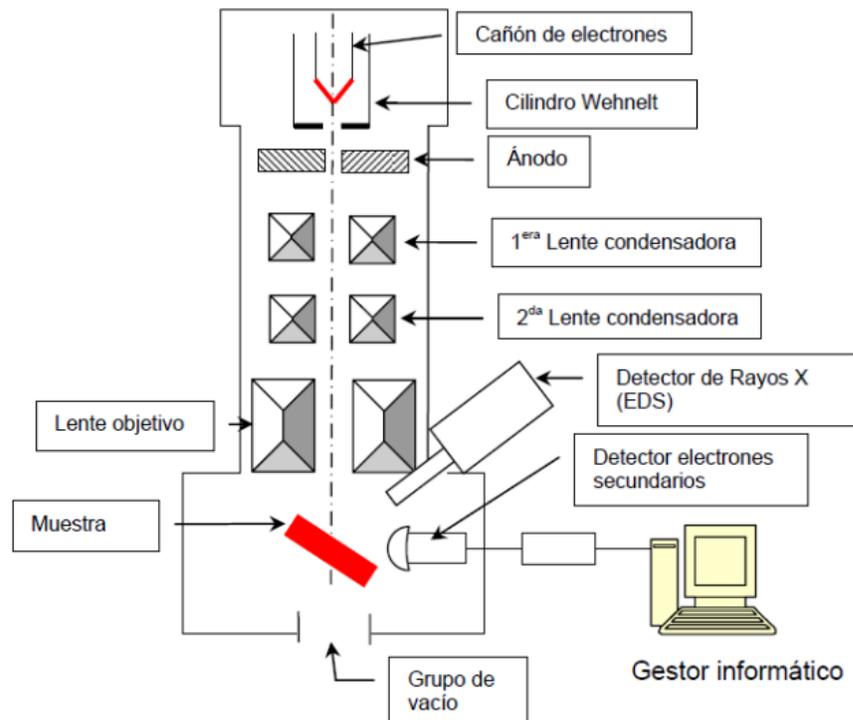


Figura 22. Esquema general de un microscopio electrónico de barrido (URJC, 2018)

3.9.4 Difracción de rayos X

La difracción de rayos X se usa regularmente para identificar las diferentes fases en una muestra poli cristalina. Dos de sus ventajas más importantes para el análisis de materiales híbridos es que es rápido y no destructivo. Se tienen en cuenta las intensidades del patrón de difracción, para esto el patrón es único para una sola sustancia. El patrón de rayos X es como una huella digital y las mezclas de diferentes fases cristalográficas se pueden distinguir fácilmente en comparación con los datos de referencia. Por lo general, se utilizan bases de datos electrónicas de estructura cristalina inorgánica (ICSD) para esta comparación. La mayor información que se obtiene de este método es la composición cristalina y la pureza de fase. En el caso de los materiales semicristalinos o amorfos se observan grandes jorobas en el difractograma, por lo tanto, el grado de cristalinidad puede ser cualitativamente estimado. En la Figura 23 se observa el esquema general de un difractómetro de rayos X.

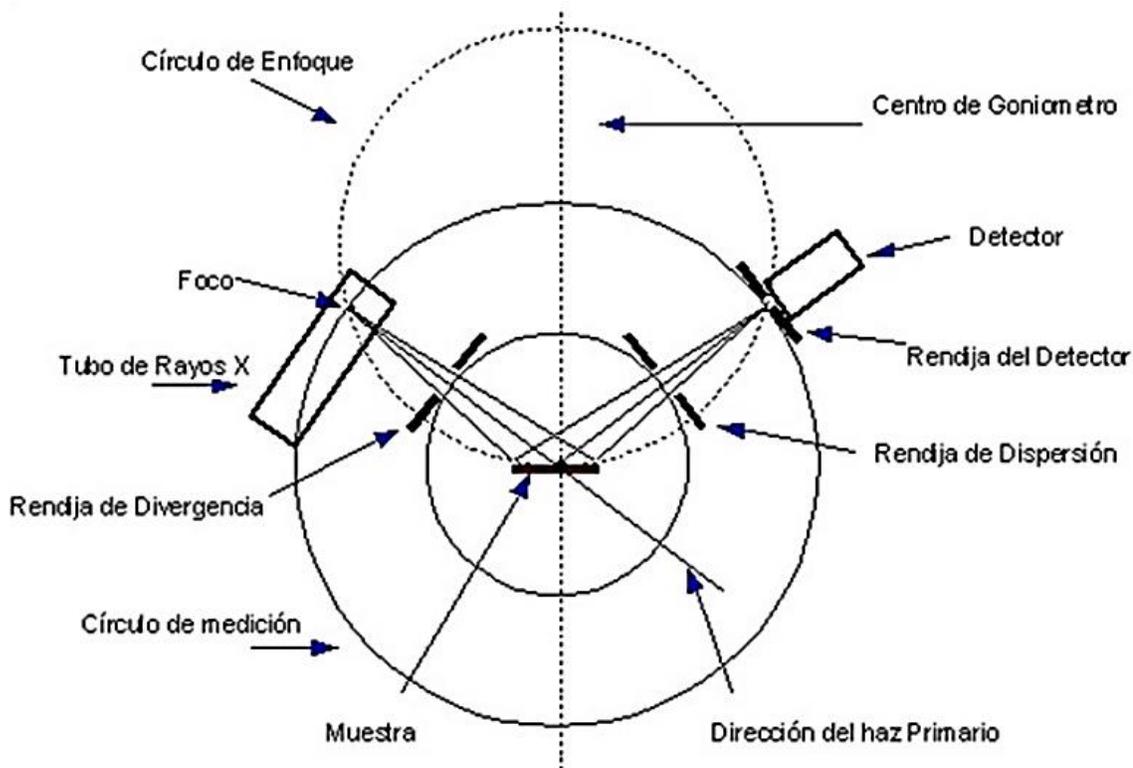


Figura 23. Diagrama general de un difractor de rayos X (Biotronic, 2016)

3.9.5 Espectroscopía infrarroja y análisis de espectros

La espectroscopía infrarroja es una de las técnicas de espectroscopía molecular, que, junto con la espectrofotometría UV-vis, nos ayuda obtener información sobre la estructura química del material. En esta técnica impacta un haz de luz infrarroja sobre el material y provoca vibraciones de los átomos de la molécula. Las vibraciones son características a determinadas frecuencias de los enlaces químicos, que corresponden a los niveles de energía de la molécula, y dependen de la forma de la superficie de energía potencial de la molécula, la geometría molecular, las masas atómicas y, posiblemente, el acoplamiento vibracional.

La cantidad de luz absorbida es registrada, así como el intervalo de longitudes de onda de interés, que generalmente es de 4000 a 400 cm^{-1} (Stuart, 2004) (Figura 24).

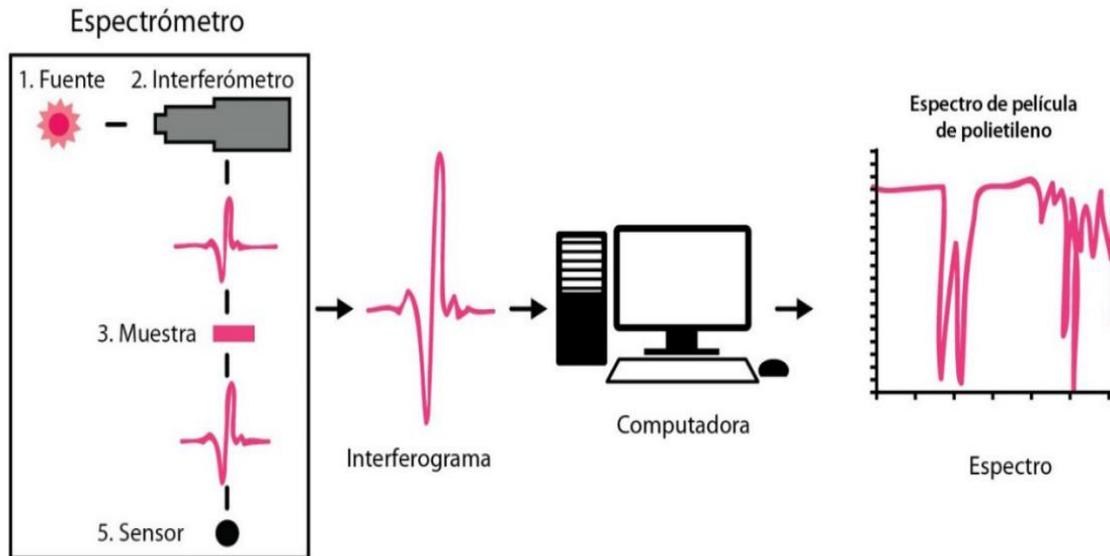


Figura 24.. Diagrama de funcionamiento de un espectrómetro infrarrojo (Noria, 2017)

3.9.6 Dureza

La dureza es una condición de la superficie de un material, y está relacionada con las propiedades elásticas y plásticas del mismo. Si bien es conocido el termino, solo nos da una idea acerca de la solidez, por otro lado, es importante mencionar que no existe una definición exacta de la dureza ya que se le define en relación al método que se utiliza para determinar su valor.

No se puede medir la dureza utilizando una unidad absoluta: las cifras que se manejan son siempre empíricas y se refieren únicamente a un medio particular de medida.

En la actualidad existen muchos métodos para medir la dureza, que pueden clasificarse, según el procedimiento que se emplee, en tres grupos:

1. Los que miden la dureza mineralógica, o la dureza que oponen los cuerpos a ser rayados.
2. Los que miden la dureza elástica o al rebote.
3. Los que miden la resistencia que oponen los cuerpos a la penetración. Esta clase de dureza es la que más frecuentemente se mide y puede ser determinada estática o dinámicamente, es decir, se puede ejercer la presión progresivamente o por medio de un golpe.

El ensayo de penetración consiste en aplicar y comprimir progresivamente sobre una pieza un penetrador de forma determinada, bajo la acción de una carga estática conocida. Y la dureza de la pieza depende de la resistencia que ofrece la misma la ser deformada, una huella pequeña es indicativa de un material duro, una huella grande de un material suave (Rodríguez, 1996).

Los ensayos más comunes para medir la resistencia a la penetración son:

1. - Ensayo Rockwell
2. - Ensayo Brinell
3. - Ensayo Vickers
4. - Ensayo Knoop

3.9.7 Rugosidad

El grado de rugosidad de las superficies es significativa, en ocasiones es deseable tener rugosidad “alta” y en otras ocasiones esta condición es indeseable. En algunos casos se busca que la superficie del producto terminado presente un mínimo de rugosidad, ya que esto le da brillo, mejor apariencia y disminuye la fricción de la superficie al estar en contacto con otra, reduciendo el fenómeno de desgaste y la corrosión o erosión de dichos materiales.

Por otra parte, la fricción entre dos superficies es lo que permite sujetar un objeto sin que este resbale. Es la rugosidad de los neumáticos de los automóviles lo que favorece la fricción entre ellos y el suelo, permitiendo de esta manera el agarre y el avance controlado y seguro. En ocasiones se busca maximizar el área superficial, lo que se consigue incrementando la rugosidad, como en el caso de los catalizadores, cuya eficiencia es mejor entre mayor sea la superficie de contacto con los reactivos. Es la rugosidad de los “acetatos”, principalmente, lo que determina si pueden usarse en una impresora láser o en impresoras de inyección de tinta (Moisés Hinojosa Rivera, 2001).

3.9.7.1 Perfilometría

El método más usado en la industria para cuantificar la rugosidad se basa en el registro de perfiles de alturas mediante un rugosímetro o perfilómetro. El tratamiento estadístico de los datos permite determinar parámetros como la rugosidad (RMS) y la rugosidad promedio (Ra).

El rugosímetro o perfilómetro es por mucho el equipo más utilizado en la industria en general para medir la rugosidad de componentes comunes de ingeniería. El principio de operación de este equipo es simple: una fina punta en contacto con la superficie a analizar realiza un barrido controlado en línea recta y las variaciones de alturas se convierten en señales eléctricas y se registran o grafican, en la Figura 25 se ilustra este principio (Moisés Hinojosa Rivera, 2001).

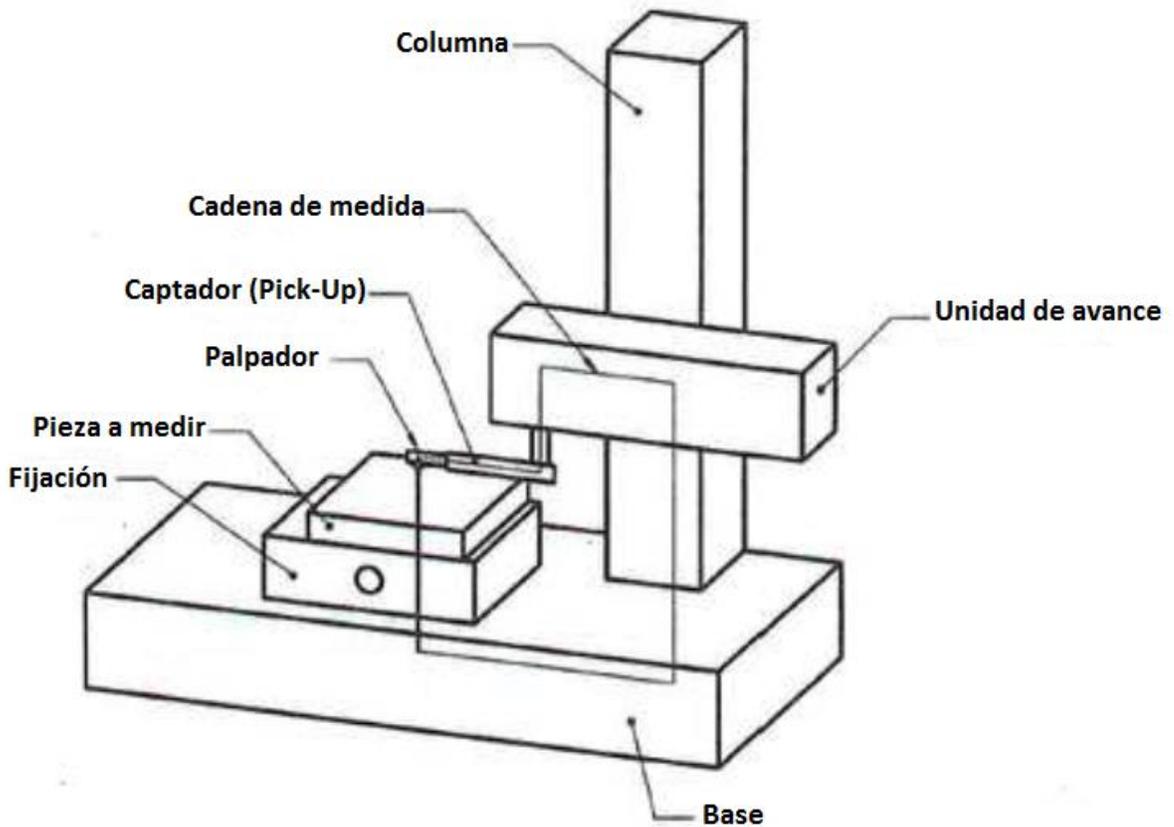


Figura 25. Componentes de un rugosímetro perfilométrico (Rodríguez O. F., 2016)

3.9.8 Adherencia

Los recubrimientos duros y películas delgadas poseen espesores que van desde los nanómetros hasta las 15 micras, por lo tanto, su caracterización requiere de tecnologías de punta y con alto grado de complejidad tecnológica (Gallen, 2003). A continuación, se describen algunos de los métodos más importantes para la caracterización de tales recubrimientos:

- La prueba Calotest
- La prueba de rayado
- La prueba de adherencia por el método Rockwell C
- Microscopia de fuerza atómica (AFM)
- Microscopia electrónica de barrido (SEM)
- Nanoindentación

- Ensayos de corrosión
- Medición de tensiones superficiales

La prueba que se destinó para la prueba de adherencia fue en este caso: Determinación de resistencia de adherencia de plástico rígido unido por juntas de cizallamiento en corte por carga de tensión. Este método de prueba está destinado a complementar el método de prueba D1002 y extender su aplicación a juntas adhesivas de cizallamiento de una sola capa de adherencias de plástico rígido. El método de prueba es útil para generar datos comparativos de resistencia al corte para juntas hechas de varios plásticos. También puede proporcionar un medio por el cual se pueden comparar varios tratamientos de superficies plásticas (ASTM, D3163 – 01, 2014). En la Figura 26 se muestra un diagrama de como se efectúa la prueba.

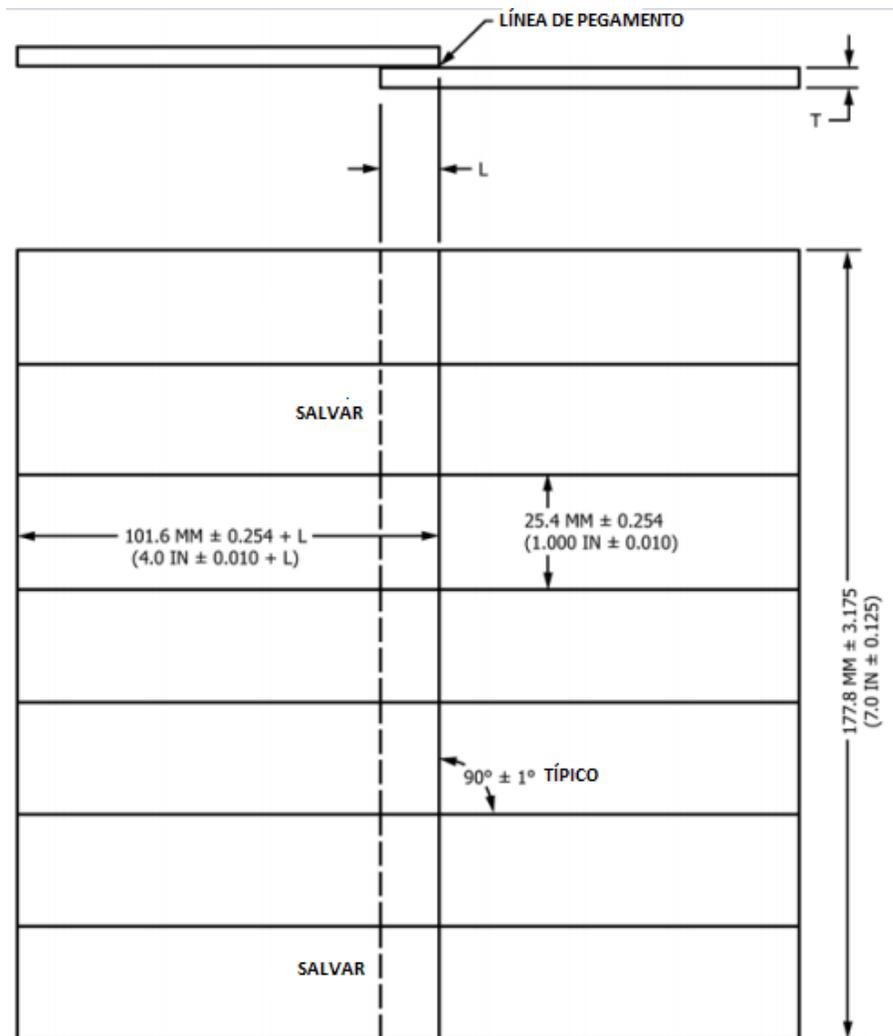


Figura 26. Panel de prueba estándar y configuración de muestra (ASTM, D3163 – 01, 2014)

4. Materiales y Métodos

4.1 Materiales

Se utilizó fibra de vidrio fabricada en el Centro Nacional de Tecnologías Aeronáuticas (CENTA) (Mendoza, 2019), tetraetil ortosilicato marca Aldrich, acetona marca High Purity, cloroformo y tetrahidrofurano marca Reactivos Labessa, diclorometano marca Conquimex, polimetilmetacrilato marca Aldrich ($M_w = 350,000$) y ácido clorhídrico marca T. J. Baker.

4.2 Preparación de probetas

La fibra de vidrio utilizada como sustrato para depositar los recubrimientos híbridos, es de tipo petatillo con tejido bidireccional 0/90°, este tipo de fibras de vidrio son muy utilizadas en la

industria de aerogeneradores y autopartes industriales, por lo que ya es conocida dentro de la industria por ser una excelente opción por sus propiedades mecánicas, son dúctiles, resistentes al ataque químico y muestran una flexibilidad de manufactura excelente. Se cortaron probetas de fibra de vidrio de 3 x 2 cm, con un espesor de 0.5 cm, como se observa en la Figura 27.

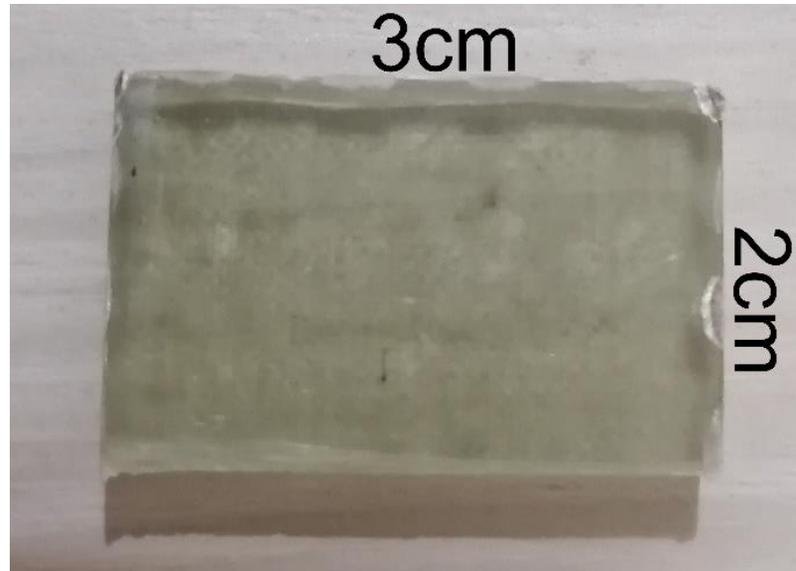


Figura 27. Probeta de fibra de vidrio

4.2.1 Limpieza de las probetas

Para retirar la suciedad superficial se limpiaron las probetas dentro de un vaso de precipitado con agua destilada y jabón líquido utilizando una tina ultrasónica Cole-Parmer 8848 con una frecuencia de limpieza de 40 kHz, el cual se encuentra en el laboratorio de posgrado del Instituto Tecnológico de Pachuca (Figura 28).

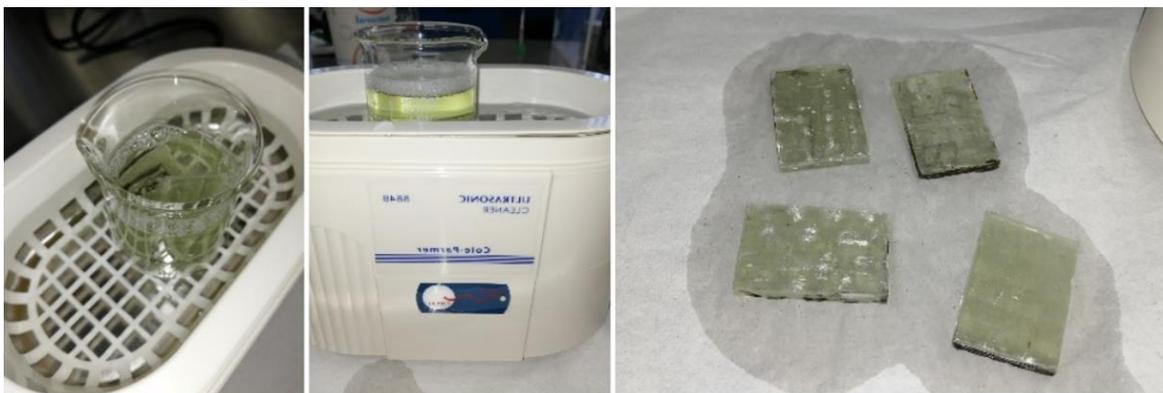


Figura 28. Limpieza de probetas

4.2.2 Pruebas de disolución

Se realizaron pruebas de disolución a las probetas de fibra de vidrio, se utilizó cloroformo, diclorometano, tetrahidrofurano y acetona (Figura 29). Cada prueba tuvo una duración de 3min dentro de un vaso de precipitado. Respecto a los resultados en las pruebas de disolución se llegó a la conclusión de que el mejor disolvente para obtener las soluciones precursoras del PMMA es la acetona, por ser el menos agresivo en los ensayos (Tabla 7).

Tabla 7. Tabla de comparación de los diferentes disolventes sobre la fibra de vidrio

Disolvente	Disuelve (si, no o parcialmente)
Cloroformo	Si
Diclorometano	Si
Tetrahidrofurano	Si
Acetona	Parcialmente



Figura 29. Disolventes utilizados para la prueba de disolución

En la Figura 30 se observa que hay un ataque químico del cloroformo en la probeta donde se ve expuesta la fibra de vidrio, pasando una situación similar con el Diclorometano y el Tetrahidrofurano.

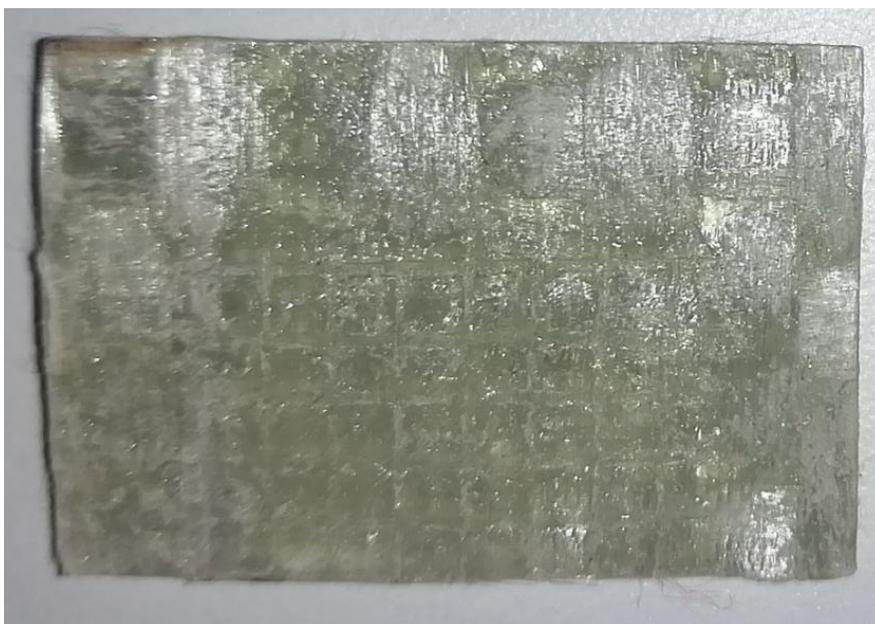


Figura 30. Sustrato atacado con los disolventes

4.3 Síntesis del recubrimiento híbrido

4.3.1 Sol-gel

Para la obtención del SiO_2 a partir de la vía sol-gel se utilizó tetraetilortosilicato (TEOS), agua destilada (H_2O), etanol (EtOH) y como catalizador ácido clorhídrico (HCl) a 0.5 M. Se llevó a cabo una solución de TEOS: EtOH : H_2O en una relación 10: 40: 33.3. Se inició preparando una solución de 10 ml de TEOS y 40 ml de EtOH en agitación por 20 minutos, posteriormente se incorporaron 33.3 ml de H_2O dejando en agitación por 5 minutos, se finalizó agregando 1 mL de HCl (0.5 M) dejando en agitación por 10 minutos, se obtuvo una solución homogénea y transparente como se observa en la Figura 31.

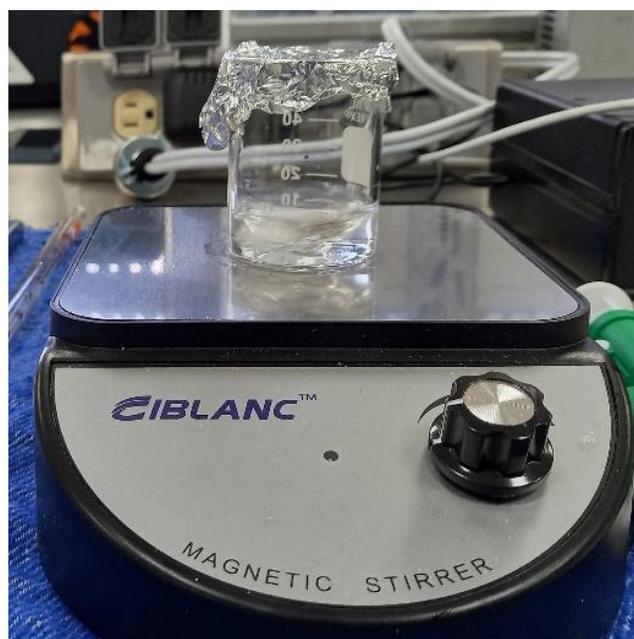


Figura 31. Solución sol-gel

4.3.2 PMMA

Se obtuvieron 2 soluciones, la primera fue **PMMA-A**, en 50 ml de acetona se agregó 1.67 gr de PMMA, con una agitación constante y 50 °C durante 30 minutos, esta solución presentó un aspecto homogéneo, transparente y poco viscoso. La segunda solución **PMMA-B** se obtuvo en 50 ml de acetona y 3.73 gr de PMMA, con una agitación constante y a 50 °C durante 30 minutos (Figura 32), esta solución fue homogénea, transparente y más viscosa.

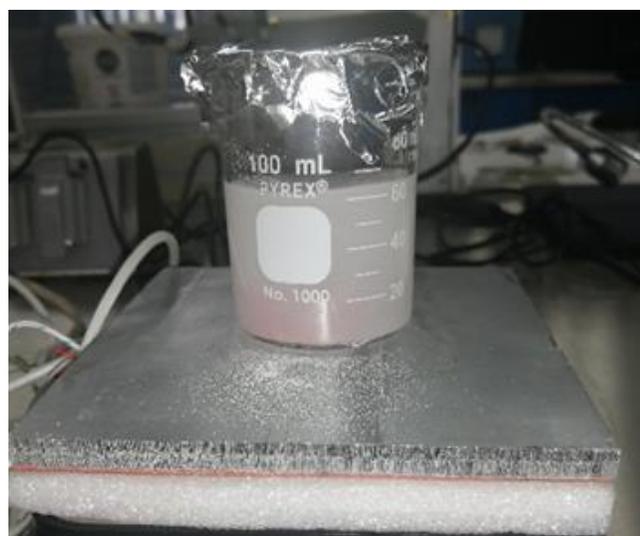


Figura 32. Solución PMMA-B

4.3.3 Solución híbrida

Se prepararon las siguientes relaciones por volumen de PMMA-A/SiO₂=100/0, 90/10, 80/20 y 75/25 (v/v) y las mismas relaciones con la solución PMMA-B (Tabla 8). La adición de la solución sol-gel en la solución del PMMA-A y PMMA-B, respectivamente se llevó a cabo de forma gradual, muy lenta y en agitación continua durante 30 min. Posteriormente se verificó visualmente la obtención de una solución homogénea. Como se observa en la Figura 33 se representa en forma de diagrama la síntesis del PMMA/TEOS.

Tabla 8. Composición en relación de volumen (v/v) de la serie de soluciones PMMA-A/SiO₂ y PMMA-B/SiO₂

Muestra	PMMA-A	PMMA-B	SiO ₂
100PMMA-A/0SiO ₂	100	0	0
90PMMA-A/10SiO ₂	90	0	10
80PMMA-A/20SiO ₂	80	0	20
75PMMA-A/25SiO ₂	75	0	25
100PMMA-B/0SiO ₂	0	100	0
90PMMA-B/10SiO ₂	0	90	10
80PMMA-B/20SiO ₂	0	80	20
75PMMA-B/25SiO ₂	0	75	25



Figura 33. Relación de la solución híbrida

4.4 Aplicación de recubrimientos

4.4.1 Diseño y fabricación de inmersor

Se fabricó un inmersor (Figura 34) para la aplicación de los recubrimientos de los materiales híbridos sobre los sustratos de fibra de vidrio, el inmersor cuenta con los siguientes elementos:

- Control de velocidad.

- Cambio de rotación del eje del motor para mover hacia arriba el sustrato a la misma velocidad.
- Mordaza (gripper) que sujeta y libera el sustrato.

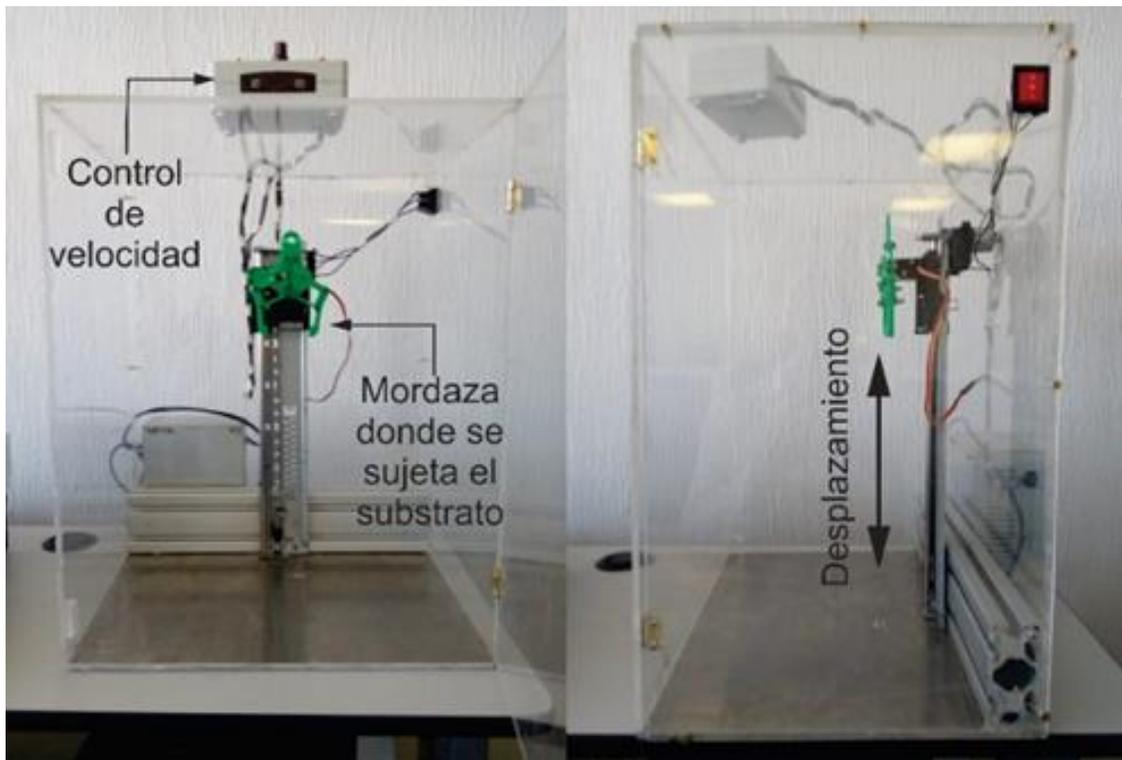


Figura 34. Elementos principales del inmersor

El control principal del inmersor como se observa en la Figura 35 contiene las siguientes características:

- Indicador de encendido. El led prende cuando el inmersor está en funcionamiento para ser utilizado.
- Control de velocidad del eje vertical. Controla la velocidad deseada para que descienda el sustrato hacia la solución, en este caso se utilizará una velocidad constante de 10mm/min.
- Control de apertura y cerrado del gripper. Se utiliza para sujetar el sustrato, el botón izquierdo es para cerrar y el derecho para abrir.
- Botón de encendido. Con este botón se pone en funcionamiento el inmersor.

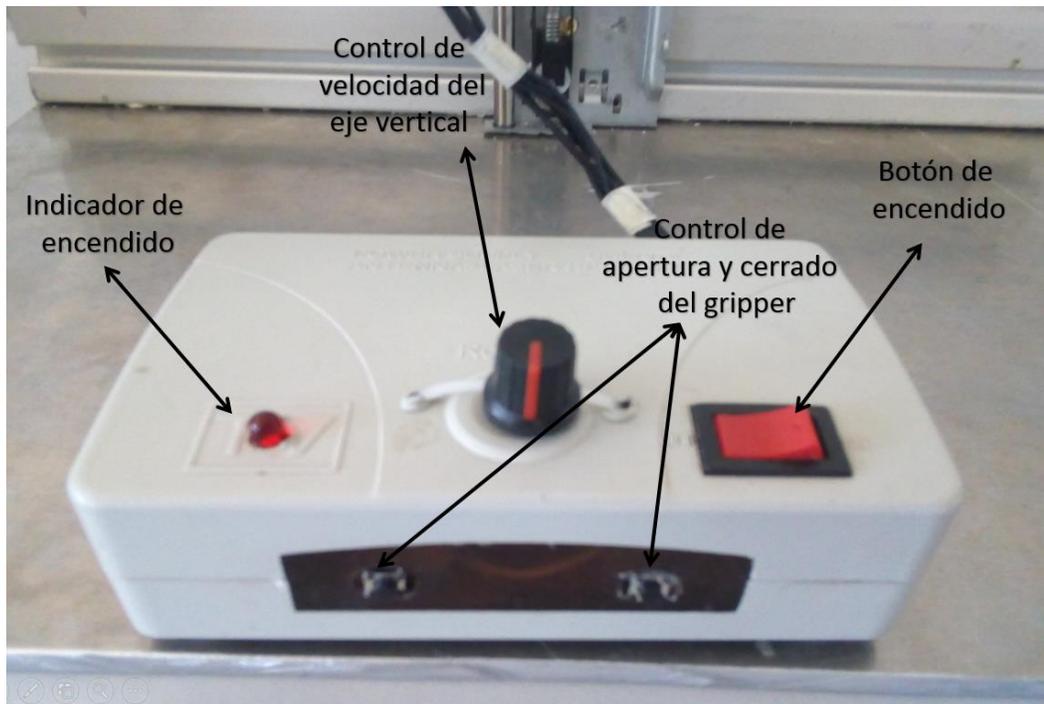


Figura 35. Control principal del inmersor

4.4.1.1 Gripper

Puede capturar una gran variedad de objetos, es perfecto para elementos con dos caras paralelas (sujetara de una forma adecuada a los sustratos por su tipo de agarre) o cilíndricos que utilizan su modo abarcador debido a sus dos grados de libertad, en la Figura 36 se muestra la pinza de dos dedos que se utilizó.

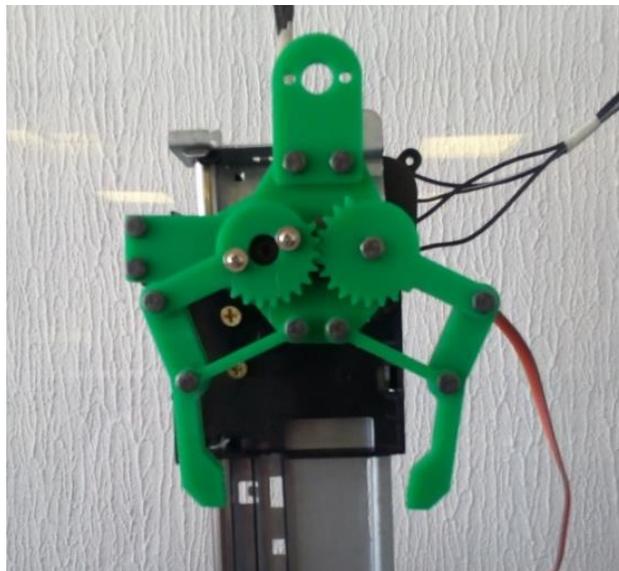


Figura 36. Gripper o pinza de dos dedos

4.4.1.2 Control de velocidad

La regulación de velocidad se llevó a cabo mediante el control de PWM, el cual suministra una variación en el ciclo de trabajo en la forma de onda de la corriente, llevando a una transición entre el apagado y encendido del motor dando la impresión de que desciende o aumenta la velocidad.

(V. H. Contreras-Álvarez. R. E. González-Landaeta, 2017)

La variación de velocidad se logra manipulando un potenciómetro, manteniendo así una velocidad constante, en la Figura 37 se observa el esquema del circuito empleado.

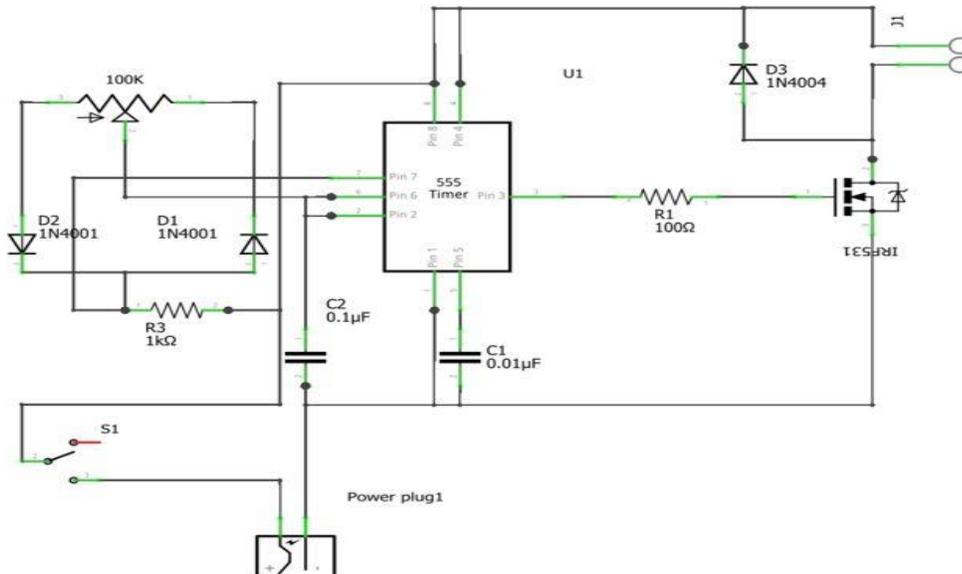


Figura 37. Circuito para el control de velocidad

El material usado para este circuito fue:

- 1 capacitor cerámico 0.01 μF (C1)
- 1 capacitor cerámico 0.1 μF (C2)
- 2 diodos rectificadores 1N4001 (D1, D2)
- 1 diodo rectificador 1N4004 (D3)
- 1 MOSFET IRF530 100 V 14 A TO-200AB
- 1 resistencia de 100 ohm (R1)
- 1 resistencia de 1K ohm (R3)
- 1 NE555 Temporizador CI
- 1 potenciómetro 100k ohm
- 1 placa fenólica de 1 cara

Se utilizó una caja de engranes para que el motor redujera la velocidad, teniendo un mejor torque, ya que el motor DC no soportaría el peso del gripper y el sustrato.

4.4.1.3 Cambio de giro del motor para retirar el sustrato

Para el cambio de giro del motor se utilizó un puente H, circuito que ayudo al avance y retroceso del motor. Se emplearon interruptores de estado sólido (Transistores), puesto que sus tiempos de vida y frecuencias de conmutación son mucho más altas. En la Figura 38 se muestra el circuito utilizado para el giro del motor.

Los materiales usados fueron:

- 2 transistores 2N2222 (Q1, Q6)
- 2 transistores BD678 (TIP32)
- 2 transistores BD677 (TIP31)
- 4 diodos 1N4007 (Q2, Q3, Q4, Q5)
- 2 resistores $1K\Omega$
- 2 resistores 27Ω
- 1 motor DC (12 V)
- 1 placa fenólica de una cara

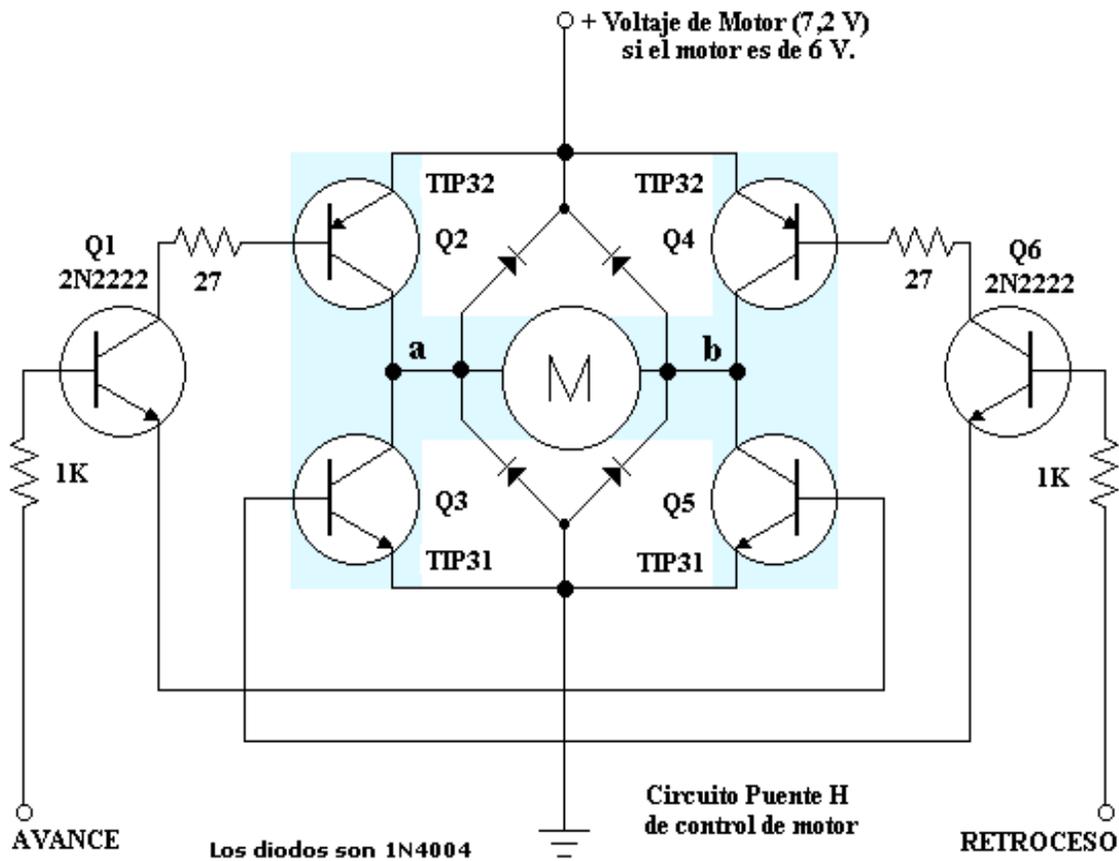


Figura 38. Circuito para cambio de giro del motor (Puente H, 2007- 2020)

Este circuito genera pulsos para girar el servomotor en dirección hacia adelante y atrás, presionando 2 botones, una para abrir el gripper y otro para cerrarlo.

4.4.1.4 Servomotor del gripper

Para el servomotor que controla al gripper, se utilizó el circuito integrado 555 para el cambio del giro, en base a un PWM como se observa en la Figura 39.

Los materiales usados fueron:

- 1 NE555
- 1 resistencia 220KΩ (R1)
- 3 resistencias 10KΩ (P1, R3, R4)
- 1 resistencias 15KΩ (R2)
- 2 capacitores cerámicos 100Nf (C1, C2)
- 1 servomotor HS-5585MH Hi-Tec
- 1 transistor BC547

- 1 placa fenólica de una cara

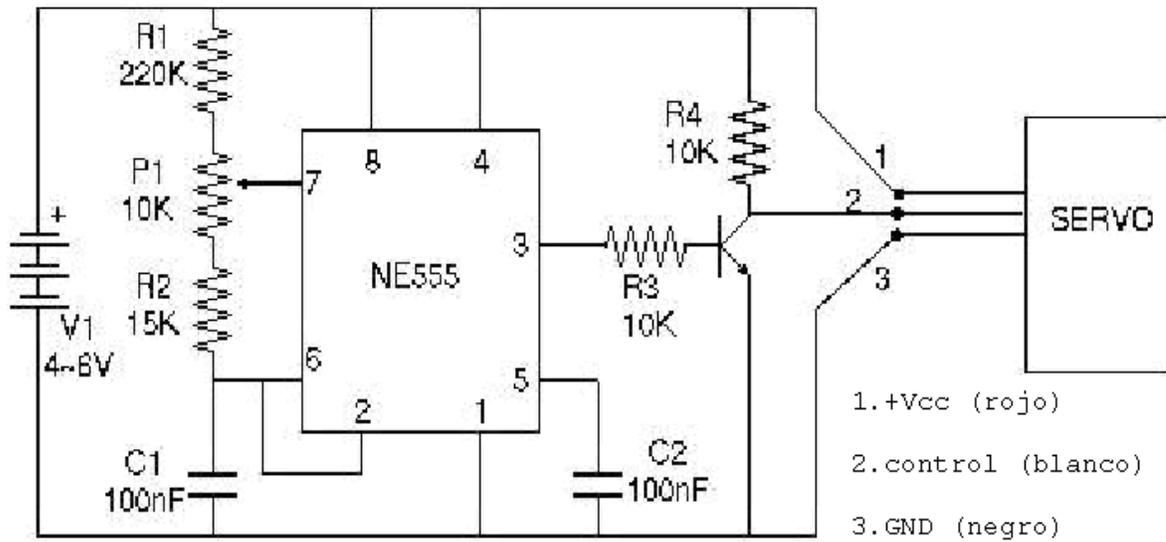


Figura 39. Circuito usado para el servomotor del gripper (Supply, 2019)

El ángulo se determina por la duración de cada pulso que se aplica a la terminal de control 2, llamada PCM (Modulación Codificada de Pulsos).

El servomotor espera un pulso cada 20 ms, la longitud del pulso determina el giro del motor, para esto el motor a un pulso de 1.5 ms, hace que la posición sea de 90° llamada posición neutral, si el pulso es menor a 1.5 ms, entonces el motor se acerca a 0°, si el pulso es mayor de 1.5ms el eje se acercará a 180° como se observa en la Figura 40.

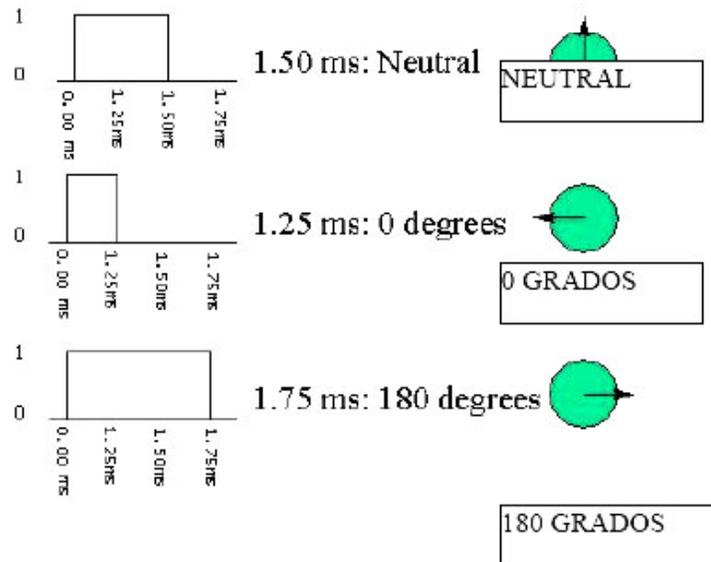


Figura 40. Esquema que muestra la modulación según los milisegundos (Supply, 2019)

Para la alimentación del circuito se utilizó una fuente de DC a 12 V, a 1000 mA. Se ajustó un Servomotor HS-5585MH Hi-Tec que aumenta el rendimiento y cuenta con engranajes metálicos para trabajo pesado y rodamientos doble de bola. En la Figura 41 se observa el inmersor ya manufacturado.

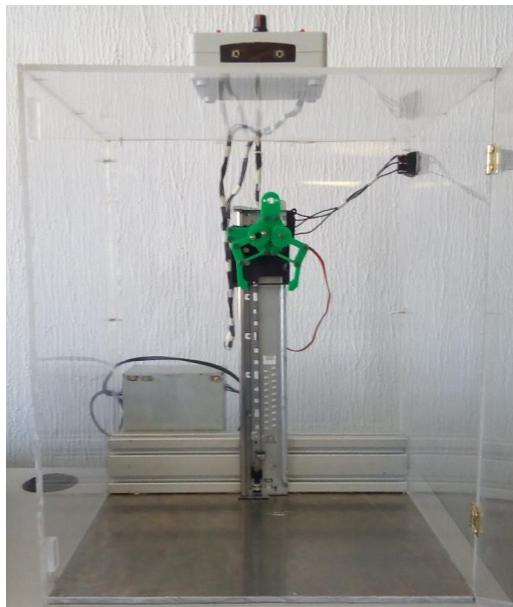


Figura 41. Inmersor de velocidad variable

Para que no entren partículas extrañas en el recubrimiento durante el proceso de inmersión, se hizo un encapsulado manufacturado con acrílico, para un soporte mejor se utilizó una placa de aluminio

de 5 mm de espesor. En la Figura 42 se observa el isométrico del inmersor donde muestra la mayoría de sus partes.

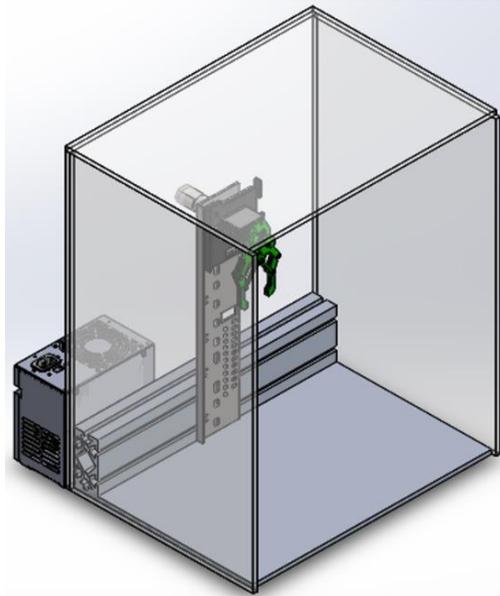


Figura 42. Isométrico del inmersor que muestra la mayoría de sus partes

Se dibujó el inmersor con el programa SolidWorks para dar una proyección de cómo se observaría en físico, en la Figura 43 se muestra la parte superior, lateral y frontal del inmersor.

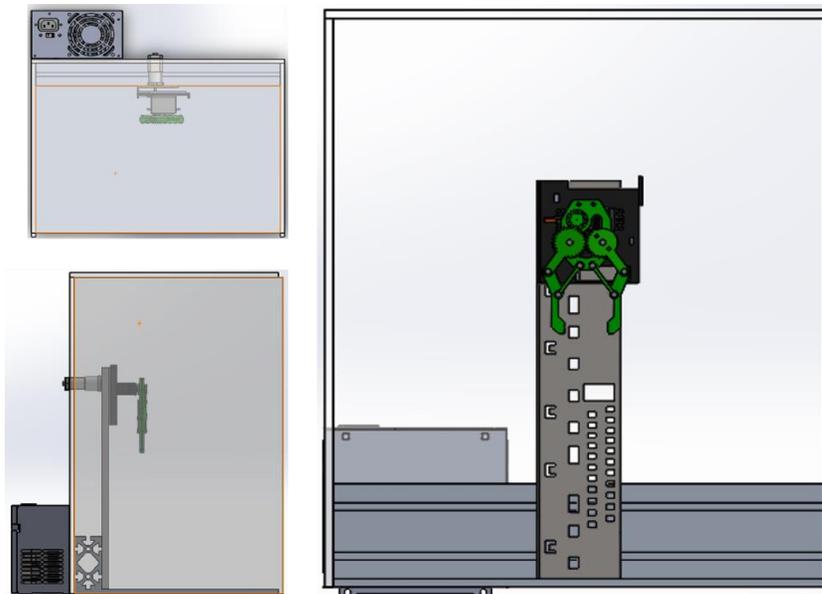


Figura 43. Parte superior, lateral y frontal del inmersor

En la Figura 44 se muestra los componentes importantes utilizados en el inmersor como lo son el gripper, servomotor para el gripper, motor DC de 12V y la fuente de poder.

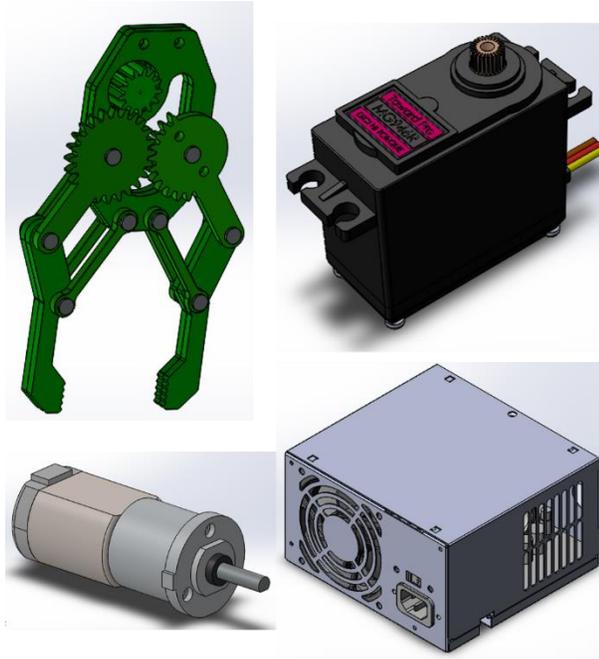


Figura 44. Gripper, servomotor, motor DC de 12v y fuente de poder del inmersor

Una de las piezas importantes en el inmersor es el gripper, que es donde se sujeta el sustrato de fibra de vidrio o fibra de carbono, como se observa en la Figura 45.

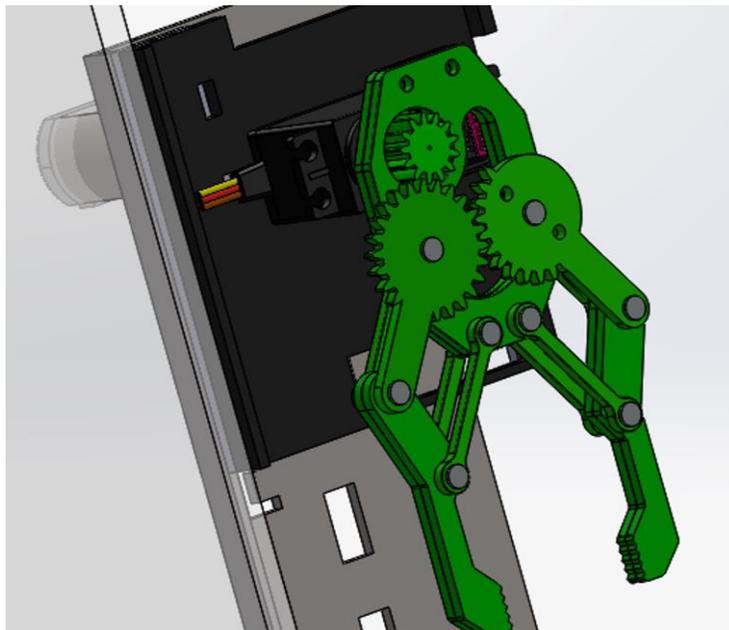


Figura 45. Gripper utilizado para el inmersor

4.4.2 Proceso de la aplicación de los recubrimientos híbridos

Después de la limpieza con la tina ultrasónica de los sustratos de fibra de vidrio se llevó a cabo la aplicación de los recubrimientos con ayuda del inmersor (Figura 46), se utilizó un recipiente hecho de aluminio donde se colocaron las soluciones híbridas, para sumergir las probetas a una velocidad de 22 mm/s durante 1 min, se utilizó esta velocidad y se dejaron las probetas dentro de la solución con este tiempo para que sus condiciones sean estables y uniformes. En el capítulo 4.2.2 se muestran las pruebas de disolución donde después de 3 min hay un ataque químico parcial de la acetona en la probeta donde se ve expuesta la fibra de vidrio, en este caso disminuyendo el tiempo de exposición se evita este ataque, es por eso que se consideró tener la probeta durante 1 min sumergida en la solución. El recipiente de aluminio que se maquino fue hecho de este material porque no presenta alguna reacción con las soluciones que se utilizan en el recubrimiento, se diseñó de tal forma para que las medidas fueran las adecuadas para no desperdiciar solución (Figura 47).

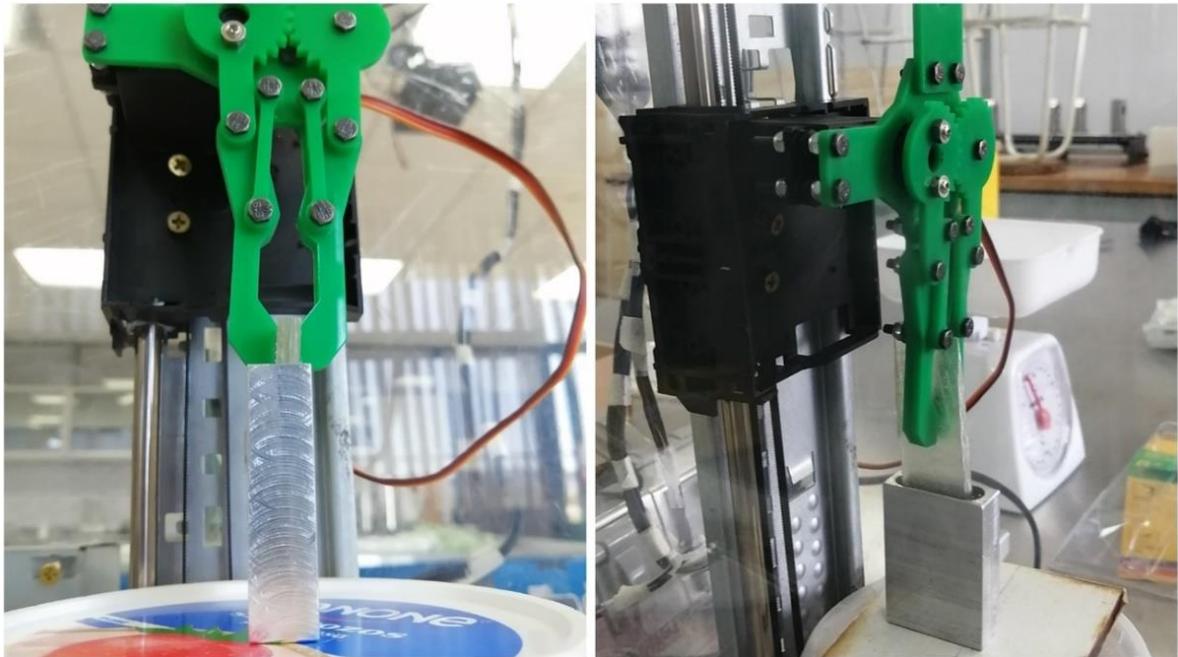


Figura 46. Aplicación del recubrimiento con ayuda del inmersor



Figura 47. Recipientes de aluminio para inmersión

Se dejaron secar los recubrimientos aplicados a temperatura ambiente durante 10 minutos, después se colocaron sobre una parrilla de calentamiento a 50 °C durante 30 minutos, este tratamiento térmico se hace para que la capa o película se manifieste de una manera eficaz y rápida (Figura 4).

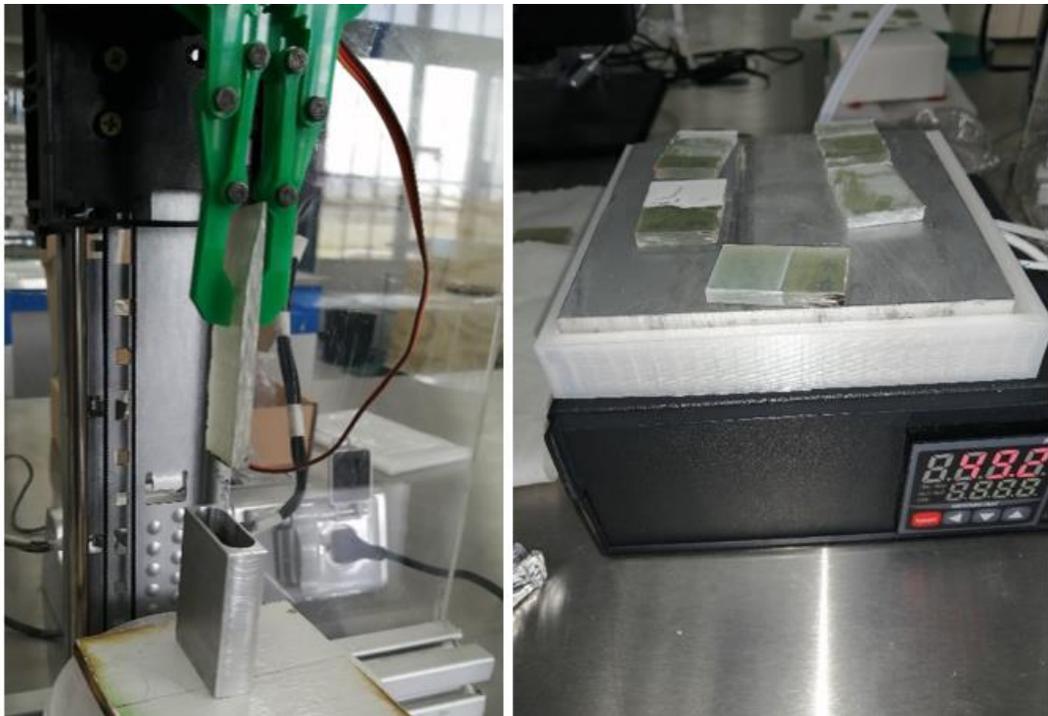


Figura 48. Extracción y secado de las probetas

4.5 FTIR (Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier)

Para verificar la composición química de los recubrimientos híbridos obtenidos, se utilizó el espectrómetro con el apoyo del LIDTRA del Centro de Investigación y Estudios Avanzados (Cinvestav) del I. P. N. Unidad Querétaro un espectrofotómetro de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR) modelo Spectrum GX de marca Perkin Elmer (Figura 49), con Reflectancia Totalmente Atenuada (ATR) con punta de Diamante y Seleniuro de Zinc (ZnSe). La medición fue realizada directamente sobre los recubrimientos. El tiempo de análisis para obtener el espectro fue aproximadamente de 1 minuto.



Figura 49. Espectrofotómetro de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR)

4.6 Dureza

Para determinar la dureza de los sustratos de fibra de vidrio y recubrimientos se utilizó un durómetro Shore-D como se muestra en la Figura 50, se hicieron 10 mediciones en diferentes secciones para obtener la dureza promedio.



Figura 50. Durómetro Shord-D

4.7 Rugosidad y perfilometría

Se determinó la rugosidad promedio (R_a) en μm de la fibra de vidrio y recubrimientos híbridos con un rugosímetro marca Mitutoyo modelo SJ-410 que se encuentra en el laboratorio de posgrado en el Instituto Tecnológico de Pachuca. Se realizaron 10 mediciones, cada prueba se hizo en diferentes secciones y direcciones para obtener un promedio de la rugosidad de los materiales evaluados, las pruebas se hicieron bajo las siguientes condiciones: Velocidad 0.5 mm/s, con un recorrido de 4 mm (Figura 51). Para obtener el perfil de huella una vez realizadas las pruebas de erosión se utilizó el mismo equipo cambiando la configuración y utilizando las siguientes condiciones: Velocidad 0.5mm/s, con un recorrido de 16 mm.



Figura 51. Medición de rugosidad

4.8 Pruebas de adherencia

Se realizaron las pruebas de adherencia con base a la norma ASTM D 3163 (ASTM, 2014), la cual permite determinar el esfuerzo cortante requerido para desprender un recubrimiento de una superficie plástica. Inicialmente se aplicó el recubrimiento a evaluar en un área de 1 x 1 cm sobre el sustrato de fibra de vidrio para posteriormente colocar un sustrato por la parte superior formando un tipo emparedado, para finalizar la preparación de la probeta de prueba se mantuvo presionada durante 8 horas a 50 °C (Figura 52). La probeta evaluada se sostuvo sobre la parte superior para poder aplicar por la parte inferior una fuerza axial, se inició con una carga de 500 gr (4.9 N), la cual se incrementó gradualmente 500 gr cada 30 segundos hasta lograr el desprendimiento.

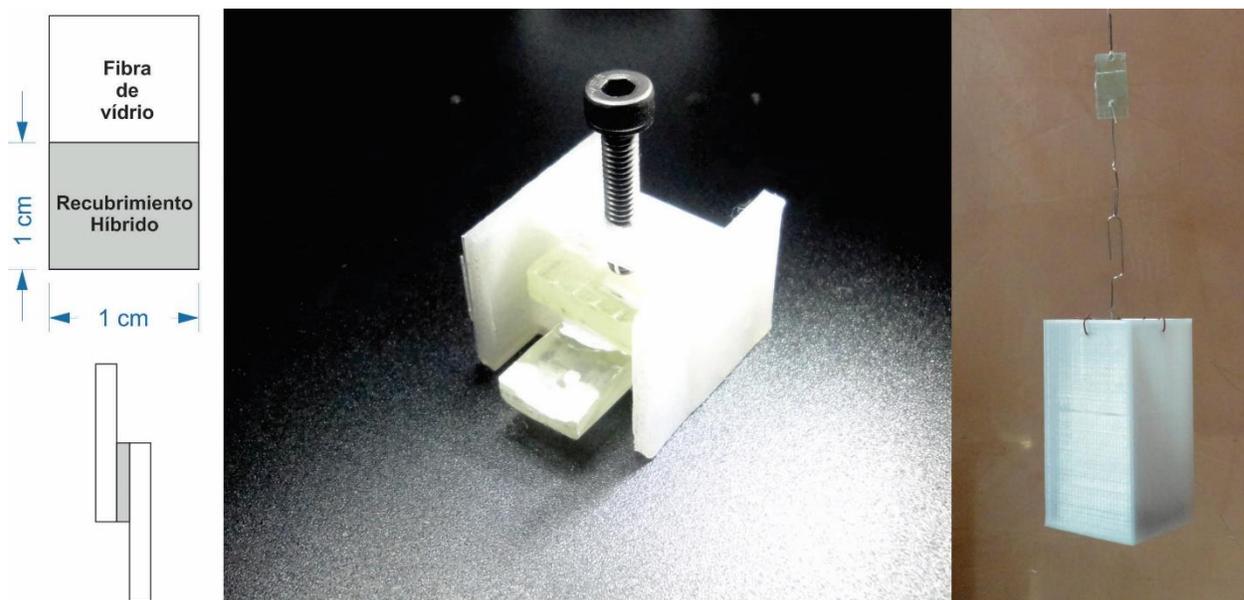


Figura 52. Probeta evaluada

4.9 Prueba de erosión

Para la prueba de erosión inicialmente se pesaron todas las muestras a evaluar en una balanza analítica Ohaus PX124/E Pioneer, 120 g x 0.0001 g, con calibración externa, que se encuentra en el laboratorio de posgrado en el Instituto Tecnológico de Pachuca (Figura 53).



Figura 53. Balanza analítica Ohaus PX124/E Pioneer

Para realizar las pruebas de erosión se utilizó la máquina de erosión horizontal que se encuentra en el laboratorio de posgrado en el Instituto Tecnológico de Pachuca (Figura 54).



Figura 54. Máquina de erosión

Como parte de los ajustes realizados a la máquina de erosión se instaló una tolva de alimentación en forma de embudo hecha en una impresora 3D (Figura 55), en donde se colocó la partícula erosiva.

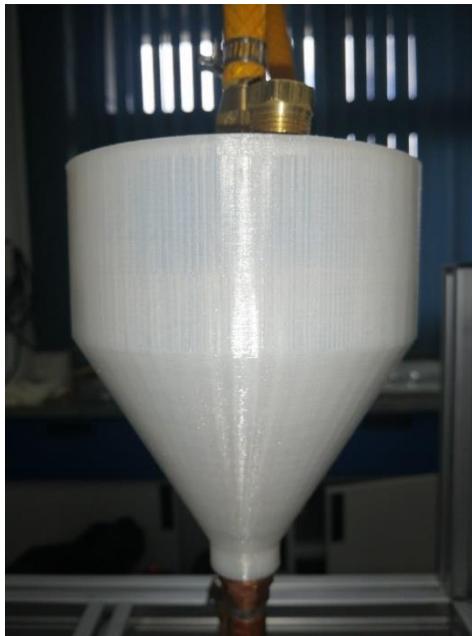


Figura 55. Tolva de almacenamiento

Se adaptó un manómetro y una válvula para controlar la presión de salida de la máquina de erosión, obteniendo una presión del aire constante para cada prueba (Figura 56).

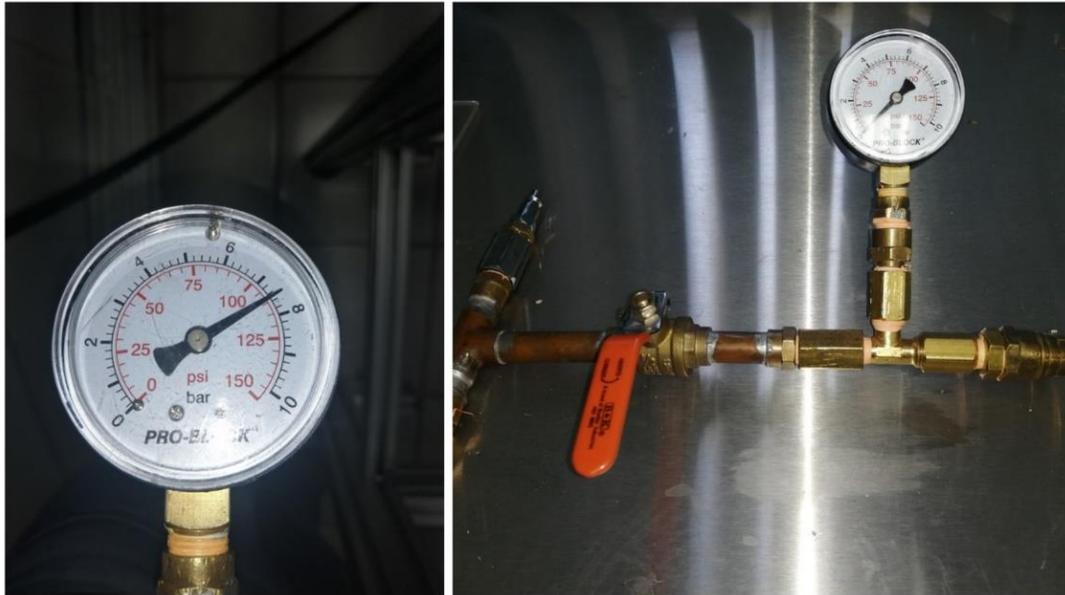


Figura 56. Manómetro y válvula

Para conocer la velocidad del aire con que se impulsan las partículas sólidas que erosionarán las probetas, se utilizó un anemómetro digital PM6252B sobre la salida del tubo de cobre de la maquina como se observa en la Figura 57.



Figura 57. Anemómetro digital

En la máquina de erosión para las pruebas de desgaste se utilizó como partícula sólida arena de mar, la cual fue recolectada en la costa de Oaxaca, estas presentan una forma angular con variedad de picos, las cuales tienden a causar mayor daño o desgaste que las partículas redondas (Figura 58), debido a que la forma o morfología de las partículas erosivas están relacionadas fuertemente con la tasa de erosión para filtrar la arena se utilizó un tamiz de 1000 μ (Figura 59).



Figura 58. Arena de mar con partículas angulares con variedad de picos

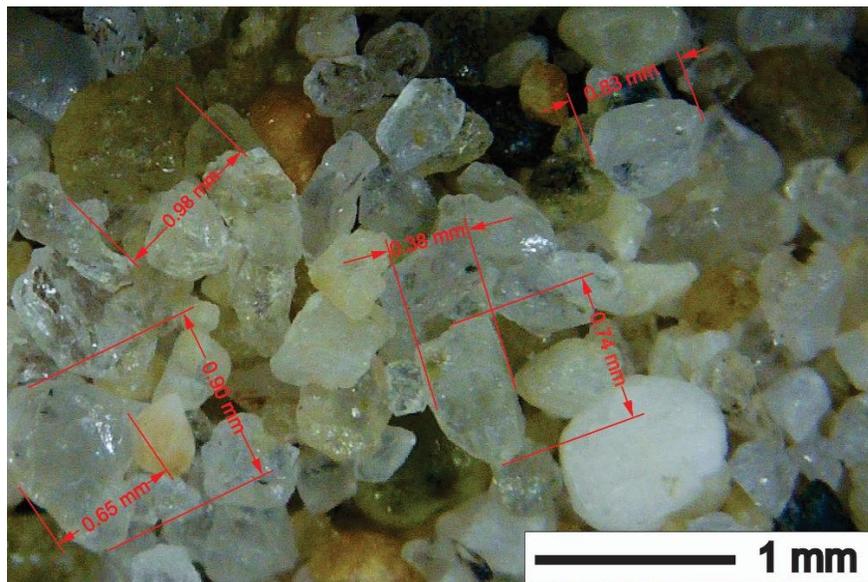


Figura 59. Tamaño de partículas

Las condiciones de las pruebas en la máquina de erosión fueron las siguientes: Temperatura ambiente, velocidad de salida 5 m/s, ángulo de 90 °, diámetro interior de la boquilla 7.99 mm, distancia entre la boquilla y la muestra 10 mm y una duración total de la prueba de 6 minutos. Las pruebas se realizaron a la fibra de vidrio y a los recubrimientos en intervalos de 2 minutos, es decir, a los 2 primeros minutos de duración se retiraba la probeta y se limpiaba con aire a presión para realizar la medición de su masa, se colocaba nuevamente la probeta en la misma posición, se realizaba la prueba y a los 2 minutos se retiraba la probeta para su limpieza y medición de masa, se finaliza otro periodo de 2 minutos para determinar su masa y tener un acumulado de duración de la prueba de 6 minutos, como se observa en la Figura 60.

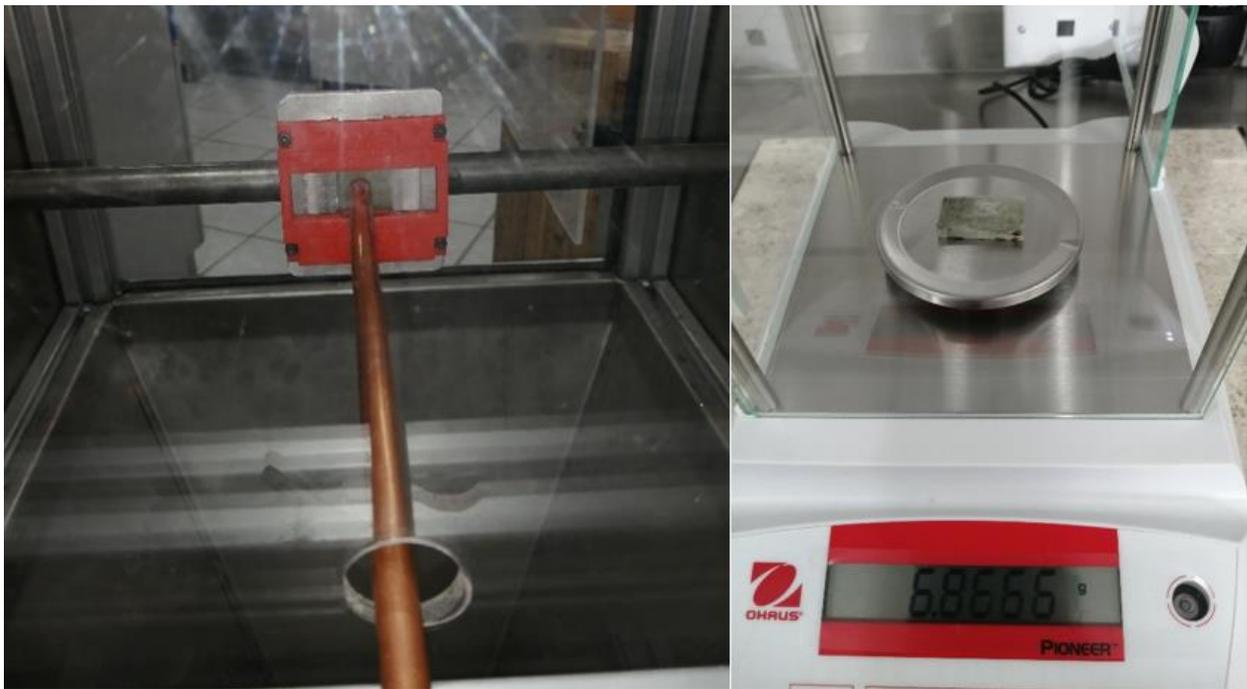


Figura 60. Pruebas de erosión por impacto de partículas sólida

5. Resultados y discusión

5.1 FTIR

En la Figura 61 se muestra la estructura química de PMMA que fue donde se dio inicio para determinar el recubrimiento híbrido. En la Figura 62 se presentan los espectros FTIR del sustrato de fibra de vidrio, recubrimientos serie PMMA-A/SiO₂ y recubrimientos serie PMMA-B/SiO₂. Se pueden observar en el espectro del sustrato de fibra de vidrio las bandas de absorción características en 3059 y 934 cm⁻¹ que corresponden respectivamente a los grupos C-H (epoxi) y C-O (epoxi) de la resina epóxica de la matriz (Edgar Ernesto Vera Cárdenas, 2021). En los espectros de 100PMMA-A/0SiO₂, 90PMMA-A/10SiO₂, 80PMMA-A/20SiO₂ y 75PMMA-A/25SiO₂, para el PMMA se presentan las bandas de absorción aproximadamente en 2981 Y 2918 cm⁻¹ que corresponden a las vibraciones de los enlaces C-H de los grupos CH₃. En 1727 y 1451 cm⁻¹ se observan bandas de las vibraciones del enlace C=O y C-O respectivamente. Las bandas que se presentan en 1382 y 1451 cm⁻¹ se asocian a las vibraciones de los enlaces C-H. La banda en 1243 cm⁻¹ corresponde a la torsión del grupo CH₂ y la presente en 1149 cm⁻¹ es asignada a la vibración de C-O. Las bandas de SiO₂ se presentan en 1075, 967 y 827 cm⁻¹ corresponden a los modos de vibración de Si-O-Si y Si-OH (Shahzada Ahmad, 2007). Los espectros de 100PMMA-B/0SiO₂, 90PMMA-B/10SiO₂, 80PMMA-B/20SiO₂ y 75PMMA-B/25SiO₂, para el caso del PMMA presentan en 2993 y 2950 cm⁻¹ las bandas de las vibraciones de C-H, en 1723 y 1435 se presentan las bandas de C=O y C-O respectivamente. En 1386 y 1435 cm⁻¹ son bandas asignadas a los C-H. La banda de la torsión de CH₂ se presenten en 1240 cm⁻¹ y la banda presente en 1190 cm⁻¹ corresponde al enlace C-O. En 1064, 966 y 826 cm⁻¹ son las bandas de SiO₂ que corresponden a los modos de vibración de Si-O-Si y Si-OH.

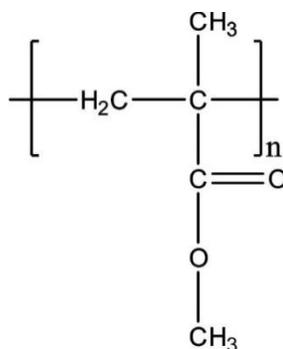


Figura 61. Estructura química de PMMA (Lvz, 2018)

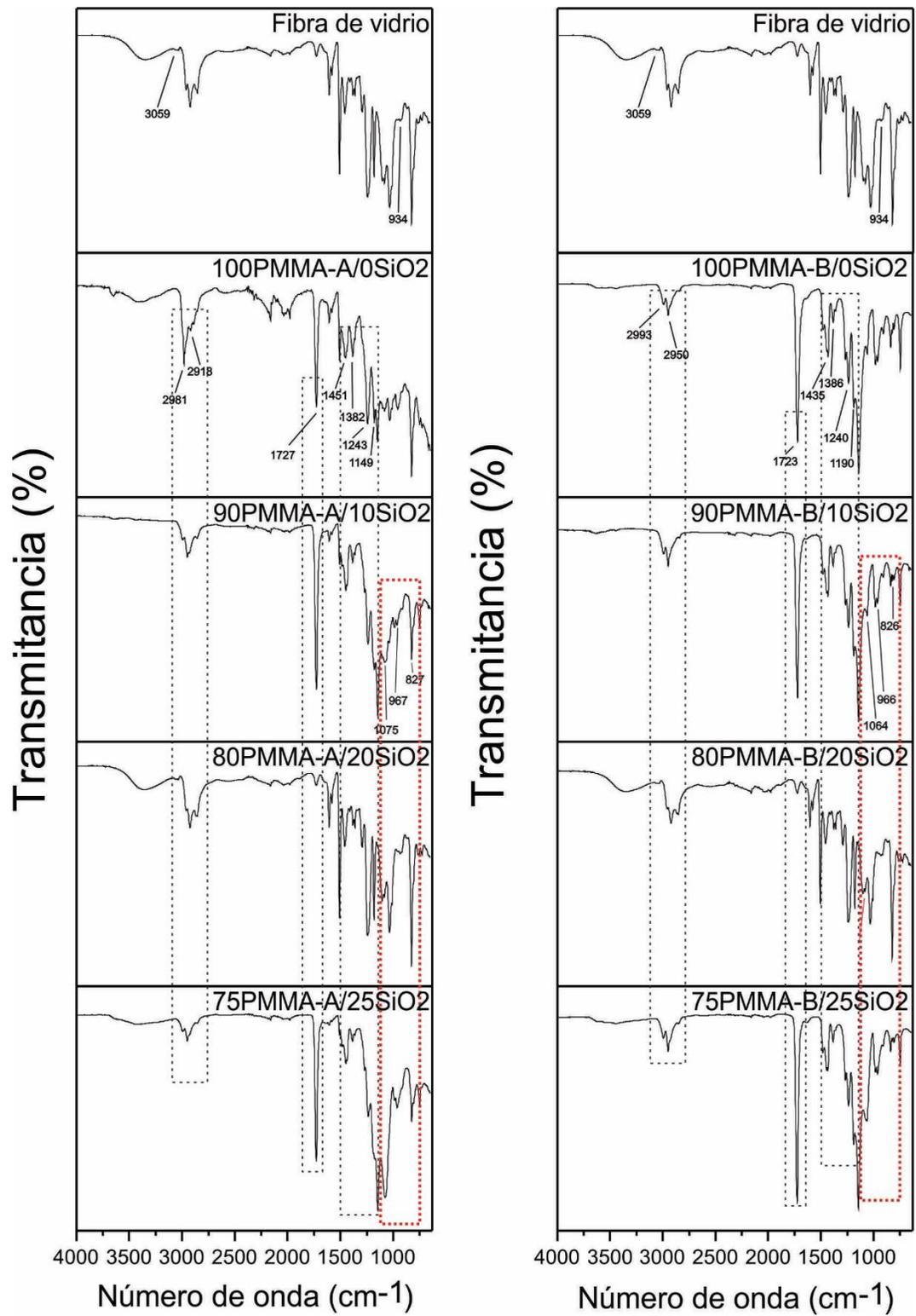


Figura 62. Espectros FTIR de la fibra de vidrio, recubrimientos PMMA-A/SiO₂ y PMMA-B/SiO₂

5.2 Rugosidad

En la Tabla 9 se presentan las 10 mediciones realizadas en diferentes regiones de las muestras, así como, su respectivo valor promedio. En la Figura 63 se observa que las magnitudes de rugosidad (R_a) del sustrato de fibra de vidrio fue de $0.4226 \mu\text{m}$, mientras que los recubrimientos 100PMMA-A/0SiO₂ y 100PMMA-B/0SiO₂ presentaron una rugosidad muy parecida, ya que tienen en ambos casos un valor aproximado a $0.45 \mu\text{m}$. La mayor magnitud de R_a fue de $0.61 \mu\text{m}$ que corresponde al recubrimiento 80PMMA-A/20SiO₂, mientras que la magnitud menor fue de $0.2557 \mu\text{m}$ del recubrimiento 80PMMA-B/20SiO₂. Las diferencias entre las magnitudes de R_a de todas las muestras evaluadas se deben principalmente a las condiciones de la inmersión y a la composición de los recubrimientos (A. Madhan Kumar, 2015), ya que se observó en las primeras mediciones en las pruebas preliminares con mayor concentración de PMMA ($M_w = 350,000$), se generaba una capa viscosa al sacar de la inmersión el sustrato con el recubrimiento debido a la evaporación y secado del disolvente que contiene la solución híbrida.

Tabla 9. Tabla comparativa de rugosidad, R_a (μm)

Muestra	FIBRA DE VIDRIO	100 PMMA-A/0SiO ₂	90PMMA-A/10SiO ₂	80PMMA-A/20SiO ₂	75PMMA-A/25SiO ₂	100 PMMA-B/0SiO ₂	90PMMA-B/10SiO ₂	80PMMA-B/20SiO ₂	75PMMA-B/25SiO ₂
Rugosidad R_a (μm)	0.607	0.544	0.364	0.415	0.436	0.613	0.284	0.185	0.364
	0.605	0.295	0.235	0.538	0.539	0.5	0.327	0.278	0.235
	0.347	0.608	0.367	0.566	0.42	0.42	0.337	0.302	0.367
	0.2	0.294	0.23	0.684	0.347	0.43	0.3	0.237	0.23
	0.292	0.288	0.204	0.667	0.527	0.391	0.301	0.283	0.204
	0.317	0.737	0.389	0.553	0.513	0.275	0.406	0.229	0.389
	0.392	0.546	0.24	0.518	0.74	0.658	0.445	0.25	0.24
	0.557	0.38	0.383	0.618	0.539	0.45	0.518	0.34	0.383
	0.554	0.39	0.319	0.794	0.396	0.493	0.501	0.222	0.319
	0.355	0.42	0.254	0.747	0.589	0.315	0.445	0.231	0.254
Promedio	0.4226	0.4502	0.2985	0.61	0.5046	0.4545	0.3864	0.2557	0.2985
Desviación estándar, σ (μm)	0.1605	0.15253	0.07287	0.11464	0.11253	0.11908	0.08751	0.04513	0.07287

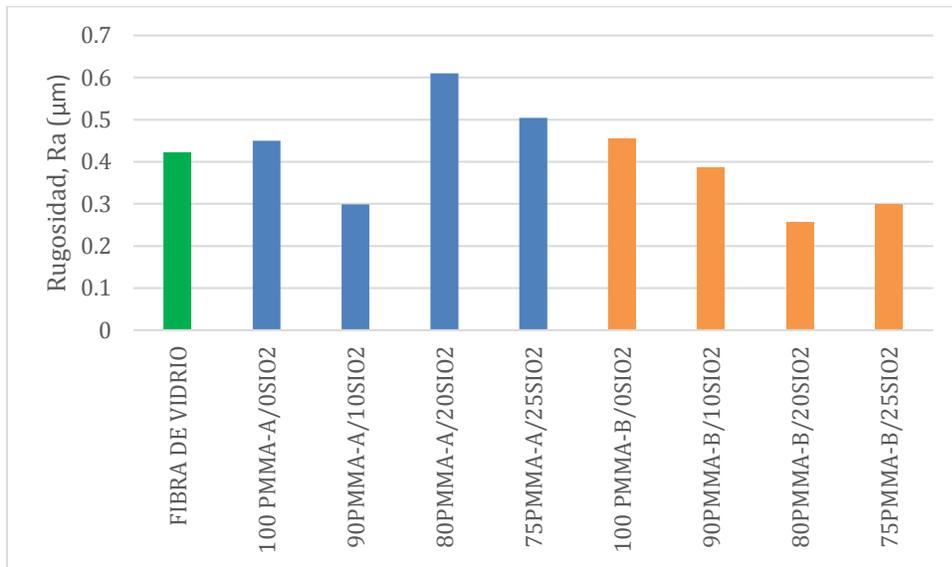


Figura 63. Gráfica de magnitudes promedio de rugosidad

En la Figura 64 se presenta la dispersión de los 10 valores determinados de Ra por muestra y relacionados a la desviación estándar, en este caso la mayor dispersión o variación de valores de Ra se observa en la fibra de vidrio y en el recubrimiento 100PMMA-A/0SIO₂, esto indica una alta diferencia entre las mediciones que corresponde a una superficie poco homogénea, mientras que el recubrimiento 80PMMA-B/20SIO₂ muestran una menor diferencia entre sus valores, esto quiere decir que su superficie es la más homogénea en la serie de muestras evaluadas.

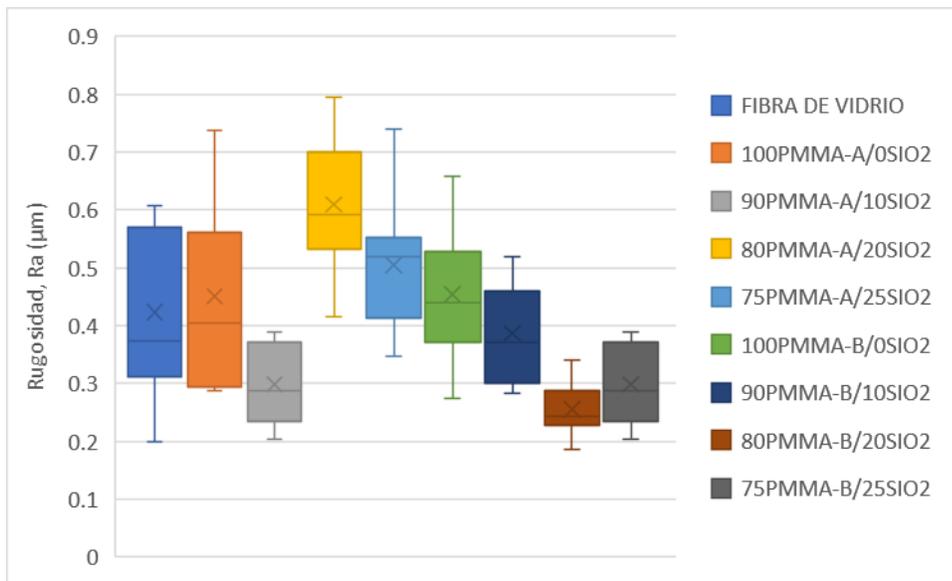


Figura 64. Representación gráfica de la desviación estándar en a las muestras

5.3 Dureza

En la Tabla 10 se presentan las 10 mediciones realizadas en diferentes regiones de las muestras, así como, su respectivo valor promedio. En la Figura 66 se observa que la dureza shore D del sustrato de fibra de vidrio fue de 90.65. La mayor magnitud de dureza shore D fue de 91 que corresponde al recubrimiento 75PMMA-A/25SiO₂, mientras que la magnitud menor fue de 85.95 del recubrimiento 75PMMA-B/25SiO₂. Todos los resultados mostrados en la Tabla 11 y Figura 65 confirman que los recubrimientos híbridos aplicados modificaron las propiedades en conjunto del sustrato de fibra de vidrio. En función de la razón de volumen del SiO₂, se observa en la Figura 66 que en la serie PMMA-A (en 50 mL 1.67 gr), al incrementarse el SiO₂ se incrementa la dureza, mientras en la serie PMMA-B (en 50 mL 3.73 gr) disminuye, esto indica que a mayor densidad de PMMA es menor la aportación del SiO₂ con respecto a la dureza, debido a que no se tiene una buena distribución del SiO₂ dentro de la matriz del recubrimiento.

Tabla 10. Mediciones de dureza

Muestra	FIBRA DE VIDRIO	100 PMMA-A/0SiO ₂	90PMMA-A/10SiO ₂	80PMMA-A/20SiO ₂	75PMMA-A/25SiO ₂	100 PMMA-B/0SiO ₂	90PMMA-B/10SiO ₂	80PMMA-B/20SiO ₂	75PMMA-B/25SiO ₂
Dureza Shore D	89.5	86	92.5	86	90.5	91.5	90.5	90	85
	91.5	91	89.5	86	93	91	90	87	82.5
	92.5	90	89.5	88.5	90.5	92.5	90.5	85.5	84
	88	88.5	91	89	92.5	92	92	89.5	88.5
	92	88.5	89	90.5	90.5	92	87	86	87.5
	89.5	86.5	87.5	92.5	87.5	92.5	91.5	89.5	88.5
	90	91.5	90	87	92	91	90	85.5	84
	90	87	89.5	90.5	88.5	89.5	87.5	86	87
	92	91.5	88	93	92.5	91.5	87.5	90.5	85
	91.5	86	85.5	92.5	92.5	92.5	87.5	89.5	87.5
Promedio	90.65	88.65	89.2	87.35	91	90.8	89.4	87.9	85.95
Desviación estándar, σ (Shore D)	1.45392	2.23669	1.91775	2.67135	1.78268	0.9369	1.85293	2.06559	2.11411

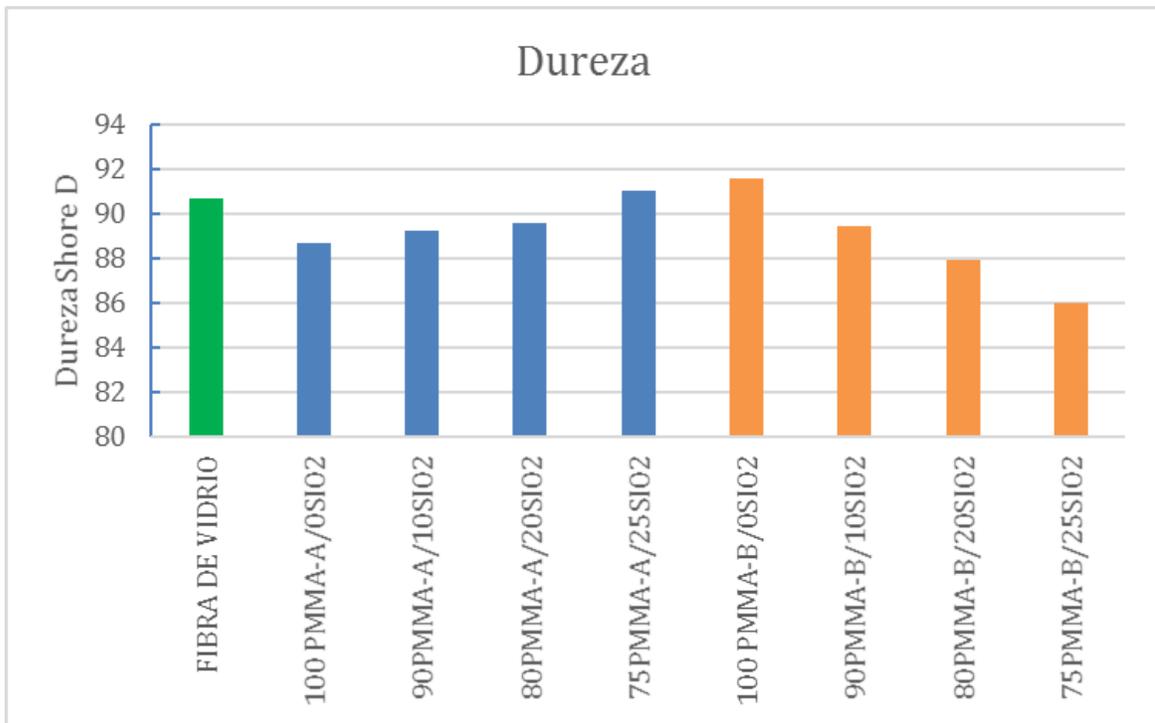


Figura 65. Magnitudes promedio de dureza

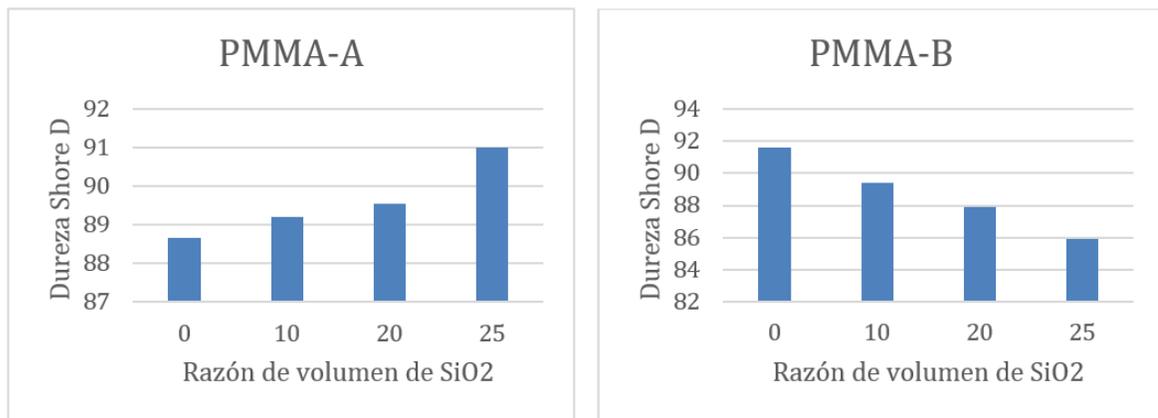


Figura 66. Dureza en función del SiO2

En la Figura 67 se presenta la dispersión de las 10 mediciones realizadas a cada muestra y que tienen relación con la desviación estándar. Se observa que la mayor dispersión se presenta en las mediciones del recubrimiento 80PMMA-A/20SiO2, esto indica que, de todas las muestras evaluadas, es la que presenta menor homogeneidad en su superficie, mientras que en el recubrimiento 100PMMA-B/0SiO2 se observa la menor dispersión en los valores de dureza, lo que representa una superficie más homogénea.

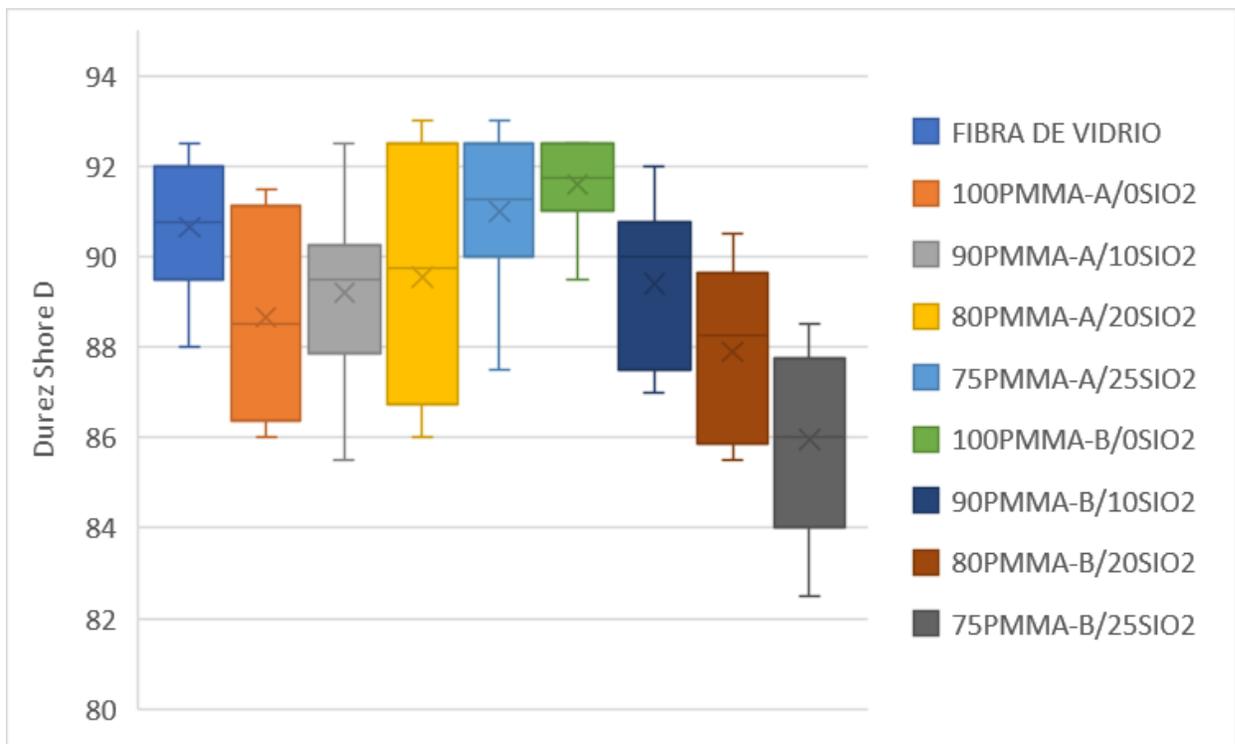


Figura 67. Desviación estándar mayor respecto a la dureza

5.4 Adherencia

Los resultados de las pruebas de adherencia realizadas a todos los recubrimientos híbridos se presentan en la Tabla 11. En los datos presentados en la Figura 68 se puede observar una tendencia en los recubrimientos 75PMMA-A/25SiO₂, 80PMMA-A/20SiO₂ y 100PMMA-A/10SiO₂, la cual indica que a menor concentración de SiO₂ hay menor resistencia al esfuerzo cortante entre la superficie de fibra de vidrio y el recubrimiento, en este caso a pesar de que se aplicaron las mismas condiciones de prueba el recubrimiento 90PMMA-A/10SiO₂ no es parte de la tendencia mencionada. Para el caso de los recubrimientos 75PMMA-B/25SiO₂, 90PMMA-B/10SiO₂ y 100PMMA-B/10SiO₂ presentan la misma tendencia mencionada previamente, mientras que el recubrimiento 80PMMA-B/20SiO₂, sale ligeramente de la tendencia. Lo que es de resaltar de los resultados de las pruebas de adherencia mostrados, es que todos los recubrimientos evaluados muestran adherencia sobre la superficie del sustrato de fibra de vidrio superando la carga de 29 N.

Tabla 11. Cargas y esfuerzos máximos aplicados

Recubrimiento	Carga aplicada (N)	Esfuerzo cortante (Mpa)
75PMMA-A/25SiO2	49.05	0.49
80PMMA-A/20SiO2	29.43	0.29
90PMMA-A/SiO2	68.67	0.69
100PMMA-A/0SiO2	14.71	0.15
75PMMA-B/25SiO2	68.67	0.69
80PMMA-B/20SiO2	88.29	0.88
90PMMA-B/SiO2	44.14	0.44
100PMMA-B/0SiO2	34.33	0.34

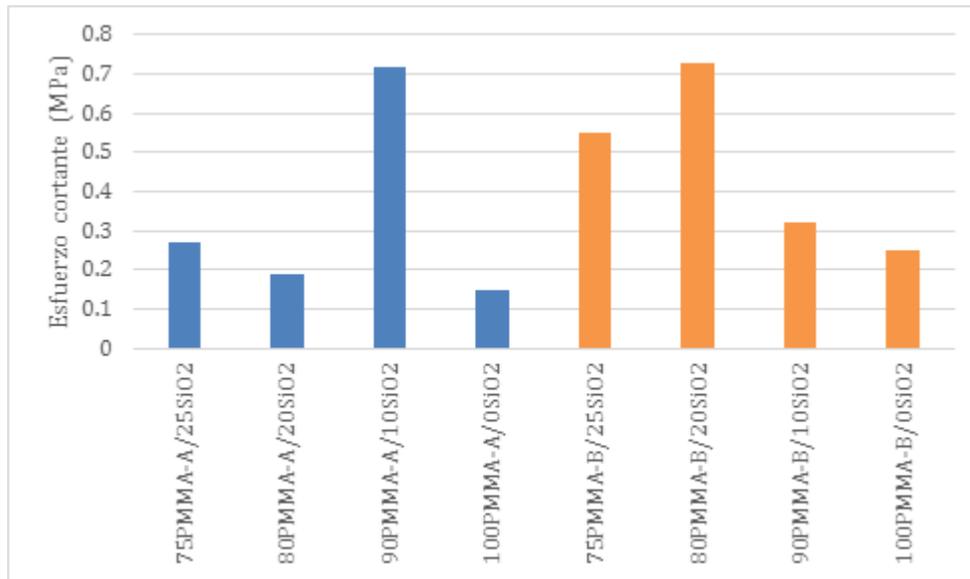


Figura 68. Esfuerzos cortante máximos soportados por los recubrimientos

5.5 Caracterización tribológica

5.5.1 Pruebas de erosión

En la Tabla 12 se muestra la masa por cada 2 minutos transcurridos de las pruebas de erosión de la fibra de vidrio y los recubrimientos híbridos. A partir de los resultados obtenidos se calculó la masa total pérdida en gramos (gr), la cual se presenta en la Figura 69. Se observa que la fibra de vidrio y la probeta con el recubrimiento 75PMMA-A/25SiO2 fueron las que perdieron mayor cantidad de

masa con 0.0329 y 0.032 gr respectivamente, esto indica que de todas las probetas evaluadas son las que tuvieron mayor desgaste por erosión. Por otro lado, las muestras 90PMMA-A/10SiO₂ y 90PMMA-B/10SiO₂, fueron las más resistente durante la prueba de erosión al perder 0.0153 y 0.0184 gr respectivamente.

Tabla 12. Peso en gramos(gr) de la fibra de vidrio y recubrimientos híbridos

Tiempo (minutos)	MUESTRAS								
	FIBRA DE VIDRIO	100PMMA-A/0SiO ₂	90PMMA-A/10SiO ₂	80PMMA-A/20SiO ₂	75PMMA-A/25SiO ₂	100 PMMA-B/0SiO ₂	90PMMA-B/10SiO ₂	80PMMA-B/20SiO ₂	75PMMA-B/25SiO ₂
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2	0.0132	0.0092	0.0039	0.0101	0.0092	0.0123	0.0028	0.0126	0.0085
4	0.0134	0.0091	0.0048	0.0092	0.0109	0.0086	0.007	0.0098	0.0083
6	0.0063	0.0074	0.0066	0.0098	0.0119	0.0105	0.0086	0.007	0.0083
Total	0.0329	0.0257	0.0153	0.0291	0.032	0.0314	0.0184	0.0294	0.0251

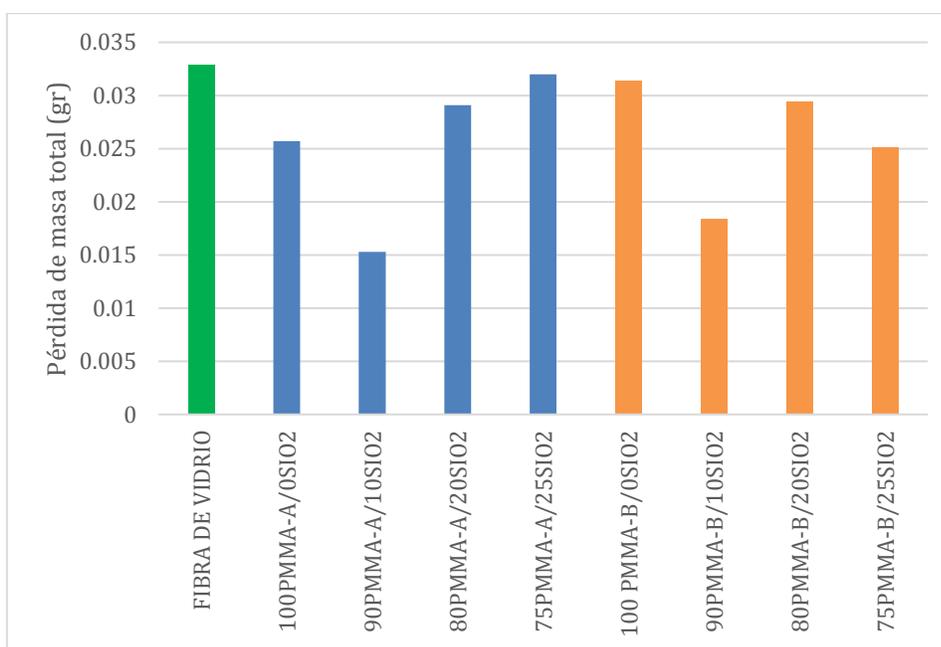


Figura 69. Pérdida de masa total en la fibra de vidrio y recubrimientos híbridos

En la Figura 70 se muestra la pérdida de masa en porcentaje al final de la prueba de cada probeta. Las probetas con los recubrimientos híbridos 90PMMA-A/10SiO₂ Y 90PMMA-B/10SiO₂ fueron las que perdieron masa con menor porcentaje, esto indica que estos recubrimientos presentaron una

resistencia más alta a la erosión provocada por partículas de arena de playa. Mientras que la fibra de vidrio y la probeta con el recubrimiento 75PMMA-A/25SiO₂ presentaron la menor resistencia a la erosión al presentar una pérdida del 0.44 % en ambos casos. Los recubrimientos 75PMMA-B/25SiO₂, 80PMMA-B/20SiO₂, 100PMMA-A/0SiO₂, 80PMMA-A/20SiO₂ y 100PMMA-B/0SiO₂ presentan pérdidas de masa menores a la fibra de vidrio y 75PMMA-A/25SiO₂ y mayores a 90PMMA-A/10SiO₂ Y 90PMMA-B/10SiO₂, esto indica que presentan magnitudes de pérdida de masa aceptables, ya que protegen aun así a la superficie de fibra de vidrio.

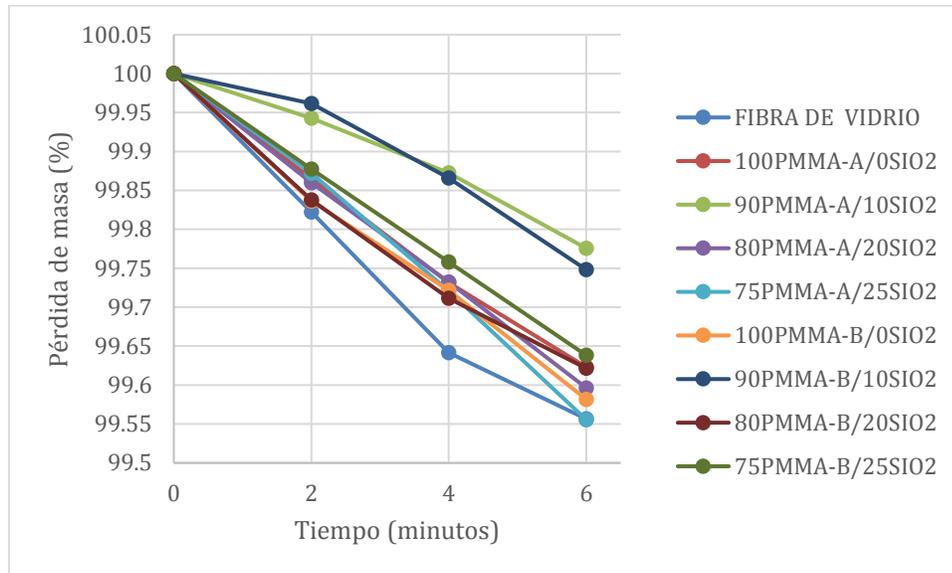


Figura 70. Pérdida de masa en cada probeta

5.5.2 Perfil de huella

En la Figura 71 se presentan las imágenes de las huellas de desgaste generadas una vez realizadas las pruebas de erosión, en todas las probetas evaluadas se observa que el daño generado en algunas regiones remueve un porcentaje importante de la matriz de la resina epóxica exponiendo algunas secciones en donde se llega a las fibras de vidrio. Con base a los perfiles de huella obtenidos de las regiones más afectadas como se muestra en la Figura 72, **a)** se observa que la fibra de vidrio presenta una profundidad de 562.33 μm con un ancho de aproximadamente de 9 mm, **j)** mientras que el recubrimiento 75PMMA-A/25SiO₂ tiene una profundidad de 420.281 μm y un ancho de 8 mm, por lo que, se consideran como las probetas más afectadas. **d)** las muestras que presentan menor profundidad fueron 90PMMA-A/10SiO₂ con una profundidad de 157.313 μm y **e)** 90PMMA-B/10SiO₂ con 235.601 μm , en ambos casos con un ancho de la huella más amplia de

aproximadamente 5mm, **h**) a pesar que los recubrimientos **80PMMA-A/10SiO₂** y **i**) **80PMMA-B/10SiO₂** presentan una profundidad semejante a la muestra **e**) **90PMMA-B/10SiO₂**, muestran un perfil más ancho que representa un mayor desgaste.

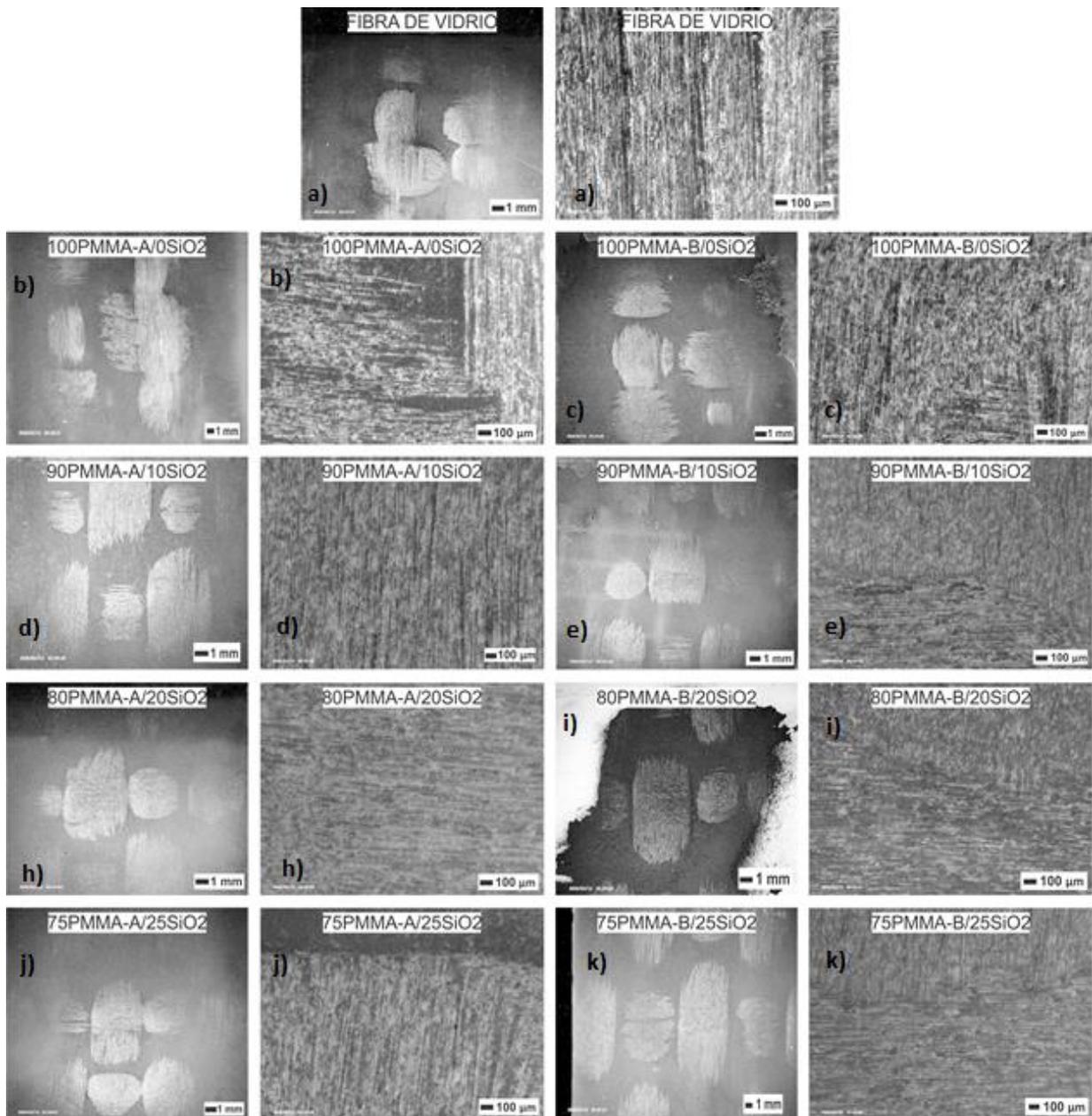


Figura 71. Huella de desgaste por la prueba de erosión

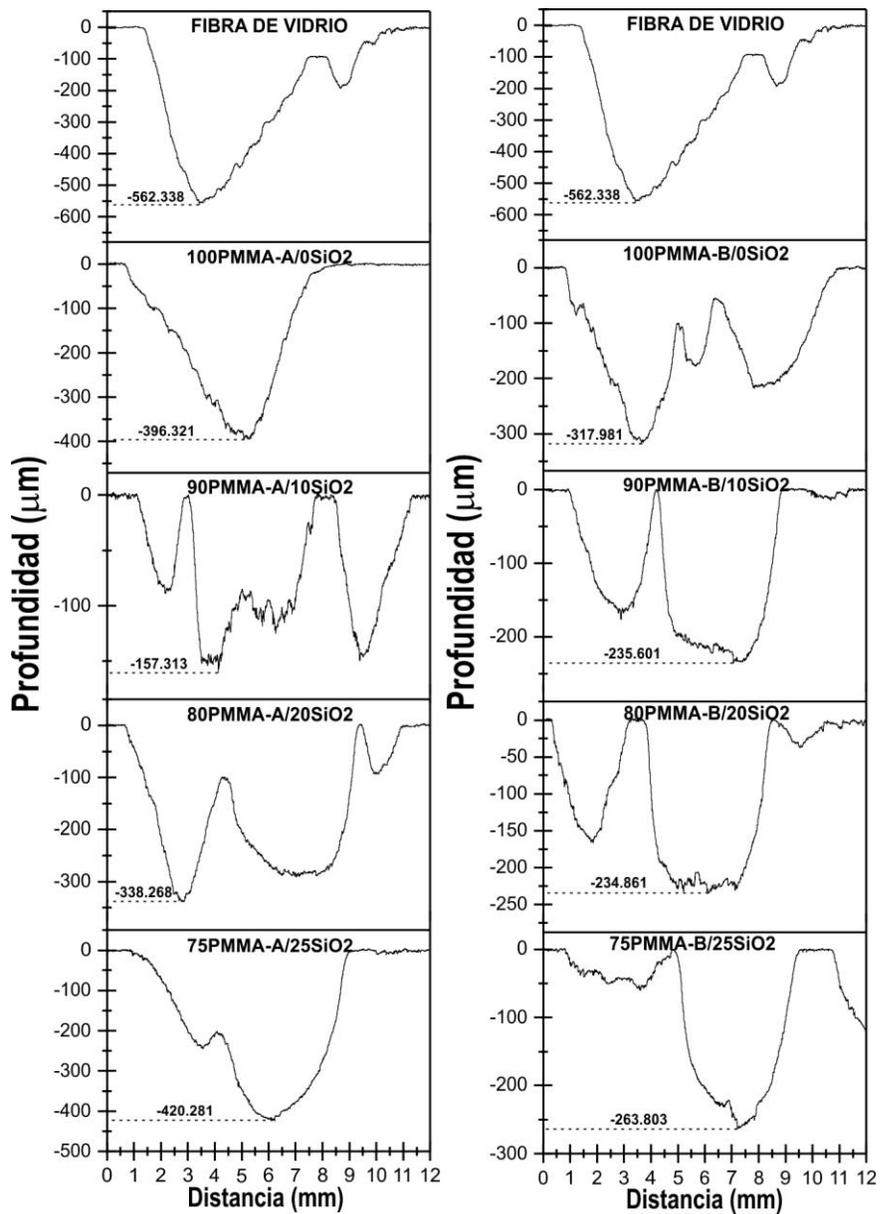


Figura 72. Perfil de huella

5.5.3 Resumen de resultados

En la Tabla 13 se muestra el conjunto de resultados obtenidos en este trabajo de la fibra de vidrio y de los recubrimientos híbridos aplicados.

Tabla 13. Tabla resumen

MUESTRA	RELACIÓN DE VOLUMEN PMMA	RELACIÓN DE VOLUMEN SiO2	DUREZA SHORE-D	RUGOSIDAD, Ra (µm)	PÉRDIDA DE MASA (gr)	PÉRDIDA DE MASA (%)	ADHERENCIA (MPa)
FIBRA DE VIDRIO	0	0	90.65	0.4226	0.0329	0.44	----
100PMMA-A/0SiO2	100	0	88.65	0.4502	0.0257	0.37	0.15
90PMMA-A/10SiO2	90	10	89.2	0.2985	0.0153	0.22	0.72
80PMMA-A/20SiO2	80	20	87.55	0.61	0.0291	0.40	0.19
75PMMA-A/25SiO2	75	25	91	0.5046	0.032	0.44	0.27
100PMMA-B/0SiO2	100	0	90.8	0.4545	0.0314	0.41	0.25
90PMMA-B/10SiO2	90	10	89.4	0.3864	0.0184	0.25	0.32
80PMMA-B/20SiO2	80	20	87.9	0.2557	0.0294	0.37	0.73
75PMMA-B/25SiO2	75	25	85.95	0.2985	0.0251	0.36	0.55

En la pérdida de masa con respecto a la dureza Shore D, se observa una diferencia de 5 unidades entre la medición más alta de 91 de 75PMMA-A/25SiO2 y la más baja de 85.95 de 75PMMA-B/25SiO2, en este caso la dureza no presenta una correlación clara con la pérdida de masa durante las pruebas de erosión, debido a que los recubrimientos que no presentaron la menor dureza fueron

los que resistieron mejor el desgaste durante la erosión como se observa en la Figura 73. Por lo cual, se considera que la dureza en conjunto con otros factores como la rugosidad y la adherencia influyen en la reducción del desgaste por erosión

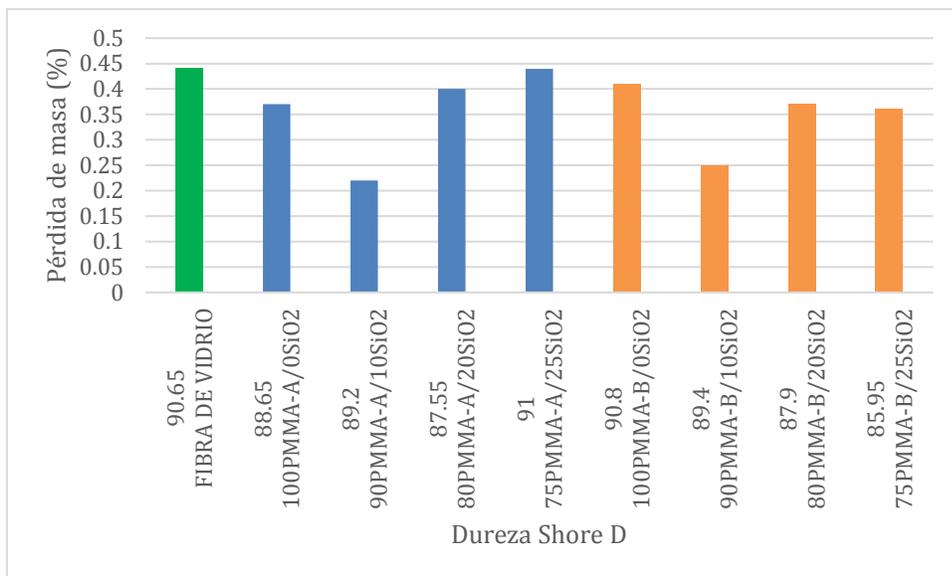


Figura 73. Pérdida de masa en función de la dureza

En el caso de la rugosidad se observa en la Figura 74 que las magnitudes más altas son las que presentan la fibra de vidrio y los recubrimientos 80PMMA-A/20SiO₂, 75PMMA-A/25SiO₂ y 100PMMA-B/0SiO₂ con valores de 0.4226, 0.61, 0.5046 y 0.4545 μm respectivamente, así como la mayor pérdida de masa con valores desde 0.44 a 0.40 %, el recubrimiento 90PMMA-A/10SiO₂ tiene una rugosidad de 0.2985 μm y la menor pérdida de masa con un 0.22 %, con respecto a estos resultados se observa una correlación entre la pérdida de masa y la rugosidad, es decir una baja rugosidad presenta una baja pérdida de masa y en una alta rugosidad existe una alta pérdida de masa. Mientras en 90PMMA-B/10SiO₂ se observa una rugosidad de 0.3864 μm , la cual es intermedia con respecto a todas las muestras y una baja pérdida de masa con 0.25 %, por lo que, al igual que 100PMMA-A/0SiO₂, 80PMMA-B/20SiO₂ y 75PMMA-B/25SiO₂ no se presenta para estos recubrimientos una correlación entre la rugosidad y la pérdida de masa.

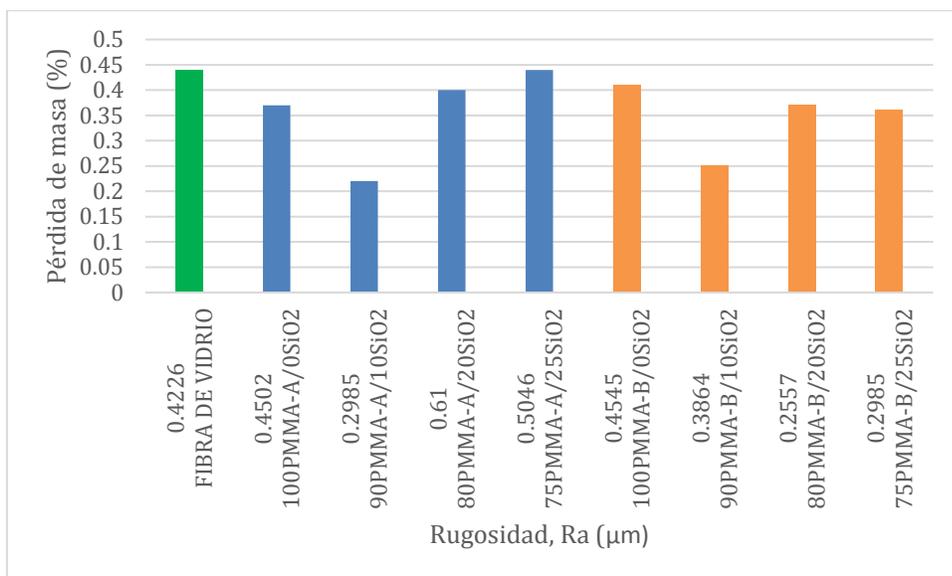


Figura 74. Pérdida de masa en función de la rugosidad, Ra

La pérdida de masa con respecto a la adherencia se presenta en la Figura 75. Se observa que la menor pérdida de masa para la serie de PMMA-A corresponde al recubrimiento 90PMMA-A/10SiO₂, el cual muestra la mayor magnitud de adherencia con 0.72 MPa. Por otro lado, la mayor pérdida de masa corresponde al recubrimiento 75PMMA-A/25SiO₂ que alcanzó una adherencia de 0.27 MPa, por lo que, se concluye que en esta serie al presentarse mayor adherencia se reduce el desgaste por erosión. En la serie PMMA-B se observa que la menor pérdida de masa la presenta una magnitud intermedia de adherencia de 0.32 MPa que corresponde al recubrimiento 90PMMA-B/10SiO₂ y la mayor pérdida de masa se presenta en el recubrimiento 100PMMA-A/0SiO₂ que presenta la menor adherencia con una magnitud de 0.25 MPa, para esta serie se esperaría que la mayor resistencia al desgaste con base en lo observado en PMMA-A, serían los recubrimientos con mayor adherencia, pero se observa que no fue así y se presentaron altas pérdidas de masa, por lo que, no se observó ninguna correlación para esta serie.

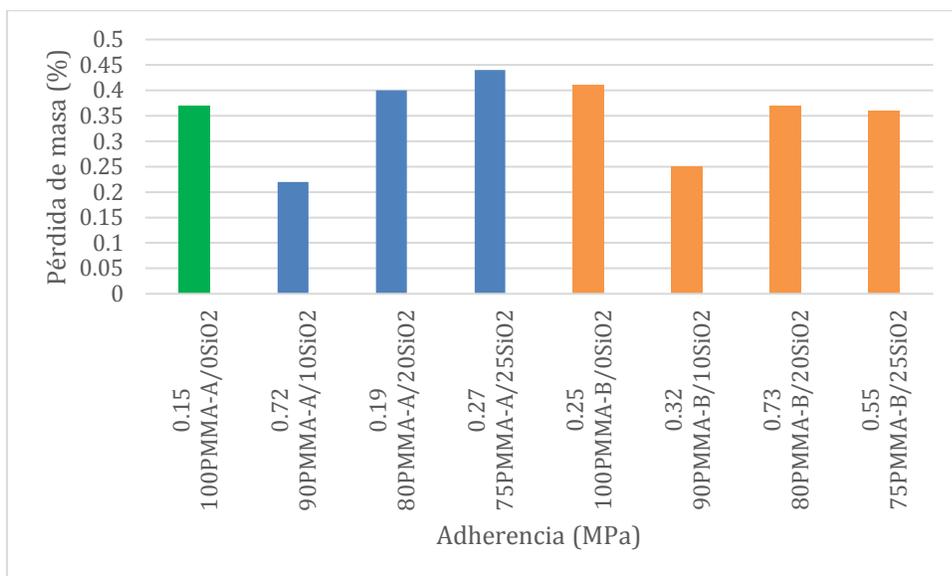


Figura 75. Pérdida de masa en función de la adherencia

En la Figura 76 se representa la relación entre composición, dureza, rugosidad, adherencia y pérdida de masa, en los recubrimientos 90PMMA-A/10SiO₂ y 90PMMA-B/10SiO₂ que fueron los que tuvieron mejor rendimiento con respecto a la pérdida de masa con un 0.22 y 0.25 % respectivamente, presentaron el mismo porcentaje de PMMA y de SiO₂, la diferencia es con respecto a la densidad del PMMA, su dureza entre ellas varía muy poco, la rugosidad tiene una variación aproximadamente de 0.0879 μm entre estos recubrimientos y en la adherencia hay una diferencia de 0.4 MPa entre sus magnitudes, esto demuestra que estos factores afectan directamente a la resistencia al desgaste por erosión de los recubrimientos. La rugosidad resultó ser un factor que presentó una clara correlación con la pérdida de masa.

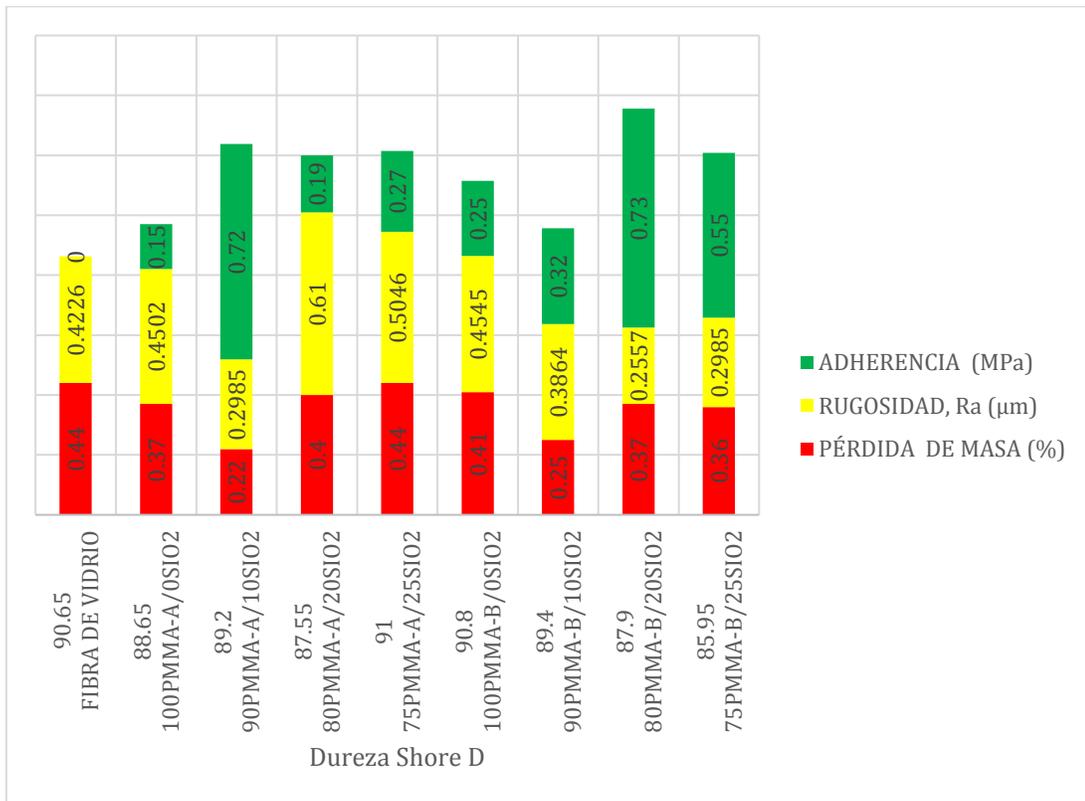


Figura 76. Gráfica comparativa de Adherencia (MPa), Rugosidad, Ra y pérdida de masa (%)

6. Conclusiones

Como resultado del trabajo realizado en esta tesis se tienen las siguientes conclusiones:

1. Se rehabilitó la máquina de erosión horizontal instalada en el laboratorio de Posgrado del Instituto Tecnológico de Pachuca y se implementó la metodología para realizar pruebas de erosión.
2. Con base a los espectros de FTIR se observó la presencia del SiO₂, por lo que, se pudo establecer la metodología para la obtención de recubrimientos híbridos PMMA/SiO₂.
3. Presentaron adherencia alta todos los recubrimientos híbridos sobre el sustrato de fibra de vidrio por el método de aplicación por inmersión o dip-coating.
4. Los recubrimientos híbridos no presentaron correlación entre la composición de los recubrimientos y la rugosidad, a pesar de que se aplicaron las mismas condiciones para la obtención del recubrimiento.
5. La magnitud de la dureza Shore D presentó tendencia con respecto a la concentración de SiO₂, en el caso de los recubrimientos PMMA-A la tendencia fue a mayor concentración de SiO₂ mayor dureza, mientras que en los recubrimientos PMMA-B a mayor concentración de SiO₂ menor dureza. Esto debido a la distribución del SiO₂ con respecto a la densidad del PMMA. El recubrimiento 75PMMA-A/25SiO₂ fue el que presentó la superficie con mayor dureza Shore D y el 75PMMA-B/25SiO₂ mostró la menor dureza.
6. La combinación en las magnitudes de rugosidad, dureza y adherencia de cada composición fueron determinantes para reducir el desgaste por erosión. En el recubrimiento 90PMMA-A/10SiO₂ que fue el que tuvo el menor porcentaje de pérdida de masa presentó una buena dureza, una baja rugosidad y una alta adherencia, mientras que en 90PMMA-B/10SiO₂ que fue el otro recubrimiento que presentó también una baja pérdida de masa, pero tuvo una buena dureza, una rugosidad intermedia y una adherencia intermedia. El recubrimiento 75PMMA-A/25SiO₂ que presentó la mayor pérdida de masa con 0.44% tuvo la dureza más alta de todas las probetas, una alta rugosidad y una adherencia intermedia.
7. Se obtuvieron recubrimientos base PMMA/SiO₂ que retardaron del desgaste por erosión a la fibra de vidrio, los recubrimientos con la menor pérdida de masa o menor desgaste al finalizar las pruebas de erosión fueron 90PMMA-A/10SiO₂ y 90PMMA-B/10SiO₂, mientras que el recubrimiento que no mejoró la protección ante la erosión fue 75PMMA-

A/25SiO₂, debido a que obtuvieron el mismo porcentaje de pérdida de masa. Los recubrimientos 100PMMA-A/0SiO₂, 100PMMA-B/0SiO₂, 80PMMA-A/20SiO₂, 80PMMA-B/20SiO₂ y 75PMMA-B/25SiO₂ redujeron en menor medida el desgaste de la fibra de vidrio.

Referencias

- A. Madhan Kumar, S. S.-S. (2015). Synthesis of Hydrophobic SiO₂-PMMA .
- Abraham Vidal-Limón, O. C. (2017). Materiales híbridos como alternativa nanotecnológica para la producción de energéticos. *Abraham Vidal-Limón, Oscar Contreras, Sergio A. Águila*, <http://dx.doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2017.19.62404> | 10(19), 109-116, julio–diciembre 2017.
- Acosta, I. D. (Enero de 2007). Síntesis y caracterización de materiales híbridos versátiles PMMA-SiO₂ para el desarrollo de recubrimientos. *cideteq*.
- Arriero, Z. M. (s.f.). Análisis del desgaste por erosión por impacto de partículas sólidas en recubrimientos de Carburo de Silicio (SiC) .
- ASHBY, M. F. (2015). *Materials selection in mechanical design*.
- ASTM. (2013). G76-18.
- ASTM. (2014). D3163 – 01, Determining Strength of Adhesively Bonded Rigid Plastic Lap-Shear Joints in Shear by Tension Loading.
- ASTM. (2014). D3163 – 01.
- Biotronic*. (2016). Obtenido de <https://www.biotronic.es/proyecto-a-la-carta/13/optimizacion-y-centrado-optico-de-un-difractometro-de-rayos-x>
- Cabrera, B. A. (2015). Efecto de la Erosión por Partícula Sólida de hielo seco (CO₂) sobre superficies metálicas variando el ángulo de impacto.
- Cabrera, B. A. (2015). Efecto de la Erosión por Partícula Sólida de hielo seco (CO₂) sobre superficies metálicas variando el ángulo de impacto.
- Camargo, C. A. (2010). Estudio experimental del fenómeno de erosión seca empleando partículas abrasivas de sílica sobre aceros herramientales (Tesis de Maestría), Instituto Politécnico Nacional, México D.F.
- Damiani, R. (2018). Uncertainty and Risk Assessment in the Design Process for Wind. *NREL*.
- E.A. Valakera, S. A. (2015). Droplet Erosion Protection Coatings for Offshore Wind Turbine Blades Energy Procedia . *ELSEVIER*, 80 (2015) 263 – 275.
- Edgar Ernesto Vera Cárdenas, J. C. (2021). Solid particle erosive wear study of polymer composite materials for wind turbine applications, *Polymer Composites*.
- Energía eólica y aerogeneradores*. (29 de 10 de 2014). Obtenido de http://energiaeolicablogvandel.blogspot.com/2014/10/blog-post_29.html
- Fernández, M. T. (2012). MATERIALES HÍBRIDOS ORGÁNICOS-INORGÁNICOS BASADOS EN DISILANOS COMO UNIDADES ESTRUCTURALES.
- Ferrepro. (30 de 01 de 2018). *Cabinas de pintado. Inversión eficiente*. Obtenido de <http://ferrepro.mx/cabinas-de-pintado-inversion-eficiente/>
- Fibraplus. (14 de 05 de 2015). *La burbuja*. Obtenido de <http://fibraplus.com/burbuja/>

- Fundamentos de espectroscopia RMN*. (4 de 12 de 2016). Obtenido de <https://www.youtube.com/watch?v=YYnNR8jIxFI>
- Gallen, G. B. (2003). *Técnicas de Caracterización de los Recubrimientos*.
- García, A. C. (2004). Crossing the Borders Between Homogeneous and Heterogeneous Catalysis: Developing Recoverable and Reusable Catalytic Systems. *Springer Science+Business Media, Top Catal* (2008) 48:8–31 DOI 10.1007/s11244-008-9056-5.
- Giguere, P., & Selig, M. .. (1999). Aerodynamic Effects of Leading-edge Tape on Aerofoils at Low Reynolds Numbers. *Wind Energy*, 125–136.
- GLASPOL. (2019). Obtenido de <https://compositesshop.com/producto/resina-poliester-h61-curado-uv-catalizador-no-incluido/>
- Ibakimya. (17 de 06 de 2020). *Valresa*. Obtenido de <https://shop.valresa.com/pintura-en-polvo-una-solucion-innovadora-para-el-pintado-de-sustratos-termoestables/>
- Inagaki, M. P. (2006). Highly Ordered Mesoporous Organosilica Hybrid Material. *The Chemical Society of Japan*.
- Interempresas. (16 de 10 de 2017). *Resinas epoxi: Girando para dar energía al mundo*. Obtenido de <https://www.interempresas.net/Energia/Articulos/214484-Resinas-epoxi-Girando-para-dar-energia-al-mundo.html>
- Janiszewska, J. R., & G.M., G. (1996). Effects of Grit Roughness and Pitch Oscillations on the S814 Airfoil. *National Renewable Energy Laboratory: Golden, CO, USA, 1996.*, Technical Report; NREL/TP-442-8161.
- Jensen M. F, & B. (2013). Introduction to wind turbine blade design. *Advances in Wind Turbine Blade Design and Materials*. 3–28. <https://doi.org/10.1533/9780857097286.1.3>.
- Juan C. Morales Gomeroa, A. C. (2017). Síntesis y caracterización de películas de (WO₃)_n vía sol-gel mediante técnica de recubrimiento por inmersión. *Revista de la Sociedad Química del Perú*.
- Kickelbick, G. (2007). *Hybrid Materials; Synthesis, Characterization and Applications*. Wiley.
- Laurentia, T. (30 de 04 de 2015). *Recubrimientos multifuncionales*. Obtenido de <https://www.laurentia.es/2015/04/30/recubrimientos-multifuncionales/>
- Limón, A. V. (2017). Materiales híbridos como alternativa nanotecnológica para la producción de energéticos. *Revista interdisciplinaria en nanociencias y nanotecnología*.
- López Walle, B. C. (2011). Los materiales híbridos en el desarrollo de sistemas mecatrónicos. *14 (53)*. pp. 35-43. ISSN 1405-0676.
- Lvz, L. (2018). Polimetilmetacrilato.
- M. A. Islam, T. A. (2016). Construction of erosion mechanism maps for pipeline steels. *Tribology International*, 102:161-173, 2016.
- Mammeri, F. L. (2006). Elaboration and mechanical characterization of nanocomposites thin films. Part I: Determination of the mechanical properties of thin films prepared by in situ polymerisation of tetraethoxysilane in poly (methyl methacrylate). *Journal of the European Ceramic Society*, 26(3), 259–266. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2004.11.013>.

- Mammeri, F. L. (2006). Elaboration and mechanical characterization of nanocomposites thin films. Part I: Determination of the mechanical properties of thin films prepared by in situ polymerisation of tetraethoxysilane in poly (methyl methacrylate). *Journal of the European Ceramic Society*, (26(3), 259–266). Obtenido de <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2004.11.013>.
- Martínez Arriero, Z. (2015). *Análisis del desgaste por erosión por impacto de partículas sólidas en recubrimientos de Carburo de Silicio (SiC) y Carbono Tipo Diamante (DLC) sobre sustratos de acero inoxidable (Tesis de Maestría)*. Instituto Politécnico Nacional, México D.F.
- Matthias Schramm, H. R. (2017). The Influence of Eroded Blades on Wind Turbine Performance Using Numerical Simulations. *energies*.
- Mendoza, J. C. (10 de abril de 2019). Estudio experimental del desgasteerosivo en materiales compuestos de fibra de carbono y fibra vidrio. Hidalgo, Pachuca, Mexico.
- Moisés Hinojosa Rivera, M. E. (2001). La rugosidad de las superficies: Topometría.
- Noria. (2017). Beneficios del análisis FTIR. <https://bit.ly/2Q40owY>.
- Premkumar, P. S. (2015). Uncertainty and Risk Assessment in the Design Process for Wind. Journal of Advanced Research in Dynamical and Control Sys. *Journal of Advanced Research in Dynamical and Control System*, V07AT30A013. <https://doi.org/10.3390/en5093425>.
- Puente H, C. d. (2007- 2020). *Eduardo J. Carletti*. Obtenido de http://robots-argentina.com.ar/MotorCC_PuenteH.htm
- Recubrimientos superficiales*. (23 de 10 de 2016). Obtenido de <https://recubrimientodesuperficies.wordpress.com/materias-primas/>
- Rodríguez, B. J. (1996). secuencia de precesamiento de aceros inoxidables .
- Rodríguez, C. N. (2011). Propiedades morfológicas y ópticas de nanopartículas de oro producidas o procesadas mediante técnicas láser.
- Rodríguez, O. F. (2016). Máquinas, Métodos y Control Dimensional del Procesamiento.
- Romero, J. A. (2016). Cadena de suministro para la generación de energía mediante tecnología eólica.
- Rubio, M. L. (2006). MAQUINAS HIDRAULICAS.
- Rubio, M. L.–3. (2007). Erosive wear behaviour of carbon fibre/polyetherimide composites under low particle speed. *Materials and Design*, 28(1), 351-355, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2005.05.01>.
- Shahzada Ahmad, S. A. (2007). Synthesis and characterization of in situ prepared poly(methyl methacrylate) nanocomposites.
- sISNTES. (s.f.).
- steemit. (2018). *Espectroscopia fotoelectrónica de rayos X (XPS)*. Obtenido de <https://steemit.com/stem-espanol/@carloserp-2000/espectroscopia-fotoelectronica-de-rayos-x-xps>
- Stuart, B. H. (2004). Infrared spectroscopy: Fundamentals and applications. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons.
- Supply, C. M. (2019). *Electric Motor Store*. Obtenido de <http://www.sapiensman.com/tecnoficio/electricidad/servomotores.php>

- Tecnología de los Plásticos*. (6 de 12 de 2011). Obtenido de <https://tecnologiadelosplasticos.blogspot.com/2011/12/fibra-de-vidrio.html>
- Thomas, L. &. (2018). Advanced materials for wind turbine blade- A Review. *Materials Today, Proceedings*, 5(1), 2635–2640. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.01.043>.
- UPV, T. T. (06 de 08 de 2020). *techtransferupv.com*. Obtenido de <http://www.techtransferupv.com/index.php#index>
- URJC, S. c. (2018). Obtenido de https://www.urjc.es/images/cat/servicios_centrales_apoyo_investigacion/SEM_FEG_Ficha%20descriptiva_2018.pdf
- V. Ayala, a. A. (2004). Hybrid organic—inorganic catalysts: a cooperative effect between support, and palladium and nickel salen complexes on catalytic hydrogenation of imines. *Journal of Catalysis* , 224 (2004) 170–17.
- V. H. Contreras-Álvarez. R. E. González-Landaeta, C. C.-G. (2017). Desarrollo de un Sistema con Potencial Aplicación de Fototerapia para Ictericia Neonata. *Revista mexicana de ingeniería biomédica.*, Obtenido de http://www.scielo.org.mx/scielo.php?pid=S0188-95322017000300574&script=sci_arttext.
- Wayde R. Schmidt, P. C., & Harry E. Eaton, J. W. (2002). *United States Patent Patente nº US 6,341,747 B1*.
- Yang, Z. P. (2010). Crystallization behavior of poly(ϵ caprolactone)/layered double hydroxide nanocomposites. *Journal of Applied Polymer Science.*, *Journal of Applied Polymer Science*, 116(5), 2658–2667. <https://doi.org/10.1002/app>.
- Zulfikar MA, W. M. (2006). Preparation and characterization of novel porous PMMA-SiO₂ hybrid membranes. *Desalination* , 192:262–70. doi:10.1016/j.desal.2005.09.022.