

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA  
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA**



**Desarrollo de Compósitos de Matriz Cerámica para  
Componentes en Energía del Océano**

TRABAJO DE DIPLOMA PRESENTADO POR:

**Br. Francisco José Martínez Baltodano**

PARA OPTAR AL TÍTULO DE:

**INGENIERO QUÍMICO**

**TUTOR**

**Dr. Eddie López Honorato**

**Managua, Nicaragua**

**Septiembre, 2018**

## **AGRADECIMIENTOS**

A mis padres, Estela Baltodano y Francisco Martínez Vanegas y mis hermanos, por creer en mí y en mis sueños, ayudarme y no dejarme solo.

A mi tutor el Dr. Eddie López por darme la oportunidad de realizar mi trabajo monográfico en el extranjero, sus valiosos consejos y su amable atención.

A mi compatriota el estudiante de doctorado Lester Espinoza por hacerme sentir en casa con todas sus atenciones, sus consejos y ayudas durante mi estancia en México.

Al grupo de Investigación en Agua y Energía, GRINAER, por las atenciones brindadas durante mi estancia.

Al Centro Mexicano de Investigación en Energía del Océano (CEMIE-Océano) por el financiamiento otorgado al proyecto MLT-1 (Materiales Componentes y Subsistemas) del cual fui parte.

A la Universidad Nacional de Ingeniería y los docentes de la Facultad de Ingeniería Química por brindarme los conocimientos necesarios para alcanzar la ingeniería.

A mis amigos Kenneth Chévez, Pedro Pavón, Wilmer González, Pedro Leiva, Abner Gonzalez, Larissa Pérez y en especial a Magaly Vílchez, Keyling Hernández, por acompañarme en la aventura desde el 2013 que comenzamos la ingeniería.

A todos mis familiares y amigos que de una u otra manera me ayudaron en el proceso, en especial a Mario Ruiz.

**DEDICATORIA**

Dedicado a todos los jóvenes estudiantes de Nicaragua, que se esfuerzan por culminar sus estudios universitarios, alcanzando metas, aunque el camino no sea fácil, superando obstáculos y limitaciones de todo tipo.

## RESUMEN

El crecimiento de la población en Nicaragua supone un creciente consumo de energía en el país, convirtiéndose en un problema el abastecimiento energético para tantas personas y más aún la contaminación que genera las fuentes tradicionales de energía. La exploración del océano como fuente de energía renovable es un tema poco tradicional, su entrada al país sería de mucho provecho para el desarrollo de las comunidades costeras, no obstante, existe un inconveniente al momento de utilizar este tipo de energía, los equipos se ven seriamente afectados por la salinidad del mar. El desarrollo de recubrimientos y componentes es clave para aumentar la vida útil de los equipos involucrados. En este trabajo de investigación se presenta el desarrollo de compósitos para componentes en energía del océano, variando la concentración de policarbosilano (PCS), grafito y aluminio molidos para el compósito a formarse. El PCS se reacciona para formar por medio de la pirólisis en Carburo de Silicio (SiC), pero este supone una gran pérdida de masa que es compensada por la adición de rellenos pasivos o inertes y activos. Se realizó una molienda a estos aditivos y se caracterizó por Distribución de Tamaño de Partícula (DTP). Se realizaron pruebas de densidad por el método de Arquímedes, revelando que si se aumenta la concentración de PCS se formarán más grietas y poros, que la concentración óptima de grafito está entre 15 y 17%, y que la adición del aluminio es proporcional a la densidad del compósito de manera lineal. Un mismo comportamiento creciente presenta los resultados de dureza, respecto a la concentración de Grafito y Aluminio. La microestructura se estudió usando las técnicas de Microscopia electrónica de barrido (MEB) y la composición con Espectroscopia de energía dispersiva por rayos X (EDS por sus siglas en inglés) y espectroscopía Raman.

*Palabras Claves: Energía, Océano, PCS, SiC, Compósitos, Grafito, Aluminio.*

**CONTENIDO**

I INTRODUCCIÓN.....	8
II ANTECEDENTES .....	10
III JUSTIFICACIÓN .....	12
IV OBJETIVOS .....	13
4.1 General .....	13
4.2 Especifico.....	13
V MARCO TEÓRICO .....	14
5.1 Energía del océano.....	14
5.1.1 Tipos de Energía del Océano .....	14
5.1.2 Ventajas para Nicaragua .....	17
5.1.3 Retos y Limitaciones .....	18
5.2 Materiales Compuestos .....	18
5.2.1 Generalidades .....	20
5.3 Compósitos Cerámicos.....	20
5.3.1 Polímeros Preocerámico Sílico-orgánicos.....	20
5.3.2 Técnicas de Conformado de compósitos .....	21
5.4 Componentes en condiciones oceánicas.....	23
5.4.1 Policarbosilano .....	23
5.4.2 Pirolisis del PCS.....	25
5.4.3 Aditivos y refuerzos .....	25
5.4.4 Propiedades del SiC.....	26
5.5 Técnicas de caracterización.....	27
5.5.1 Principio de Arquímedes .....	27
5.5.2 Microscopia electrónica de barrido .....	28
5.5.3 Espectroscopía de energía dispersiva por rayos X .....	30
5.5.4 Espectroscopía Raman .....	31
VI METODOLOGÍA .....	33
6.1 Materiales .....	33
6.1.1 Precursor preocerámico. ....	33
6.1.2 Aditivos.....	33
6.1.3 Solvente .....	33
6.2 Métodos .....	34

6.2.1 Variables de diseño .....	34
6.2.2 Preparación de Aditivos.....	35
6.2.3 Preparación de Soluciones de PCS .....	36
6.2.4 Preparación de Soluciones de PCS con aditivos .....	36
6.2.5 Tratamiento Térmico .....	38
6.3 Caracterización .....	39
6.3.1 Densidad .....	39
6.3.2 Ensayo de Microdureza.....	41
6.3.3 Caracterización Química .....	42
VII PRESENTACIÓN Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS .....	45
7.1 Determinación de tamaño de partícula .....	45
7.2 Propiedades mecánicas.....	46
7.2.1 Densidad .....	46
7.2.2 Microdureza.....	51
7.3 Resultados Propiedades Químicas.....	51
7.3.1 Microscopía Electrónica de Barrido .....	52
7.3.2 Espectroscopía Raman .....	57
VIII CONCLUSIONES .....	58
IX RECOMENDACIONES .....	59
X NOMENCLATURA .....	60
XI BIBLIOGRAFÍA .....	61
XII ANEXOS .....	65

**ÍNDICE DE FIGURAS**

Figura 1 Diagrama del TGA–DSC para el PCS a 1200 °C bajo flujo de Argon de 50 mL/min.....	11
Figura 2 Clasificación de tecnologías para aprovechamiento de energía del océano.....	15
Figura 3 Mapa de distribución de las corrientes oceánicas en el mundo .....	16
Figura 4 Departamentos Costeros de Nicaragua .....	18
Figura 5 Esquema de clasificación para los diversos tipos compuestos .....	19
Figura 6 Principales tipos de precursores cerámicos .....	21
Figura 7 Dispositivo Flotante para la conversión de Energía .....	23
Figura 8 Estructura general del PCS .....	24
Figura 9 Evolución de Gases durante la termólisis.....	25
Figura 10 Estructura del grafito .....	26
Figura 11 Estructura tetragonal del Carburo de Silicio .....	27
Figura 12 Representación básica del método de Arquímedes .....	28
Figura 13 Componentes del MEB.....	28
Figura 14 Esquema del microscopio electrónico de barrido .....	29
Figura 15 Difusión inelástica en la espectroscopía Raman .....	31
Figura 16 Diagrama de bloques de un espectrómetro Raman .....	32
Figura 17 Esquema representativo para la preparación de las soluciones a) PCS/Xileno b) PCS/Xileno/Grafito y c) PCS/Xileno/Grafito/Aluminio.....	38
Figura 18 Representación de la rampa de Temperatura .....	39
Figura 19 Horno para la realización del tratamiento térmico. ....	39
Figura 20 Método de Arquímedes a) la Balanza Analítica (Radwag AS 220/C/2) b) Montaje de la balanza con sus componentes.....	40
Figura 21 Esquema de la prueba de Vickers sobre el compósito.....	42
Figura 22 Procesamiento para la adecuación de la materia prima.....	43
Figura 23 Diagrama de Flujo general para el proceso de tesis .....	44
Figura 24 Distribución de Tamaño de Partícula del Grafito a) Hojuelas de Grafito b) Grafito molido y pasado por malla 325.....	45

Figura 25 Distribución de Tamaño de Partícula del Aluminio en Polvo a) Aluminio comercial Sigma Aldrich® b) Aluminio después de la molienda.....	46
Figura 26 Comportamiento de la densidad frente a la concentración de PCS ...	47
Figura 27 Comportamiento de la densidad del monolito respecto a la concentración de grafito .....	49
Figura 28 Comportamiento de la densidad frente a la concentración de Aluminio .....	50
Figura 29 Compósito de la muestra M251700.....	52
Figura 30 Micrografías de la muestra M251700 .....	52
Figura 31 Espectro de Energía dispersa de la muestra M251700.....	53
Figura 32 Micrografías de la muestra M251715 .....	54
Figura 33 Espectro de Energía dispersa de la muestra M251715.....	54
Figura 34 Imágenes MEB de M251000. a) Morfología. b) Mapeo elemental de Si. c) Mapeo elemental de C b) Mapeo elemental de Al e) Mapeo elemental de O.	55
Figura 35 Imágenes MEB de M251715. a) Morfología. b) Mapeo elemental de Si. c) Mapeo elemental de C b) Mapeo elemental de Al e) Mapeo elemental de O.	56
Figura 36 Espectro Raman para las Muestras con Grafito.....	57
Figura 37 Espectro Raman para las muestras con Grafito/Aluminio .....	57
Figura 38 Distribución de la capacidad energética de las olas.....	65

**ÍNDICE DE TABLAS**

Tabla 1 Variables de diseño en el estudio .....	34
Tabla 2 Para la concentración de PCS.....	34
Tabla 3 Para la concentración de Grafito Molido.....	35
Tabla 4 Para la concentración de Aluminio en Polvo .....	35
Tabla 5 Condiciones para la molienda de los aditivos.....	36
Tabla 6 Cantidades de PCS en polvo y volumen de Xileno .....	36
Tabla 7 Cantidades de Grafito y volumen de solución de PCS .....	37
Tabla 8 Cantidades de Aluminio y volumen de solución de PCS/C.....	37
Tabla 9 Diferentes densidades del fluido estático (Etanol).....	41
Tabla 10 Comportamiento de la densidad del compósito solo con PCS .....	46
Tabla 11 Análisis de Varianza [PCS] y Densidad del compósito.....	47
Tabla 12 Comportamiento de la densidad frente a la concentración de C .....	48
Tabla 13 Análisis de Varianza [C] y Densidad del compósito.....	48
Tabla 14 Comportamiento de la densidad frente a la concentración de Al.....	49
Tabla 15 Análisis de Varianza [Al] y Densidad del compósito .....	50
Tabla 16 Resultados de determinación de dureza .....	51
Tabla 17 Conversión de dureza Vickers a Brinell y Rockwell .....	66

**I INTRODUCCIÓN**

La población del mundo se encuentra en 7,5 mil millones de habitantes, teniendo previsto tener 9,7 mil millones de personas para el año 2050. Esto supone un gran reto para el mundo, principalmente aquellas naciones en vías de desarrollo. Para Nicaragua, donde de acuerdo con el Instituto Nacional de Información de Desarrollo (INIDE, 2008), el crecimiento poblacional es de 1,22% anual, la demanda energética aumenta cada año y con ello la producción de CO<sub>2</sub> causante del efecto invernadero, por lo que se deben explorar nuevas formas de obtención de energía.

Con una población de 6,2 millones de habitantes, 90% de acceso a la electricidad y 672 MW de demanda máxima. Actualmente, la matriz energética es casi de un 50% en energía renovable, pero todo el sistema de energía depende en gran medida de los combustibles fósiles y la biomasa (German-Meza, Bispo-Amado, & Sauer, 2017), por lo que la exploración de nuevas fuentes de energía, una de ellas, y literalmente inexistente en el país es la energía del océano.

La energía del océano es una forma de energía renovable poco aprovechada por la comunidad internacional. La Comisión europea de Asuntos Marítimos y Pesca la define como aquella que hace uso del mar y los océanos como fuente natural de energía aprovechando tres aspectos: el oleaje, el gradiente térmico y las corrientes.

Nicaragua cuenta con aproximadamente 910 Km de línea costera divididos entre el océano Pacífico y el Mar Caribe, también el lago de Nicaragua presenta oleajes considerados aptos para el aprovechamiento de este recurso renovable, convirtiendo al país en una posible potencia en materia de energía del océano por poseer esta una fuente prácticamente inagotable.

Al ser una energía renovable lo convierte en una ventaja excepcional y una alternativa a las fuentes de petróleo. A diferencia de las otras fuentes de energía está disponible todo el año, por ejemplo, la energía solar y la hidroeléctrica depende fuertemente de las condiciones meteorológicas, la eólica tiene una mayor eficiencia por la influencia de los vientos alisios (diciembre y enero).

Un obstáculo para el empleo de este tipo de energía es el deterioro que los equipos sufren cuando están a la intemperie bajo las condiciones del mar, la salinidad, el movimiento constante y la acción de los microorganismos que son capaces de destruir los equipos necesarios para la generación de energía limpia, haciendo que su vida útil disminuya exponencialmente.

Una solución a este problema es la aplicación de recubrimientos y/o sustitución de materiales compuestos aplicados a los componentes de estos equipos, mejorando sus propiedades mediante una combinación de materiales unifásicos. Un material compuesto es un material obtenido mediante la combinación artificial de diferentes materiales con diferentes propiedades y/o estructuras, formando una matriz y una fase llamada refuerzo (Callister, 2001).

Un compuesto cerámico que se puede emplear es el Carburo de Silicio obtenido a partir del Policarbosilano (PCS). El PCS es un polímero con una cadena principal compuesta por Si-Si y sustituyentes orgánicos unidos a los átomos de silicio. El PCS al ser sometido a la pirolisis sufre una transformación a SiC y liberando gases como productos. Este procedimiento supone una pérdida considerable de peso de aproximadamente 26% a una temperatura de 1200°C (López Honorato & Hernández , 2017).

Por lo que esto conduce a grandes defectos, como grietas y poros, que hacen que la conversión directa de una pieza precerámica a una cerámica densa sea virtualmente inalcanzable (Colombo, Mera, Riedel, & Domenico Sorarù, 2010).

Por tal razón, en el presente trabajo se evaluó el efecto que tiene el uso de rellenos inertes (grafito) y activos (aluminio que reacciona para formar óxido de aluminio) en los compósitos usados para componentes, a diferentes concentraciones, encontrando la relación que existe entre la concentración del grafito y aluminio.

## II ANTECEDENTES

El desarrollo de la humanidad ha estado determinado en gran medida por la utilización de las diferentes formas de energía según las necesidades y disponibilidades de cada momento y lugar. Los principales recursos estaban basados en el empleo de energías renovables a partir de biomasa, viento, agua y sol. Utilizados principalmente como fuente de combustible, estos elementos deben ser considerados como la base energética del desarrollo humano (Carta-González, *et al.*, 2009).

Las primeras fuentes de energía oceánica que se usaron fueron los hidrocarburos. Desde pequeñas operaciones de extracción en las costas y pozos de poca profundidad hasta plataformas en aguas profundas, verdaderos retos tecnológicos, y las perspectivas de logros aún mayores. El valor del metano se ha vuelto más evidente durante el último medio siglo y los gasoductos, al igual que los oleoductos cuyas tuberías cruzan extensiones cada vez más grandes de agua y tierra evidencian la urgente necesidad de reducir las emisiones de gases de efecto invernadero, es por esto que el uso del gas y el petróleo se ha reducido considerablemente (Charlier & Finkl, 2009).

La primera patente de un dispositivo de energía de las olas se remonta a 1799, la investigación en este campo se intensificó durante la década de 1970, particularmente en el Reino Unido. Se debe reconocer el trabajo pionero realizado en la década de 1960 en Japón, cuando la armada japonesa construyó una boya marcadora que usaba ondas para encender su lámpara. El punto de inflexión que impulsó la investigación en varios países fue la publicación en 1974 de un artículo en la revista científica *Nature* por el Prof. Stephen Salter, de la Universidad de Edimburgo. Esto vino como una respuesta directa a la crisis del petróleo de la década de 1970, y sus conclusiones significaron la inmediata atracción por la energía de las olas (Cruz, 2008).

El problema con este tipo de energía es la corta vida útil de los equipos debido a lo corrosivo del ambiente marino. Por lo que se ha investigado el uso de cerámicos a partir de polímeros, en compósitos que servirían como material de los componentes (CEMIE-Océano, Materiales, subsistemas y componentes, 2016a).

Los polímeros precerámicos se propusieron hace más de 30 años como precursores en la fabricación de cerámicas avanzadas basadas principalmente en Si, denominadas cerámicas derivadas de polímeros (PDC por sus siglas en inglés). El proceso de transformación de polímero a cerámica permitió importantes avances tecnológicos en la ciencia y la tecnología cerámicas, como el desarrollo de fibras cerámicas, recubrimientos o cerámicas estables a temperaturas ultra altas (hasta 2000°C) con respecto a la descomposición, cristalización, separación de fases y fluencia

Desde los años 60, los PDC se han sintetizado directamente mediante pirolisis de polímeros de organosilicio. Se han publicado más de 11.182 artículos sobre "cerámicas precursoras", pero solo 835 se han denominado PDC, (Colombo, Mera, Riedel, & Domenico Sorarù, 2010). Dicho estudio fue encontrado en el grupo

dirigido por Lopez-Honorato (2017) mostrado en la Figura 1 la cual exhibe la evolución que tiene la fracción en peso del PCS a diferentes temperaturas, mostrándose un descenso en esta con relación a la temperatura, dicho análisis se realizó usando 5 y 10 ml/min para flujo de Argon en el equipo TA Instruments SDT-Q600 Simultaneous (López Honorato & Hernández , 2017), determinando que el policarbosilano puede utilizarse como el precursor polimérico para la formación de

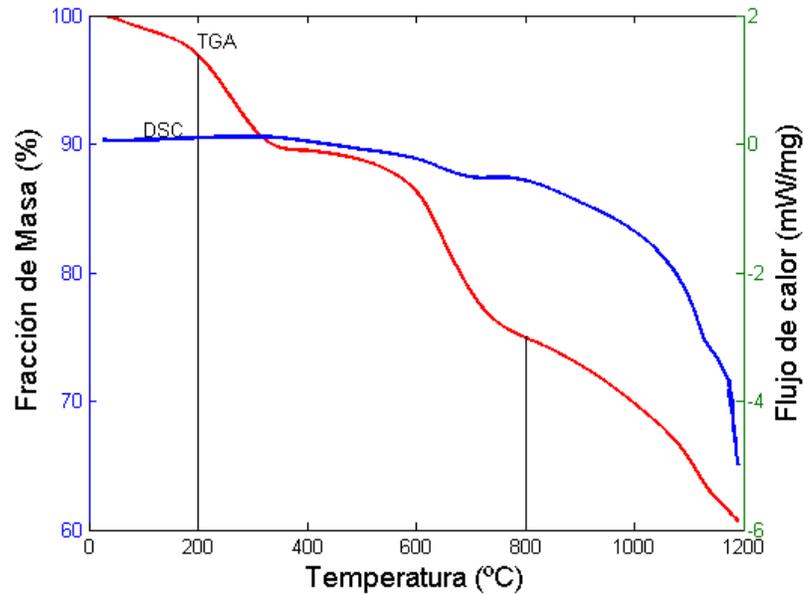


Figura 1 Diagrama del TGA-DSC para el PCS a 1200 °C bajo flujo de Argon de 50 mL/min

### III JUSTIFICACIÓN

Las energías renovables son una forma directa de disminuir la dependencia de petróleo y por tanto las emisiones de gases contaminantes. La energía proveniente del océano es un tipo de energía renovable amigable con el ambiente que perfectamente encaja en los agentes generadores de energía eléctrica con los que cuenta Nicaragua, incluso su entrada al país sería de mucho provecho para el desarrollo de las comunidades costeras del pacífico nicaragüense y principalmente el de la Costa Caribe.

No obstante, existe un inconveniente al momento de utilizar este tipo de energía, los equipos se ven seriamente afectados por la salinidad del mar, puesto que aumenta la velocidad de corrosión de los equipos, haciéndolos más vulnerables al deterioro y disminuyendo su vida útil. Para ello es necesario la investigación de materiales compuestos capaces de recubrir estos equipos y aumentar su vida útil.

Dado que la totalidad de esta tecnología es empleada en ambientes marinos y costeros, los daños provocados por corrosión y desgaste de todos los componentes puede provocar altas pérdidas de eficiencia y una reducción considerable en la vida útil de los equipos. Los materiales cerámicos son los más idóneos para dicha tarea, son resistentes a la corrosión y tiene elevada dureza, son fáciles de manejar y su combinación con otros materiales puede aumentar sus propiedades.

El empleo de Policarbosilano como polímero precerámico da como resultado después de la pirólisis, la formación de SiC, para ser usado como recubrimiento y para la conformación de compósitos para la creación de componentes que serán empleados en la energía del océano.

## IV OBJETIVOS

### 4.1 General

Desarrollar componentes y subsistemas innovadores a base de materiales inherentemente resistentes a la corrosión y con buenas propiedades mecánicas que disminuyan los altos costos actuales de reparación, servicio o reemplazo de piezas en sistemas en el mar para el beneficio de la energía en océano.

### 4.2 Especifico

- Obtener compósitos cerámicos de SiC, mediante el uso de Policarbosilano como precursor polimérico.
- Estudiar el efecto de la concentración de aditivos como el grafito y aluminio sobre la superficie, morfología y propiedades mecánicas como la dureza y densidad.
- Caracterizar la microestructura de los compositos obtenidos mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).
- Estudiar su composición química mediante espectroscopía de energía dispersiva y espectroscopia Raman.

## V MARCO TEÓRICO

Esta sección está dedicada a la revisión de los conceptos teóricos necesarios para sustentar los resultados que se obtengan de la investigación, además de mostrar a detalles algunas definiciones necesarias para la comprensión del tema. Se comienza definiendo la energía oceánica perteneciente al conjunto de fuentes de energías renovables y como un recurso del mar, las ventajas que esta tiene si se compara con otras fuentes renovables, y sus desventajas o inconvenientes.

### 5.1 Energía del océano

La energía del océano se refiere a la energía transportada por las olas oceánicas, las mareas, la salinidad y las diferencias de temperatura del océano. El movimiento del agua en los océanos del mundo crea una gran reserva de energía cinética o energía en movimiento. Esta energía puede ser aprovechada para generar electricidad para hogares, transporte e industrias (Bard, 2011).

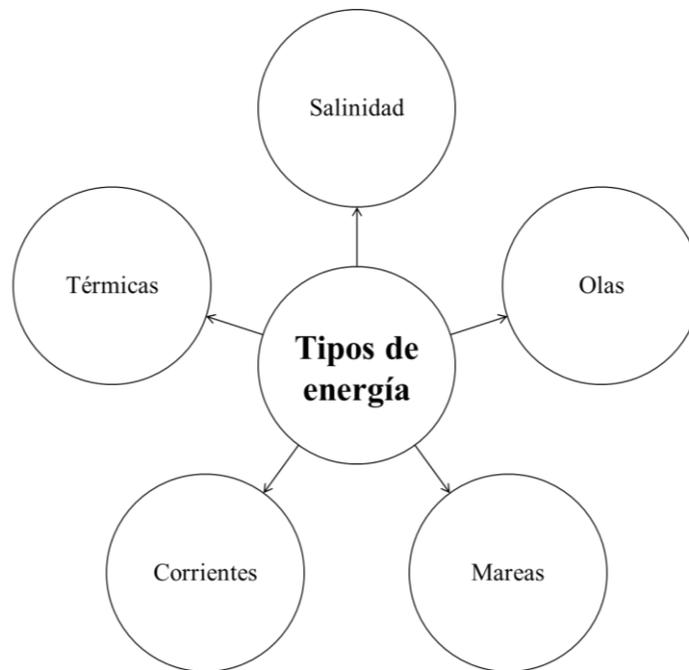
La energía de las olas es una forma concentrada de energía solar: el sol produce diferencias de temperatura en todo el mundo, causando vientos que soplan sobre la superficie del océano. Estos causan ondas, que crecen en olas (Cruz, 2008). Varias fuentes de energía oceánica pueden y han sido utilizadas para producir energía mecánica y eléctrica. Las energías de los océanos se pueden poner en práctica tanto en los países industrializados como en los países en desarrollo (Charlier & Finkl, 2009).

La muestra la potencia de onda anual media de 10 años para todos los puntos globales en la base de datos de World Waves. Este mapa muestra claramente que las áreas más energéticas de los océanos globales se encuentran en las regiones templada de latitudes medias a altas de ambos hemisferios, en particular entre 40 y 60° (Cruz, 2008).

#### 5.1.1 Tipos de Energía del Océano

Además de los recursos biológicos animales y vegetales, el océano también contiene yacimientos minerales y numerosas fuentes de riqueza explotables por el hombre, como la sal, los metales, el petróleo y gas natural y por supuesto el agua (UNESCO, 2006), sin embargo, este también proporciona nuevos recursos como la medicina y la energía, este último con grandes expectativas en la segunda década de este siglo.

Estos tipos de energías pueden ser cuatro y se clasificaron de acuerdo al tipo de fuentes y equipos que utilizan, por ejemplo, el gradiente salino utiliza los diferenciales de concentración de la sal; el gradiente térmico, su recurso es la diferencia de temperaturas; el mareomotriz que aprovecha el movimiento generado por las olas y las mareas (Enríquez, Papiol, & Chiappa-Carrara, 2017).

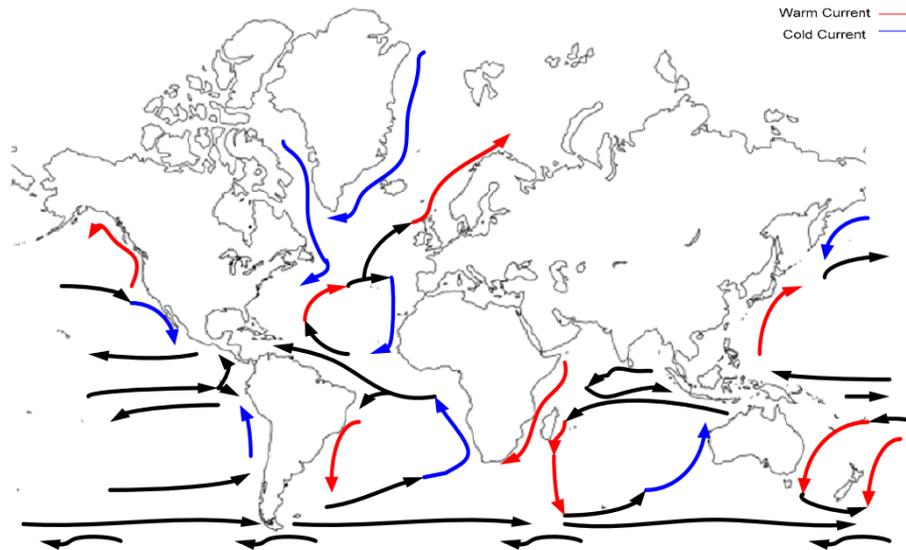


**Figura 2 Clasificación de tecnologías para aprovechamiento de energía del océano**

**Tecnología para aprovechamiento de las olas:** para este tipo de fenómeno se utilizan los convertidores de energía de las olas, las cuales, acumulan la energía contenida en las olas de los océanos y algunos lagos con oleaje para generar electricidad. Existen muchas tecnologías de energía de las olas (Khan & Bhuyan, 2009). Cada tecnología utiliza diferentes técnicas para capturar energía de las olas. Las tecnologías difieren en función de la profundidad del agua y de la ubicación, ya sea en la costa, en alta mar o incluso cerca de la costa ( International Renewable Energy Agency (IRENA), 2017).

**Tecnología para el aprovechamiento de las mareas:** este es un tipo de energía potencial asociada con las mareas que puede aprovecharse mediante la construcción de presas u otras formas de construcción equipadas con turbinas en un estuario y representa la más antigua y desarrollada de todas las tecnologías de energía oceánica. Dichas presas de marea en una estructura grande, con de geometría similar a las que se utilizan en los ríos, construida sobre la boca de una bahía o estuario en un área con un amplio rango de mareas. A medida que el nivel del agua cambia con las mareas, se desarrolla una diferencia de altura en la barrera. El agua se deja fluir por una turbina la cual genera la energía eléctrica (Khan & Bhuyan, 2009).

**Tecnología para el aprovechamiento de las corrientes:** Además de las corrientes oceánicas asociadas con los flujos de marea en las regiones costeras, también hay un potencial de flujo de corriente significativo en el océano (Lewis, y otros, 2009). Estas son impulsadas por el calentamiento solar y el viento en las aguas cercanas al ecuador, también por las mareas, la salinidad y la densidad del agua (Systems, 2006).



**Figura 3 Mapa de distribución de las corrientes oceánicas en el mundo**

La energía de la corriente de marea representa un enfoque diferente para extraer energía de las mareas (u otras corrientes marinas). En lugar de utilizar una estructura de presa, los dispositivos se colocan directamente en la corriente y generan energía a partir del flujo de agua (Down The Earth, 2006).

**Tecnología para el aprovechamiento de los gradientes térmicos:** La existencia de una diferencia entre las temperaturas de las aguas superficiales del océano, especialmente en los trópicos y las aguas profundas del mar, estimulan la presencia de gradientes térmicos, es decir diferencias en los valores de temperatura. Sobre la base de este concepto, se ha propuesto la Conversión de energía térmica oceánica (OTEC, por sus siglas en inglés) y actualmente se encuentra en desarrollo. OTEC convierte la diferencia entre aguas superficiales cálidas y aguas frías más profundas (aproximadamente 1000 m debajo de la superficie) en energía. La diferencia mínima de temperatura del agua debe ser 20°C para operar el ciclo de energía OTEC de manera satisfactoria (Irizarry-Rivera, Colucci-Ríos, & O'Neill-Carrillo, 2009).

Los OTEC tiene el mayor potencial en comparación con todas las tecnologías de energía oceánica. Hay alrededor de 98 naciones y territorios que han identificado que tienen recursos OTEC viables en sus zonas económicas exclusivas. Las tecnologías OTEC funcionan en función de la diferencia de temperatura entre la superficie del océano (agua de mar cálida) y un agua de mar profunda (agua de mar fría) que comúnmente tiene una profundidad de entre 800 y 1.000 m para producir electricidad ( International Renewable Energy Agency (IRENA), 2017).

**Tecnología para el aprovechamiento de los gradientes salinos:** Dado que el agua dulce de los ríos que desembocan en agua de mar salina se distribuye a nivel mundial, la energía osmótica podría generarse y utilizarse en todas las regiones, donde haya un excedente de agua dulce. Se deben realizar estudios de viabilidad antes de construir una central eléctrica osmótica para garantizar que

cada río que desemboca en el océano pueda proporcionar suficiente agua dulce. Los ambientes estuarinos / deltaicos son los más apropiados, debido al potencial de grandes volúmenes tanto de agua dulce como de agua de mar (Lewis, y otros, 2009).

### **5.1.2 Ventajas para Nicaragua**

Nicaragua cuenta con aproximadamente 910 Km de línea costera, de los cuales corresponden a Océano Pacífico desde la península de Cosigüina hasta Salinas Grandes en el departamento de Rivas y en el mar Caribe entre el cabo Gracias a Dios y la desembocadura del Rio San Juan.

Entre los beneficios se tienen:

- Es otra fuente de energía sostenible e interminable, que podría contribuir significativamente a la combinación de energías renovables. En general, aumentar la cantidad y la diversidad de la combinación de energías renovables es muy beneficioso, ya que aumenta la disponibilidad y reduce la necesidad de combustibles fósiles, puesto que Nicaragua no posee petróleo como fuente de energía.
- La electricidad de la energía de las olas hará que el país sea más autosuficiente en energía y, por lo tanto, menos dependientes de la importación de energía de otros países por ejemplo, el petróleo a menudo se importa de países políticamente inestables.
- Contribuirá a la creación de un nuevo sector que contenga innovación y empleo.
- La electricidad de las olas del océano puede producirse en alta mar, lo que no requiere tierra ni tiene un impacto visual significativo, en las comunidades de la Costa Caribe o en los asentamientos turísticos en el Pacífico.



**Figura 4 Departamentos Costeros de Nicaragua**

### 5.1.3 Retos y Limitaciones

Aunque a nivel mundial ya se emplean sistemas y dispositivos para la generación de energía por el movimiento de las mareas, en Nicaragua esta fuente de energía no ha sido explotada.

Con base en la información contenida en el Plan General del Proyecto del CEMIE Océano (CEMIE, 2015) de la Secretaría de Energía (SENER) de México y el trabajo de Guerrero y Martínez (2013), se identifican los siguientes retos y tendencias en materia de oleaje:

- Evaluar el potencial de energía por oleaje.
- Establecer límites de extracción con afectación mínima en el ambiente.
- Crear convertidores de energía de olas multipropósito: conversión de energía, prevención de erosión costera, protección de obras portuarias.
- Mejorar los modelos numéricos para predecir las olas.
- Mejorar el diseño de turbinas bidireccionales para generar electricidad.
- Desarrollar materiales resistentes a agentes marinos y a la alta corrosión, duraderos, de alta calidad y de bajo mantenimiento.
- Desarrollar nuevos materiales rígidos y ligeros, así como estables durante el movimiento debido al oleaje, que permita una facilidad de manejo.
- Implementar tecnologías que aseguren el mantenimiento de los equipos instalados en el océano.

### 5.2 Materiales Compuestos

Un compuesto es un material multifásico que se fabrica artificialmente, a diferencia de uno que ocurre o se forman naturalmente. Además, las fases constituyentes deben ser químicamente diferentes y separadas por una interfaz distinta (Smith, 1998).

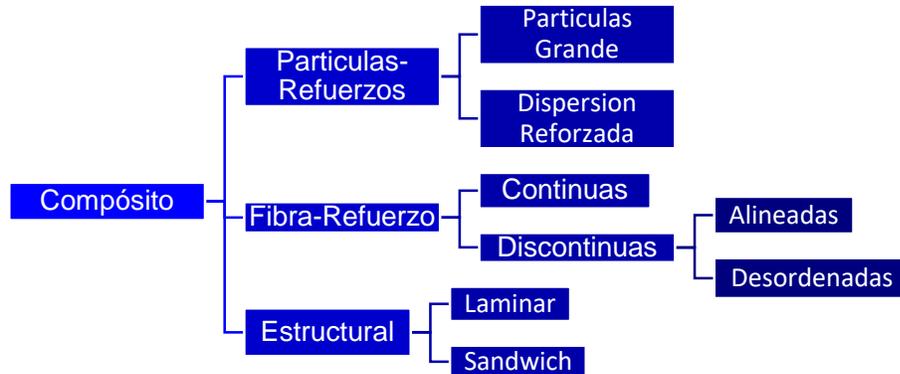


Figura 5 Esquema de clasificación para los diversos tipos compuestos

Tienen las ventajas de alta dureza, inercia química, estabilidad térmica, alta resistencia a la compresión y propiedades eléctricas, magnéticas y ópticas útiles. Las cerámicas, sin embargo, son débiles en tensión y frágiles (es decir, experimentan poca o ninguna deformación plástica antes de la falla). La cerámica puede ser cristalina o no cristalina como el vidrio (Francis, 2016).

La Figura 5 muestra un esquema simple para la clasificación de materiales compuestos, que consta de tres divisiones principales: compuestos reforzados con partículas, reforzados con fibra y estructurales. también, existen al menos dos subdivisiones para cada uno. La fase dispersa para materiales compuestos reforzados con partículas se equipará (es decir, las dimensiones de las partículas son aproximadamente las mismas en todas las direcciones); para materiales compuestos reforzados con fibras, la fase dispersa tiene la geometría de una fibra (es decir, una relación de diámetro grande) y los compuestos estructurales son combinaciones de materiales compuestos y homogéneos (Callister, 2001).

### **5.2.1 Generalidades**

Muchos materiales compuestos se componen de solo dos fases; uno se denomina matriz, que es continua y rodea a la otra fase, a menudo llamada fase dispersa. Las propiedades de los compuestos son una función de las propiedades de las fases constituyentes, sus cantidades relativas y la geometría de la fase dispersa. "Geometría de fase dispersa" en este contexto significa la forma de las partículas y el tamaño, distribución y orientación de las partículas (Callister, 2001).

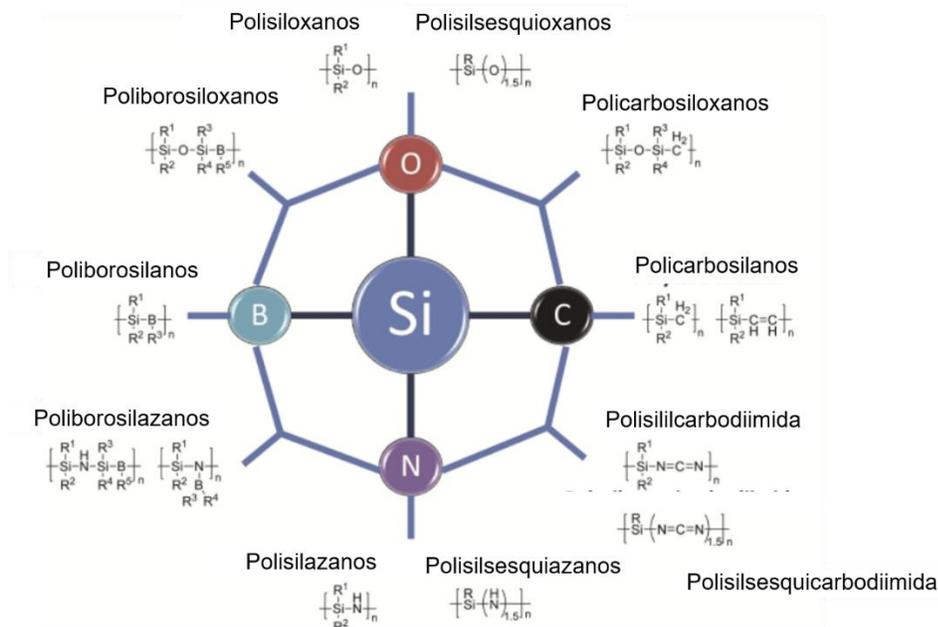
Un material cerámico es intrínsecamente inerte a la oxidación y el deterioro a temperaturas elevadas; si no fuera por su disposición a la fractura frágil, algunos de estos materiales serían candidatos ideales para uso en aplicaciones de alta temperatura y estrés severo (Callister, 2001).

## **5.3 Compósitos Cerámicos**

### **5.3.1 Polímeros Preocerámicos Sílico-orgánicos**

Los compuestos de matriz polimérica (PMC) consisten en una resina de polímero como matriz, con un medio de refuerzo. Estos materiales se utilizan en la mayor diversidad de aplicaciones compuestas, así como en las cantidades más grandes, a la luz de sus propiedades de temperatura ambiente, facilidad de fabricación y bajo costo (Callister, 2001).

Los precursores de polímeros representan sistemas inorgánicos organometálicos que proporcionan a las cerámicas una composición química adaptada y una organización nanoestructural estrechamente definida mediante un tratamiento térmico adecuado (procesos de curado y termólisis) bajo una atmósfera controlada (Colombo, Mera, Riedel, & Domenico Sorarù, 2010).



**Figura 6 Principales tipos de precursores cerámicos**

*Fuente:* (Colombo, Mera, Riedel, & Domenico Sorarù, 2010)

La síntesis de las clases más representativas de polímeros de Si a partir de organoclorosilanos se muestran en la Figura 6. La producción de polímeros de organosilicio se ve muy facilitada por su química conocida y su termólisis controlada por reacción (Colombo, Mera, Riedel, & Domenico Sorarù, 2010).

Una de las características de los cerámicos derivados de polímeros (PDC, por sus siglas en inglés) es incorporar hasta grandes cantidades de carbono en fases basadas en óxido de silicio y nitruro de silicio. La presencia de grupos laterales orgánicos permite el control de la cantidad de carbono en la cerámica. Anteriormente, se suponía que el exceso de carbono en las PDC es perjudicial con respecto a las propiedades mecánicas y de alta temperatura (resistencia a la cristalización y oxidación). Sin embargo, se ha descubierto que, bajo ciertas condiciones, las cerámicas de SiCO y SiCN que contienen alto contenido de carbono exhiben una alta resistencia a la cristalización y descomposición (Blum, McQueen, & Kleebe, 2005).

### 5.3.2 Técnicas de Conformado de compósitos

Una característica específica de precursores precerámicos es que son de naturaleza polimérica a la temperatura a la que se les da forma de componentes. Por lo tanto, pueden someterse a una gran variedad de métodos de formación diferentes, algunos de ellos únicos o al menos mucho más fáciles de explotar para polímeros que polvos o pastas cerámicas (Colombo, Mera, Riedel, & Domenico Sorarù, 2010).

### 5.3.2.1 Moldeado

Típicamente, se usa un precursor que es un líquido reticulable, o un sólido que se puede fundir y curar, o un sólido soluble. Un requisito específico para el procesamiento de componentes con polímeros precerámicos es que, después de la conformación, la pieza debe transformarse en un termoestable capaz de conservar su forma durante la ceramización (Harshen, Balan, & Riedel, 2004).

La incorporación de grupos funcionales adecuados (por ejemplo, Si-H, Si-OH o Si-vinilo) permite la formación de un termoestable mediante condensación o adición que se produce espontáneamente, típicamente, por debajo de 200°C (reticulación térmica o curado). La temperatura de reticulación puede reducirse mediante el uso de catalizadores, con el beneficio adicional de evitar la evaporación de oligómeros con formación de burbujas y aumentar el rendimiento cerámico (Janakiraman & Aldiger, 2009).

### 5.3.2.2 Rellenos o Aditivos

Algunos materiales poliméricos a los que se han agregado rellenos son realmente compuestos de partículas grandes. Nuevamente, los rellenos modifican o mejoran las propiedades del material y/o reemplazan parte del volumen del polímero con un material menos costoso: el relleno (Callister, 2001).

La conversión de polímero a cerámico ocurre con liberación de gas lo que conduce a una contracción de volumen (20-30%, contracción lineal) y formación de porosidad a nivel micro y macro. Esto generalmente conduce a grandes defectos, como grietas o poros, que hacen que la conversión directa de una pieza precerámica a una cerámica densa sea virtualmente inalcanzable, a menos que su dimensión sea típicamente inferior a unos pocos cientos de micrómetros como en el caso de fibras, revestimientos o espumas (Colombo, Mera, Riedel, & Domenico Sorarù, 2010).

Las partículas pueden tener una gran variedad de geometrías, pero deben tener aproximadamente la misma dimensión en todas las direcciones (equiaxiales). Para un refuerzo eficaz, las partículas deben ser pequeñas y estar distribuidas uniformemente por toda la matriz. Además, la fracción de volumen de las dos fases influye en el comportamiento; las propiedades mecánicas se mejoran con el aumento del contenido de partículas (Callister, 2001).

Un relleno puede ser de dos tipos, inerte y reactivo o también llamados pasivo y activo respectivamente. En particular, los rellenos inertes se usan para mejorar las propiedades mecánicas y disminuir la contracción general en el curado (Francis, 2016), el relleno activo por otro lado reacciona para formar productos que ayuden a tapar poros y grietas.

## 5.4 Componentes en condiciones oceánicas

Al observar un equipo que será usado en energía del océano es posible notar su estructura y dimensiones, sin embargo, al analizar detalladamente la estructura que en realidad está compuesta por una serie de partes llamadas componentes. Un componente es aquello que forma parte de un conjunto de un todo, en este caso, es una pieza que estará en contacto con el mar, exponiéndose a la corrosión.

Un ejemplo de componente se observa en la Figura 7, donde un dispositivo flotante se encarga de la extracción de energía, esta flota semi sumergido en la superficie del agua e inherentemente está orientado en la dirección de las olas, mantenido en su lugar por un sistema de amarre, cada elemento mecánico es conocido como componente.



**Figura 7 Dispositivo Flotante para la conversión de Energía**

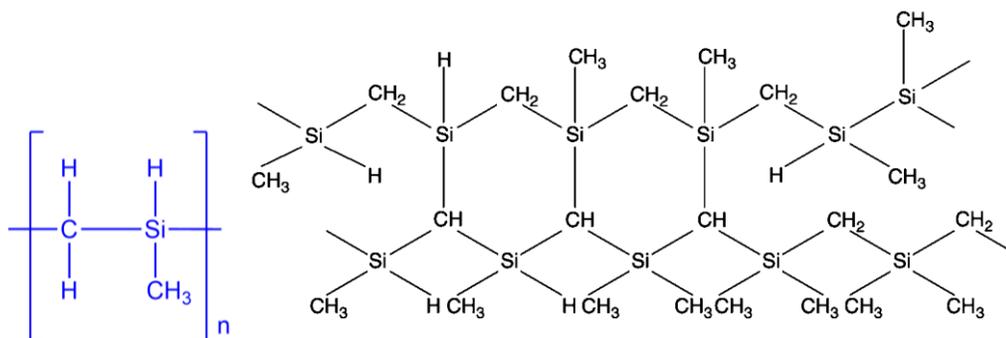
*Fuente: Pelamis E.ON P2 (2011).*

A medida que las olas pasan por la máquina y las secciones se doblan en el agua, el movimiento se convierte en electricidad mediante sistemas de toma de fuerza hidráulica alojados dentro de cada junta de los tubos de la máquina, y la potencia se transmite a la costa utilizando cables submarinos estándar y equipo (Pecher & Kofoed, 2017).

### 5.4.1 Policarbosilano

Los policarbosilanos se componen de un esqueleto de Si-Si y sustituyentes orgánicos unidos a los átomos de silicio. Han estado generando atención últimamente porque exhiben fotoconductividad, luminiscencia y otras funciones, así como una alta estabilidad térmica (Colombo, Mera, Riedel, & Domenico Sorarù, 2010).

Los policarbosilanos han recibido mucha atención como precursores para compuestos de SiC de alto módulo y SiC/C. A diferencia de los polisilanos, los policarbosilanos tienen cadenas principales de polímeros, que están compuestos de silicio y átomos de carbono (Figura 8). Se conocen disposiciones alternas de Si-C y polímeros con múltiples secuencias de carbono (Si-C<sub>n</sub>). Dichas secuencias de carbono múltiples son típicamente grupos alquilo (CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>, alqueno CH = CH, alquino C≡C, o arilo C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>. Se conocen varios tipos de reacciones que liberan policarbosilanos (Lee & Komarneni, 2005).



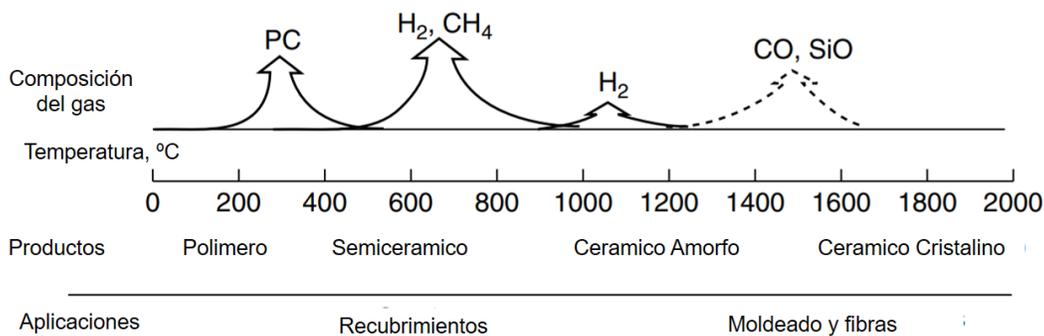
**Figura 8 Estructura general del PCS**

*Fuente: Lee & Komarneni (2005).*

La composición química de PCS se informa que es SiC<sub>1.77</sub>H<sub>3.70</sub>O<sub>0.035</sub>. Los estudios de resonancia magnética nuclear (RMN) indican que la estructura PCS está representada por tres unidades simples. Estos están unidos por silicio a cuatro átomos de carbono (SiC<sub>4</sub>), silicio unido a tres átomos de carbono (SiC<sub>3</sub>H) y silicio unido a X átomos de carbono y 4-x átomos de silicio teniéndose que SiC<sub>x</sub>Si<sub>4-x</sub>, x = 1, 2 o 3 (Lee & Komarneni, 2005).

## 5.4.2 Pirolisis del PCS

Takeda *et al.* (1991) y Okamura y Seguchi (1992) investigaron el proceso de curado por radiación en fibras PCS hiladas. El contenido de oxígeno en las fibras pirolizadas se disminuye con éxito mediante este método de curado. El oxígeno en las fibras convencionales de Si-C-O se desarrolla en forma de CO y SiO a 1573 K a 1773 K (Figura 9).

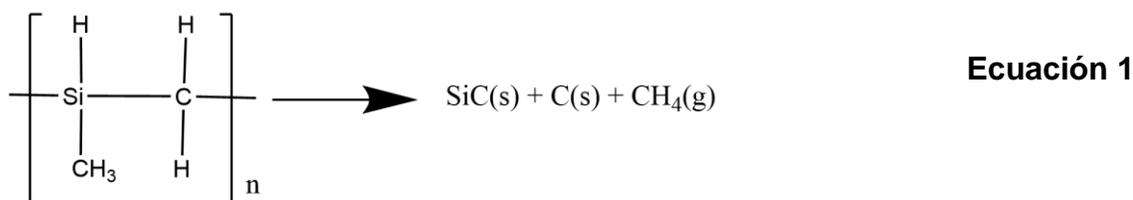


**Figura 9 Evolución de Gases durante la termólisis**

*Fuente: Narisawa (2005).*

Estas fibras de SiC han sido ampliamente investigadas y utilizadas para el refuerzo en materiales compuestos de matriz cerámica debido a su alta resistencia a la tracción, alta resistencia al calor y diámetros delgados, apropiados para la conformación de compósitos.

La pirolisis del PCS es descrita en la Ecuación 1 (Yang, y otros, 2011), dicha reacción se lleva en condiciones de atmosfera inerte a temperatura aplicada.

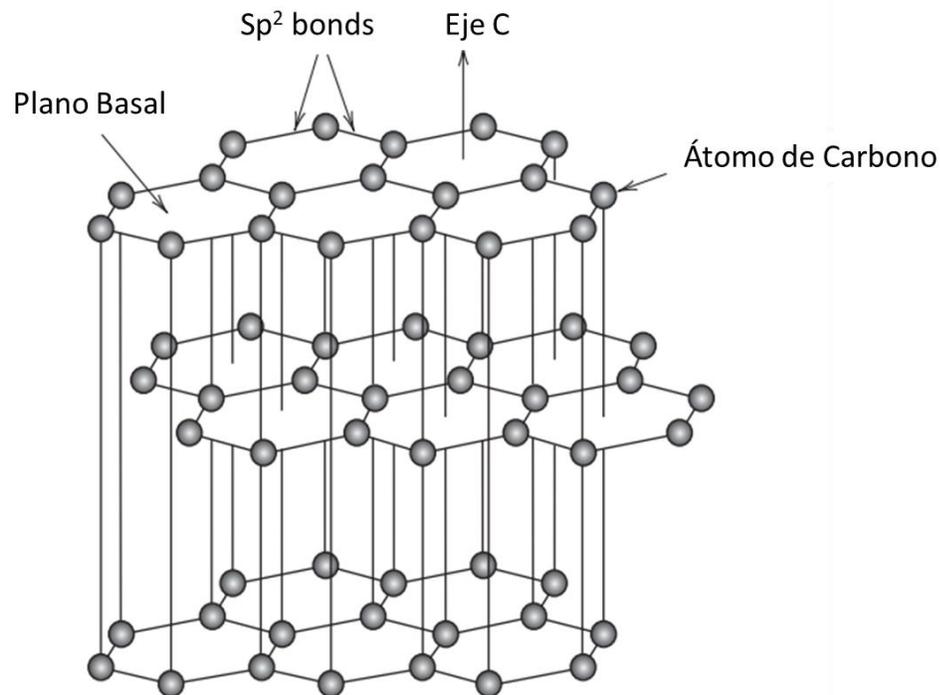


## 5.4.3 Aditivos y refuerzos

### 5.4.3.1 Grafito

La forma gráfica del carbono tiene una estructura hexagonal. Los átomos de carbono están dispuestos en capas (Figura 10). La unión entre átomos en el plano de la capa es covalente, pero la unión entre capas es débil, tipo van der Waals (enlaces de moléculas polares). Esta diferencia en la unión en las direcciones a y c hace que el grafito sea altamente anisotrópico. El módulo de Young en el plano basal (una dirección) es ~ 1,000 GPa, mientras que en una dirección perpendicular

al plano basal (dirección c) es ~ 35 GPa. La resistencia a la tracción, la expansión y la conducción térmicas también son anisotrópicas de una manera similar (Ratner, Hoffman, Schoen, & Lemons , 2013)



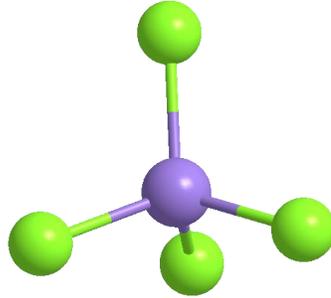
**Figura 10 Estructura del grafito**

#### 5.4.3.2 Aditivo de aluminio

Los compuestos de alúmina reforzados con filamentos de SiC exhiben mejoras significativas en las propiedades mecánicas, tales como resistencia y tenacidad a la fractura. Estos compuestos se densifican típicamente por sinterización asistida por presión (es decir, prensado en caliente) con contenidos de conformados de SiC que varían de 10 a 30% en volumen (Tiegs, 2005 ).

#### 5.4.4 Propiedades del SiC

Similar al silicio, el carburo de silicio es un semiconductor unido covalentemente. En la forma cristalina, cada átomo de silicio se une covalentemente a cuatro átomos de carbono vecinos para formar un tetraedro. Hay dos tipos de tetraedros en el cristal de carburo de silicio. El primer tipo se obtiene al girar otro tetraedro a lo largo de su eje Z por  $180^\circ$ , y un tipo de tetraedro es la imagen especular del otro cuando el eje Z es paralelo al espejo. El eje Z denota la dirección normal a las capas dobles atómicas de Si-C (Fan & Chu, 2014).



**Figura 11 Estructura tetragonal del Carburo de Silicio**

Es químicamente inerte y reacciona pobremente (si es que lo hace) con cualquier material conocido a temperatura ambiente. El único reactivo conocido a temperaturas moderadas es el KOH fundido entre 40-600 °C. Los dopantes necesitan ser implantados o crecidos en el material. Además, carece de una fase líquida y en su lugar sublima a temperaturas superiores a 1800 °C. Los componentes de vapor durante la sublimación son principalmente Si, Si<sub>2</sub>C y SiC<sub>2</sub> en proporciones específicas, dependiendo de la temperatura (Saddow & Agarwal, 2004).

El SiC se puede producir en la tierra y también puede encontrarse en el espacio exterior. Por ejemplo, se han encontrado granos presolares de SiC en meteoritos. Su morfología ha sido ampliamente estudiada mediante microscopía electrónica y el análisis de composiciones elementales e isotópicas por espectrometría de masas (Fan & Chu, 2014).

Las curvas de dispersión de fonones en las diversas direcciones de simetría en SiC cúbico se derivan usando un modelo de iones rígidos que consiste en interacciones centrales y no centrales de corto alcance e interacciones de largo alcance entre iones con las cargas iónicas efectivas apropiadas (Vatolino & Mitra, 1997).

## **5.5 Técnicas de caracterización**

### **5.5.1 Principio de Arquímedes**

El principio de Arquímedes es una de las leyes más esenciales de la física y la mecánica de fluidos. Básicamente, el principio establece que un objeto sumergido en un fluido es impulsado por una fuerza igual al peso del fluido que desplaza. Este principio, que es quizás la ley más fundamental en hidrostática, explica muchos fenómenos naturales tanto desde el punto de vista cualitativo como cuantitativo (Mohazzabi, 2017).

Esta técnica se basa en el hecho de que un objeto suspendido en un líquido desplaza un volumen de líquido igual al volumen del objeto. Cuando un objeto se suspende en un recipiente lleno de líquido colocado en una balanza, el aumento en la masa aparente dividida por la densidad del líquido da el volumen del objeto suspendido (Hughes, 2006).

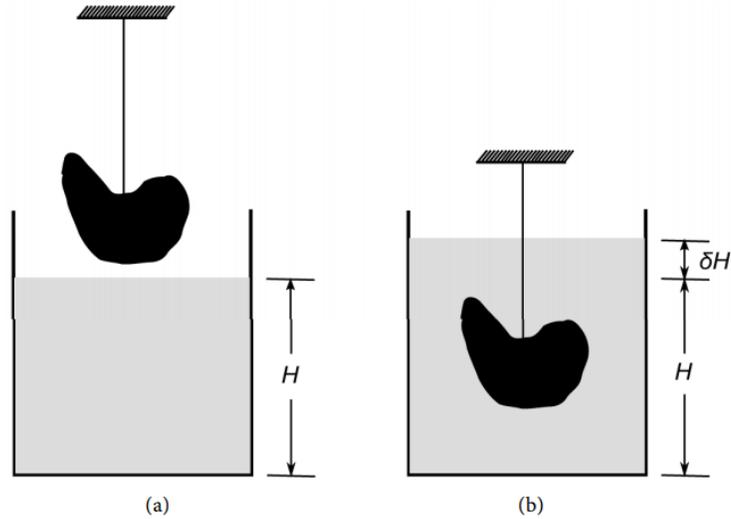


Figura 12 Representación básica del método de Arquímedes

### 5.5.2 Microscopía electrónica de barrido

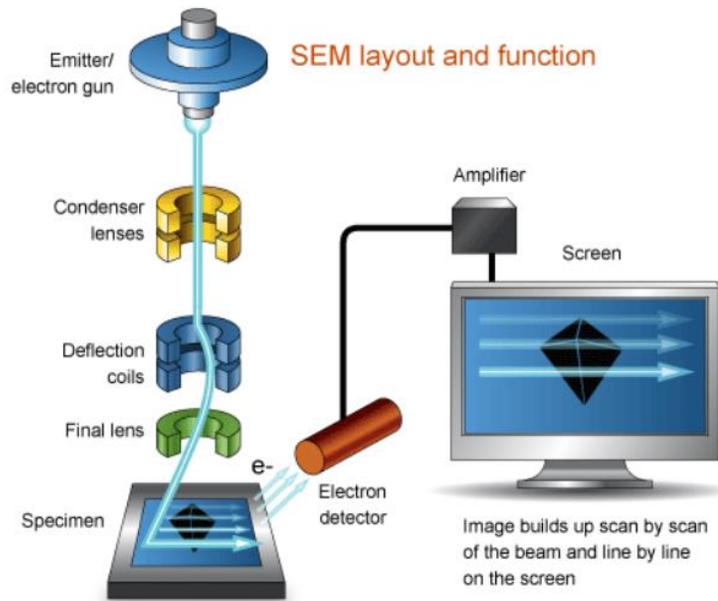
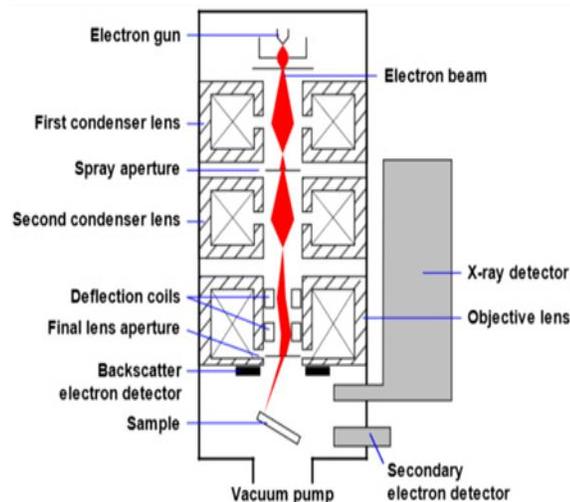


Figura 13 Componentes del MEB

MEB es una herramienta en la que se pueden observar el microespacio y nanoespacio, permitiendo revelar los detalles y la complejidad a los que no se puede acceder mediante microscopía óptica. Todo esto se puede lograr mediante el siguiente proceso (Mohammed & Abdullah, 2018):

- El análisis se realizará mediante la aplicación de un haz de electrones (de alta energía) en el rango entre (100-30,000 voltios de electrones). Por lo general, se utiliza una fuente térmica para la emisión de electrones.
- El tamaño del punto producido por el cañón de electrones es demasiado grande para generar una imagen nítida, por lo tanto, el MEB está equipado con lentes para comprimir el punto y dirigir el electrón enfocado sobre la muestra. El tamaño del punto de la mayoría de los MEB es inferior a (10 nm) con los electrones recogidos de la lente final interactúan con la muestra y penetran a una profundidad de (1pm) para generar las señales utilizadas para producir una imagen.
- La imagen de la muestra se forma punto por punto dependiendo del movimiento de las bobinas de exploración, lo que hace que el haz de electrones se mueva a ubicaciones discretas en forma de líneas rectas hasta que se produce una trama rectangular en la superficie de la muestra. Todo el proceso depende de la ampliación requerida. En caso de que el operador solicite una imagen ampliada mayor, las bobinas de escaneo hacen que el haz desvíe una cruz a un área más pequeña.



**Figura 14 Esquema del microscopio electrónico de barrido**

- El detector de electrones es para detectar los electrones emitidos (señales) de la muestra escaneada. En ausencia de los detectores, cada señal generada debido a la interacción entre el haz de electrones y la superficie de la muestra puede generar una imagen sola, lo cual es incomprensible. Tanto los electrones secundarios (SE) como los electrones retrodispersados (BSE) se utilizan en la producción de imágenes MEB. Cuando se dirige un voltaje positivo a la pantalla del colector, se recolectarán tanto SE como BSE. Sin embargo, solo se recolectará BSE en caso de que se aplique voltaje negativo en la pantalla del colector.
- Las señales se muestran en la pantalla de visualización y el operador controlará el brillo y la intensidad hasta obtener una imagen clara y razonable.

- El modo de voltaje de electrones (emitido por el cañón) influye en los detalles proporcionados. La imagen escaneada será rica en información de superficie si se usan voltajes de aceleración bajos inferiores a (5 kV). En contraste, los altos voltajes de aceleración, que oscilan entre (15-30 kV), que penetran debajo de la superficie, harán que la señal reflejada desde la superficie lleve detalles sobre el interior de la muestra.
- La imagen parcialmente tridimensional obtenida de MEB depende de la visualización de la topografía de la muestra en términos de (forma, tamaño y textura de la superficie). El ángulo de inclinación de la superficie de la muestra tiene un efecto directo en el aumento de los números antes mencionados y, como resultado, en el contraste topográfico. Una inclinación (o también se llama ángulo de inclinación) de más de 500 hasta 70 eleva el número de señales de BE y SE al pico.

Tiene como ventajas la disminución o eliminación de la deshidratación (generalmente, la presión mínima para mantener el agua líquida es 4.6 torr), otra ventaja es que la presión elevada del gas tiene otro beneficio; La descarga de cualquier carga superficial ocurrirá por ionización de las moléculas de gas. Esto reduce la necesidad de recubrimientos conductores y se obtendrá una imagen de concreto mejorada y como último beneficio, la ionización de las moléculas de gas es el resultado de colisiones entre los electrones del haz y los electrones emitidos por la muestra. Esta ionización aumentará la fuerza de la señal electrónica y este es un efecto positivo.

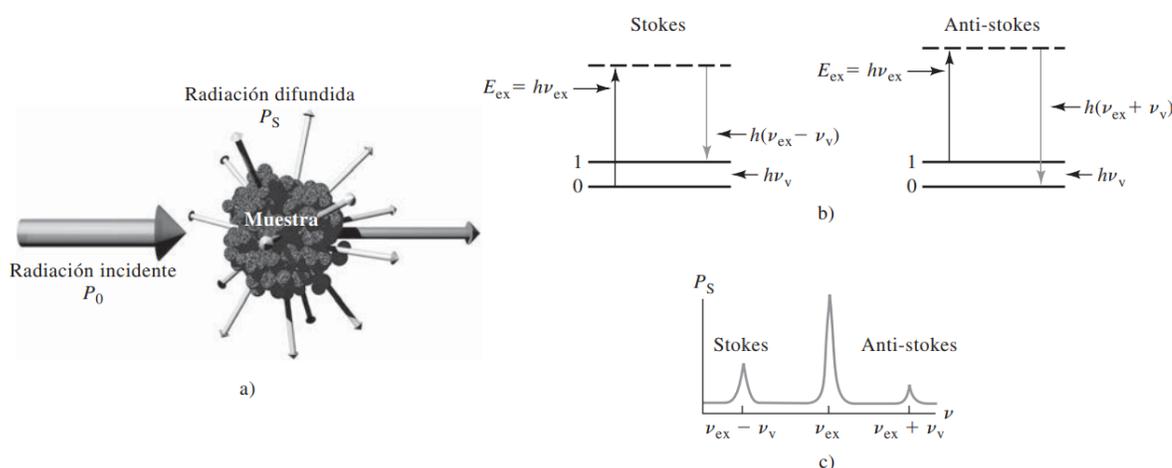
### **5.5.3 Espectroscopía de energía dispersiva por rayos X**

El detector EDS se encarga de separar la característica de rayos X de varios elementos dentro de la muestra en el espectro de energía. Luego, el software del sistema EDS analizará el espectro para determinar la amplitud del elemento específico (la energía del fotón se convertirá en señales eléctricas). Finalmente, los mapas de composición química (mapeos) de los elementos pueden determinarse tanto cualitativa como cuantitativamente. El procedimiento de análisis cuantitativo de la muestra escaneada usando un instrumento MEB equipado con EDS implica los siguientes pasos:

- Determinando el problema; en otras palabras, cuál es exactamente el propósito del análisis (medición de gradiente de composición o simplemente composición química de la muestra).
- Un análisis cualitativo de la muestra para determinar diferentes elementos dentro de la muestra.
- Preparación de la muestra: la muestra debe ser plana y pulida con un grosor inferior a (0.1  $\mu\text{m}$ ), esto no aparecerá bajo el microscopio.
- La muestra pulida debe mantenerse antes del análisis en un ambiente seco para disminuir la contaminación acumulada en su superficie.
- Realice el análisis cuantitativo midiendo las intensidades de rayos X de cada elemento en la muestra.
- Realización de correcciones cuantitativas para producir concentración numérica a través del software.

### 5.5.4 Espectroscopía Raman

Los espectros Raman se obtienen al irradiar una muestra con una fuente potente de rayos láser de radiación monocromática visible o infrarroja. Durante el proceso se registra el espectro de la radiación dispersada a un cierto ángulo, casi siempre 90°, con ayuda de un espectrómetro apropiado. Para evitar la fluorescencia, las longitudes de onda de la excitación se eliminan de una banda de absorción del analito. El experimento Raman se ilustra en la Figura 15. Las intensidades de las líneas Raman son, cuando mucho, un 0.001 % de la intensidad de la fuente. Debido a esto podría parecer más difícil detectar y medir las bandas Raman que las bandas vibracionales en el infrarrojo. Sin embargo, la radiación Raman difundida está en las regiones visible y del infrarrojo cercano, para las cuales ya hay detectores muy sensibles. En la actualidad, las mediciones de los espectros Raman son casi tan fáciles de hacer como las de los espectros en el infrarrojo.

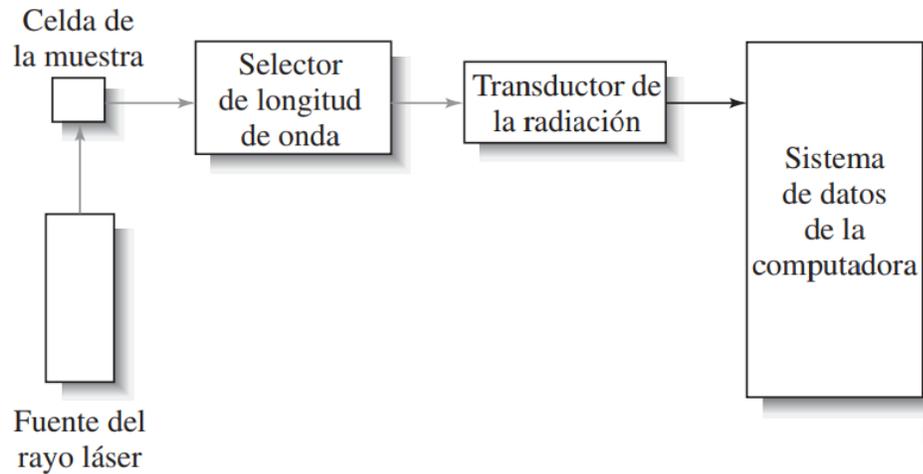


**Figura 15** Difusión inelástica en la espectroscopía Raman

En la Figura 15, la muestra es irradiada con un haz monocromático de energía  $h\nu_{ex}$ . Como la longitud de onda de la excitación está muy lejos de una banda de absorción, se puede considerar que la excitación afecta un estado virtual del nivel energético  $j$ , indicado mediante la línea discontinua. Una molécula en el nivel vibracional fundamental ( $v = 0$ ) puede absorber un fotón de energía  $h\nu_{ex}$  y volver a emitir un fotón de energía  $h(\nu_{ex} - \nu_v)$ , como se ilustra a la izquierda en la Figura 15. Cuando la radiación difundida es de frecuencia más baja que la radiación de excitación se denomina difusión de Stokes. Las moléculas en un estado vibracionalmente excitado ( $v = 1$ ) pueden difundir también radiación de manera inelástica y producir una señal Raman de energía  $h(\nu_{ex} + \nu_v)$ . La radiación difundida de una frecuencia más alta que la radiación de la fuente se llama difusión anti-Stokes (Skoog, Holler, & Crouch, 2008).

Los instrumentos para la espectroscopía Raman moderna constan de una fuente láser, un sistema para iluminar la muestra y un espectrómetro apropiado, como se ilustra en la Figura 16. Sin embargo, las características de funcionamiento de estos componentes son más rigurosos que para los espectrómetros moleculares

que ya se describieron debido a la inherente debilidad de la señal de difusión de Raman comparada con la señal producida por la difusión de Rayleigh



**Figura 16 Diagrama de bloques de un espectrómetro Raman**

## VI METODOLOGÍA

En esta sección se presenta la metodología experimental usada durante el desarrollo de la investigación. Se presentan los materiales usados, el método de síntesis para obtención de carburo de silicio y procesamiento de los compósitos, y las técnicas de caracterización usadas.

### 6.1 Materiales

#### 6.1.1 Precursor precerámico.

El precursor precerámico empleado para la transformación a SiC es el Policarbosilano (PCS, marca Tongli®) en forma de polvo, se trata de un compuesto químico de fórmula empírica  $\text{SiC}_{2,2}\text{H}_{5,3}\text{O}_{0,3}$ , y peso molecular de ~1500 uma (Ly, Taylor, Day, & Heatley, 2011), tiene una densidad de  $1,15 \text{ g/cm}^3$ , dicha densidad se confirmó usando el método de Arquímedes.

#### 6.1.2 Aditivos

Grafito:

Es un aditivo en sustitución del Carbón nanométrico, su bajo costo y su fácil manipulación lo hicieron el candidato perfecto para sustituir el carbón nanométrico. El grafito fue molido y pasado por una malla 325 correspondiente a  $45 \mu\text{m}$ , a partir del Grafito en Hojuelas (Aldrich® Chemistry), le corresponde una densidad de  $2,09 \text{ g/cm}^3$ , es empleado como aditivo pasivo, este por tanto no reaccionará al ser sometido a altas temperaturas.

La molienda se realizó por 20 h, a 450 rpm, en un molino de bolas de Itria estabilizadas con Alumina (Inframat® Advance Materials®), usando como solvente el Metanol (Jalmek®, 99,80% pureza) en una proporción del 10% del peso total de las hojuelas de grafito y las bolas.

Aluminio:

El aluminio en polvo (Sigma Aldrich® Chemistry), con una densidad de  $2,7 \text{ g/cm}^3$ , es empleado como aditivo activo, este por tanto reaccionará formando óxido de Aluminio, al ser sometido a altas temperaturas, este compuesto producto de la reacción es usado para rellenar las posibles grietas a formarse.

El uso de los aditivos Grafito molido y Aluminio, son usados para compensar la pérdida de masa descritos en la Figura 1

#### 6.1.3 Solvente

El solvente utilizado para hacer la solución de PCS es el Dimetil Benceno comercial distribuido por la compañía Jalmek® con una pureza de 98,5%. Este solvente es una mezcla de los tres diferentes isómeros de Xileno (orto, meta y para), tiene un peso molecular aproximado de 106,17 g/mol, es incoloro, se encuentra en estado líquido a temperatura ambiente, presenta un fuerte olor característico de los aromaticos, y su punto de ebullición se encuentra en aproximadamente 140,33°C, y se estima este valor por ser el promedio de las temperaturas de ebullición de sus tres posibles isómeros, 144°C para el isómero *orto*, 139°C para el isómero *meta* y 138°C el isómero *para* (Taylor, 2002)

## 6.2 Métodos

### 6.2.1 Variables de diseño

Se fabricaron compósitos cuya matriz cerámica fue el SiC, agregándose los aditivos pasivo y activo, grafito molido y aluminio respectivamente, siendo la variable en estudio las concentraciones de estos tres, se siguió el diseño experimental de la Tabla 2 correspondiente al PCS, la Tabla 3 correspondiente a la concentración de grafito molido y la Tabla 4 correspondiente a la concentración del aluminio.

**Tabla 1 Variables de diseño en el estudio**

Variables	Nivel	
	Mínimo	Máximo
[PCS], %	25.00	40.00
[C], %	2.00	20.00
[Al], %	2.00	15.00

**Tabla 2 Para la concentración de PCS**

PCS, %	ID Muestra	
	25	M250000
30	M300000	
35	M350000	
40	M400000	

**Tabla 3 Para la concentración de Grafito Molido**

	<b>ID Muestra</b>	
	<b>Porcentaje en peso de Grafito</b>	02
	05	MXX0500
	07	MXX0700
	10	MXX1000
	12	MXX1200
	15	MXX1500
	17	MXX1700
	20	MXX2000

**Tabla 4 Para la concentración de Aluminio en Polvo**

	<b>ID Muestra</b>	
	<b>Porcentaje de Aluminio</b>	02
	05	MXXYY05
	07	MXXYY07
	10	MXXYY10
	15	MXXYY15

De la Tabla 2 se seleccionó al compósito con mayor densidad, por lo que los compósitos de la Tabla 3, se formaron con la concentración de PCS que mayor densidad exhiba, tomado de la Tabla 2. Lo mismo ocurre con las concentraciones de la Tabla 4, se seleccionó el compósito más denso de la Tabla 3, y dicha concentración se empleó, pero esta vez variando la concentración de aluminio.

### 6.2.2 Preparación de Aditivos

Para la molienda de grafito en hojuelas, se pesaron 20 g de grafito, 100 g de bolas de itria estabilizadas con alúmina, esto para seguir la relación de hojuelas - bolas de 1:5. Se adicionó el 10% en peso de metanol, es decir 12 g equivalentes a 15,19 mL en el recipiente del molino (Telemecanique Altivar® 11), después de haber sido agregado las bolas y el grafito en hojuelas.

Se utilizó una velocidad de rotación de 455 rpm durante 20 horas, a una temperatura de 5° C, dicha temperatura se garantizó usando un equipo de enfriamiento auxiliado por un serpentín que cubre parte del recipiente del molino (marca Daihan Labtech, modelo LCB-13).

Una vez transcurridas las 20 horas del tratamiento, el grafito molido se secó en el horno marca Electro - Thermostatic, modelo DGG – 9000, durante una hora a 70°C. Transcurridos los 60 minutos, se dejó enfriar y se tamizó usando una malla

325 o equivalentes a 45  $\mu\text{m}$  (apertura de malla), se almacena en un recipiente limpio y seco para su posterior uso.

**Tabla 5 Condiciones para la molienda de los aditivos**

Parámetros	Grafito en Hojuelas
Velocidad de Rotación, rpm	455
Relación respecto a las bolas	1:5
Temperatura, °C	5
Tiempo, h	20
Disolvente	Metanol
Relación de Peso del Disolvente, %	10

### 6.2.3 Preparación de Soluciones de PCS

Para preparar 10 mL de una solución de PCS, se utilizaron los datos de la Tabla 6, donde se describe las cantidades en gramos de Policarbosilano en polvo y las cantidades en mililitros para el disolvente el Xileno.

**Tabla 6 Cantidades de PCS en polvo y volumen de Xileno**

Concentración deseada	Reactivos	
	PCS, g	Xileno, mL
25%	2,87	7,5
30%	3,45	7
35%	4,02	6,5
40%	4,60	6

El PCS en polvo y el Xileno fueron mezclados durante 30 minutos, a una velocidad de rotación de 600 rpm, usando una parrilla (marca Thermo Scientific®, modelo Super Nuova™, Serie 1318), todo esto ocurre en un matraz Erlenmeyer cerrado evitando la liberación del Xileno al ambiente y garantizando un volumen constante. Una vez se hayan mezclado por completo las cuatro soluciones, se vertieron 1,5 mL de la solución en crisoles cilíndricos de alúmina (altura: 1,5 cm) y se dejaron secar durante 72 horas, dentro de una campana de extracción con el fin de que el disolvente sea evaporado por completo.

### 6.2.4 Preparación de Soluciones de PCS con aditivos

Los aditivos fueron agregados a las mezclas para mejorar la apariencia y densidad de los compósitos. Un compósito conformado únicamente por SiC, presenta muchas grietas y poros.

Para el grafito se seleccionaron concentraciones de carbono de entre 2 y 20 % en volumen, por lo que, si se desean 5 mL de solución, se tendrían, 0.209, 0.5225, 0.73, 1.045, 1.254, 1.56, 1.77 y 2.09 g de grafito molido para las concentraciones respectivas de 2, 5, 7, 10, 12, 15, 17 y 20%. La solución de PCS que se indica en la Tabla 7, tiene una concentración la cual es seleccionada de acuerdo a la mayor densidad y morfología mostrada en el compuesto resultante del empleo de dicha concentración de PCS.

**Tabla 7 Cantidades de Grafito y volumen de solución de PCS**

Concentración usada	Reactivos	
	Grafito, g	Solución de PCS, mL
2,0 %	0.21	4.90
5,0 %	0.52	4.75
7,0 %	0.73	4.65
10 %	1.04	4.50
12 %	1.25	4.40
15 %	1.56	4.25
17 %	1.77	4.15
20 %	2.09	4.00

Se prepararon 40 mL de solución de PCS usando la concentración de mayor densidad de compuesto. En matraces Erlenmeyer de 10 mL, se introdujeron las cantidades de grafito y el volumen de solución de PCS de acuerdo a la Tabla 6; se agitó por 30 minutos. Una vez finalizada la agitación, se vaciaron en crisoles de alúmina, para posteriormente someterlos a tratamiento térmico.

Para la adición de aluminio en polvo se usó el mismo criterio de selección, la concentración de grafito del compuesto que presente mayor de mayor densidad, será usada variando las concentraciones de aluminio descritas en la Tabla 7.

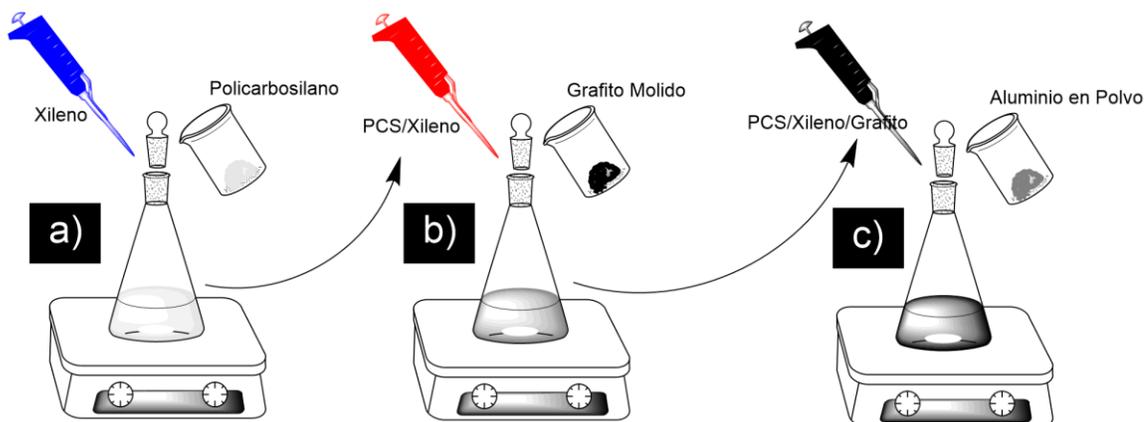
**Tabla 8 Cantidades de Aluminio y volumen de solución de PCS/C**

Concentración deseada	Reactivos	
	Grafito, g	Solución de PCS, mL
2%	0,27	4,9
5%	0,675	4,75
7%	0,945	4,65
10%	1,35	4,5
15%	2,025	4,25

Para el aluminio en polvo se seleccionaron concentraciones de carbono de entre 2 y 15 % en volumen, por lo que, partiendo de 5 mL de solución, se tendrían, 0,27, 0,675, 0,945, 1,35, 2,025 g de aluminio molido para las concentraciones respectivas de 2, 5, 7, 10, 15 y 20%. La solución de PCS/C que se indica en la

Tabla 8, tiene una concentración la cual es seleccionada de acuerdo a la mejor densidad y morfología mostrada en el compuesto resultante del empleo de dicha concentración de PCS/C.

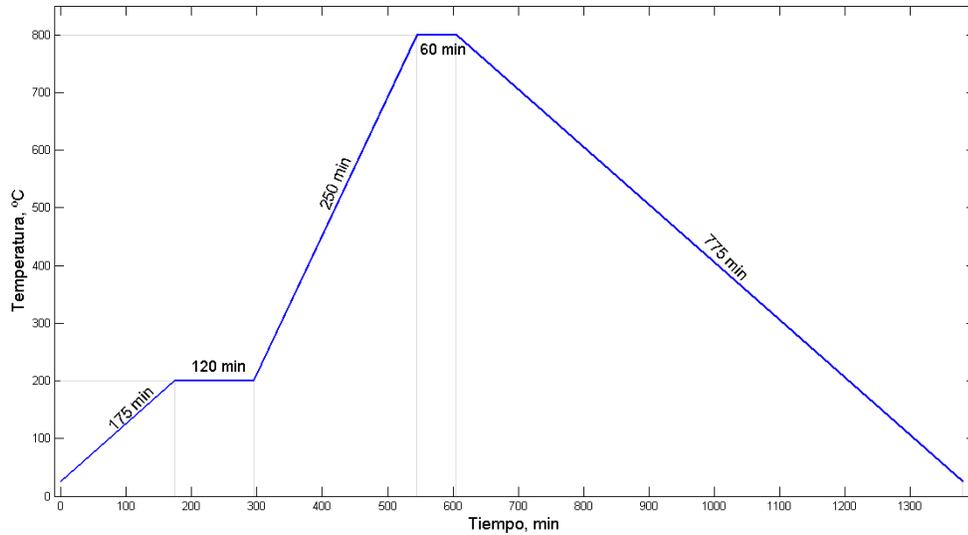
Se prepararon 25 mL de solución de PCS y grafito usando la concentración del mejor compuesto. En matraces Erlenmeyer de 10 mL, se introdujeron las cantidades de aluminio y el volumen de solución de PCS/C de acuerdo a la Tabla 7, y se agitaron durante 30 minutos. Una vez transcurrido el tiempo las mezclas fueron vaciadas en crisoles de alúmina, para posteriormente someterlos a tratamiento térmico. En los crisoles cilíndricos y dentro de la campana de extracción, se dejan secar durante 72 horas para evaporar el xileno.



**Figura 17 Esquema representativo para la preparación de las soluciones a) PCS/Xileno b) PCS/Xileno/Grafito y c) PCS/Xileno/Grafito/Aluminio.**

### 6.2.5 Tratamiento Térmico

Los crisoles con las soluciones se dejaron en tratamiento térmico siguiendo la rampa de temperatura de la Figura 18. Esta sube de 25°C a 200°C en 175 min, teniendo una velocidad de calentamiento de 1 °C/min, cuando se llegue a 200°C, se deja por dos horas con el fin de realizar el curado de policarbosilano. La reticulación oxidativa (o mejor conocida como curado) del PCS se llevó a cabo para hacer que este precursor polimérico fuera infusible antes de la pirólisis por calentamiento en aire (Ly, Taylor, Day, & Heatley, 2011). Luego con una velocidad de 2 °C/min se llevó hasta 800 °C durante 1 hora (Pirólisis). Desde el minuto 295 hasta el minuto 605, se abre un flujo de Argón a 5 ml/min, esto para desplazar el oxígeno dentro del tubo y crear una atmósfera inerte, por tanto, la pirólisis del precursor se llevó a cabo en un horno de tubo horizontal bajo atmósfera de argón fluyente (Horno Brother Furnace serie XD 1200NT de la Figura 18).



**Figura 18 Representación de la rampa de Temperatura**

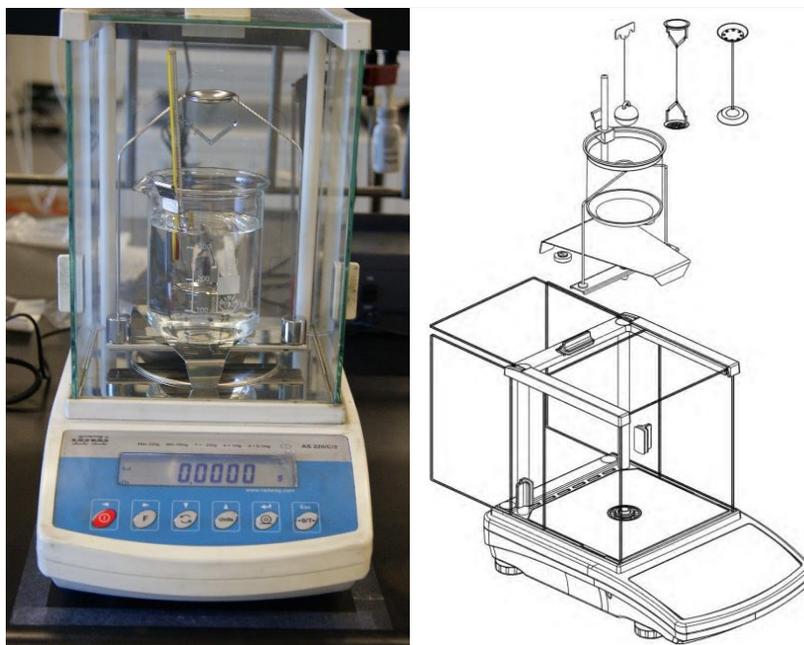


**Figura 19 Horno para la realización del tratamiento térmico.**

## 6.3 Caracterización

### 6.3.1 Densidad

La prueba de densidad se realizó usando el método de Arquímedes, este principio afirma que todo cuerpo sumergido en un fluido experimenta un empuje vertical y hacia arriba igual al peso de fluido desalojado. Las mediciones de densidad se hicieron usando una balanza analítica marca Radwag, modelo AS 220/C/2, con componentes que auxilian la medición de la densidad de un sólido Figura 20a.



**Figura 20 Método de Arquímedes a) la Balanza Analítica (Radwag AS 220/C/2) b) Montaje de la balanza con sus componentes.**

*Fuente: (RADWAG, 2013)*

Se usó etanol dentro de un Beaker de 400 mL como fluido estático, puesto que el compuesto presenta propiedades hidrofóbicas lo que imposibilita el empleo de agua como medio estático. Se realiza el montaje de acuerdo a la Figura 20. En el platillo superior se coloca el compuesto y se mide su peso en gramos a este se le conoce como peso seco ( $P_S$ ). se coloca en el platillo inferior, se sumerge en el etanol y se vuelve a medir su peso, a este se le conoce como peso en líquido ( $P_L$ ), ambos son usados para la determinación de la densidad del compuesto mediante la ecuación 1.

$$\rho_S = \frac{P_S}{P_S - P_L} * \rho_L \quad \text{Ecuación 2}$$

Siendo:

$P_S$ : Peso en Seco

$P_L$ : Peso en Líquido

$\rho_S$ : Densidad del Sólido

$\rho_L$ : Densidad del Fluido Estático

La densidad del fluido estático está en dependencia de la temperatura y composición de la solución, siguiendo la ecuación 2, dicha ecuación es el producto del modelo matemático para la determinación de la densidad del etanol (Pérez-Ones, Díaz-Rodríguez, Zumalacárregui, & Gozá-León, 2010).

$$\rho_L = 805,951 - 0,77677T - 0,0013T^2 \quad \text{Ecuación 3}$$

Siendo T la temperatura a la que se encuentra el fluido estático. Se usaron temperaturas en un rango entre 23 °C y 29 °C, por tanto, la Tabla 9 muestra los diferentes valores de la densidad del Etanol en dependencia de su temperatura.

**Tabla 9 Diferentes densidades del fluido estático (Etanol)**

Temperatura del Fluido Estático, °C	Densidad del Fluido, g/cm <sup>3</sup>
23	0,787
24	0,786
25	0,785
26	0,784
27	0,784
28	0,783
29	0,782
30	0,781

### 6.3.2 Ensayo de Microdureza

Se midió la Microdureza de las muestras más representativa, los ensayos de dureza se hicieron usando un microindentador Vickers, modelo 300FM serie 87716, basándose en la norma ASTM 92-82. Se analizaron muestras con diferentes concentraciones de PCS/Grafito y PCS/Grafito/Aluminio, previamente seleccionadas en función de su densidad. Para facilitar los ensayos, las muestras fueron montadas en resina epóxica.

La Dureza de Vickers se calcula mediante:

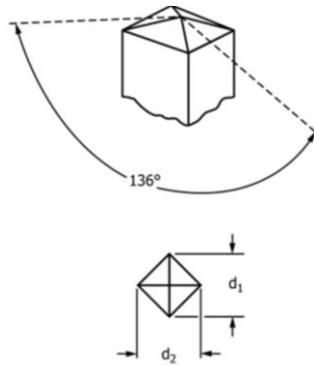
$$HV = \frac{2P \sin(\theta/2)}{A} \quad \text{Ecuación 4}$$

Siendo P: la fuerza que se aplica para los ensayos con unidades gf, y A es el área de la huella que se deja, dicha área obedece la Ecuación 4, siendo D y d la longitud de las diagonales de la huella que dejó el penetrador, uno vertical y el otro horizontal. Por lo que la formula se expresa como en la Ecuación 5, sustituyendo el valor del ángulo que es 136° los valores de  $2 \cdot \sin(\theta/2)$  son aproximadamente equivalentes a 1,8544.

$$A = D \cdot d \quad \text{Ecuación 5}$$

$$HV = 1,8544 \cdot \frac{P}{d \cdot D} \quad \text{Ecuación 6}$$

Las unidades con que se expresa la dureza por el método de Vicker son gf/μm.



**Figura 21 Esquema de la prueba de Vickers sobre el compuesto**

*Fuente: ASTM E 92 82 (2003).*

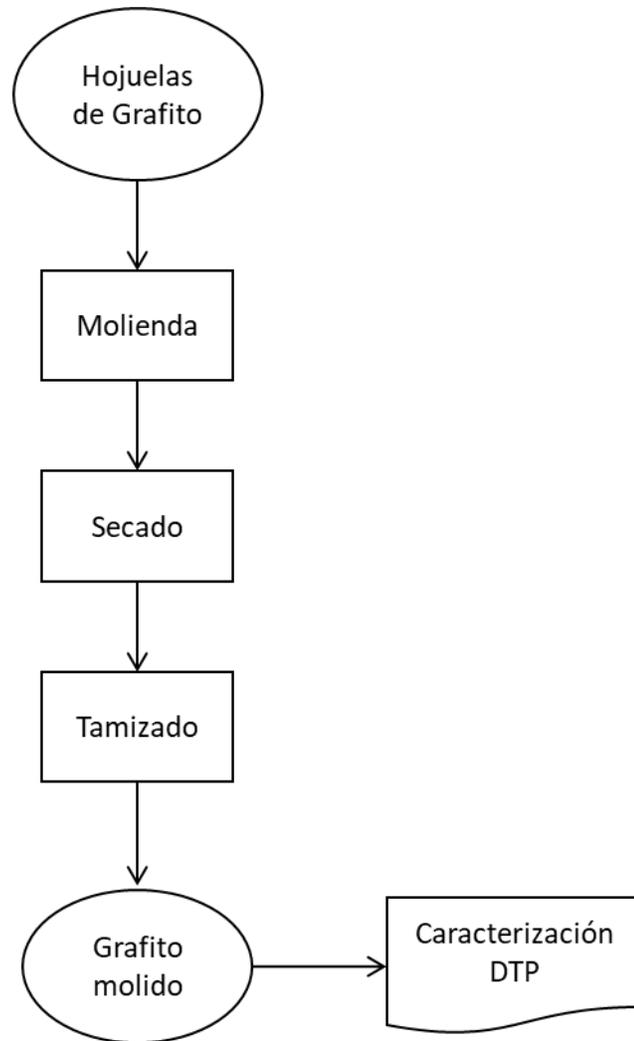
### 6.3.3 Caracterización Química

#### 6.3.3.1 Caracterización de la microestructura

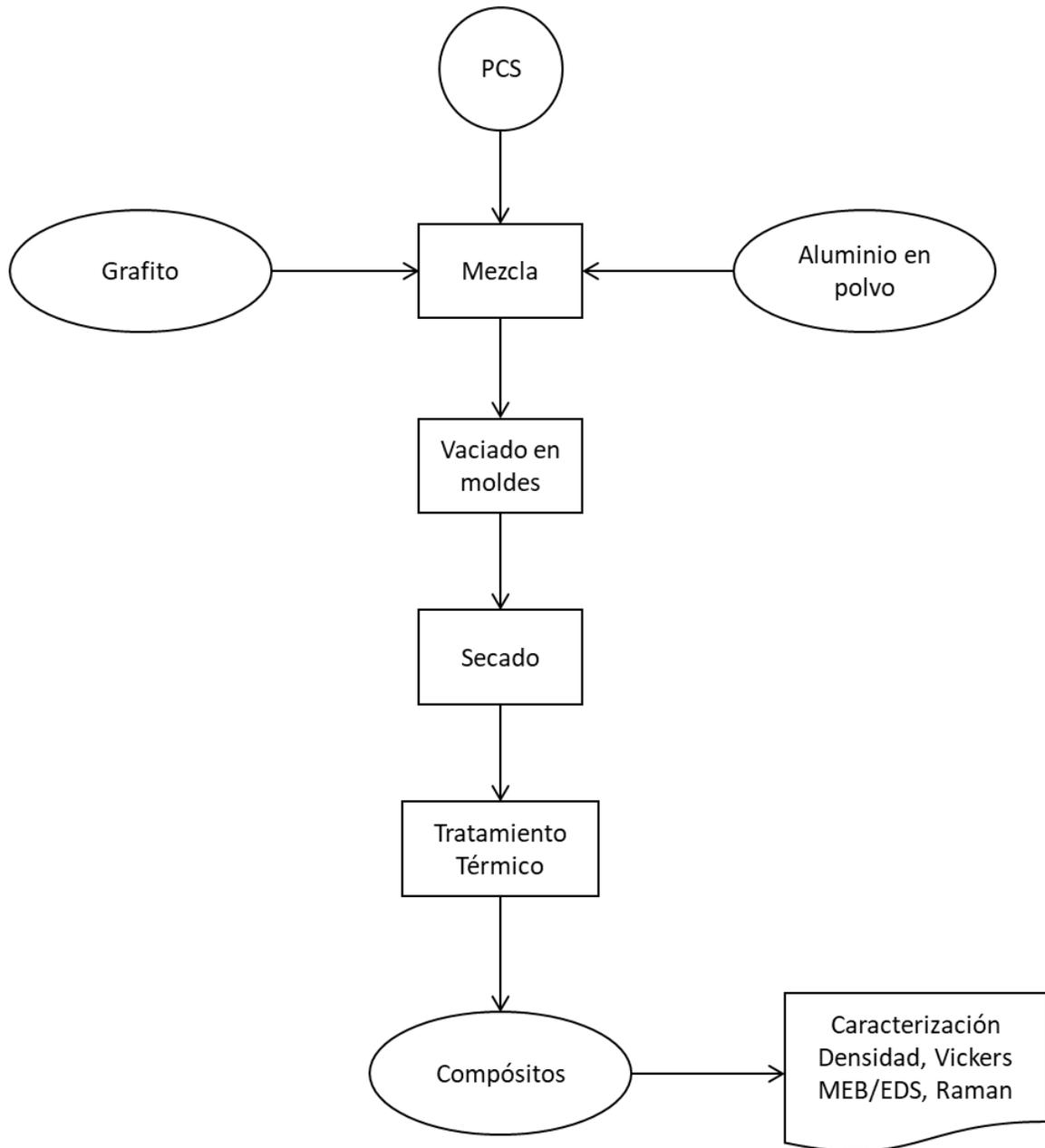
Para observar la microestructura de los composites, se utilizó un microscopio electrónico de barrido marca Philips modelo XL-30 ESEM. Se usó un voltaje de 20 kV, a diferentes magnificaciones, usando el tipo de señal de Electrones retrodispersados (BSE), con un tiempo muerto entre 25 y 35%. Adicionalmente, se realizaron análisis por espectroscopia de electrones retrodispersados (EDS) para conocer la composición y mapeos elementales para conocer la distribución de estos. Cabe mencionar que las muestras fueron previamente recubiertas con una capa de oro-paladio, para hacerlas conductoras y poderlas observar al microscopio.

#### 6.3.3.2 identificación de fases

Para conocer las fases presentes, se usó espectroscopia raman. Para llevar a cabo esta identificación, se usó un espectrómetro marca Renishaw, a una magnificación de 20x. Se analizaron muestras de los monolitos de Grafito y con Grafito/Aluminio, así como los compósitos más y menos denso, respectivamente.



**Figura 22 Procesamiento para la adecuacion de la materia prima**



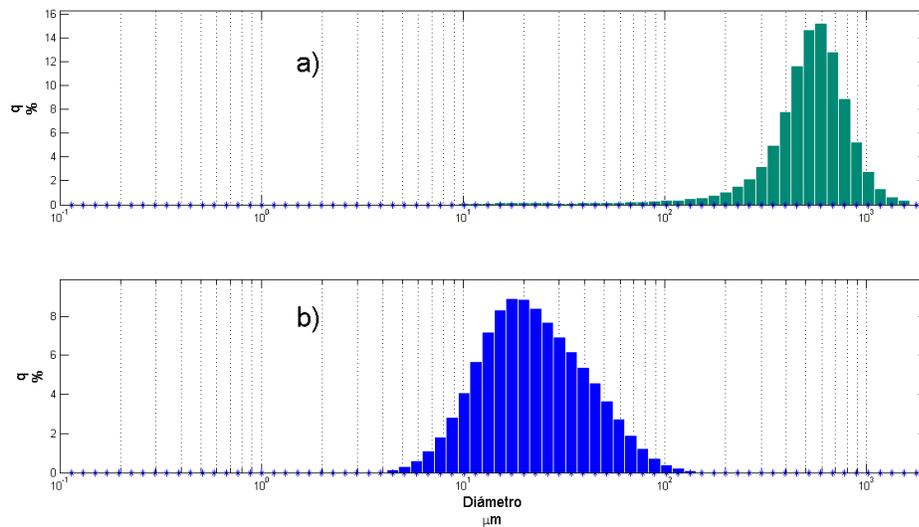
**Figura 23 Diagrama de Flujo general para el proceso de tesis**

## VII PRESENTACIÓN Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En esta sección se presentan los resultados de la caracterización de los composites de SiC con diferentes concentraciones de aditivos. La sección se divide en resultados para las pruebas mecánicas, morfológica y de fases.

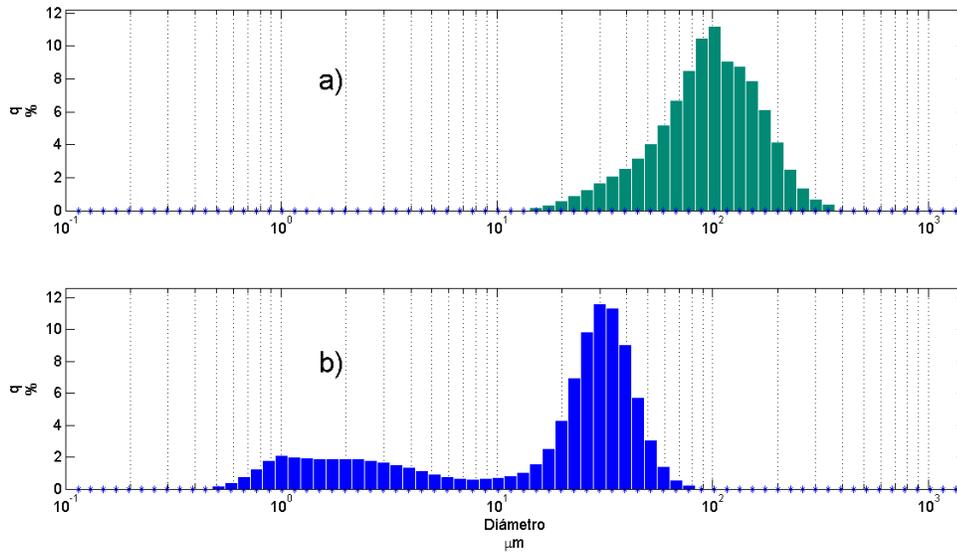
### 7.1 Determinación de tamaño de partícula

Las hojuelas de grafito no son adecuadas para emplearse como aditivos debido a su gran tamaño tal como se muestra en la Figura 24 donde el tamaño promedio de partículas es  $518,2561 \mu\text{m}$ , al someterse a una molienda el grafito pasa a tener un tamaño promedio de  $24,8756 \mu\text{m}$  después de haber pasado por la malla 325 (ASTM F 2200).



**Figura 24 Distribución de Tamaño de Partícula del Grafito a) Hojuelas de Grafito b) Grafito molido y pasado por malla 325.**

El aluminio comercial posee un tamaño promedio de  $100,4169 \mu\text{m}$ , que lo hace inadecuado para su uso en el compósito, por lo que también se realiza una molienda pasando a tener un tamaño promedio de  $21,69253 \mu\text{m}$  como se ve en la Figura 23. El tamaño de partícula para el Aluminio y Grafito se determinó usando el equipo de distribución de tamaño.



**Figura 25 Distribución de Tamaño de Partícula del Aluminio en Polvo a) Aluminio comercial Sigma Aldrich® b) Aluminio después de la molienda.**

## 7.2 Propiedades mecánicas

### 7.2.1 Densidad

En la Tabla 10 se muestra la evolución que tiene la densidad con respecto a la composición de PCS como precursor precerámico, los valores para las concentraciones de Grafito y Aluminio son cero en todo momento; la temperatura es como se mencionó antes, muy importante para la determinación de la densidad del fluido y este para la densidad del sólido. Se nota que si la concentración del PCS aumenta entonces la densidad del compuesto una vez salido del tratamiento térmico disminuye (Figura 26).

**Tabla 10 Comportamiento de la densidad del compuesto solo con PCS**

Corrida	[PCS ]	Densidades, g/cm <sup>3</sup>
1	25	1,178
2	30	1,014
3	35	1,0716
4	40	0,925

El análisis de varianza (ANOVA) especifica la relación que tienen los factores ([PCS] en %) respecto a la variable de respuesta (Densidad, g/cm<sup>3</sup>) de manera cuantitativa con significación estadística.

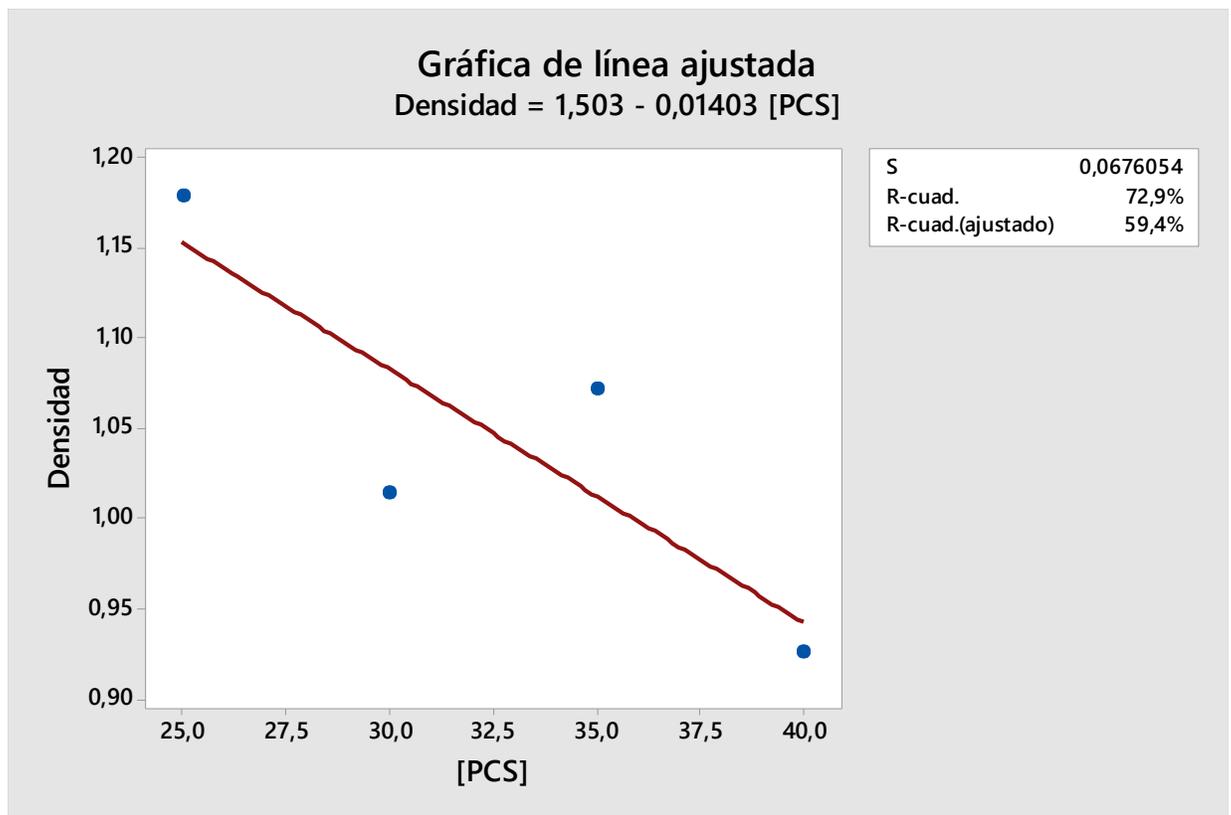
Primeramente, el ANOVA sirvió para determinar la relación que tienen los factores y sus niveles, con la reflectancia, cuyas hipótesis es que, si los valores promedios de la densidad son iguales, entonces la hipótesis nula se rechaza, porque

representa que no hay un cambio significativo en el valor de densidad, por tanto, el valor F es muy bajo y P superior a 0.05. Dadas estas condiciones se puede discutir que un modelo formado por la concentración porcentual del PCS como variable independiente y la densidad como variable dependiente se acepta dado que el valor de F es alto y P es menor al nivel de significancia que es 0.05, como se observa en la Tabla 11.

**Tabla 11 Análisis de Varianza [PCS] y Densidad del compuesto**

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
[PCS ]	3	0,07529	0,025097	52,61	0,001
Error	4	0,001908	0,000477		
Total	7	0,077199			

El análisis de regresión que mejor se ajusta a este modelo es el lineal, mostrado en la Figura 26. Donde también se muestra el modelo al cual se ajusta este comportamiento, el cual es  $\rho = 1,503 - 0,01403 \cdot [\text{PCS}]$



**Figura 26 Comportamiento de la densidad frente a la concentración de PCS**

De la Tabla 10 se observó que el compósito más denso corresponde a la concentración de PCS de 25% de la muestra M250000, por lo que es esta concentración es la que se usó para las muestras con Grafito y por consiguiente también con Aluminio, que para estos compósitos se mantiene en cero, por lo que esta vez la variación correspondió a las concentraciones de Grafito mostradas a continuación en la Tabla 12.

**Tabla 12 Comportamiento de la densidad frente a la concentración de C**

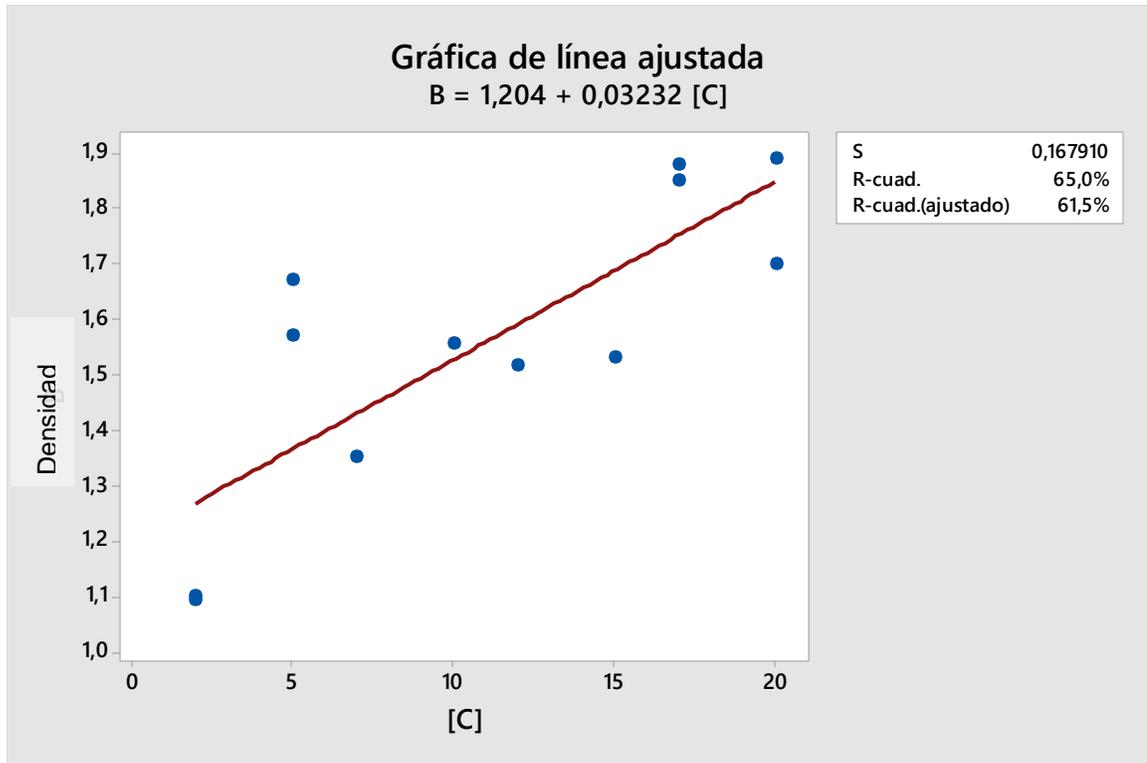
Corrida	[C]	Densidad
1	2	1,091
2	5	1,571
3	7	1,351
4	10	1,555
5	12	1,517
6	15	1,531
7	17	1,8516
8	20	1,701

Dadas estas condiciones se puede discutir que un modelo formado por la concentración porcentual del C como variable independiente y la densidad como variable dependiente, se acepta dado que el valor de F es alto y P es menor al nivel de significancia que es 0.05, como se observa en la Tabla 13.

**Tabla 13 Análisis de Varianza [C] y Densidad del compósito**

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
[C]	7	0,7832	0,1119	19,29	0,006
Error	4	0,0232	0,0058		
Total	11	0,8064			

El análisis de regresión que mejor se ajusta a este modelo es el lineal, mostrado en la Figura 27. Donde también se muestra el modelo al cual se ajusta este comportamiento, el cual es  $\rho = 1,204 - 0,03232 * [C]$ .



**Figura 27 Comportamiento de la densidad del monolito respecto a la concentración de grafito**

De la Tabla 12 se observó que el compuesto más denso corresponde a la concentración de PCS de 25% y de Grafito 17% de la muestra M251700, por lo que es esta concentración es la que se usó para las muestras con Aluminio por lo que esta vez la variación correspondió a las concentraciones de Aluminio en polvo.

**Tabla 14 Comportamiento de la densidad frente a la concentración de Al**

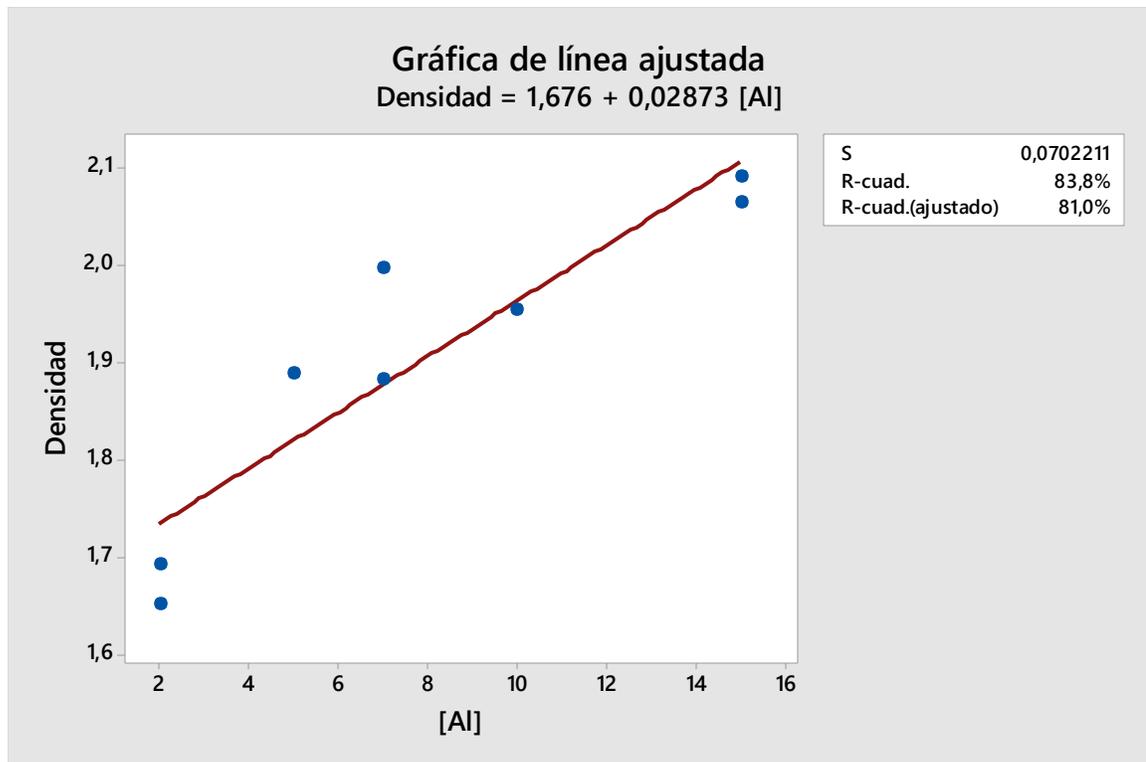
Corrida	[Al]	Densidad
1	2	1,691
2	5	1,887
3	7	1,996
4	10	1,954
5	15	2,065

Dadas estas condiciones se puede discutir que un modelo formado por la concentración porcentual del Al como variable independiente y la densidad como variable dependiente, se acepta dado que el valor de F es alto y P es menor al nivel de significancia que es 0.05, como se observa en la Tabla 15.

**Tabla 15 Análisis de Varianza [Al] y Densidad del compósito**

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
[Al]	4	0,174378	0,043594	16,84	0,021
Error	3	0,007766	0,002589		
Total	7	0,182143			

En la Figura 28 se observa el comportamiento de la densidad del compósito respecto a su concentración de Aluminio, como se observa se alcanza la mayor densidad con 15% en peso de Aluminio. El análisis de regresión se ajusta al lineal obedece a  $\rho = 1,676 + 0,02873 \cdot [\text{Al}]$ .



**Figura 28 Comportamiento de la densidad frente a la concentración de Aluminio**

### 7.2.2 Microdureza

En la Tabla 16 se muestran los resultados de las determinaciones de la dureza de Vickers usando el penetrador de diamante, cabe mencionar que las mediciones que se realizan son las longitudes de las huellas que deja el penetrador en el compósito. Se mide las diagonales y el resultado es introducido a la Ecuación 5 dando como resultado la dureza de Vicker. La conversión de la dureza de Brinell se realiza usando las tablas del Tabla 17 C, donde se utiliza la fórmula de interpolación para aproximar los valores correspondientes a la dureza Brinell.

**Tabla 16 Resultados de determinación de dureza**

<b>ID Muestra</b>	<b>Dureza Vickers, HV 200</b>	<b>Dureza Brinell</b>
M251000	105,70	100,70
M251700	120,08	114,08
M251705	225,82	209,83
M251715	242,06	228,96

En la Tabla 16 se observa que la dureza es proporcional a la concentración de Grafito, se ve que hay un aumento en la dureza si se compara el compósito M251000 y M251700, siendo 10% y 17% en concentración de Grafito, con un aumento de 105,7HV200 a 120,08HV200. También ocurre lo mismo con los compósitos que tienen concentraciones de Aluminio, M251705 y M251715, pasando de 225,82 HV200 a 242,06 HV200.

### 7.3 Resultados Propiedades Químicas

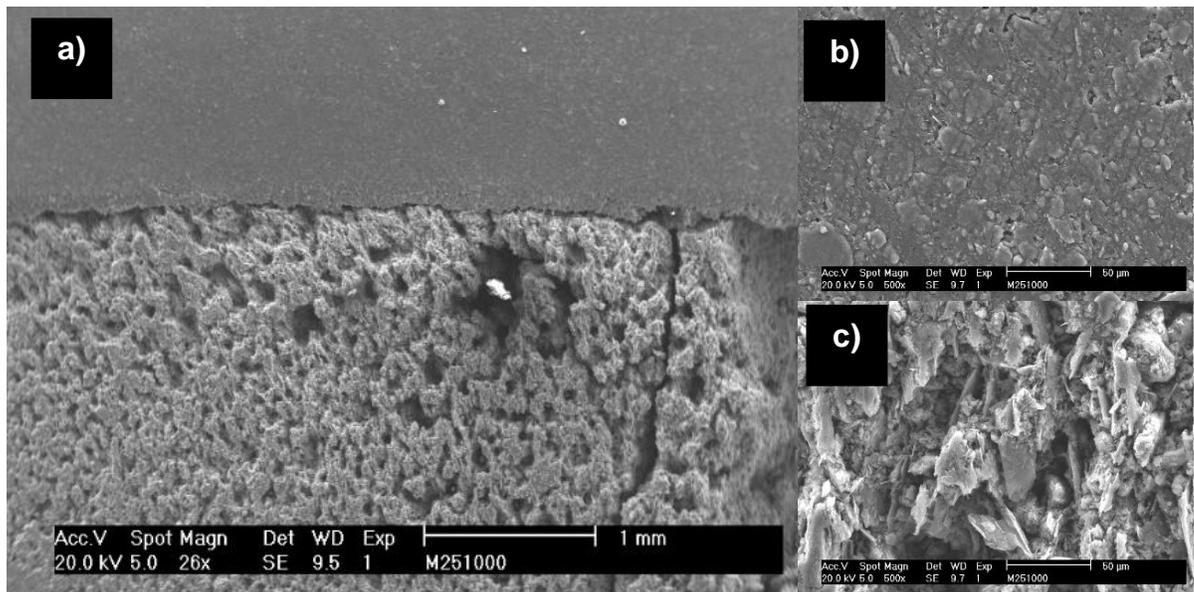
De acuerdo a la densidad se seleccionó el compósito más y, menos denso de los compuestos por PCS/C y PCS/C/Al. Para llevar a cabo los análisis puntuales de EDS, estudiar la morfología de los compósitos con MEB, analizar la estructura molecular y la confirmación de las especies como SiC y los rellenos, tales compósitos corresponden a las muestras M251000 y M251700 con relleno únicamente de grafito y M251705 y M251715 añadiendo relleno de Aluminio.



**Figura 29** Compósito de la muestra M251700

### 7.3.1 Microscopía Electrónica de Barrido

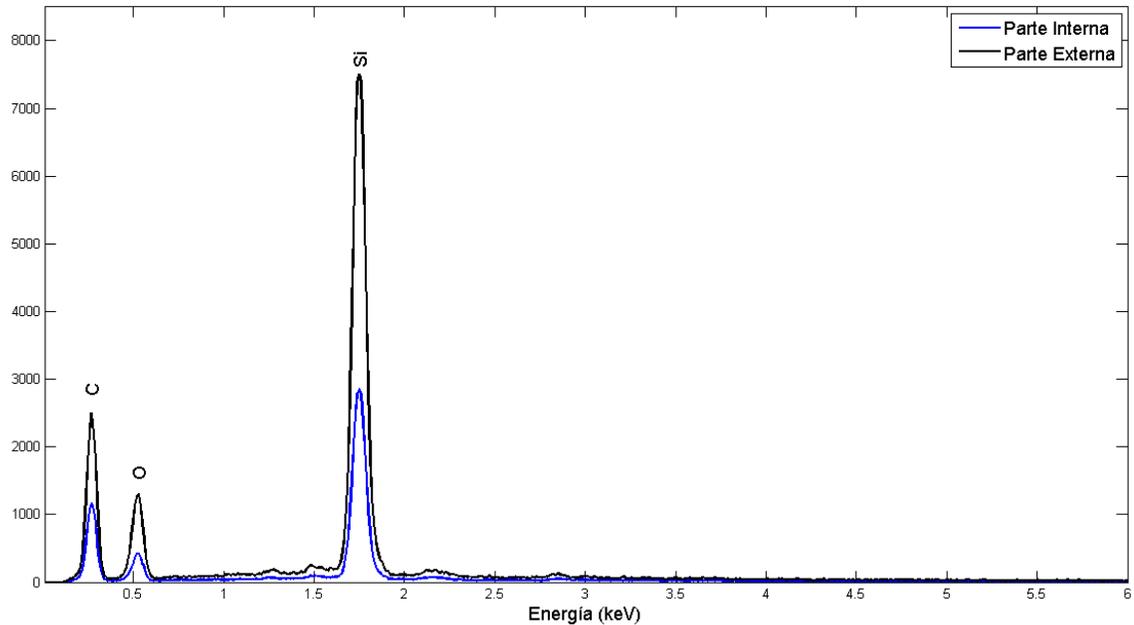
En la Figura 30 se observa la morfología de la superficie por medio de un microscopio electrónico de barrido (SEM) de la muestra M251700 donde la Figura 22a se observa que existen dos tipos de morfología, una lisa y bastante uniforme y otra más rugosa, agrietada e irregular, la Figura 22b muestra la superficie lisa a una magnificación de 500x destacando pocos poros y grietas. La Figura 22c muestra la región rugosa del compósito donde se muestra un comportamiento laminar característico del grafito.



**Figura 30** Micrografías de la muestra M251700

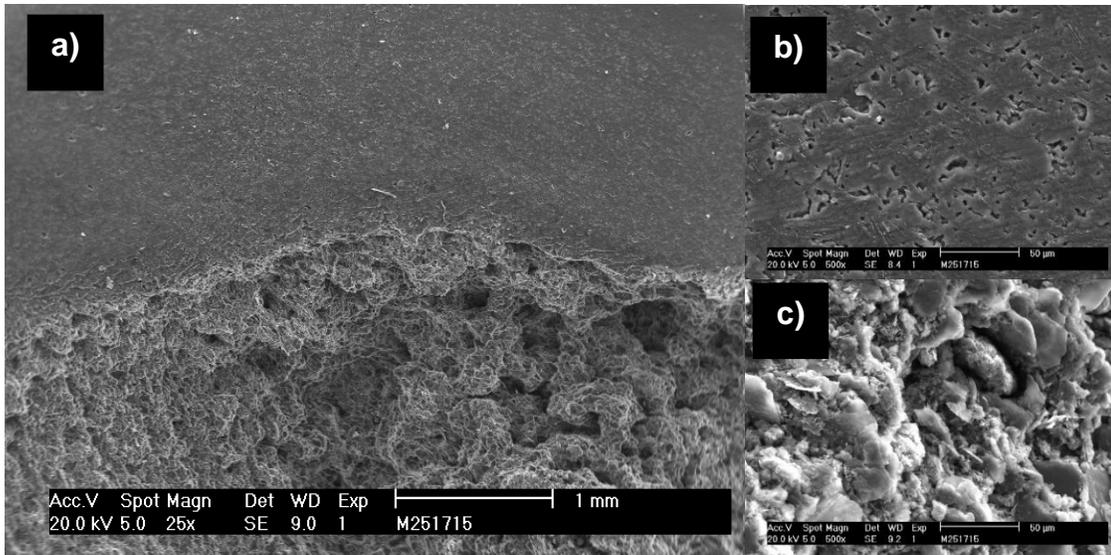
La Figura 31 representa el análisis elemental de las dos regiones la muestra observada en el SEM, Figura 30b y 22c, correspondientes a la parte interna del

compósito y externa, respectivamente. La parte interior del compósito posee menores concentraciones de los elementos involucrados. Siendo la parte externa del compósito la de mayor concentración de Silicio y Carbono confirmando así la presencia de compuestos organosilicados.



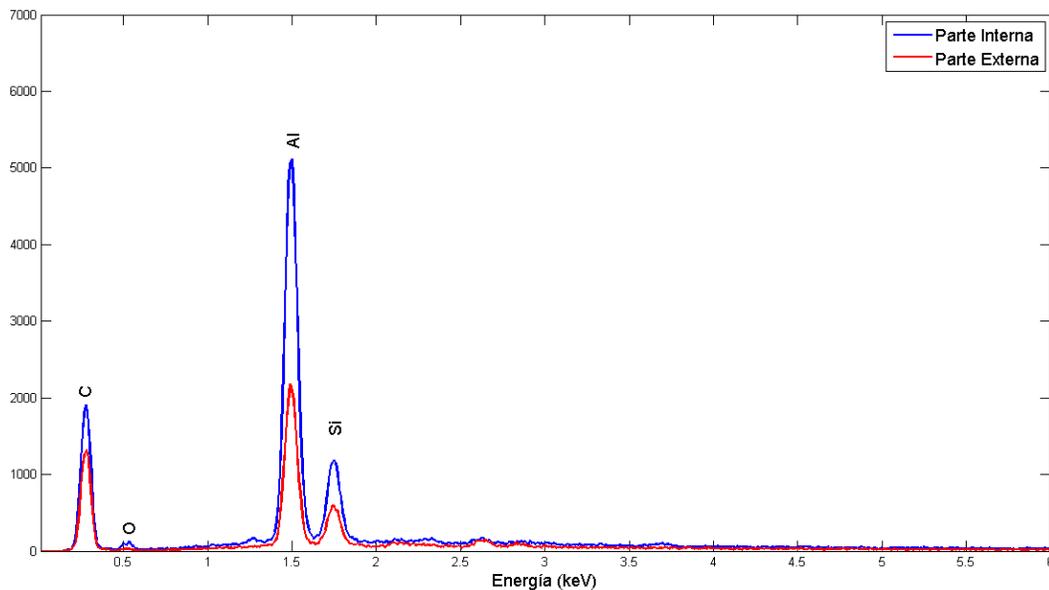
**Figura 31 Espectro de Energía dispersa de la muestra M251700**

En la Figura 32 se observa la morfología de la superficie por medio de un microscopio electrónico de barrido (SEM) de la muestra M251715 donde se observa en la Figura 32a que existen dos tipos de morfología, una lisa y bastante uniforme (exterior) y otra más rugosa, agrietada e irregular (interior), la Figura 32b muestra la superficie lisa a una magnificación de 500x destacando poros y algunas grietas. La Figura 32c muestra la región rugosa del compósito donde se muestra un comportamiento poco laminar y con tendencias al aglomeramiento.



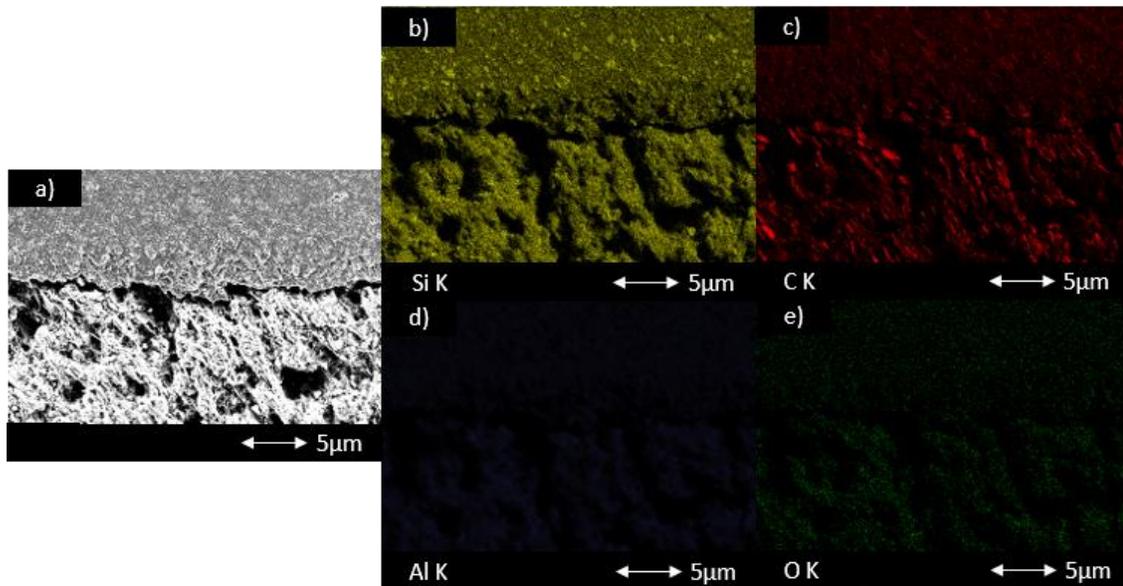
**Figura 32 Micrografías de la muestra M251715**

La Figura 33 representa el análisis elemental de las dos regiones la muestra observada en el SEM, Figura 24b y 24c, correspondientes a la parte interna del compuesto y externa, respectivamente. La parte interior del compuesto posee menores concentraciones de los elementos involucrados. Siendo la parte externa del compuesto la de mayor concentración de Silicio y Carbono confirmando así la presencia de compuestos organosilicados, más no la presencia de SiC.

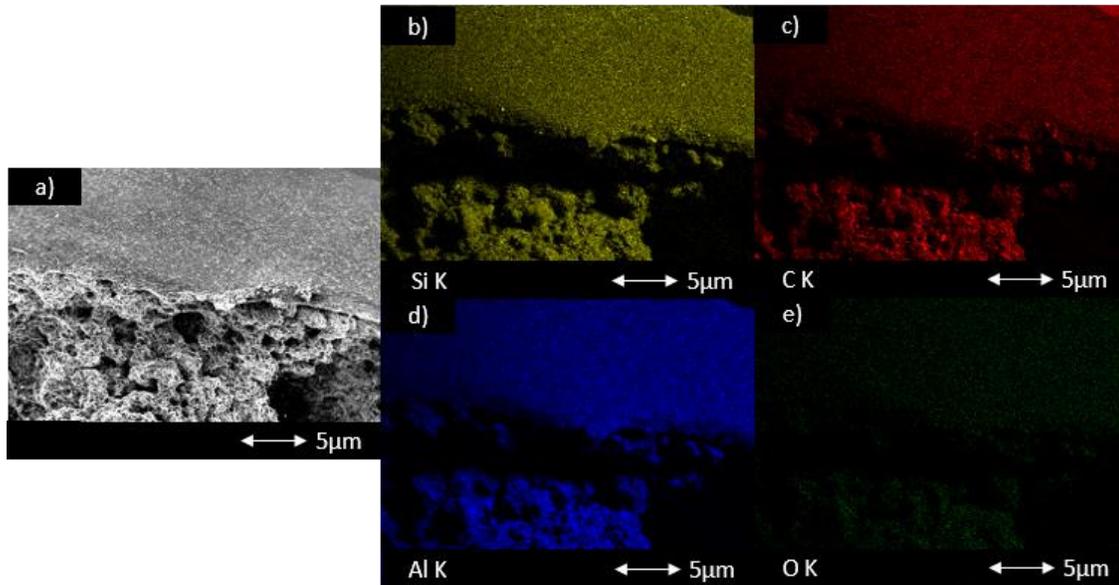


**Figura 33 Espectro de Energía dispersa de la muestra M251715**

Se usó un detector acoplado al microscopio MEB se puede adquirir un espectro de energía dispersa (EDS, por sus siglas en inglés) del compuesto M251700 y M251715, obteniendo mapeos elementales y composición elemental de las muestras. Los mapeos elementales confirmaron para el compuesto M251700 la presencia de Silicio en color amarillo (Figura 35b), Carbono de color rojo (Figura 35c), oxígeno con color verde (Figura 35e) en la muestra M251000, en la Figura 35d, correspondiente al Aluminio no se observó color azul característico del mapeo para este elemento. Por medio de la distribución de los colores observados, se puede deducir que el Silicio y Carbono se encuentra distribuido sobre todo el compuesto, de forma homogénea, es decir, sin cambios considerables en la intensidad del color; mientras el oxígeno esta levemente presente, la presencia de Oxígeno proviene del curado del material.



**Figura 34** Imágenes MEB de M251000. a) Morfología. b) Mapeo elemental de Si. c) Mapeo elemental de C b) Mapeo elemental de Al e) Mapeo elemental de O.

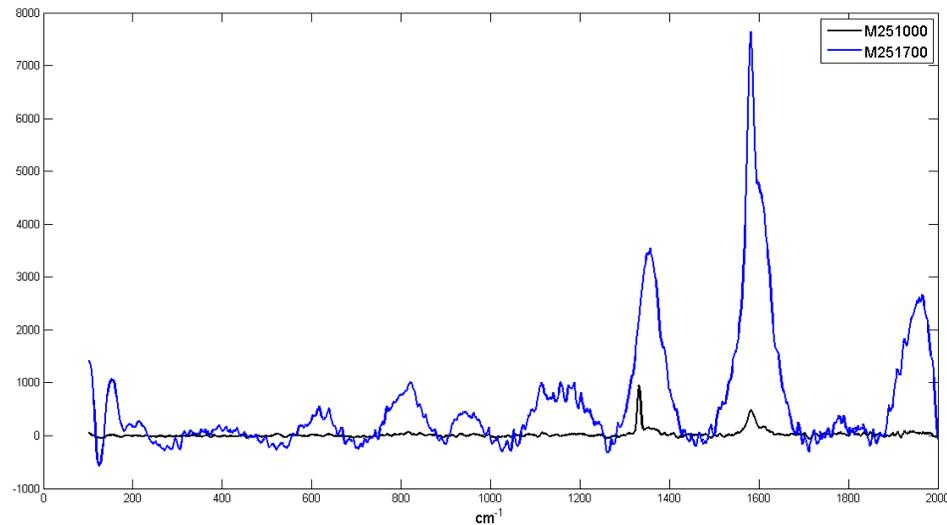


**Figura 35** Imágenes MEB de M251715. a) Morfología. b) Mapeo elemental de Si. c) Mapeo elemental de C b) Mapeo elemental de Al e) Mapeo elemental de O.

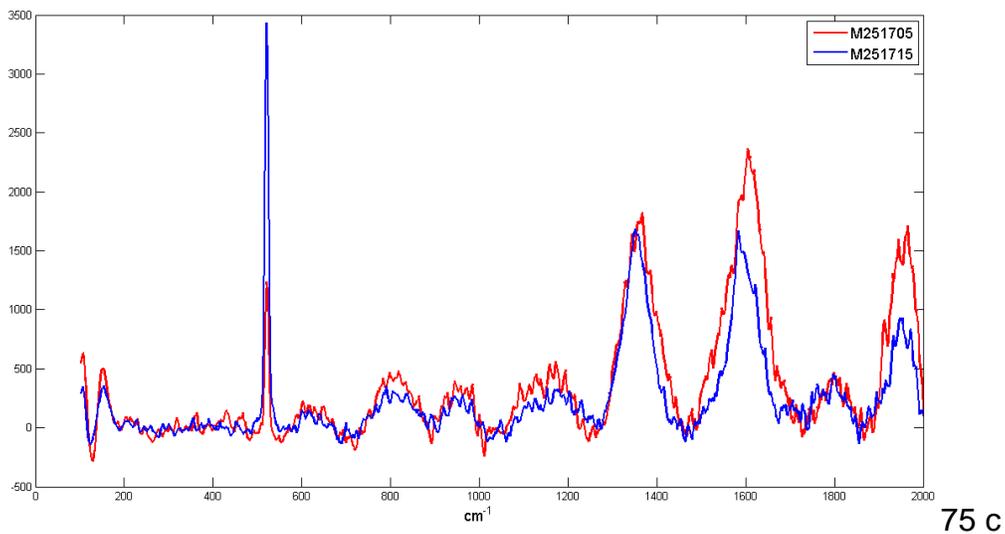
En la Figura 35 se puede deducir que el compuesto M251715, el Silicio y Carbono se encuentra distribuidos sobre todo el compuesto, de forma casi homogénea, es decir, donde en la parte interna del compuesto se acentúan más los colores a como se observó en la Figura, pudiendo ser indicio de la presencia de SiC; mientras el oxígeno está presente, la presencia de Oxígeno proviene del curado del material, el aluminio se representa de color azul y también se encuentra muy homogéneo, con acentuaciones de color en la parte interna del compuesto.

### 7.3.2 Espectroscopía Raman

La Figura 36 y 29 muestra dos picos en  $1350$  y  $1580$   $\text{cm}^{-1}$  asignados típicamente a las vibraciones de carbono libre. El pico en  $1350$   $\text{cm}^{-1}$  es debido al carbono "desorganizado" que implica defectos de elasticidad, mientras que el pico a  $1580$   $\text{cm}^{-1}$  es debido a la vibración simétrica en modo de grafito (Yang, Song, Yu, Zhao, & Xiao , 2011). El pico en  $475$   $\text{cm}^{-1}$  mostrado en la Figura 37 corresponde a Aluminio.



**Figura 36 Espectro Raman para las Muestras con Grafito**



**Figura 37 Espectro Raman para las muestras con Grafito/Aluminio**

## VIII CONCLUSIONES

A partir de los resultados obtenidos y en correspondencia a los objetivos planteados en el presente estudio, se puede concluir:

- Se logró obtener compósitos de matriz cerámica a partir del polímero precerámico PCS mediante la pirolisis del mismo a 800°C. La concentración de PCS se relaciona con la densidad. Así mismo la adición de grafito y aluminio, tienen una relación lineal con la densidad, esto se evidenció mediante el análisis de varianza (ANOVA).
- La técnica para medir la densidad (como variable respuesta) fue el método de Arquímedes, donde se encontró que el aumento en las concentraciones de PCS disminuyen la densidad, esto debido a la formación de poros y grietas, con la adición de Grafito molido, la concentración óptima se encuentra entre 15 y 17 % y con aluminio molido, tiene una tendencia lineal.
- La medición de Microdureza se realizó siguiendo la norma I ASTM 82-92 mostró que la dureza es proporcional a la agregación de los aditivos, es decir que el compósito con menor concentración de grafito tendría una menor dureza en relación con un compósito con más concentración de grafito, el mismo comportamiento lo exhibe con las concentraciones de Aluminio.
- Usando las técnicas microscópicas se reveló que existe una tendencia a la formación de dos fases morfológicas una interna y otra externa, caracterizada por ser lisa y rugosa respectivamente.
- El análisis de EDS muestra la presencia de los elementos en cuestión, Si, O, C y Al, estos dos últimos aumentaban su composición de acuerdo a la concentración inicial que se agregó a las soluciones.
- El espectro Raman mostró la formación de una fase amorfa en el rango de los 800 cm<sup>-1</sup>, dos picos en entre 1300 y 1700 cm<sup>-1</sup> correspondientes al Carbono libre del grafito y un pico en 500 cm<sup>-1</sup> correspondiente al Aluminio.
- La concentración de PCS se relaciona con la densidad. Así mismo la adición de grafito y aluminio, tienen una relación lineal con la densidad, esto se evidenció mediante el análisis de varianza (ANOVA). El método de Arquímedes fue empleado en la determinación de la densidad, sus resultados demuestran que el aumento en las concentraciones de PCS disminuyen la densidad, esto debido a la formación de poros y grietas, con

la adición de Grafito molido, la concentración optima se encuentra entre 15 y 17 % y con aluminio molido, tiene una tendencia lineal.

- El espectro Raman mostró la formación de una fase amorfa en el rango de los 800  $\text{cm}^{-1}$ , dos picos en entre 1300 y 1700  $\text{cm}^{-1}$  correspondientes al Carbono libre del grafito y un pico en 500  $\text{cm}^{-1}$  correspondiente al Aluminio.

## IX RECOMENDACIONES

Obtener SiC a partir de otros polímeros precerámicos en comparación con el PCS tomando en consideración lo establecido en la Figura 6..

Evaluar el efecto del tiempo de pirolisis en la capacidad de formación de SiC.

Evaluar el uso de otros aditivos pasivos y activos, y compararlos con el uso de los rellenos Grafito y Aluminio.

Debido al tiempo de investigación, no fue posible la realización de las pruebas de corrosión en ambientes marinos.

**X NOMENCLATURA**

CO <sub>2</sub>	Dióxido de Carbono
SiC:	Carburo de Silicio
SiCO:	Carbóxido de Silicio
SiCN:	Carbonitruro de Silicio
SiO:	Oxido de Silicio
KOH:	Hidróxido de Potasio
CEMIE-Océano:	Centro Mexicano de Investigación en Energía del Océano
SENER:	Secretaría de Energía
PCS:	Policarbosilano
PDC:	Cerámicas Derivados de Polímeros
PMC:	Compuestos de Matriz Polimérico
RMN:	Resonancia Magnética Nuclear
MEB:	Microscopía Electrónica de Barrido
EDS:	Espectroscopía Dispersiva de Rayos X
TGA:	Thermogravimetric Analysis (Análisis Termogravimétrico)
DSC:	Diferencial Scanning Calorimetry (Calorimetría diferencial de Barrido)
BSE:	Electrones Retrodispersados
SE:	Electrones Secundarios

**XI BIBLIOGRAFÍA**

- International Renewable Energy Agency (IRENA). (2017). *Ocean Energy*. New York City: UN Ocean Conference.
- Alatorre, M. (2017). Gradiente Termico. *Boletín Centro Mexicano de Innovación en Energía del Océano*.
- Alonso Garrido, A. (2009). *La Energía como Elemento Esencial de desarrollo*. España.
- Amundarain, M. (2013). La energía renovable procedente de las olas. *Universidad Politecnica de Valencia*.
- Bard, J. (2011). *Ocean Energy Systems Implementing Agreement*. Ocean Energy System.
- Blum, Y., McQueen, D., & Kleebe, H. (2005). Synthesis and Characterization of Carbon-Enriched Silicon Oxycarbides. *Journal European Ceramic Society*, 143-152.
- Callister, W. (2001). *Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales* (5a ed.). Ciudad de Nueva York, Estados Unidos de América: John Wiley & Sons, Inc.
- Carta-González, J., Calero-Pérez, R., Colmenar-Santos, A., & Castro-Gil, M. (2009). *Centrales de energías renovables: generación eléctrica con energías renovables*. Madrid: PEARSON EDUCACIÓN, S.A.
- Carvajal de la Torre, G., Espinoza M, M., Pacheco, J., Ibarra B, L., Galván, R., & Espitia C, M. (Diciembre de 2011). Resistencia a la Corrosión de Películas Cerámicas Delgadas. *Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Superficies y Materiales*.
- CEMIE-Océano. (2016a). *Materiales, subsistemas y componentes*. Recuperado el Noviembre de 2017, de Centro Mexicano de Innovación en Energía Océano: <http://cemieoceano.mx/index.html>
- CEMIE-Océano. (2016b). *Energía por Gradiente Salino*. Obtenido de Centro Mexicano de Innovación en Energía Océano: <http://cemieoceano.mx/index.html>
- CEMIE-Océano. (2016c). *Energía por Gradiente Térmicos*. Obtenido de Centro Mexicano de Innovación en Energía Océano: <http://cemieoceano.mx/index.html>
- Charlier, R. H., & Finkl, C. W. (2009). *Ocean Energy: Tide & Tidal Power*. Bruxelles: Springer.
- Colombo, P., Mera, G., Riedel, R., & Domenico Sorarù, G. (2010). Polymer-Derived Ceramics: 40 Years of Research and Innovation in Advanced Ceramics. *Journal The American Ceramic Society*, 1805–1837.

- Cruz, J. (2008). *Ocean Wave Energy*. Bristol, England, United Kingdom: Springer Series.
- Díaz Coutiño, R., & Escárcega Castellanos, S. (2009). *Desarrollo Sustentable: Oportunidad para la Vida* (1a ed.). Ciudad de México: The McGraw-Hill Companies, Inc.
- Domingo, C., & Santoro, G. (2007). Espectroscopía Raman de nanotubos de carbono. *Optica pura y aplicada*, 175-186.
- Down The Earth. (2006). First-ever tidal plant in Sunderbans in West Bengal. *Science and Environment*, 15(3).
- Edger, E., & Smith, B. (2006). *Ciencia Ambiental: Un estudio de interrelaciones* (10a ed.). Ciudad de México: The McGraw-Hill Companies, Inc. .
- Enríquez, C., Papiol, V., & Chiappa-Carrara, X. (2017). Gradientes de Salinidad: una opción para la generación de Energía en México. *Boletín Centro Mexicano de Innovación en Energía del Océano*.
- Fan, J., & Chu, P. (2014). *Silicon Carbide Nanostructure*. New York: Springer.
- Francis, L. F. (2016). *Materials Processing: A Unified Approach to Processing of Metals*. London, United Kingdom: Elsevier Inc.
- German-Meza, C., Bispo-Amado, N., & Sauer, I. (2017). Transforming the Nicaraguan energy mix towards 100% Renewable. *Energy Procedia*, 494-499.
- Guerrero-Lemus, R., & Martínez-Duarte, J. M. (2013). *Renewable Energies and CO<sub>2</sub>*. London: Springer.
- Harshen, R., Balan, C., & Riedel, R. (2004). Amorphous Si(Al)OC Ceramic from Polysiloxanes: Bulk Ceramic Processing, Crystallization Behavior and Applications. *Journal European Ceramic Society*, 3471–3553.
- Herrera Toledo, Y. (2008). *Hormigon de muy alta densidad*. Barcelona, España: Universidad Politécnica de Cataluña.
- Hughes, S. (2006). Measuring liquid density using Archimede's Principle. *Physics Education*, 41(5), 445-447. doi:10.1088/0031-9120/41/5/011
- Instituto Nacional de Información de Desarrollo. (2008). *Anuario Estadístico 2008*. Managua.
- Irizarry-Rivera, A., Colucci-Ríos, J., & O'Neill-Carrillo, E. (2009). *Achievable Renewable Energy targets: For Puerto Rico's Renewable Energy Portfolio Standart*. San Juan, PR: Puerto Rico's Energy Affairs Administration.
- Janakiraman, N., & Aldiger, F. (2009). Fabrication and Characterization of Fully Dense Si–C–N Ceramics from a Poly(ureamethylvinyl)Silazane Precursor. *Journal European Ceramic Society*, 163-236.

- Khan, J., & Bhuyan, G. (2009). *OCEAN ENERGY: GLOBAL TECHNOLOGY DEVELOPMENT STATUS*. British Columbia, CA: PowerTech.
- Lee, B., & Komarneni, S. (2005). *Chemical Processing Ceramics* (2nd ed.). Taylor & Francis Group.
- Lewis, A., Estefen, S., Huckerby, J., Li, K., Musial, W., & Pontes, T. (2009). Ocean energy. En *Report Renewable Energy Sources* (págs. 6-48). Intergovernmental Panel on climate change.
- López Honorato, E., & Hernández, P. (2017). Polymer derived SiC environmental barrier coatings with superwetting properties. *Ceramics International*.
- Ly, H., Taylor, R., Day, R., & Heatley, F. (2011). Conversion of Polycarbosilane (PCS) to SiC-based ceramic. Part 1. Characterisation of PCS and curing products. *Journal of Materials Science*, 4037-4043.
- Martínez V, L. (2017). Ecología e Integración con el Ambiente. *Boletín Centro Mexicano de Innovación en Energía del Océano*(No.1, Año 1).
- Materials, A. S. (2003). *Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials*. Norma, Designation E 92 - 82.
- MEM, M. (2013). *Plan Indicativo de Expansión de Generación de Energía Eléctrica*. Managua, Nicaragua.
- Miravete, A., & Cuarteto, J. (2003). *Materiales Compuestos*. Zaragoza, España: Asociación Española de Materiales Compuestos .
- Mohammed, A., & Abdullah, A. (2018). Scanning Electron Microscopy (SEM: A review. *Proceedings of 2018 International Conference on Hydraulics and Pneumatics - HERVEX*, 1-9.
- Mohazzabi, P. (2017). Archimede's Principle Revisited. *Journal of Applied Mathematics and Physics*, 5, 836-843.
- Montiel F, W. (Julio 2008). *Informe Sistema Productivo Energía*. Centro Humboldt, Managua.
- Moragues, J. (2015). *Energías del Mar*. Buenos Aires, Argentina: Ministerio de Ciencia, Tecnología e Innovación Productiva.
- Narisawa, M. (2005). Polymer Pyrolysis. En B. Lee, & S. Komarneni, *Processing Ceramic* (págs. 491-507). Taylor & Francis.
- Pecher, A., & Kofoed, J. P. (2017). *Handbook of Ocean Wave Energy* (Vol. 7). Springer Open.
- Pérez-Ones, O., Díaz-Rodríguez, J., Zumalacárregui, L., & Gozá-León, O. (2010). Evaluación de propiedades físicas de mezclas. *Fac. Ing. Univ. Antioquia*, 62-74.

- RADWAG. (Abril de 2013). Manual de Instrucciones. *Conjunto de Determinación de la Densidad De Sólidos y la Densidad de Líquidos*. Radom, Polonia.
- Ratner, B., Hoffman, A., Schoen, F., & Lemons, J. (2013). *Biomaterials Science*. Ottawa, CA: Elsevier INC.
- RENISHAW. (2015). *Raman Spectroscopy Explain*. London, United Kingdom.
- Saddow, S. E., & Agarwal, A. (2004). *Advances in Silicon Carbide Processing and Applications*. London: ARTECH HOUSE, INC.
- Skoog, D., Holler, F. J., & Crouch, S. R. (2008). *Principios de Análisis Instrumental* (6a ed.). Ciudad de México, México: a Compañía de Cengage Learning, Inc.
- Smith, W. F. (1998). *Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de Materiales*. Madrid: McGraw Hill Editorial.
- Systems, A. r. (2006). *Review and analysis of ocean energy systems development and supporting policies*. Implementing Agreement on Ocean Energy Systems.
- Taylor, P. (2002). *Alkenes and Aromatics*. Milton Road, Cambridge, United Kingdom: The Open University.
- Tiegs, T. (2005 ). SiC Whisker Reinforced Alumina. En N. Bansal, *Handbook of Ceramic Composites* (págs. 307-320). Kluwer Academy.
- UNESCO. (2006). *Hablemos de los Océanos*. Bilbao, España: Servisistem.
- Vatelino, J., & Mitra, S. (1997). Lattice dynamics of cubic SiC. *Physical Rev*, 1349–1352 .
- Yang, D., Zhao, X., Yu, Y., Song, Y., López-Honorato, E., Xiao, P., & Lai, D. (2011). Fabrication of Silicon Carbide (SiC) Coatings from Pyrolysis of Polycarbosilane/Aluminum. *J Inorg Organomet Polym*, 534-540.
- Yang, D.-x., Song, Y.-c., Yu, Y.-x., Zhao, X.-f., & Xiao, P. (2011). Fabrication of SiC fibres from yttrium-containing polycarbosilane. *Transaction of Nonferrous Metals Society of China*, 879-886.
- Zhu, Y., Huang, S., & Dong, M. (2007). *Polimer Filler Derived Ceramics with low Shrinkage PCS/SiC/Al mixture*. Phys Status Solid.

XII ANEXOS

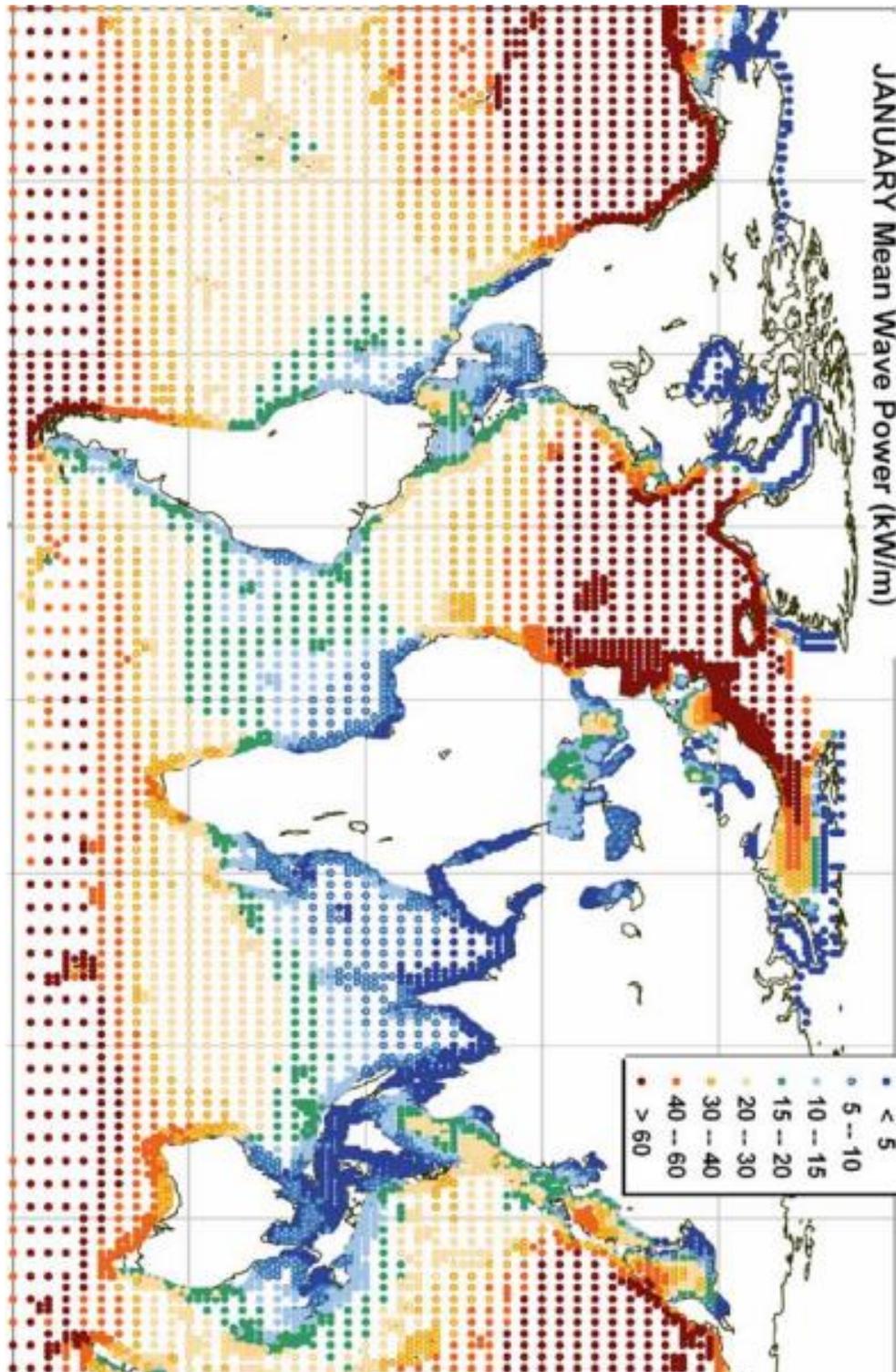


Figura 38 Distribución de la capacidad energética de las olas

Fuente: Cruz, 2008.

**Tabla 17 Conversión de dureza Vickers a Brinell y Rockwell**

Brinell	Rockwell	Vickers
241	100	253
235	99	247
229	98,2	241
223	97,3	234
217	96,4	228
212	95,5	222
207	94,6	218
201	93,8	212
197	92,8	207
192	91,9	202
187	90,7	196
183	90	192
179	89	188
174	87,8	182
170	86,8	178
167	86	175
163	85	171
159	83,9	167
156	82,9	163
149	80,8	156
143	78,7	150
137	76,4	143
131	74	137
126	72	132