



# REPORTE FINAL DE ESTADÍA

Adrian Rodriguez Borja

Encapsulado de materiales con cambio de fase mediante una resina polimérica



**EDUCACIÓN**  
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA

**UTP**  
COORDINACIÓN GENERAL DE UNIVERSIDADES  
TECNOLÓGICAS Y POLITÉCNICAS



**VERACRUZ**  
GOBIERNO  
DEL ESTADO



**SEV**  
Secretaría  
de Educación



**DET**  
Dirección de Educación  
Tecnológica del Estado  
de Veracruz

**SEMSyS**  
Subsecretaría de Educación  
Media Superior y Superior

# TÉCNICO SUPERIOR UNIVERSITARIO EN NANOTECNOLOGÍA ÁREA MATERIALES

Encapsulado de materiales con cambio de fase  
mediante una resina polimérica

## REPORTE FINAL DE ESTADÍA

QUE PARA OBTENER EL GRADO ACADÉMICO DE TÉCNICO  
SUPERIOR UNIVERSITARIO

TSU EN NANOTECNOLOGÍA  
ÁREA MATERIALES

Adrian Rodriguez Borja

ASESORES DE PROYECTO:  
DRA. EMILIA OLIVOS LAGUNES  
DRA. LOURDES RAMOS GALICIA

### Agradecimientos

Le agradezco al centro de investigación en materiales avanzados por haberme aceptado en sus instalaciones. También a la doctora Lourdes por recibirme en su proyecto de investigación y ayudarme en la redacción de mi reporte. A mi asesora, la doctora Emilia, por haberme apoyado en los momentos difíciles y motivarme a seguir.

Le doy las gracias también a mi tío Teodoro y mi tía Sonia por apoyarme y hacer posible mi estadía en Monterrey y dándome consejos para poder concluir mi estadía, y a lo último, pero no menos importante, a mi mamá Liliana, mis abuelos Marcelo y Dionicia y mi hermano Lisandro por motivarme a seguir.

## Resumen

Los Materiales de Cambio de Fase (MCF) son una de las formas más eficientes de almacenamiento térmico y se ha observado que el grafito y nanotubos de carbono exfoliados proporcionan un efecto sinérgico en la mejora de la conductividad térmica. En este proyecto se utilizaron la resina melamina-formaldehído respectivamente, como cubierta y el dodecanol como núcleo mediante la técnica de microencapsulación, en donde se ha confinado un núcleo dentro de una membrana polimérica para protegerlo. Se exfoliaron los nanomateriales de carbono y algunos mostraron una buena dispersión y se observaron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM). Los materiales microencapsulados (MEPCM) se prepararon con diferentes cantidades de solvente para evaluar su comportamiento, observando un aumento en su entalpía de fusión. Se seleccionaron las muestras con mejor respuesta tomando como parámetros la entalpía de fusión y mayor exfoliación. Los MEPCM se caracterizaron mediante SEM, difracción de Rayos X (DRX) para calcular el espacio interlaminar y el espesor de las muestras, y calorimetría diferencial de barrido (DSC) para calcular que muestra tiene mayor entalpía de fusión, notando que aumenta el porcentaje de encapsulamiento si se aumenta la cantidad de solvente. Se concluyó que entre mayor cantidad de solvente tengan los encapsulados, mayor será su entalpía de fusión y entre mayor concentración de nanomateriales de carbono tengan los encapsulados, mayor será su entalpía de fusión.

## Índice

<b>CAPITULO 1.</b>	<b>introducción</b>	<b>7</b>
1.1	Marco teórico	8
1.1.1	Materiales de carbono	10
1.1.2	PCM inorgánicos: sales hidratadas	12
1.1.3	PCM orgánicos: parafinas, ácidos grasos y mezclas orgánicas	12
1.1.4	Parafinas	13
1.1.5	Ácidos grasos	14
1.1.6	Mezclas de ácidos grasos	14
1.1.7	Principales características para cumplir por un PCM para almacenamiento energético son	14
1.2	Estado del arte	17
1.3	Técnicas de caracterización	19
1.3.1	Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)	19
1.3.2	Técnica de Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)	20
1.3.3	Difracción de Rayos X	20
1.4	Planteamiento del problema	21
1.5	Objetivo	22
1.6	Hipótesis	22
1.7	Justificación del proyecto	22
1.8	Limitaciones y alcances	23
1.9	Centro de Investigación en Materiales Avanzados	23
<b>CAPITULO 2.</b>	<b>Metodología</b>	<b>25</b>
2.1	Preparación de grafito exfoliado con nanotubos de carbono	25
2.2	Encapsulado de materiales con cambio de fase	26
2.2.1	Impregnado del encapsulado con los nanomateriales	27
<b>CAPITULO 3.</b>	<b>Desarrollo del proyecto</b>	<b>27</b>

**CAPITULO 4. resultados y conclusiones** **29**

4.1 Conclusiones 37

4.2 Referencias 38

Índice de tablas

TABLA 1. Tabla de ventajas y desventajas de los PCM inorgánicos. 12

TABLA 2. Tabla de ventajas y desventajas de los PCM inorgánicos. 13

TABLA 3. Características de los nanotubos de carbono 25

TABLA 4. Contenido de muestras 25

TABLA 5. Composición de la mezcla 9 26

TABLA 6. Composición de cada encapsulado 27

TABLA 7. Composición del impregnado del encapsulado 27

TABLA 8. Datos para calcular el espacio interlaminar y el espesor de las muestras 31

TABLA 9. Tabla de las propiedades térmicas de los materiales microencapsulados 37

Índice de imágenes

ILUSTRACIÓN 1. Funcionamiento de materiales con cambio de fase (PCM). 8

ILUSTRACIÓN 2. Ácidos grasos, sal hidratada y parafina. 8

ILUSTRACIÓN 3. Ejemplo de material encapsulado. 9

ILUSTRACIÓN 4. Tipo de materiales con cambio de fase. 10

ILUSTRACIÓN 5. Conductividad térmica / difusividad térmica. 10

ILUSTRACIÓN 6. Imágenes SEM de (a) nanotubos de carbono y (b) grafito exfoliado. 11

ILUSTRACIÓN 7. Ejemplos de PCM en la industria alimentaria para conservar alimentos y bebidas, en el campo sanitario, para transporte y conservación de órganos. 15

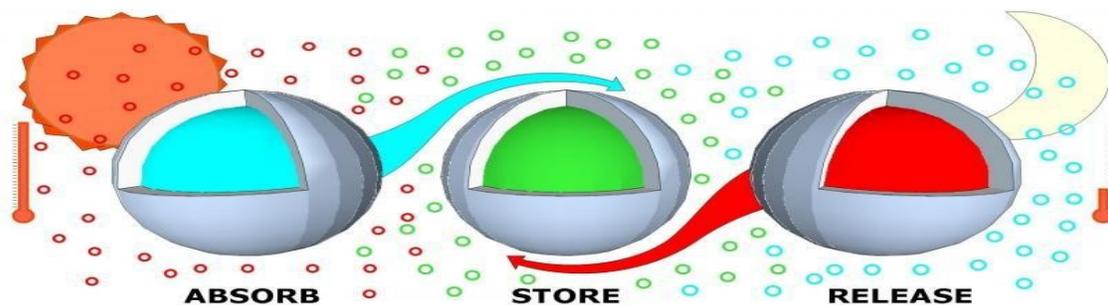
<u>ILUSTRACIÓN 8.</u>	<u>Imágenes SEM de MEPCM.</u>	<u>17</u>
<u>ILUSTRACIÓN 9.</u>	<u>Morfología SEM de MEPCM secos que contienen parafina.</u>	<u>18</u>
<u>ILUSTRACIÓN 10.</u>	<u>Sedes CIMAV.</u>	<u>24</u>
<u>ILUSTRACIÓN 11.</u>	<u>Muestras en el baño ultrasónico</u>	<u>27</u>
<u>ILUSTRACIÓN 12.</u>	<u>Sistema de preparación de la emulsión a) y el prepolímero b)28</u>	
<u>ILUSTRACIÓN 13.</u>	<u>Encapsulado después del proceso de lavado</u>	<u>28</u>
<u>ILUSTRACIÓN 14.</u>	<u>Impregnado del encapsulado A3 con la muestra 9</u>	<u>29</u>
<u>ILUSTRACIÓN 15.</u>	<u>Muestras de nanomateriales después del baño ultrasónico</u>	<u>30</u>
<u>ILUSTRACIÓN 16.</u>	<u>Difractogramas de las muestras de nanomateriales</u>	<u>31</u>
<u>ILUSTRACIÓN 17.</u>	<u>Muestra de referencia de los nanomateriales antes de la exfoliación a escala de 5<math>\mu</math> a) 2 <math>\mu</math> b) 1 <math>\mu</math> c) y 500nm d)</u>	<u>32</u>
<u>ILUSTRACIÓN 18.</u>	<u>Muestra de nanomateriales después de la exfoliación</u>	<u>33</u>
<u>ILUSTRACIÓN 19.</u>	<u>Microencapsulados de resina melamina-formaldeído</u>	<u>34</u>
<u>ILUSTRACIÓN 20.</u>	<u>Imágenes SEM de la muestra A1 con nanomateriales</u>	<u>35</u>
<u>ILUSTRACIÓN 21.</u>	<u>Gráficas DSC del encapsulado A1 a), A2 b), A3 c), A3-8 d), A3-6 e) y A3-4 f)</u>	<u>37</u>

## CAPITULO 1. INTRODUCCIÓN

Hoy en día, los edificios son los consumidores principales de la energía primaria del mundo, que son responsables de un cierto porcentaje de las emisiones de gases de efecto invernadero. El material de cambio de fase (PCM) es un tipo de material que experimenta un cambio de fase, en este caso de líquido a sólido, a una temperatura dentro del rango de confort térmico. Este tipo de material tiene la capacidad de almacenar grandes cantidades de energía en comparación con los materiales de construcción tradicionales que solo almacenan calor sensible. El almacenamiento de calor latente hace uso del calor endotérmico y exotérmico de los materiales de cambio de fase cuando se funden y solidifican. Los materiales con cambio de fase (PCM) pueden fluir y reaccionar con el entorno exterior cuando se usan directamente, y la tecnología de microencapsulación es una de las mejores soluciones para resolver estos problemas. Se planea encapsular melamina-formaldehído e impregnarlos con grafito y nanotubos de carbono exfoliado. Los PCM pueden fluir y reaccionar con el entorno exterior cuando se usan directamente. Para mejorar el desempeño térmico de material con cambio de fase microencapsulado (MEPCM), se emplean muchos rellenos o insertos de alta conductividad para mejorar la conductividad térmica de los materiales de cambio de fase como el grafito y nanotubos de carbono, entre otros.

## 1.1 Marco teórico

Los Materiales de Cambio de Fase son una de las formas más eficientes de almacenamiento térmico. Se conocen internacionalmente por su acrónimo en inglés PCM (Phase Change Material). Un material de cambio de fase (PCM) es aquel que experimenta un cambio de estado (sólido ↔ líquido ↔ gaseoso) a una temperatura determinada. La cantidad de calor necesario para aumentar un grado la temperatura de un material (calor sensible) es muy inferior a la que hace falta suministrar en el caso del calor latente. Los cambios producidos en los diferentes materiales debidos al calor latente se dan a una temperatura determinada que es característica de cada material (Ramirez, 2009).



**ILUSTRACIÓN 1. Funcionamiento de materiales con cambio de fase (PCM).**

Los materiales de cambio de fase líquido-sólido más comunes en el rango de temperaturas 20 °C y 80 °C son las ceras de parafina, sales hidratadas, mezclas eutécticas y ácidos grasos (Oliver et al., 2012).

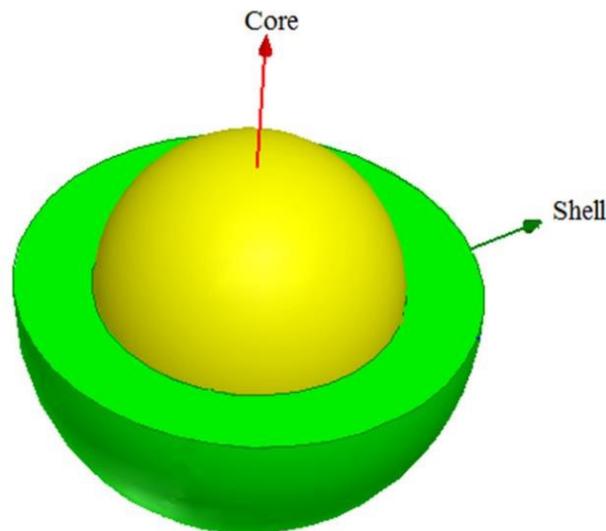
Las sales hidratadas son más baratas que las ceras de parafina y también están disponibles en el mercado, pero tienen algunas desventajas como las bajas temperaturas de fusión o la corrosión en contacto con metales (Oliver et al., 2012).



**ILUSTRACIÓN 2. Ácidos grasos, sal hidratada y parafina.**

Al poder estar el PMC en fase líquida es necesario su encapsulado para evitar pérdidas de material. Este encapsulado debe ser pequeño (micro encapsulado)

para evitar problemas de conductividad térmica además de para poder ser incorporados a materiales de construcción. Este recubrimiento debe ser resistente a los cambios de volumen, a las fugas y a la corrosión (*Materiales de Cambio de Fase Y Sus Utilidades - Eadic, 2014*).

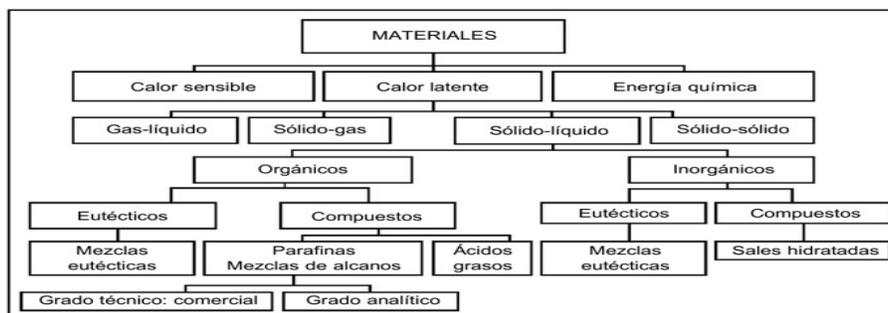


### ILUSTRACIÓN 3. Ejemplo de material encapsulado.

Los materiales de cambio de fase almacenan la energía en forma de calor latente, en un intervalo corto de temperatura. Su capacidad de almacenamiento es muy superior en comparación con el almacenamiento de energía en forma de calor sensible. Aprovechan toda la energía acumulada para que se produzca el cambio de fase. Las pérdidas energéticas también son limitadas (Oliver et al., 2012).

Gracias a esta propiedad se puede conseguir que las paredes o el suelo, por ejemplo, de una vivienda acumulen calor durante el día y que luego lo liberen cuando baja la temperatura. De esta manera se consigue estabilizar la temperatura en el interior de los edificios. Las viviendas construidas con muros de tapial de tierra comprimida son un buen ejemplo de ello. Pero claro un muro de este tipo y con cierto espesor tiene una gran inercia térmica debido a sus características constructivas y a las del propio material. No ocurre lo mismo, por ejemplo, con otro tipo de elementos constructivos más ligeros. Es aquí donde aparecen los materiales de cambio de fase que aumentan la capacidad de almacenar calor en elementos constructivos que “no la tienen”. La ventaja consiste en que se puede aumentar la inercia térmica de elementos ligeros o con poco espesor añadiendo materiales de cambio de fase, como por ejemplo en placas de

yeso laminado. Los materiales de cambio de fase añadidos acumularán energía en forma de calor latente (Oliver et al., 2012).



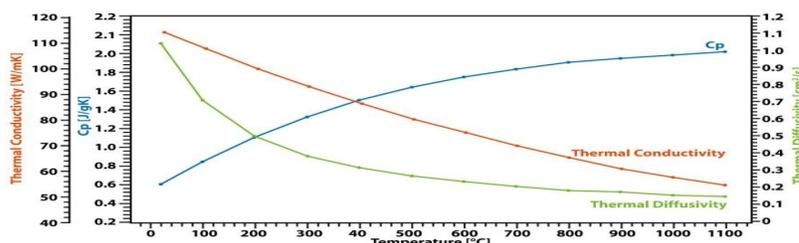
**ILUSTRACIÓN 4. Tipo de materiales con cambio de fase.**

El calor específico de un material representa la cantidad de calor que es necesario suministrar a un Kg de material para elevar su temperatura un grado. Esta es la definición de calor sensible.

El calor latente es la cantidad de energía que se guarda en un material cuando cambia su estructura molecular, su fase o su estado de hidratación.

### 1.1.1 Materiales de carbono

El grafito es una especie de carbono que se presenta como un sólido gris oscuro. Tiene gran resistencia química y se utiliza de muchas maneras, por ejemplo, como material catódico, material de construcción, componente de sensores y muchos más. Si se calienta, reacciona con el oxígeno dando lugar a monóxido de carbono o dióxido de carbono, pero puede alcanzar temperaturas muy altas si se calienta en un entorno inerte y libre de oxígeno, por lo que se utiliza en hornos de alta temperatura como material para hornos o incluso como calentador (LFA 1000 - Grafito - Conductividad Térmica / Difusividad Térmica | Linseis Messgeräte GmbH, 2021).



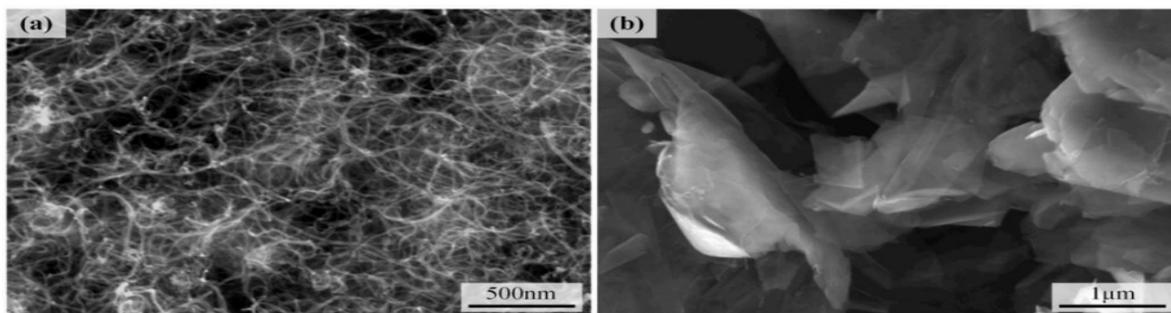
**ILUSTRACIÓN 5. Conductividad térmica / difusividad térmica.**

En la imagen anterior, se ha analizado una muestra de grafito en vacío utilizando un LFA 1000 (Laserflash Analyzer). La difusividad térmica se midió directamente

En varios pasos de temperatura entre RT y 1100°C. La capacidad calorífica específica se ha determinado utilizando un estándar de grafito conocido en una segunda posición de la muestra como referencia en la misma medición. El producto de la difusividad, el calor específico y la densidad da la conductividad térmica correspondiente. El resultado muestra una conductividad térmica lineal decreciente que es típica y una difusividad térmica que muestra una meseta por encima de los 500°C. El Cp aumenta ligeramente con la temperatura (*LFA 1000 - Grafito - Conductividad Térmica / Difusividad Térmica | Linseis Messgeräte GmbH, 2021*).

Los nanotubos de carbono (NTC) descubiertos en Japón por Sumio Iijima en el año 1991 son posiblemente el tipo de nanomaterial más prometedor y sofisticado que nos ofrece la nanotecnología. Entre las propiedades de los nanotubos de carbono tenemos que destacan por ser mucho más fuertes que el acero, mejor conductor térmico que cualquier otro material conocido y que pueden transportar la electricidad mejor que el cobre de la mayor calidad. Son las características más afectadas por la geometría y estructura de los tubos, de modo que prácticamente puede decirse que los nanotubos podrían fabricarse para ser aislantes, semiconductores o comportarse como un metal, de acuerdo con nuestra necesidad. Destaca su altísima conductividad, que puede llegar a ser de unos mil millones de amperes por centímetro cuadrado, ósea, mil veces superior a la de los alambres de cobre (*Nanotubos de Carbono (CNT), Definición, Tipos, Propiedades Y Uso, 2021*).

A continuación, se muestra la morfología de los nanotubos de carbono y grafito exfoliado (Rao et al., 2020).



**ILUSTRACIÓN 6. Imágenes SEM de (a) nanotubos de carbono y (b) grafito exfoliado.**

Se ha reportado que la conductividad térmica de los nanomateriales de carbono es de muy elevada, es de aproximadamente  $1000 \text{ W/m}^{-1} \text{ K}^{-1}$  (Yamaguchi et al.,

2019). También se ha reportado que no se degradan antes de por lo menos 2,800 grados Celsius en el vacío (750°C en presencia de aire) (*Nanotubos de Carbono (CNT), Definición, Tipos, Propiedades Y Uso, 2021*).

### 1.1.2 PCM inorgánicos: sales hidratadas

Estos materiales, como la sal de Glauber fueron muy estudiados en las primeras etapas de investigación de PCM, por su bajo coste y su capacidad de almacenamiento de grandes cantidades de calor por unidad de volumen, en comparación con las sustancias orgánicas, que las convierten en candidatos idóneos para sus múltiples aplicaciones en el ámbito del almacenamiento de energía solar.

TABLA 1. tabla de ventajas y desventajas de los PCM inorgánicos.

Ventajas	Desventajas
Generalmente baratos	El encapsulado y preparación para su uso ocasionan algunos problemas
Densidad de almacenamiento térmico elevada	Su uso prolongado necesita de aditivos
Elevada conductividad térmica	Son susceptibles de subenfriamiento
Temperatura de cambio de fase claramente definida	Los aditivos utilizados para evitar una fusión incongruente reducen su capacidad de almacenamiento latente por unidad de volumen en más de un 25%
No inflamables	Potencialmente corrosivos con algunos metales
Reciclables y biodegradables	

### 1.1.3 PCM orgánicos: parafinas, ácidos grasos y mezclas orgánicas

Los PCM orgánicos poseen unas características que los hacen muy útiles en su aplicación en determinados elementos constructivos para almacenamiento de calor latente. Son más estables químicamente que las sustancias inorgánicas,

funden y solidifican convenientemente, sin necesidad de agentes nucleadores (sustancia química para crear núcleos y formar cristales dentro del polímero) y no sufren subenfriamiento o histéresis (cuando el PCM líquido se enfría por debajo del punto de solidificación). No obstante, se ha demostrado que son más compatibles y adecuados para la adsorción en varios materiales constructivos. Aunque el coste inicial de un PCM orgánico es superior al de un inorgánico, su coste es competitivo (los ácidos grasos cuestan el doble que las parafinas).

TABLA 2. tabla de ventajas y desventajas de los PCM inorgánicos.

Ventajas	Desventajas
Fáciles de usar	Calor latente y entalpía más bajos
Estabilidad térmica y química	Baja conductividad térmica
No sufren subenfriamiento	Amplio rango de fusión
No necesitan agente nucleador para solidificar	Grandes cambios de volumen durante el cambio de fase
No corrosivos	Reacción potencial con hormigón
Reciclables y ecológicamente inocuos	Potencialmente combustibles
	Más caros

### 1.1.4 Parafinas

Las parafinas son esencialmente un alcano sólido refinado. Muestran dos rangos de enfriamiento: un rango más estrecho para un breve periodo de tiempo, y un rango más extenso que ocurre durante un periodo más amplio. Ambos se interpretan como una transición de líquido a amorfo-sólida y amorfo-sólida a cristalino-sólida, respectivamente. Parte del calor latente total de fusión se almacena en la sustancia durante cada una de estas transiciones. Es importante destacar la gran diferencia entre el rango de temperatura de congelación medido experimentalmente y los datos disponibles. El resultado es de gran importancia a la hora de diseñar y operar con sistemas LTES (Latent Thermal Energy Storage, sistemas de almacenamiento de calor latente), que exige un conocimiento exacto de la temperatura de cambio de fase del material de almacenamiento térmico.

Desde un punto de vista práctico de su aplicación en sistemas de calefacción y refrigeración pasiva, son más interesantes las parafinas comerciales y las ceras de parafina, debido a su temperatura de fusión.

### **1.1.5 Ácidos grasos**

Los ácidos grasos, derivados de productos animales y vegetales, están constituidos por una larga cadena alifática, más de 12 carbonos. Su cadena alquílica puede ser saturada o insaturada. Su forma general es:  $R - COOH$ , donde el radical  $R$  es una cadena alquílica larga. La mayoría de los ácidos grasos naturales posee un número par de átomos de carbono, esto es debido a que son biosintetizados a partir de acetato ( $CH_3CO_2$ ), el cual posee dos átomos de carbono. En general, muestran excelentes características térmicas (punto de fusión y congelación). El rango de temperatura refrigeración es grande, y no se produce subenfriamiento, aunque en algunos casos se han detectado (0.5 K). Estos materiales, sin embargo, no han suscitado mucho interés en cuanto a su uso en LTES por su elevado coste, pudiéndose utilizar en dispositivos especiales de almacenamiento de calor o frío (Oliver et al., 2012).

### **1.1.6 Mezclas de ácidos grasos**

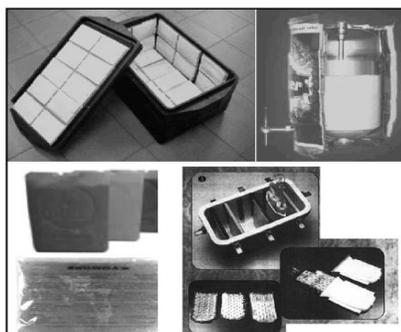
Las mezclas de ácidos grasos son más atractivas para fabricar y comercializar que las mezclas eutécticas. han investigado muchas composiciones basadas en los compuestos de ácidos grasos producidos por Henkel Canadá. Algunas mezclas con ácidos grasos desprenden un fuerte olor, por lo que se han desestimado para utilizarlos como PCM en los paneles. Algunos n-alcenos tienen cambio de fase en estado sólido (Oliver et al., 2012).

### **1.1.7 Principales características para cumplir por un PCM para almacenamiento energético**

Se ha reportado que los PCM tienen que cumplir ciertas características para el almacenamiento energético como la densidad del líquido y del sólido deben ser similares, y preferiblemente elevadas, para poder almacenar mayor cantidad de calor por unidad de volumen. También en la variación en el volumen en el cambio de fase debe ser bajo. Otra característica es evitar el problema de histéresis, subenfriamiento o retardo al inicio de la solidificación, como ocurre en los PCM inorgánicos, que se produce al no ceder el calor latente de un PCM pese a que su temperatura sea inferior al punto de congelación. Poseen suficiente tasa de cristalinización: en los PCM inorgánicos se necesitan agentes nucleadores aditivos para que comience a solidificar la sustancia. En el proceso de cambio de fase debe ser totalmente reversible y sólo dependiente de la temperatura. Deben ser químicamente estables en el tiempo evitando su descomposición y contaminación, no presentar segregación de fases, ser compatibles con los materiales de encapsulado y otros con los que esté en contacto: estabilidad química, para evitar

oxidación, descomposición térmica, hidrólisis, corrosión y otras reacciones, no deben ser inflamables y tienen que resistir al fuego, la temperatura de cambio de fase debe ser adecuada a cada aplicación particular, tiene que presentar una temperatura de fusión definida o, al menos, el cambio de fase debe producirse en un valor discreto (sustancia pura) o en un pequeño intervalo de temperaturas, tiene que poseer una gran capacidad de almacenamiento de calor sensible (calor específico) en estado sólido y líquido, elevada entalpía de cambio de fase, calor latente y poseer una alta conductividad térmica para facilitar la transferencia de calor (Oliver et al., 2012).

En general, los PCM tienen múltiples y variados usos, desde la electrónica (para mantener los dispositivos a una temperatura adecuada para su buen funcionamiento, hasta la botánica (protección térmica de plantas, para evitar heladas invernales). También se utilizan para transporte de mercancías, sensibles a los cambios de temperaturas (material sanitario), para la industria alimentaria, industria textil (especialmente en prendas deportivas para evitar hipotermias o hipertermias) tal y como se muestra en la ilustración 6 (Oliver et al., 2012).



### **ILUSTRACIÓN 7. Ejemplos de PCM en la industria alimentaria para conservar alimentos y bebidas, en el campo sanitario, para transporte y conservación de órganos.**

La oferta y demanda global de energía en la actualidad vuelven atractiva la búsqueda de nuevas formas más eficientes de transformar la energía. El almacenamiento de energía térmica de calor latente (Latent Heat Thermal Energy

Storage - LHTES), consiste en el desarrollo de materiales energéticos como sustancias que mediante el cambio de fase (Phase Change Material – PCM) almacenan o liberan energía térmica durante su proceso de fusión o congelación. La parafina y los ácidos grasos son considerados PCM orgánicos y son buenos candidatos para el LHTES ya que poseen estabilidad química y térmica. Sin

embargo, la cera de parafina muestra un comportamiento de filtración inconveniente al cambiar de fase, por lo cual se busca su empaquetamiento o encapsulación.

Los PCM se dividen en orgánicos, inorgánicos y compósitos, uno de los típicos PCM orgánicos es la cera de parafina que es muy efectiva por su buena estabilidad química, alto calor de fusión, resistencia a la corrosión, no toxicidad y bajo costo. Por otra parte, los PCM pueden filtrarse en su entorno durante el proceso LHTES si son aplicados directamente, estos problemas pueden ser superados utilizando una tecnología de encapsulación para producir así PCM microencapsulados (Microencapsulated Phase Change Material – MEPCM) con aplicaciones varias, en las cuales se requiere que los PCM tengan buenas características térmicas y resistencia mecánica para asegurar su estructura durante su uso (Oliver et al., 2012).

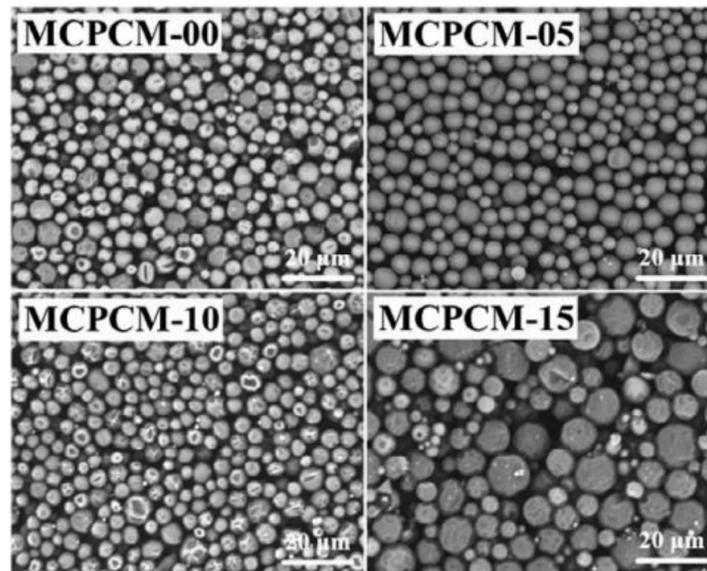
La técnica de microencapsulación consiste en confinar un núcleo (sólido o líquido) dentro de una membrana polimérica para protegerlo. Existen diversos métodos para llevar a cabo la microencapsulación, entre ellos los métodos químicos que implican reacciones de polimerización entre dos líquidos inmiscibles en una fase continua, a manera de emulsión/miniemulsión, suspensión, y policondensaciones interfaciales. Mediante la técnica de polimerización en suspensión se han podido encapsular diferentes PCM como ceras de parafina con poliestireno en diferentes relaciones como lo presentan Sánchez y col. demostrando que la polimerización es un método fácil, barato y robusto para la encapsulación de parafina (Oliver et al., 2012).

## 1.2 Estado del arte

En este apartado se detallan las investigaciones previas que se han llevado a cabo sobre materiales con cambio de fase (PCM) con melamina-formaldehído.

En la investigación de Li Zhang usaron Oxido de grafeno (OG) y Melamina Formaldehído (MF) para obtener una solución acuosa de prepolímero OG/MF porque los grupos funcionales que contienen oxígeno podían hacer que el OG fuera compatible con el prepolímero MF. Después agregaron la solución de prepolímero GO/MF a la emulsión de parafina para producir polimerización in situ. Desarrollaron con éxito un MEPCM muy novedoso con una relación de encapsulación bastante alta de PCM. Estos MEPCM están compuestos de parafina como núcleo y MF como cubierta, y GO actúa como una pantalla protectora adicional situada en la interfaz entre el núcleo y la cubierta (Zhang et al., 2017).

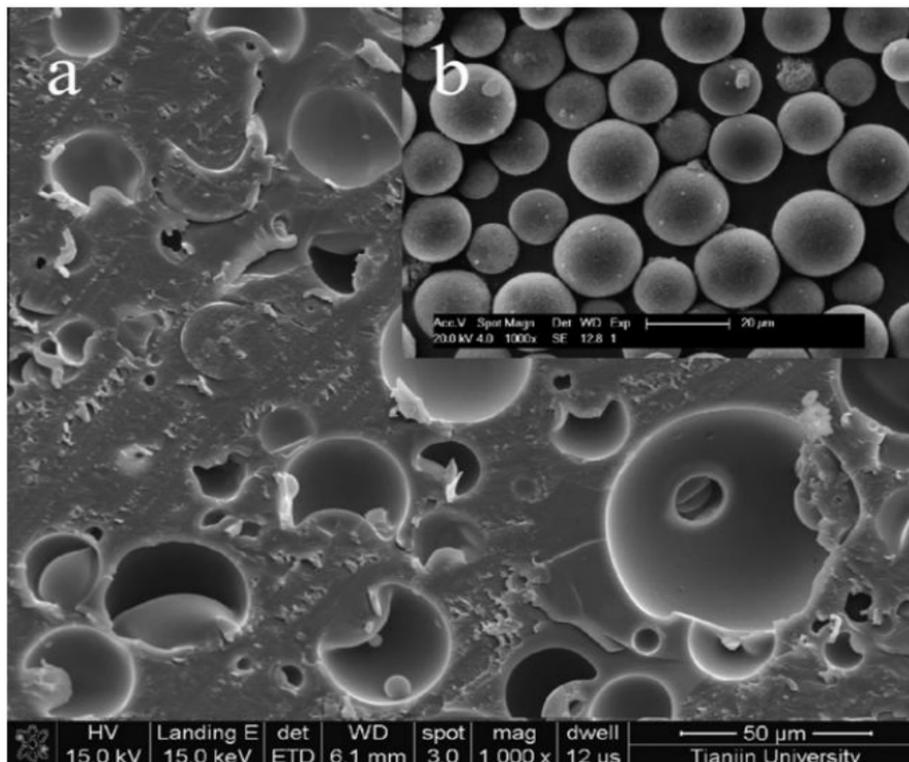
La Fig. 1 muestra las características morfológicas de los MEPCM con diferentes cantidades de GO, fotografiados por Microscopia electrónica de barrido (SEM). De acuerdo con las micrografías, todos los MEPCM están bien dispersos y tienen forma esférica (Zhang et al., 2017).



**ILUSTRACIÓN 8. Imágenes SEM de MEPCM.**

Jun-Feng Su encontró que la resina de melamina-formaldehído (MF), resina de urea formaldehído (UF), poliuretano (PU) y el poli (metacrilato de metilo) (PMMA) se seleccionan como materiales de cubierta de microcápsulas para la protección de los PCM. Utilizaron parafina como material PCM. El material de la cubierta era prepolímero melamina-formaldehído. Aplicaron copolímero de anhídrido maleico de estireno (SMA) como dispersante (Su et al., 2012).

El material con cambio de fase microencapsulado (microPCM) tiene forma de globo regular con una superficie lisa, la fig. a muestra la morfología SEM de la sección transversal de microPCM secos incrustados en resina epoxi. Todos los microPCM aún mantienen el global regular después del secado. En la Fig. b se puede observar que su diámetro medio es de unos 20  $\mu\text{m}$  (Su et al., 2012).



**ILUSTRACIÓN 9. Morfología SEM de MEPCM secos que contienen parafina.**

La cubierta de resina MMF de los MEPCM era compacta y suave con forma global, el grosor de la cubierta no se vio afectado por la relación núcleo-cubierta y la velocidad de agitación de la emulsión. Además, las pruebas de calorimetría

diferencial de barrido (DSC) indicaron que las cubiertas de los MEPCM no afectaron demasiado la temperatura de cambio de fase de la parafina pura. Una

mayor relación de peso de la carcasa de los MEPCM podría mejorar la estabilidad térmica y proporcionar una condición más compacta para el material del núcleo (Su et al., 2012).

Se utilizó melamina-formaldehído ya que es un material termoendurecible duro, Luz Sánchez-Silva expuso que el proceso de polimerización en suspensión se rige por múltiples mecanismos simultáneos, como la coalescencia y ruptura de partículas, la nucleación secundaria y la difusión de monómero a la interfaz. El efecto colectivo de estos mecanismos confiere el tamaño, la estructura y las propiedades superficiales a las microcápsulas (Sánchez-Silva et al., 2010).

## 1.3 Técnicas de caracterización

### 1.3.1 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

La Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), es una técnica que analiza el cambio de la Capacidad Calórica de un material ( $C_p$ ) con la temperatura. Una muestra de masa conocida es calentada o enfriada y los cambios en su capacidad calórica se siguen como cambios en el flujo de calor. Los datos se obtienen como entradas diferenciales de calor en función de la temperatura (Vásconez, 2017). La capacidad calorífica y del contenido de calor de un material (entalpía) se utilizan para estimar la eficiencia del proceso. Vale indicar que prácticamente todos los materiales pueden analizarse con DSC (Vásconez, 2017).

Entre las diversas utilidades de la técnica de DSC se pueden destacar las siguientes (Vásconez, 2017):

- Medidas de capacidad calorífica aparente (fenómenos de relajación estructural)
- Determinación de temperaturas de transformación o de transición como: transición vítrea, temperatura de transición ferro/para magnética (temperatura de Curie), fusión, cristalización, sublimación, ebullición, descomposición, isomerización, transformaciones polimórficas, entre otras.
- Estabilidad térmica de materiales

### 1.3.2 Técnica de Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)

El microscopio electrónico de barrido (SEM, utiliza electrones en lugar de luz para formar una imagen). Para lograrlo, el equipo cuenta con un dispositivo (filamento) que genera un haz de electrones para iluminar la muestra y con diferentes detectores se recogen después los electrones generados de la interacción con la

superficie de esta para crear una imagen que refleja las características superficiales de la misma, pudiendo proporcionar información de las formas, texturas y composición química de sus constituyentes. Al incidir el haz de electrones sobre la muestra, interactúa con ella y se producen diversos efectos que serán captados y visualizados en función del equipo que utilicemos (Caballero, 2017).

Las aplicaciones del Microscopio electrónico de barrido son muy variadas, y van desde la industria petroquímica o la metalurgia hasta la medicina forense. Sus análisis proporcionan datos como textura, tamaño y forma de la muestra. Entre las áreas de aplicación de esta técnica, se pueden mencionar (Caballero, 2017) el estudio y caracterización microestructural de materiales la identificación, análisis de fases cristalinas y transiciones de fases en diversos materiales tales como metales, cerámicos, materiales compuestos, semiconductores, polímeros y minerales, también la composición de superficies y tamaño de grano además de la valoración del deterioro de materiales, determinación del grado de cristalinidad y presencia de defectos, de igual manera la identificación del tipo de degradación y control de calidad: En este campo, el microscopio electrónico de barrido es de gran utilidad para el seguimiento morfológico de procesos y su aplicación en el control de calidad de productos de uso y consumo.

### 1.3.3 Difracción de Rayos X

La Difracción de Rayos X está basada en las interferencias ópticas que se producen cuando una radiación monocromática atraviesa una rendija de espesor comparable a la longitud de onda de la radiación. Los Rayos X tienen longitudes de onda de Angstroms, del mismo orden que las distancias interatómicas de los componentes de las redes cristalinas. Al ser irradiados sobre la muestra a analizar, los Rayos X se difractan con ángulos que dependen de las distancias interatómicas. El método analítico del Polvo al Azar o de Debye-Scherrer consiste en irradiar con Rayos X sobre una muestra formada por multitud de cristales

colocados al azar en todas las direcciones posibles. Para ello es aplicable la Ley de Bragg:  $n\lambda = 2d \cdot \sin\theta$ , en la que “d” es la distancia entre los planos interatómicos que producen la difracción (de, 2022). La difracción de rayos-x es un método de alta tecnología no destructivo para el análisis de una amplia gama de materiales, incluso fluidos, metales, minerales, polímeros, catalizadores, plásticos, productos farmacéuticos, recubrimientos de capa fina, cerámicas y semiconductores. La aplicación fundamental de la Difracción de Rayos X es la identificación cualitativa de la composición mineralógica de una muestra cristalina (de, 2022). Otras aplicaciones son el análisis cuantitativo de compuestos cristalinos, la determinación de tamaños de cristales, la determinación del coeficiente de dilatación térmica, así como cálculos sobre la simetría del cristal y en especial la asignación de distancias a determinadas familias de planos y la obtención de los parámetros de la red (de, 2022).

La ecuación de Scherrer, en difracción de rayos X y cristalografía, es una fórmula que relaciona el tamaño de los cristalitas submicrométricos en un sólido con el ensanchamiento de un pico en un patrón de difracción. A menudo se lo denomina, incorrectamente, una fórmula para la medición o el análisis del tamaño de partículas. Lleva el nombre de Paul Scherrer. Se utiliza en la determinación del tamaño de cristales en forma de polvo, se puede escribir como:  $\tau = k \cdot \lambda / \beta \cdot \cos \theta$ , en la que “ $\tau$ ” es el tamaño medio de los dominios ordenados (cristalinos), k es un factor de forma adimensional,  $\lambda$  es la longitud de onda,  $\beta$  es la línea que se ensancha a la mitad de la intensidad máxima (FWHM) y  $\theta$  es el Angulo de Bragg.

## 1.4 Planteamiento del problema

El grafito y nanotubos de carbono exfoliados proporcionan un efecto sinérgico en la mejora de la conductividad térmica, se utilizaron para optimizar el proceso experimental de los microencapsulados. La absorción de la radiación solar de los materiales utilizados anteriormente no es tan eficiente, ya que la carga de energía que reciben disminuye y la tasa de descarga de los materiales de cambio de fase microencapsulados (MEPCM) debido a su baja conductividad térmica. La evaluación de la cantidad de solvente en la emulsión puede mejorar el desempeño térmico de los microencapsulados, y la impregnación de éstos con el grafito exfoliado con nanotubos de carbono pueden mejorar su desempeño al elevar su absorción de calor.

## 1.5 Objetivo

Mejorar la metodología de la síntesis del encapsulamiento de los materiales con cambio de fase para aumentar sus propiedades, rendimiento y almacenamiento. Evaluar la cantidad de solvente en la emulsión, así como evaluar el efecto de la impregnación de los microencapsulados con grafito exfoliado con nanotubos de carbono.

## 1.6 Hipótesis

La cantidad de solvente en la emulsión que contiene al material con cambio de fase influye en las características y el desempeño térmico de los microencapsulados obtenidos. La impregnación de grafito exfoliado y nanotubos de carbono también influye en el desempeño térmico de éstos.

## 1.7 Justificación del proyecto

Los materiales de cambio de fase cuando se encapsulan con los polímeros disminuyen su conductividad térmica ya que no es conductor, por eso se incorporan los nanomateriales de carbono que serían el grafito y los nanotubos de carbono para mejorar la conductividad térmica, y no demore en pasar la energía térmica del exterior hacia el interior de la capsula. Las microcápsulas con núcleo de dodecanol y cubierta de resina de melamina-formaldehído (MF) modificada por grafito exfoliado y nanotubos de carbono (CNT) se prepararon mediante polimerización. Una forma más eficiente de reducir el consumo de energía para la calefacción o refrigeración en los espacios es aumentar la inercia térmica de un edificio. De esta manera, las temperaturas interiores son menos sensibles a las variaciones de la temperatura exterior y se requiere menos energía para mantenerlas en el rango de confort térmico. Ayudan a solucionar el aumento de demanda de los consumidores para mejorar la eficiencia energética y regulación térmica. Los PCM es normalmente una parafina o ácido graso que absorbe y desprende calor con el objetivo de mantener una temperatura definida.

## 1.8 Limitaciones y alcances

### Limitaciones

- El tiempo corto para desarrollar el proyecto de 4 meses de la estadía.
- El tiempo de espera para poder caracterizar las muestras debido a que el centro oferta servicios externos a los que se da prioridad, aunado a la lista de servicios internos.
- El tiempo largo de algunas pruebas como los ciclos térmicos, por lo que éstos se realizarán en un proyecto futuro.

### Alcances

- Los sistemas híbridos planteados sean fáciles de obtener en un solo paso sin afectar sus características estructurales.
- Se evaluará un factor de la síntesis del encapsulado de materiales con cambio de fase que afectan su capacidad de almacenamiento de energía térmica.
- Se evaluará el efecto de la impregnación de nanomateriales de carbono a los encapsulados determinando su entalpía de fusión.

## 1.9 Centro de Investigación en Materiales

### Avanzados

El Centro de Investigación en Materiales Avanzados, CIMAV, es una de las 27 instituciones coordinadas por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, CONACYT. Fue creado el 25 de octubre de 1994 en la ciudad de Chihuahua, Chihuahua, lugar donde se encuentra ubicada su sede principal (CIMAV, 2015).

La institución cuenta con dos subsedes ubicadas en Monterrey, Nuevo León, y en Durango, Durango, además de una oficina de representación establecida en Ciudad Juárez, Chihuahua (CIMAV, 2015).

Dentro de las áreas de su competencia están materiales, energía y medio ambiente. Sus objetivos estratégicos son:

- Generar conocimiento científico y tecnológico pertinente y de calidad, para su aprovechamiento por los sectores productivo, académico y social.
- Formar recursos humanos de excelencia, en las áreas de Materiales, Energía y Medio Ambiente, a través de programas de posgrado.

Transferir el conocimiento generado en los ámbitos de competencia del Centro al sector productivo, académico y social.



### ILUSTRACIÓN 10. Sedes CIMAV.

El CIMAV colabora con universidades nacionales e internacionales en la formación de recursos humanos de excelencia logrando obtener un importante récord de egresados que se desempeñan en el sector productivo dentro del ámbito de su profesión. Además, ofrece

servicios a la micro, pequeña, mediana y gran empresa nacional y extranjera, a la industria de exportación, así como al sector paraestatal.

Actualmente el Centro de Investigación en Materiales Avanzados se posiciona como una institución líder en su ramo a nivel nacional y busca proyección para ser un referente mundial en las ramas de su competencia.

#### Misión

Realizar investigación científica, desarrollo tecnológico, innovación y formación de recursos humanos con criterios de excelencia, en las áreas de Materiales, Energía y Medio Ambiente, para contribuir a impulsar el desarrollo sustentable del país.

#### Visión

Ser un centro de clase mundial que eleve el nivel científico, tecnológico y de innovación del ámbito regional y nacional, en las áreas de Materiales, Energía y Medio Ambiente.

## CAPITULO 2. METODOLOGÍA

### 2.1 Preparación de grafito exfoliado con nanotubos de carbono

Para la preparación de muestras de nanomateriales de carbono (NMC) se utilizaron una relación de polvos: Grafito sintético y nanotubos de carbono (NTC's) 70:30. Algunas muestras llevaban polivinilpirrolidona (PVP). Se utilizó nanotubos de carbono de multicapa con las siguientes características:

TABLA 3. Características de los nanotubos de carbono

Diámetro externo	Longitud	Pureza	Ceniza
20-30nm	10-30 $\mu$	>95wt%	<1.5wt%

A continuación, en la siguiente tabla se muestra la lista de solvente utilizado como medio de dispersión de 100 mg de polvos grafito-nanotubos utilizando una relación 70:30.

TABLA 4. Contenido de muestras

Solvente en 40 mL	Relación % volumen	Cantidad de PVP
1) Agua-etanol	30:70	
2) Agua-etanol	60:40	
3) Agua-PVP	100	0.8 g
4) Etanol-PVP	100	0.8 g
4B) Etanol-PVP (agitación magnética)	100	0.8 g
5) Agua-etanol-PVP	30:70	0.8 g
6) Agua-etanol-PVP	60:40	0.8 g
7) Agua	100	
7B) Agua	100	
8) Etanol	100	

La muestra 7 se sónico durante 80 minutos y la muestra 7B si se sónico 15 minutos. Se descartaron las muestras: 1, 3, 5 y 7, porque no se lograron dispersar bien ya que se veía a simple vista la separación de fases y no se notaba una buena exfoliación. Pero al mezclar las muestras 1, 3 y 5 se observó que se había dispersado mejor que por separadas, así que se decidió preparar 500mg, con 1.5% de PVP. A esta muestra se le denominó muestra 9.

TABLA 5. Composición de la mezcla 9

Solvente en 200 mL	Cantidad de PVP
Agua-etanol-PVP	2.77 g

En la tabla 3 se presentan las muestras donde se les adicionó un surfactante en diferentes cantidades para evaluar su capacidad de incrementar la dispersión del grafito con los nanotubos de carbono. Las muestras se prepararon con agua-etanol, algunas solo contenían agua y otras solo etanol.

Todas las muestras se metieron al baño ultrasónico durante 80 minutos. Al finalizar de sonicar en el baño ultrasónico se filtraron las muestras que tenían PVP con agua destilada y de agua-etanol a una relación 50:50 a una temperatura de 50°C, después se secaron las muestras a una temperatura de 50°C. El resto solo se filtraron porque no contenían PVP y secaron a la misma temperatura. Después se molieron todas las muestras para convertirlas en polvo y se almacenaron para su caracterización en Difracción de Rayos X.

## 2.2 Encapsulado de materiales con cambio de fase

Para la técnica de encapsulado de dodecanol en este trabajo se utilizó la técnica reportada por Zhifang Liu que consta de un prepolímero y emulsión. Para la preparación del prepolímero se incorporaron 10 g de melamina y 21.5 g de formaldehído en un vaso de precipitado de 150 mL, se calentó a 70°C hasta que la mezcla se volvió transparente, después se le añadió trietanolamina para ajustar el pH a 8-9. Para la emulsión se utilizó un matraz de 3 bocas de 250 mL al cual se le agregaron 25 g de dodecanol, 30 g de agua destilada y 2.5 g de SMA1000HNa, se agitó durante 3 horas a 70°C, después se ajustó el pH a 3-4 con ácido cítrico. por consiguiente, se agregó el prepolímero a la emulsión por goteo y se agitó durante 3 horas. Después se prepararon 2 encapsulados más, variando la cantidad de solvente en la emulsión uno contenía 60 mL y el otro 90 mL de agua destilada. Al finalizar se filtraron con de agua destilada a 50°C y agua-etanol con una relación 50:50 a 50°C, y se secaron a 40°C. (Zhifang Liu, 2019) en la siguiente tabla se muestra la nomenclatura de las muestras preparadas.

TABLA 6. Composición de cada encapsulado

	Muestra A1	Muestra A2	Muestra A3
Melamina (g)	10	10	10
Formaldehído (g)	21.5	21.5	21.5
SMA (g)	2.5	2.5	2.5
Agua destilada (g)	30	60	90

### 2.2.1 Impregnado del encapsulado con los nanomateriales

Para impregnar el encapsulado con la muestra 9 a 8%, 6% y 4%, se utilizaron 200 mg del encapsulado A3 y la muestra 9 previamente sonicada 30 minutos en un vaso de precipitado con 10 mL de etanol. Después se agitaron por 3 minutos a 300rpm y se secaron a 55°C.

TABLA 7. Composición del impregnado del encapsulado

	% de la muestra 9	Etanol (mL)	Mezcla 9 (g)	Encapsulado (g)
A3-8	8	10	0.018	0.2
A3-6	6	10	0.013	0.2
A3-4	4	10	0.009	0.2

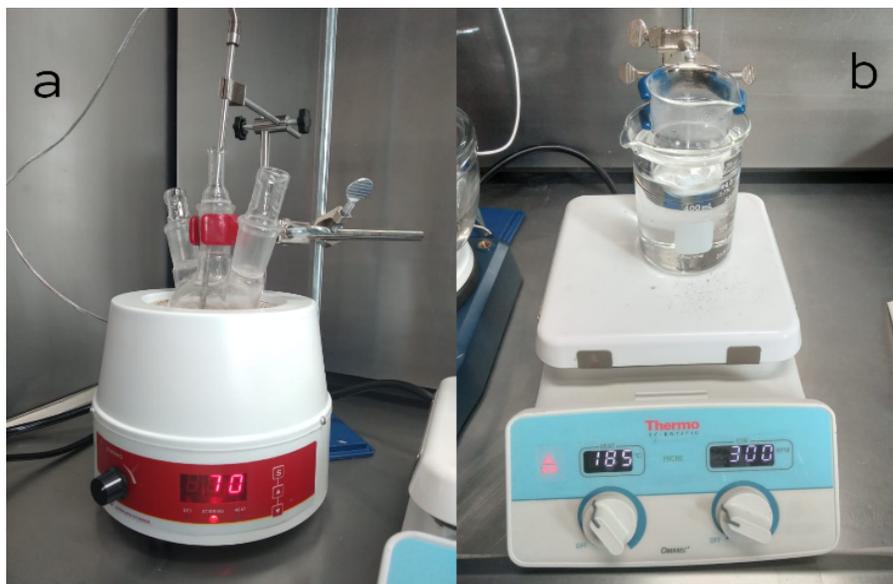
## CAPITULO 3. DESARROLLO DEL PROYECTO

Se inicio introduciendo las muestras de los nanomateriales de carbono (grafito y nanotubos de carbono), algunos contenían polivinilpirrolidona (PVP), etanol y/o agua al baño ultrasónico durante 80 minutos para exfoliarse.



ILUSTRACIÓN 11. Muestras en el baño ultrasónico

En la segunda parte del proyecto se preparó el prepolímero y la emulsión para dar como resultado el encapsulado, para después impregnarse con los nanomateriales.



**ILUSTRACIÓN 12. Sistema de preparación de la emulsión a) y el prepolímero b)**

El encapsulado se filtró con 200 mL de agua y 200 mL de agua-etanol con una relación 50:50, lavó y calentó a 40°C.



**ILUSTRACIÓN 13. Encapsulado después del proceso de lavado**

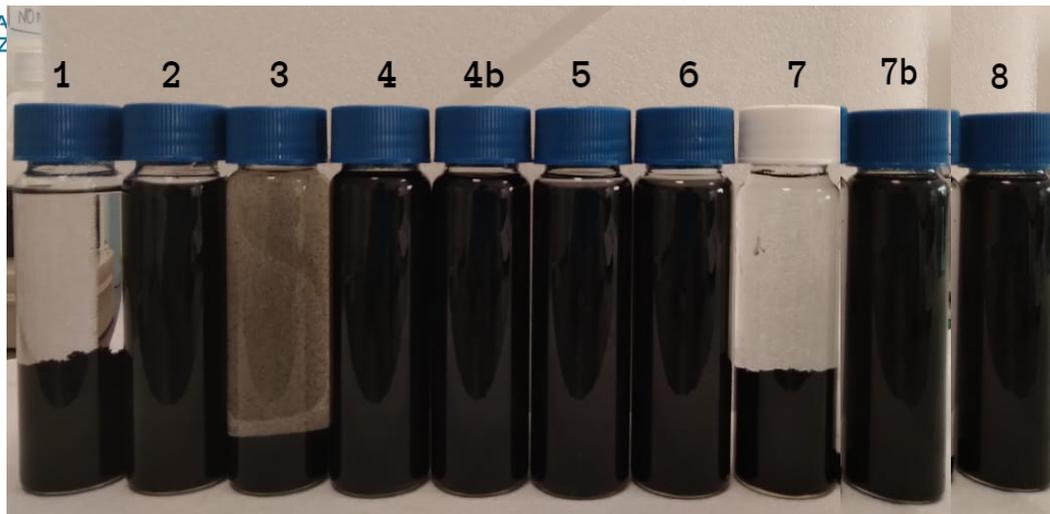
Se impregnó el encapsulado con los nanomateriales a diferentes concentraciones de nanomateriales de carbono: 8%, 6% y 4%. Después se les asignó la nomenclatura de A3-8, A3-6 y A3-4.



ILUSTRACIÓN 14. Impregnado del encapsulado A3 con la muestra 9

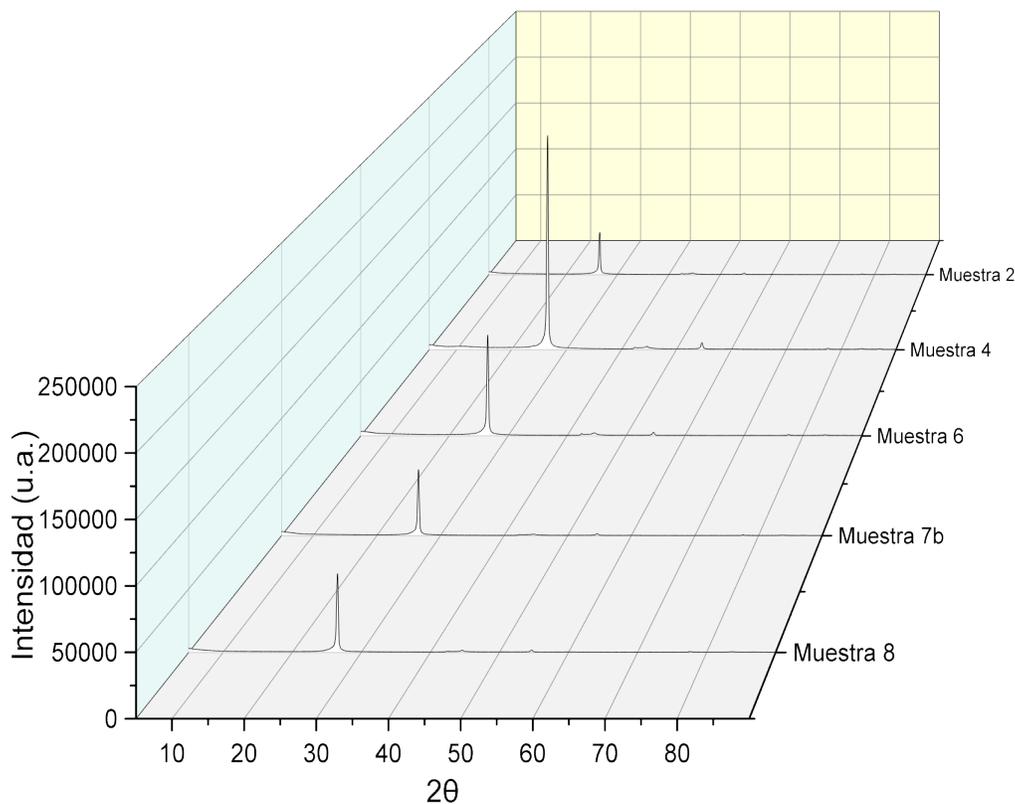
## CAPITULO 4. RESULTADOS Y CONCLUSIONES

De acuerdo con la tabla 3 en donde se menciona que se utilizaron agua-etanol y algunos se les adicionó el surfactante PVP se pudo observar que algunas de estas mezclas presentaron separación de fases. También se observó que las muestras 2, 4, 4B, 5, 6, 7b y 8 presentaron estabilidad por lo que se consideraron para análisis.



**ILUSTRACIÓN 15. Muestras de nanomateriales después del baño ultrasónico**

Se utilizó el programa Originpro2021b para graficar las difracciones de rayos x y así calcular el espacio interlaminar. Después del proceso de exfoliación, en la figura 16 se muestran los difractogramas de las muestras 2, 4, 6 7b y 8, en donde se observa el pico pronunciado del plano 0, 0, 2 de los materiales de carbono. A través de la ley de Bragg se calculó el tamaño del espacio interlaminar de las muestras seleccionadas y con los resultados del espacio interlaminar se procedió a calcular el espesor de cada muestra a través de la ecuación de Scherrer. Se tomó como referencia la muestra 7b, de acuerdo con el análisis de estas 2 ecuaciones se muestra a continuación la gráfica de donde se obtuvieron los datos para hacer la tabla que se muestra a continuación con los siguientes resultados.



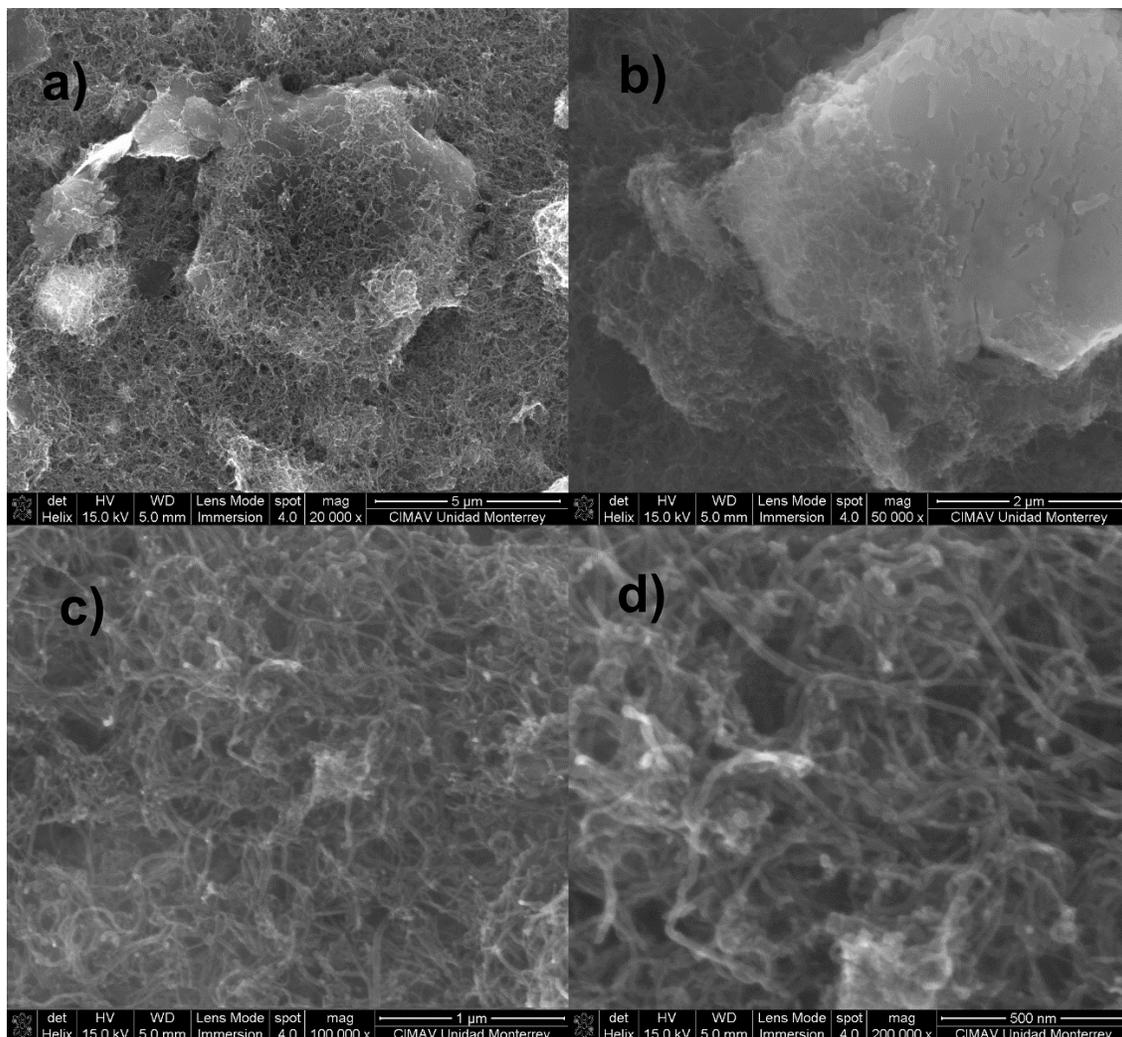
**ILUSTRACIÓN 16. Difractogramas de las muestras de nanomateriales**

TABLA 8. Datos para calcular el espacio interlaminar y el espesor de las muestras

Muestra	Muestra 8	Muestra 7b	Muestra 6	Muestra 4	Muestra 2
$2\theta$	26.58	26.54	26.54	26.58	26.58
$\theta$	13.29	13.27	13.27	13.29	13.29
Espacio interlaminar (nm)	0.33	0.33	0.33	0.33	0.33
$\tau$ (espesor de la muestra nm)	27.48	26.78	25.85	25.18	25.60

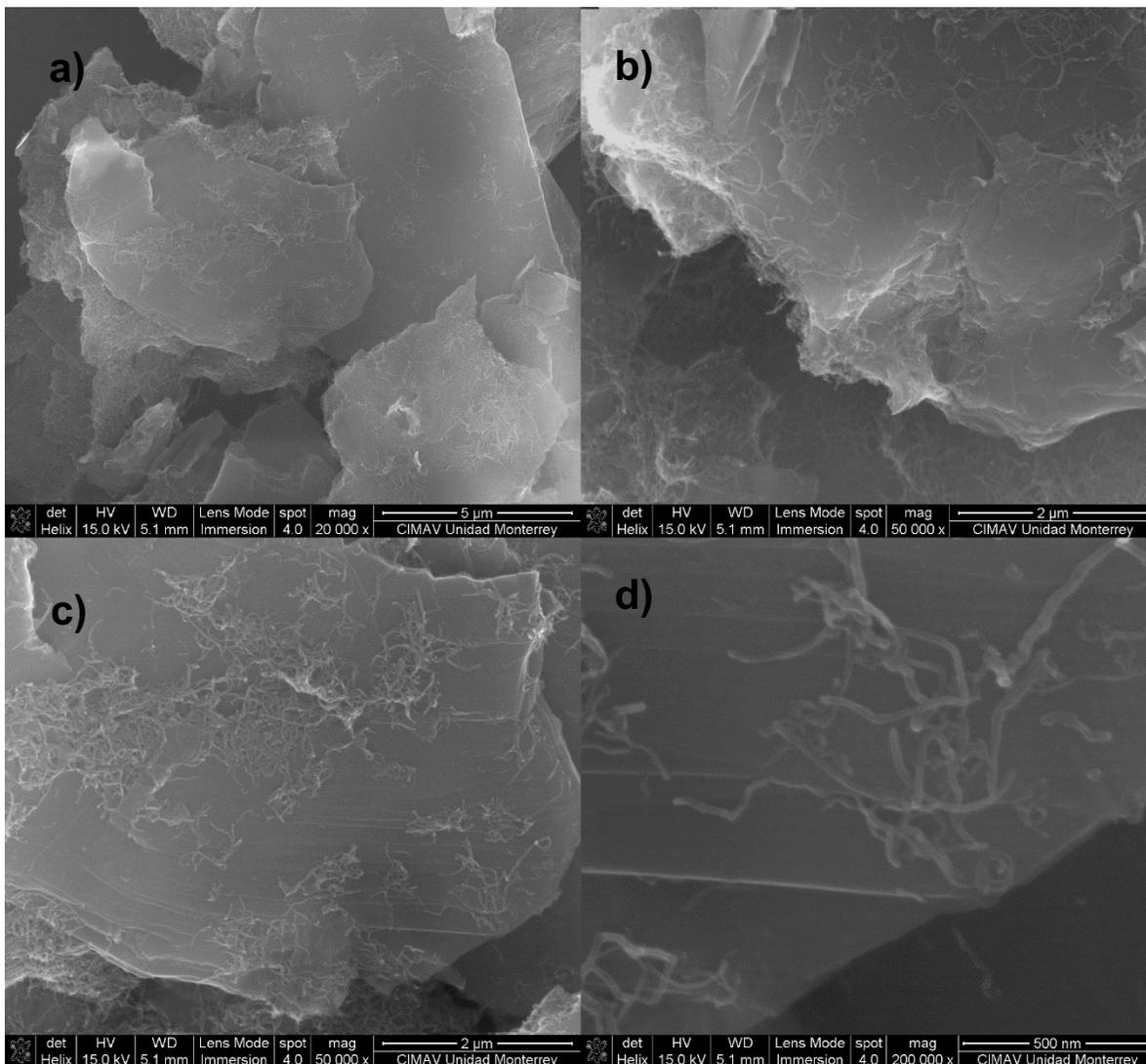
De acuerdo con los resultados anteriores se pueden observar que la muestra 7b de referencia presenta un espesor de 26.78 nm como muestra la tabla anterior y la muestra 4 presentó un menor espesor por lo que tiene un mayor proceso de exfoliación.

En la siguiente figura se puede observar las micrografías de la muestra 7b de grafito con nanotubos de carbono la cual se denominó referencia donde se muestra a los nanomateriales antes del proceso de exfoliación. Se alcanza a observar cómo los nanotubos de carbono están aglomerados.



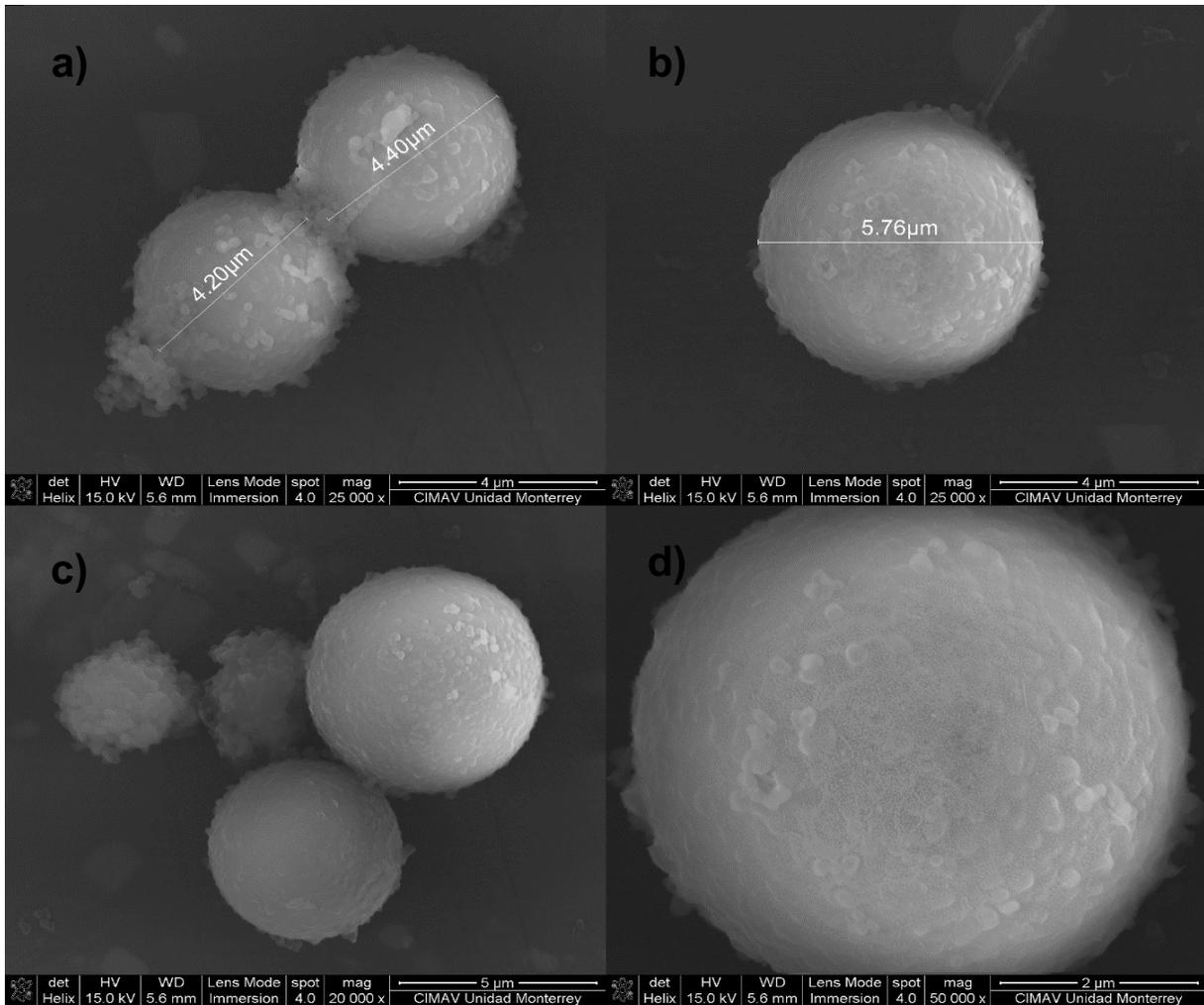
**ILUSTRACIÓN 17. Muestra de referencia de los nanomateriales antes de la exfoliación a escala de 5  $\mu$  a) 2  $\mu$  b) 1  $\mu$  c) y 500nm d)**

En la siguiente figura se puede ver las micrográficas de los nanomateriales ya exfoliados donde los nanotubos de carbono se logran ver dispersos en el grafito que están varias capas sobre otras y los nanotubos están sobre el grafito. Solo se seleccionó una muestra ya que fue la que mayor grado de exfoliación de acuerdo con los resultados del DRX.



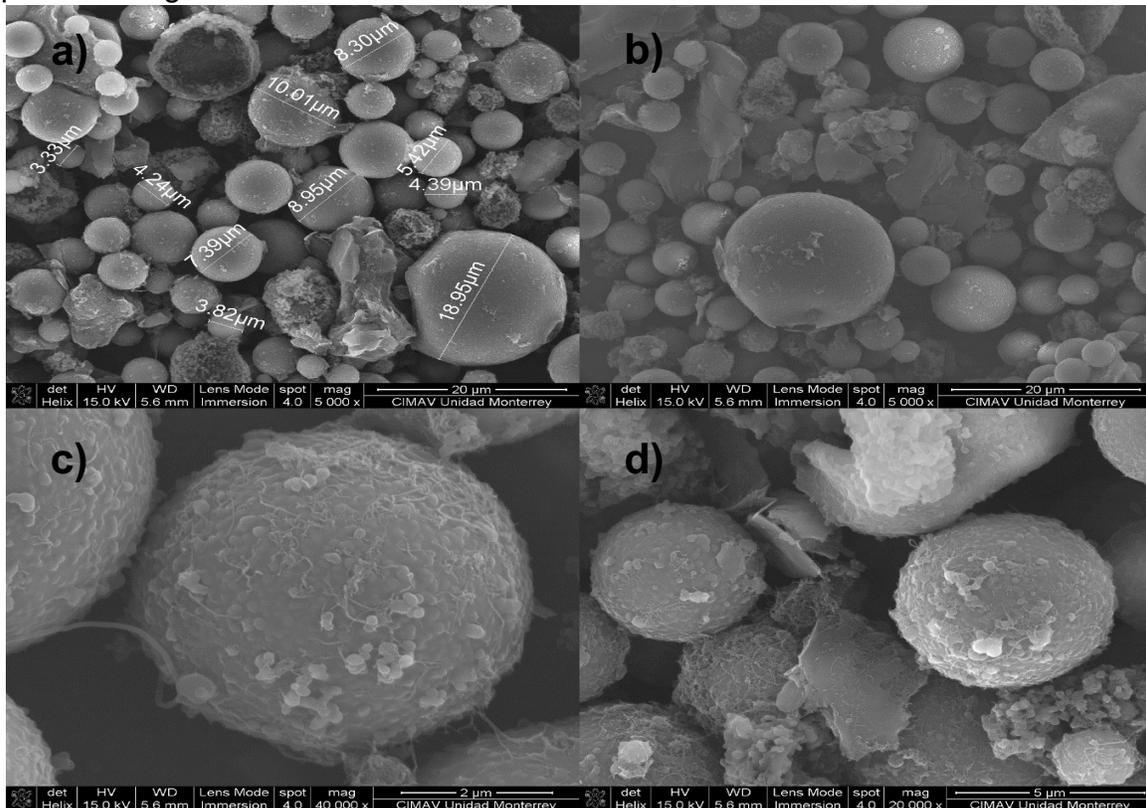
**ILUSTRACIÓN 18. Muestra de nanomateriales después de la exfoliación a 5 $\mu$  a), 2 $\mu$  b), 2 $\mu$  c) y 500nm d)**

En la siguiente figura se muestran los microencapsulados de dodecanol con una coraza de resina melamina-formaldehído en donde se pueden observar esferas regulares. También se ven residuos de resina melamina-formaldehído y realizando diferentes mediciones se puede observar que hay microencapsulados con un tamaño de  $4\mu$  y  $6\mu$  aproximadamente.



**ILUSTRACIÓN 19. Microencapsulados de resina melamina-formaldehído a  $4\mu$  a),  $4\mu$  b),  $5\mu$  c) y  $2\mu$  d)**

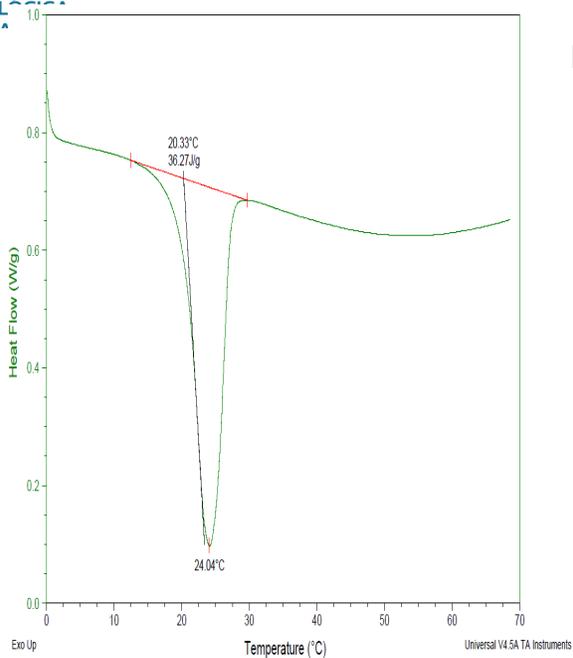
Después de encapsular el material con cambio de fase, los materiales resultantes presentan una estructura esférica regular, tienen un diámetro entre  $3\mu$  y  $20\mu$ . Algunos nanotubos se pueden ver explícitamente en la figura, así como pequeños residuos de los materiales microencapsulados de resina melamina-formaldehído que no se lograron formar.



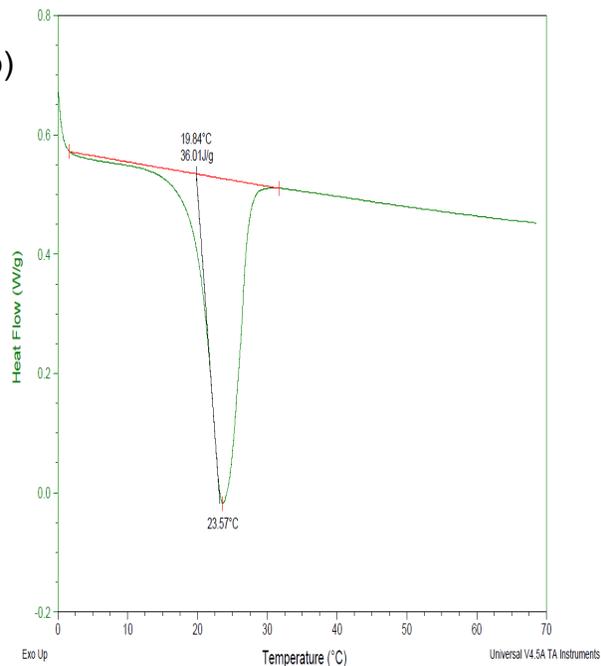
**ILUSTRACIÓN 20. Imágenes SEM de la muestra A1 con nanomateriales a  $20\mu$  a)  $20\mu$  b)  $2\mu$  c) y  $5\mu$  d)**

En las siguientes gráficas se puede observar la temperatura de inicio de fusión, la temperatura máxima, y la entalpía de fusión obtenidas con el programa TA Universal Analysis. Se observó de los 3 encapsulados que la muestra A3 mostraba una mayor entalpía de fusión por eso se seleccionó para impregnarla con los nanomateriales de carbono, pero al momento de incorporarle los nanomateriales se observaba que disminuye su entalpía de fusión. En la siguiente tabla se muestran la temperatura inicial, máxima, entalpía de fusión y porcentaje del material encapsulado utilizando la fórmula  $Er\% = \frac{\Delta H_{MEPCMS}}{\Delta H_{Dodecanol}} \times 100$ . Donde Er es el porcentaje de encapsulación,  $\Delta H_{MEPCMS}$  es la entalpía de fusión del material microencapsulado y  $\Delta H_{Dodecanol}$  es la entalpía de fusión del dodecanol que tiene un valor de  $126.2 \text{ J/g}$ .

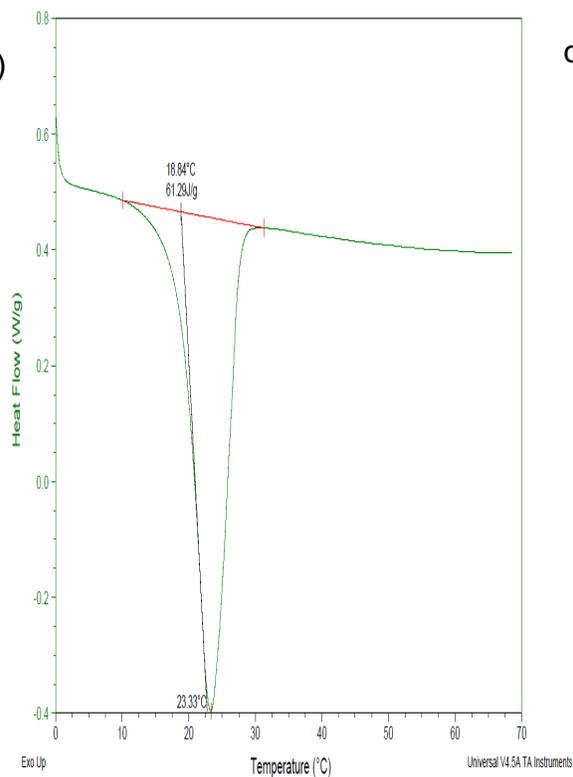
a)



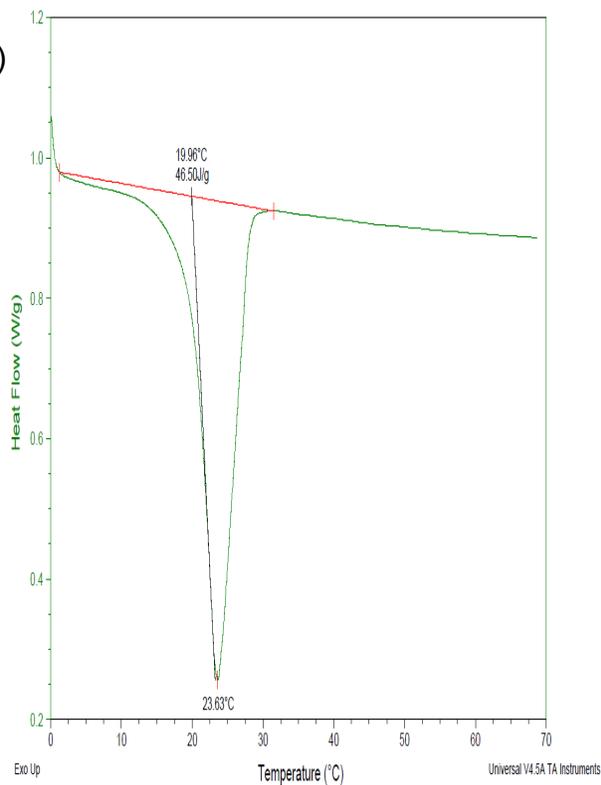
b)

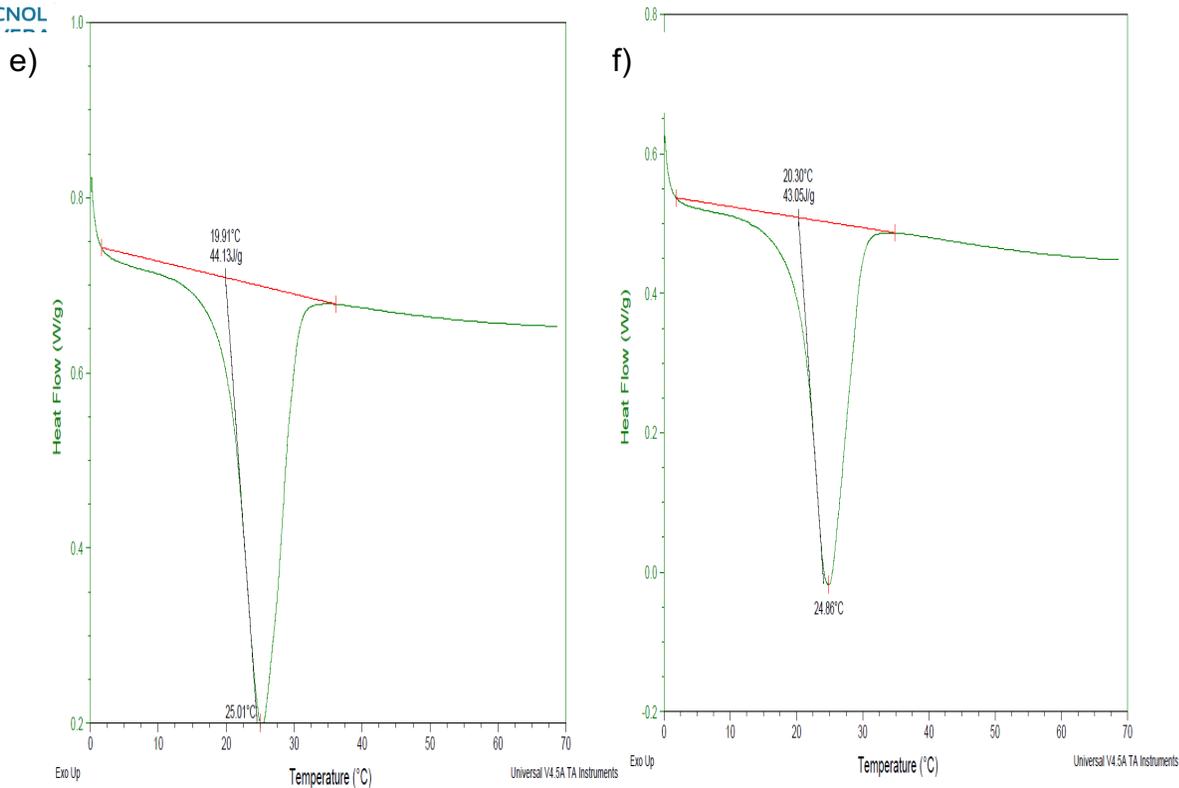


c)



d)





**ILUSTRACIÓN 21. Gráficas DSC del encapsulado A1 a), A2 b), A3 c), A3-8 d), A3-6 e) y A3-4 f)**

	Temperatura inicial (°C)	Temperatura máxima (°C)	Entalpía de fusión (J/g)	% del material encapsulado
A1	20.33	24.04	36.27	28.74%
A2	19.84	23.57	36.01	28.53%
A3	18.84	23.33	61.29	48.57%
A3-8	19.96	23.63	46.5	36.85%
A3-6	20.3	24.86	43.05	34.11%
A3-4	19.91	25.01	44.13	34.97%

TABLA 9. Tabla de las propiedades térmicas de los materiales microencapsulados

## 4.1 Conclusiones

De acuerdo con los cálculos que se presentan, el espesor no varía mucho, sin embargo, algunas muestras mostraron estabilidad. Esto podría deberse a que aún hay restos de grafito sin exfoliar, mas no significa que no se haya dado el proceso de exfoliación. Los materiales microencapsulados con cubierta de resina

melamina-formaldehído aumentó su porcentaje de encapsulamiento y su entalpía de fusión debido a la cantidad de solvente (agua destilada). Pero solo aplica para la muestra A3, porque A1 y A2 muestran entalpías de fusión similares ya que contenían una cantidad de solvente menor. Pero al impregnarse la muestra A3 disminuyó su entalpía de fusión ya que el proceso de impregnación de los nanomateriales de carbono este arrastrando dodecanol de algunos microencapsulados con orificios al momento de calentar. A mayor cantidad de solvente en la emulsión, puede ayudar a eliminar aglomeraciones de resina y producir mayor cantidad de microencapsulados. Esta podría ser una razón por la cual aumenta su valor de  $\Delta H$  de fusión.

## 4.2 Referencias

Paula Serrano Yuste. (2017, October 27). *Materiales de cambio de fase para mejorar la eficiencia energética de edificios*. Certificadosenergeticos.com. <https://www.certificadosenergeticos.com/materiales-de-cambio-de-fase-mejorareficiencia-energeticaedificios#:~:text=Los%20materiales%20de%20cambio%20de%20fase%20PCM%20se%20clasifican%20en,inflamables%20y%20son%20m%C3%A1s%20baratos.>

*Acerca del Cimav - CIMAV*. (2021). CIMAV. <https://cimav.edu.mx/acerca/>

Aidé, C., Galindo, S., Farías, L., Primera, C., & México, E. (2019). *TENDENCIAS EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE MATERIALES*.

<http://www.investigacionyposgrado.uadec.mx/libros/2019/2019Tendencia%20en%20Ciencia%20tecnologia%20en%20materiales.pdf>

*LFA 1000 - grafito - Conductividad térmica / difusividad térmica | Linseis*

Messgeräte GmbH. (2021, August 18). Linseis Messgeräte GmbH.

<https://www.linseis.com/es/aplicaciones/investigacion-desarrollo-y-academia/lfa->

[1000-grafito-conductividad-termica-difusividad-termica/](https://www.linseis.com/es/aplicaciones/investigacion-desarrollo-y-academia/lfa-1000-grafito-conductividad-termica-difusividad-termica/)

*Nanotubos de Carbono (CNT), definición, tipos, propiedades y uso*. (2021). E-

Construir.com. <http://e-construir.com/fibra-carbono/nanotubos.html>

- Liu, Z., Chen, Z., & Yu, F. (2019). Enhanced thermal conductivity of microencapsulated phase change materials based on graphene oxide and carbon nanotube hybrid filler. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 192, 72–80.  
<https://doi.org/10.1016/j.solmat.2018.12.014>
- Zhifang Liu, Z. C. (Abril de 2019). *ELSEVIER*. Obtenido de <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S092702481830583X>
- Oliver, A., Neila, F. J., & García-Santos, A. (2012). Clasificación y selección de materiales de cambio de fase según sus características para su aplicación en sistemas de almacenamiento de energía térmica. *Materiales de Construcción*, 62(305), 131–140. <https://doi.org/10.3989/mc.2012.58010>
- Materiales de cambio de fase y sus utilidades - Eadic.* (2014, April 29). Eadic. <https://eadic.com/blog/entrada/materiales-de-cambio-de-fase/>
- Nanotubos de Carbono (CNT), definición, tipos, propiedades y uso.* (2021). E-Construir.com. <http://e-construir.com/fibra-carbono/nanotubos.html>
- CIMAV. (2015). CIMAV. <https://cimav.edu.mx/>
- editor. (2018, December 4). *Grafito*:: Minería En Línea ::. [https://mineriaenlinea.com/rocas\\_y\\_minerales/grafito/](https://mineriaenlinea.com/rocas_y_minerales/grafito/)
- Petrick-Casagrande, S., Castillo-Blanco, R. 2005. “Método de Rietveld para el estudio de estructuras cristalinas”. *Revista de la Facultad de Ciencias de la UNI: REVCUNI*. vol. 9, núm. 1: 1-5.
- A. Sandoval, E. Aldana, and A. Fernandez, “Aplicación del análisis por calorimetría diferencial de barrido (DSC) para la caracterización de las modificaciones del almidón,” vol. 72, pp. 45–53, 2005.

P. Gill, M. T. Tohidi, and B. Ranjbar, "Differential Scanning Calorimetry Techniques: Applications in Biology and Nanoscience," *Diam. Tech*, pp. 167–193, 2010.

Chrome-

extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://www.researchgate.net/profile/Diego-Venegas-

Vasquez/publication/316860989\_CALORIMETRIA\_DIFERENCIAL\_DE\_BARRIDO/links/5914a4aeaca27200fe4e8a07/CALORIMETRIA-DIFERENCIAL-DE-BARRIDO.pdf

Caballero, G. M. (marzo de 2017). scai. Obtenido de scai:

<https://www.scai.uma.es/areas/micr/sem/sem.html>

de, T. (2022). *DIFRACCIÓN DE RAYOS X. Servicios Técnicos de Investigación.*

Sstti.ua.es. <https://sstti.ua.es/es/instrumentacion-cientifica/unidad-de-rayos-x/difraccion-de-rayos-x.html>

Yamaguchi, S., Tsunekawa, I., Komatsu, N., Gao, W., Shiga, T., Kodama, T., Kono, J., & Shiomi, J. (2019). One-directional thermal transport in densely aligned single-wall carbon nanotube films. *Applied Physics Letters*, 115(22), 223104.

<https://doi.org/10.1063/1.5127209>

Zhang, L., Yang, W., Jiang, Z., He, F., Zhang, K., Fan, J., & Wu, J. (2017).

Graphene oxide-modified microencapsulated phase change materials with high encapsulation capacity and enhanced leakage-prevention performance. *Applied Energy*, 197, 354–363.

<https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2017.04.041>

- Su, J.-F., Wang, X.-Y., Wang, S.-B., Zhao, Y.-H., & Huang, Z. (2012). Fabrication and properties of microencapsulated-paraffin/gypsum-matrix building materials for thermal energy storage. *Energy Conversion and Management*, 55, 101–107. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2011.10.015>
- Sánchez-Silva, L., Rodríguez, J. F., Romero, A., Borreguero, A. M., Carmona, M., & Sánchez, P. (2010). Microencapsulation of PCMs with a styrene-methyl methacrylate copolymer shell by suspension-like polymerisation. *Chemical Engineering Journal*, 157(1), 216–222. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2009.12.013>
- Wang Y, Xia TD, Feng HX, Zhang H. Compuesto de ácido esteárico/polimetilmetacrilato como materiales de cambio de fase de forma estable para el almacenamiento de energía térmica de calor latente. *Renovar Energía* 2011;36:1814–20. <http://dx.doi.org/10.1016/j.reneno.2010.12.022>.
- Rao, Q., Huang, H., Ouyang, Z., & Peng, X. (2020). Synergy effects of multi-walled carbon nanotube and graphene nanoplate filled epoxy adhesive on the shear properties of unidirectional composite bonded joints. *Polymer Testing*, 82, 106299. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2019.106299>