

**ESTUDIO DE LAS VARIABLES DE ELECTRODEPOSICION DE SILICE SOBRE
ESTRUCTURAS MONOLITICAS METALICAS**

ALBERTH RENNE GONZALEZ CARANTON

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA
BUCARAMANGA**

2008

**ESTUDIO DE LAS VARIABLES DE ELECTRODEPOSICION DE SILICE SOBRE
ESTRUCTURAS MONOLITICAS METALICAS**

ALBERTH RENNE GONZALEZ CARANTON

**Trabajo presentado como requisito para
optar el titulo de Ingeniero Químico**

**Director:
RAMIRO MARTINEZ REY
Ingeniero Químico Ph.D**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA
BUCARAMANGA**

2008

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCION	1
1. MARCO TEORICO	2
1.1. Generalidades	2
1.2. Deposición electroforética	3
1.2.1. Factores relacionados con el proceso de electrodeposición	4
1.2.1.1. Efecto del tiempo de deposición	4
1.2.1.2. Efecto del voltaje aplicado	4
1.2.1.3. Efecto de la geometría de la celda EPD	4
1.3. Secado de recubrimientos obtenidos por EPD	5
1.4. El método sol-gel	5
1.5. Monolitos	6
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL	7
2.1.1. Montaje de las celdas electroforéticas:	7
2.1.2. Preparación y adecuación de los electrodos	8
2.1.3. Preparación de la solución sol-gel:	8

2.2. Electrodeposición	9
2.3. Evaluación de gradientes térmicos	11
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS	12
3.1.1. Efecto del secado.	13
3.1.2. Efecto de la configuración geométrica de la celda electroforética.	14
3.1.3. Efecto de la relación amperaje tiempo.	14
3.2. EVALUACIÓN TÉRMICA DE MATERIALES COMPUESTOS VS MONOLITOS DE SÍLICE TIPO ESPUMA.	17
3.2.1. Efecto térmico del recubrimiento: resistencia a la disipación de energía	20
3.2.2. Efecto térmico del flujo: control sobre el tiempo de contacto	20
3.2.3. Comparación del comportamiento térmico de mallas metálicas Vs monolitos de sílice tipo espuma	21
4. CONCLUSIONES	23
5. RECOMENDACIONES	24
6. BIBLIOGRAFIA	25
7. ANEXOS	29

LISTA DE TABLAS

	pág
Tabla 1. Variables independientes en la experimentación	10
Tabla 2. Datos experimentales de la masa depositada y masa perdida en la experimentación	12
Tabla 3. Modos vibracionales del recubrimiento de sílice	16
Tabla 4. Masa del conjunto de mallas antes y después de la evaluación térmica	17

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Esquema de los tipos de electrodeposición	1
Figura 2. Electroodos usados en el proceso de deposición electroforética	7
Figura 3. Configuraciones geométricas de las mallas metálicas	10
Figura 4. Esquema de flujo para la evaluación térmica de las mallas metálicas	11
Figura 5. Efectos globales sobre la masa depositada obtenidos por análisis estadístico (Matlab)	13
Figura 6. Efectos principales sobre la masa depositada obtenidos por análisis estadístico (Matlab 7.0)	13
Figura 7. Mallas recubiertas a distintas condiciones de electrodeposición	15
Figura 8. Mallas de hilo recubiertas con las mejores condiciones de electrodeposición	16

Figura 9. Espectro FTIR del recubrimiento obtenido a 140mA/30 minutos 2 electrodos de grafito y secado en solución TEOS-EtOH/nC7.	17
Figura 10. Gradientes de temperatura del monolito de mallas de hilo.	18
Figura 11. Gradientes de temperatura del monolito de mallas perforadas.	19
Figura 12. Gradientes de temperatura del monolito espiral.	19
Figura 13. Gradientes térmicos de mallas metálicas recubiertas monolitos de sílice funcionalizados a una temperatura de entrada de N ₂ de 400 °C.	21
Figura 14. Gradientes térmicos de mallas metálicas recubiertas con monolitos de sílice funcionalizados a una temperatura de entrada de N ₂ de 500 °C.	22

LISTA DE ANEXOS

	pág.
ANEXO 1. ESPECIFICACIONES DE LOS ELECTRODOS	29
ANEXO 2. CELDAS ELECTROFORETICAS	30
ANEXO 3. DATOS EXPERIMENTALES	31

AGRADECIMIENTOS

El autor expresa sus agradecimientos a:

Ramiro Martínez Rey e Iván Ordóñez por la colaboración y la orientación brindada a lo largo de la investigación

Eduardo Carreño y Wilson Carreño, técnicos a cargo del laboratorio de Procesos de Ingeniería Química. Por la asesoría con respecto a los equipos de medición.

Adolfo Hernández por la colaboración Brindada con el de medidor de Ph y reactivos analíticos.

Al instituto colombiano para el desarrollo de la ciencia y la tecnología Francisco José de caldas, por el soporte financiero durante el transcurso del proyecto Numero 1102-08-14698. Modelamiento y bases tecnológicas para el escalado de la síntesis de cetenas sobre monolitos funcionalizados con sílice.

*A mis padres por su constancia, amor y
Enseñanzas en el transcurso de mi vida*

TITULO: ESTUDIO DE LAS VARIABLES DE ELECTRODEPOSICION DE SILICE SOBRE ESTRUCTURAS MONOLITICAS METALICAS *

AUTOR: Alberth Renne González Carantón**

Palabras claves: Reactor monolítico; electrodeposición; sílice; mallas metálicas; sol-gel; gradientes de temperatura.

RESUMEN: El uso de reactores monolíticos tanto cerámicos como metálicos ha demostrado importantes ventajas en la hidrodinámica y el transporte de masa respecto a los reactores convencionales.

En este trabajo se evaluó el comportamiento térmico de diferentes tipos de mallas metálicas de acero inoxidable acopladas en serie de tal manera que se emulara la estructura monolítica. El sistema consistió en un recubrimiento de sílice sobre la superficie de cada malla; el recubrimiento se obtuvo mediante electroforesis de geles monofásicos empleando ortosilicato de tetraetilo y una solución de etanol-agua a condiciones básicas. Se evaluaron alternativas de condiciones de electrodeposición tales como el tiempo de deposición, el tipo de contraelectrodo, el tipo de secado y la corriente suministrada a mallas metálicas de 21 mm de diámetro, 1 mm de espesor y en tres configuraciones geométricas diferentes.

Los resultados experimentales indican que las mejores condiciones de deposición fueron tiempos no mayores de 60 minutos, usando dos contraelectrodos de grafito y una corriente suministrada no superior a 20 mA. Los gradientes de temperatura axiales se cuantificaron a diferentes velocidades de flujo (500 - 5000 cm³/min estándar), para un arreglo de 10 mallas metálicas acopladas en serie con y sin depósito de sílice. Finalmente, estos resultados se compararon con los obtenidos en iguales condiciones de operación con monolitos cerámicos tipo espuma y se encontró que los gradientes de las mallas con depósito de sílice son hasta un 35% menor que los obtenidos con sustratos cerámicos.

* Proyecto de Grado

** Facultad: Ingenierías Físicoquímicas Escuela: Ingeniería Química Director: Ramiro Martínez Rey Ph.D

TITLE: STUDY OF ELECTRODEPOSITION VARIABLES OF SILICA ON MONOLITHIC METALLIC STRUCTURES *

AUTHOR: Alberth Renne González Carantón**

Keywords: Reactor monolithic; electrodeposition; silica; metal mesh, Sol-gel; temperature gradients.

ABSTRACT: The use of both reactors monolithic ceramic as metal has shown significant benefits in the hydrodynamic and transport of mass regard to conventional reactors.

This study evaluated the thermal behavior of different types of metal mesh stainless steel coupled in series in a way that emulated monolithic structure. The system was a silica coating on the surface of each mesh; coating was obtained by gel electrophoresis using monophasic ortosilicato a solution of tetraethyl and ethanol-water conditions. We evaluated alternatives electrodeposition conditions such as time of deposition, the type of counter electrode, the type of drying and current supplied to the metal mesh of 21 mm diameter, 1 mm thick and in three different geometric configurations.

The experimental results show that the best conditions of deposition times were no more than 60 minutes, using two counter electrodes graphite and a flow provided no more than 20 mA. The axial gradients of temperature were quantified at different flow rates (500 - 5000 standard cm³/min), for a settlement of 10 metal mesh coupled in series with and without deposit of silica. Finally, these results have been compared with those obtained under the same operating conditions with ceramic monoliths type foam and found that the gradients of the meshes with silica deposit are up to 35% lower than those obtained with ceramic substrates.

* Degree Project

** Faculty: Physicochemical Engineering School: Chemical Engineering Director: Ramiro Martinez Rey Ph.D

INTRODUCCION

Dentro del desarrollo de materiales novedosos para catálisis heterogénea, los catalizadores monolíticos metálicos son una alternativa novedosa y viable para sistemas reaccionantes en donde el control de los gradientes de temperatura es clave para el mejoramiento de la selectividad hacia ciertos productos en particular.

Una de las limitantes de los catalizadores tradicionales monolitos tipo espuma es que debido a la naturaleza del substrato cerámico, los gradientes de temperatura son grandes; generando caídas en la conversión de productos valiosos. Como en el caso en particular para la síntesis de cetena la cual se genera sobre monolitos de sílice funcionalizados ^[1]. Para esta reacción se observaron gradientes de temperaturas radiales y axiales (entre 10 – 20 K).

Si se le hace un corte transversal al eje axial de un monolito tipo espuma, dicho corte se puede visualizar como una malla plana, por lo tanto en este trabajo se propone evaluar y comparar los gradientes térmicos de estructuras monolíticas de mallas metálicas de acero inoxidable SAE 304; recubiertas con sílice obtenidas por electrodeposición, con respecto a monolitos de sílice funcionalizados ^[1].

Se espera que este tipo de materiales de tipo metal-cerámico presente mejores propiedades que las ofrecidas por los monolitos de sílice, tales como:

1. Obtención de perfiles de temperatura más homogéneos en el sistema debido al núcleo metálico.
4. Mayor control sobre el tiempo de contacto sin perjuicio del gradiente térmico dentro de la estructura monolítica.

1. MARCO TEORICO

1.1. Generalidades:

Los continuos progresos en tecnologías catalíticas han requerido el desarrollo de nuevos materiales y catalizadores soportados, con generación de mejoras en sus características difusivas de transferencia de masa y calor. El uso de nuevos materiales soportados sobre estructuras monolíticas, abre las posibilidades al desarrollo experimental de varias fibras y mallas metálicas; que ofrecen nuevas alternativas en tecnologías catalíticas^[2]. Los catalizadores soportados sobre mallas metálicas^[2], son sistemas promisorios para reacciones químicas en donde el control de los gradientes de temperatura implica un control directo en la selectividad; especialmente para compuestos intermedios.

K.S. Yang et al^[7], estudió o la obtención de recubrimientos de alúmina sobre mallas de acero inoxidable por electrodeposición, para la oxidación catalítica del 1,2-diclorobenceno; encontrando mejoras en este proceso con respecto al transporte de calor y masa. L.M. Kustov^[6], analizo la deposición de partículas de sílice y otros compuestos en mallas metálicas por electrodeposición. Estos experimentos se enfocaron en la obtención de recubrimientos con alto grado de homogeneidad, en función de las variables de deposición tales como el tiempo de deposición, el voltaje, el amperaje y el secado de los recubrimientos.

G. Groppi et al^[29], investigó la influencia de estructuras metálicas recubiertas con Pd–Al₂O₃ en la oxidación catalítica de CO₂, encontrando mejoras en la conversión a CO en función de los gradientes térmicos. Barrera A. y Gallardo L^[23]. En la universidad industrial de Santander, cuantificaron los efectos de las variables de electrodeposición; tales como el tiempo de deposición, la temperatura del proceso y el amperaje sobre recubrimientos en mallas metálicas obtenidos por electrodeposición; encontrando una dependencia entre el amperaje suministrado y la masa depositada.

1.2 Deposición electroforética

La deposición electroforética (EPD) es una técnica eficiente en el procesamiento de materiales, debido a que posee ventajas como los cortos tiempos de formación, infraestructuras simples, pequeñas restricciones en la forma del substrato ^[8]. Otra de las ventajas es que ofrece un control adecuado del espesor y morfología de la película depositada solamente con simples ajustes en el tiempo de deposición y el potencial eléctrico aplicado ^[8].

Se clasifica en 2 tipos: electrodeposición anódica y electrodeposición catódica. La primera ocurre cuando las partículas coloidales poseen carga negativa; ellas migran y se depositan en el cátodo; mientras que la segunda ocurre cuando las partículas están cargadas positivamente y migran hacia el ánodo. La figura 1 muestra las dos situaciones posibles de deposición electroforética:

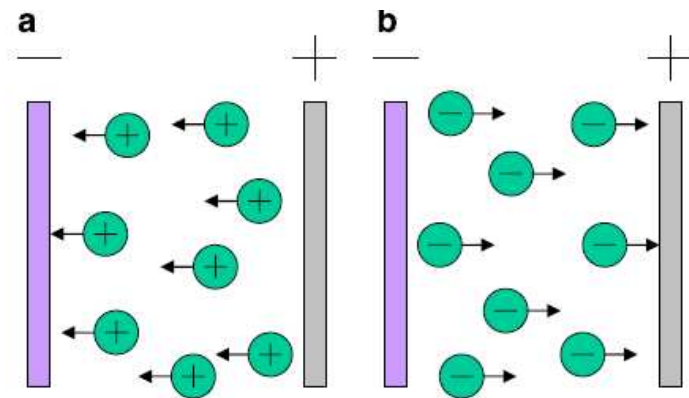


Fig. 1. Esquema de los tipos de electrodeposición. (a).Catódica (b). Anódica
Besra, L. y Liu, M. (2007). Prog. Ma. Sci. 52:1-61^[8].

La EPD es usada en la fabricación de películas funcionales para dispositivos microelectrónicos ^[11], recubrimientos de sílice ^[12], membranas zeolíticas ^[13], recubrimientos bioactivos de hidroxiapatita ^[14,15], materiales luminiscentes ^[18,19], películas superconductoras ^[14,17], cerámicos resistentes y antioxidantes ^[10] y catalizadores ^[2, 6,7]. La única desventaja intrínseca de la EPD comparada con otros procesos coloidales (inmersión y precipitación), es que no puede utilizar el agua

como solvente, porque la aplicación de un potencial al agua causa la descomposición de la misma en hidrógeno y oxígeno en los electrodos^[8]; estos gases afectan la calidad de los depósitos formados, sin embargo dada la gran cantidad de solventes no acuosos que están disponibles; esta limitación es de menor importancia.

1.2.1. Factores relacionados con el proceso de electrodeposición

1.2.1.1. Efecto del tiempo de deposición

La velocidad de la deposición para un campo aplicado fijo disminuye con el tiempo de deposición ^[18]. La deposición es lineal durante la etapa inicial de la deposición, y disminuye bajo condiciones de voltaje constante, debido a que el campo eléctrico que influencia la electroforesis disminuye con el tiempo de deposición, por el efecto de la capa del depósito sobre el metal que se forma durante la deposición ^[8].

1.2.1.2. Efecto del voltaje aplicado

La cantidad de masa depositada aumenta normalmente con aumento del potencial aplicado. Y Castro et al. ^[28], reporta la obtención de recubrimientos de sílice sobre acero inoxidable por electrodeposición, mostrando que se obtienen recubrimientos [más](#) uniformes a voltajes moderados (0.35 mA/cm^2); mientras que a altos voltajes aumenta la masa depositada pero la calidad de la película se deteriora.

1.2.1.3. Efecto de la geometría de la celda electroforética

El efecto de la configuración de la celda electroforética, esta dado por la manipulación de la forma del campo eléctrico sobre el metal o sustrato, como lo explora el trabajo hecho por K. Kanamura, J. Hamagami ^[19]. Algunas de las

características básicas en la construcción de estas celdas están dadas por los siguientes factores ^[8]:

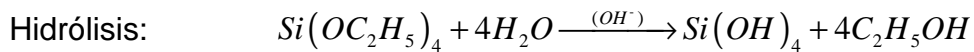
- a. Los materiales usados en la construcción de la celda se deben seleccionar cuidadosamente para evitar la neutralización de la carga en las partículas suspendidas.
- b. Los materiales de los electrodos deben ser estables en el solvente durante el proceso de electrodeposición.
- c. La geometría de la celda necesita ser diseñada de tal forma que se genere un campo eléctrico uniforme entre los electrodos.

1.3. Secado de recubrimientos obtenidos por EPD

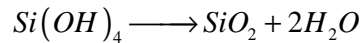
Otro factor clave en el proceso se fundamenta en minimizar las fracturas en la superficie del recubrimiento durante las etapas de secado y sinterización. El recubrimiento se densifica, y como resultado se contrae, pero el sustrato no cambia típicamente la dimensión; debido a esto la película genera una tensión interfacial que se extiende a lo largo de su superficie y se manifiesta por la formación de grietas ^[8]. Durante la sinterización del recubrimiento típicamente cerca del 10 –15% de este se contrae linealmente; esto se puede evitar usando una fase líquida durante la sinterización.

1.4. El método sol-gel

El método sol-gel es un método químico que permite la obtención de recubrimientos de alta densidad a temperaturas relativamente bajas. En el caso de la preparación de soles de sílice, el precursor más comúnmente empleado es el tetraetilortosilicato (TEOS), cuyas reacciones de hidrólisis y condensación en medio básico están dadas por las siguientes ecuaciones ^[20]:



Condensación:



El progreso de la reacción de condensación da lugar finalmente a la formación de un gel, que consiste en este caso en una red de enlaces Si-O-Si interconectada en tres dimensiones. Estos recubrimientos han sido aplicados a diversos sustratos metálicos tales como aceros y plata, reportándose que los mismos le otorgan al metal una notable mejora en su resistencia a la oxidación y corrosión gaseosa ^[21].

1.5. Monolitos

Los monolitos son sustratos para catalizadores o catalizadores formados por estructuras unitarias atravesadas longitudinalmente por canales en su interior. Sus aplicaciones implican grandes ventajas potenciales; como por ejemplo las bajas caídas de presión y sus mínimas limitaciones de transferencia de masa. Estos se clasifican en:

- Monolitos de canales paralelos
- Monolitos tipo espuma en las cuales los canales internos están entrecruzados y distribuidos al azar.

El uso de catalizadores monolitos metálicos esta establecido en los procesos de catálisis ambiental ^[5]. Su uso representa actualmente una alternativa interesante, con respecto a los monolitos cerámicos; debido a su alta resistencia mecánica, mejoras en el transporte de calor y su baja inercia térmica ^[22].

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1.1. Montaje de las celdas electroforéticas:

Para la construcción de las celdas EPD se utilizaron 3 tipos de electrodos: 2 barras de grafito, 2 cilindros de aluminio de lámina metálica y lámina de papel como ánodos y una malla perforada de acero inoxidable SAE 304 como cátodo (figura 2). Se utilizó una fuente de tensión TES-6220 para mantener y controlar las condiciones eléctricas (voltaje, amperaje) del proceso, una plancha de agitación con calentamiento Lab-line Pyro-magnestirs, un agitador magnético recubierto con teflón para evitar la sedimentación de partículas y una termocupla con una pantalla para monitorear la temperatura durante el proceso de electrodeposición. Los electrodos permanecen sujetos a una lámina de acrílico y con una separación de 2 cm entre ellos; esto con el fin de mantener una intensidad de campo eléctrico de distribución homogénea en el volumen de partículas suspendidas.

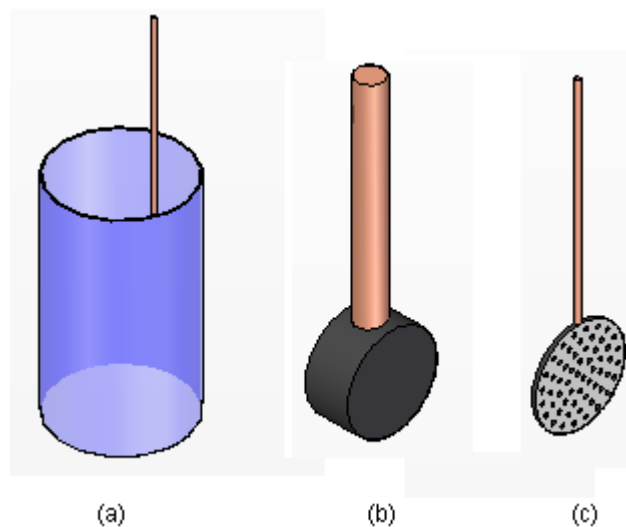


Figura 2. Electrodos usados en el proceso de deposición electroforética:

(a).electrodos de aluminio (lamina metálica y lámina de papel) (b).electrodos de grafito (c).malla metálica perforada

2.1.2. Preparación y adecuación de los electrodos

El cátodo consiste de la malla perforada de acero inoxidable 304 y los ánodos de cilindros de grafito y cilindros de aluminio de igual espesor y diámetro. Las especificaciones geométricas de los electrodos se muestran en el anexo 1.

Cada malla fue sometida al siguiente tratamiento superficial:

- Desengrasado con agua destilada y solución de detergente comercial (10 g/L), durante 15 minutos y posterior restregado con cepillo ^[23].
- Generación de rugosidad superficial mediante abrasión mecánica en una pulidora durante 5 minutos y un posterior tratamiento químico con solución de H₂SO₄ (100 g/l) y solución de NaCl (200 g/l) a 80° C por 8 minutos ^[2].
- Baño de ultrasonido en etanol por 10 minutos e inmersión final en un vaso de precipitados con etanol hasta que se inicie el proceso de deposición electroforética ^[21].

2.1.3. Preparación de la solución sol-gel:

En un vaso de precipitados de vidrio se mezclaron, 55 ml de etanol (EtOH C₂H₅OH absoluto, Merck), 13 ml de agua destilada y 0.4 g de surfactante SDS ((CH₃CH₂)₁₁OSO₃Na, 99% de pureza, Merck) a 350 RPM durante 15 minutos. El etanol es usado como solvente y el surfactante SDS minimiza los fenómenos relacionados a degradación electrolítica ^[23]. Se adicionaron 6 ml del precursor, ortosilicato de tetraetilo (TEOS) (Si(OCH₂CH₃)₄ 98% pureza, Aldrich) y se ajustó el pH con 1.4 ml de Hidróxido de amonio (NH₄OH, 23% pureza, Merck) y luego con 0.6 ml de ácido nítrico (HNO₃, 90% de pureza, Merck), usados como catalizadores en la formación de la solución sol-gel.

Se mantuvo la mezcla agitándola por 15 minutos, se selló el recipiente para evitar pérdidas del alcohol por evaporación y se dejó reposar por 10 minutos. Para las mediciones de pH se empleó un medidor Jenway 3505. Basado en previas experiencias ^[23], se definió que el pH óptimo de trabajo sería de 9.

2.2. Electrodeposición

Se tuvieron en cuenta tres variables globales en el desarrollo y planeación de los experimentos de EPD:

- La geometría de la celda electroforética
- El nivel combinado de amperaje y tiempo de electrodeposición
- El método de secado de los recubrimientos obtenidos.

Se evaluaron dos niveles de amperaje y tiempos de deposición combinados, con el fin de analizar los efectos de estas dos variables sobre la masa depositada y la microestructura de los recubrimientos ^[8,23].

Con el fin de manipular el campo eléctrico, estudiar el efecto del contraelectrodo (material, geometría) y su influencia en la deposición de partículas de sílice ^[2, 19,28], se estudio el efecto de tres geometrías de celda electroforética:

En la primera geometría se ubica la malla perforada en el centro del recipiente mientras dos contraelectrodos de grafito de igual área transversal circular se ubican uno al frente de cada cara de la malla perforada (anexo 2b). En el segundo arreglo se ubica también la malla perforada en el centro con un cilindro de aluminio metálico de 40 cm de diámetro, 40 cm de largo y 1mm de espesor como contraelectrodo (anexo 2a). El tercer arreglo geométrico es similar al segundo, solo cambia en que el cilindro es de papel aluminio (anexo 2a).

Se evaluaron dos métodos de secado teniendo en cuenta factores relacionados al control de las fracturas superficiales presentadas normalmente en esta etapa por efectos asociados a fenómenos capilares y por efectos de degradación química en la superficie del recubrimiento ^[27].

El primer tipo de secado consiste en sumergir el recubrimiento después del proceso de EPD en una solución de etanol-agua [1:1], durante 22 horas y con secado a temperatura ambiente durante 4 horas ^[26]. En el segundo tipo de secado, los recubrimientos se sumergen en una solución compuesta por 15 ml de etanol, 6.5 ml de TEOS y 10 ml de n-heptano al 65% en peso, durante 22 horas y se secaron a temperatura ambiente durante 4 horas ^[27].

Finalmente los recubrimientos se calcinaron a 500° C, durante 4 horas y se almacenaron en porta-muestras de plástico hasta la construcción de la estructura monolítica. La tabla 1 resume las variables experimentales y sus respectivos niveles de prueba.

Variable Independiente	Niveles
Tipo de contraelectrodos	2 contraelectrodos de grafito 1 contraelectrodo cilíndrico de aluminio metálico 1 contraelectrodo cilíndrico de aluminio papel
Amperaje y tiempo de electroforesis	140 mA y 60 minutos de electrodeposición 380 mA y 30 minutos de electrodeposición
Secado	Secado con solución de etanol[1:1] Secado con n-heptano y solución TEOS-EtOH

Tabla 1. Variables independientes en la experimentación

Se analizó la composición química de una muestra de recubrimiento mediante espectroscopia infrarroja (FTIR) y se recubrieron adicionalmente 2 arreglos de mallas diferentes: malla metálica de hilo circular de 21 mm de diámetro y malla de hilo dispuesta en forma de espiral de 21 mm de diámetro y 10 mm de longitud (Figura 3).

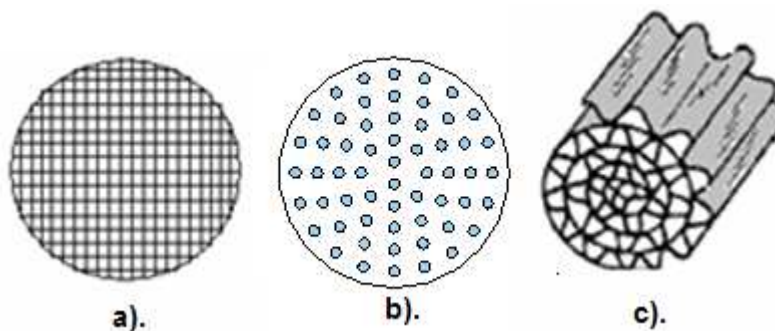


Figura 3. Configuraciones geométricas de las mallas metálicas. (a).malla de hilos. (b).malla perforada. (c).malla espiral de hilos.

2.3. Evaluación de gradientes térmicos

La evaluación térmica de las mallas metálicas consistió en la medición de gradientes de temperatura axiales, sometiéndolas a condiciones diferentes de operación, (temperatura y flujo), en ausencia de reacción química, para ello se evaluaron cada uno de los tipos de mallas tanto recubiertas como no recubiertas; en función de la temperatura de entrada de gas a las mallas (400 y 500°C) y del flujo de gas inerte de 0, 1000 y 2000 5000 sccm (centímetros cúbicos por minuto estándar de nitrógeno). Los experimentos de calentamiento de las mallas se realizaron en un horno eléctrico en el cual se introdujo un tubo de cuarzo de 50 cm de longitud y 21 mm de diámetro interno (figura 4). Diez mallas fueron dispuestas en serie en el centro del tubo de tal manera que completasen 1 cm de longitud. Se realizaron rampas de calentamiento del horno-reactor hasta la temperatura interna del horno deseada; una vez alcanzada y estabilizada la temperatura interna del horno se tomó nota de las lecturas de las termocuplas de 1/16 pulgada de diámetro dispuestas justo a la entrada y salida de las mallas. Posteriormente se ajustó el flujo de gas de arrastre mediante el controlador de flujo Brooks.

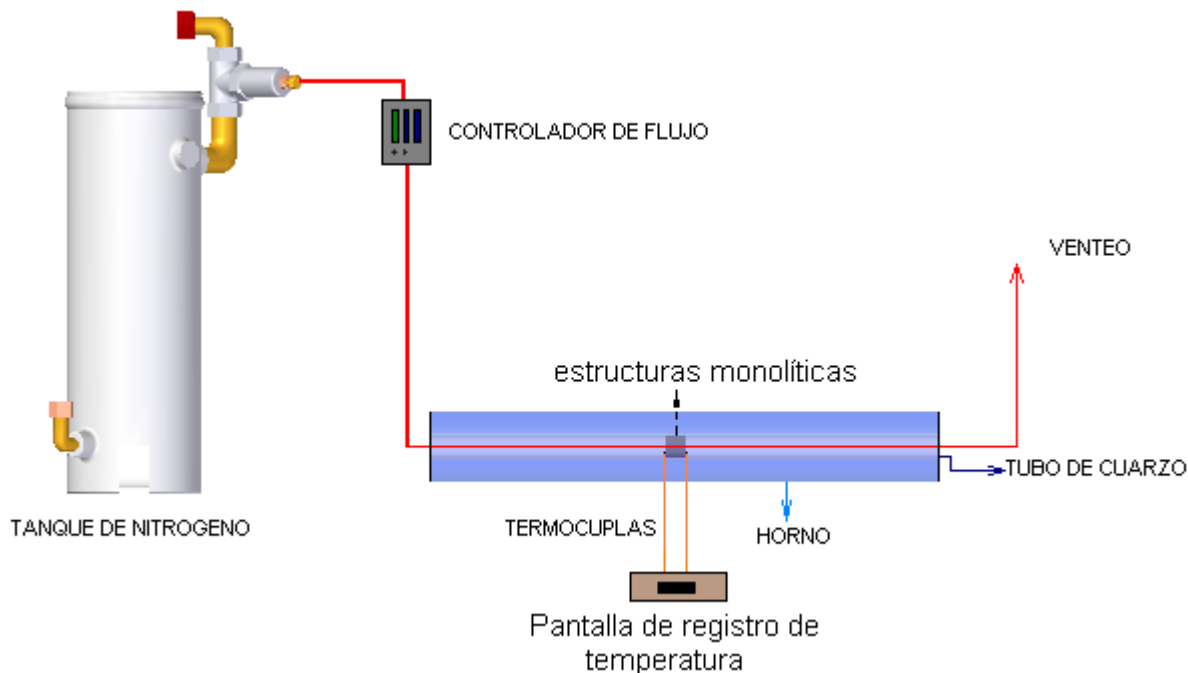


Figura 4. Esquema de flujo para la evaluación térmica de las mallas metálicas

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

La Tabla 2 muestra los resultados obtenidos de masa depositada y masa perdida por impacto en las mallas metálicas. Los resultados muestran un mayor nivel de deposición de sílice usando celdas con dos contraelectrodos de grafito. De la misma manera el nivel mas bajo de deposición se obtienen usando como contraelectrodos los cilindros de aluminio en los dos casos estudiados. La masa perdida por impacto, refleja el nivel de adherencia de la sílice sobre el metal ^[23]. Mediante el análisis estadístico no se encontraron efectos significativos de las variables estudiadas sobre la masa perdida, esto significa que la prueba de impacto no permite cuantificar los efectos de las variables independientes sobre la adherencia de los recubrimientos.

Electrodo	Relación I/t (mA/minuto)	Secado	Masa depositada [mg]	Masa perdida [mg]	% Masa Perdida
Grafito	140 mA/60 minutos	EtOH-Agua	6.8	1.9	27.9%
			6.9	0.9	13.0%
Papel de Aluminio	140 mA/60 minutos	EtOH-Agua	2.7	0.5	18.5%
			3.8	0.8	21.1%
Lámina de Aluminio	140 mA/60 minutos	EtOH-Agua	5.2	0.7	13.5%
			6.5	0.6	9.2%
Grafito	380 mA/30 minutos	EtOH-Agua	13.3	2.0	15.0%
			10.7	0.9	8.4%
Papel de Aluminio	380 mA/30 minutos	EtOH-Agua	4.8	0.9	18.8%
			3.3	0.5	15.2%
Lámina de Aluminio	380 mA/30 minutos	EtOH-Agua	2.4	0.3	12.5%
			3.3	0.8	24.2%
Grafito	140 mA/60 minutos	EtOH-TEOS/ nC7	9.3	0.3	3.2%
			9.5	1.1	11.6%
Papel de Aluminio	140 mA/60 minutos	EtOH-TEOS/ nC7	3.8	0.6	15.8%
			4.4	0.6	13.6%
Lámina de Aluminio	140 mA/60 minutos	EtOH-TEOS/ nC7	8.7	1.2	13.8%
			18.7	0.9	4.8%
Grafito	380 mA/30 minutos	EtOH-TEOS/ nC7	13.0	1.9	14.6%
			15.4	1.0	6.5%
Papel de Aluminio	380 mA/30 minutos	EtOH-TEOS/ nC7	17.7	6.8	38.4%
			12.4	0.5	4.0%
Lámina de Aluminio	380 mA/30 minutos	EtOH-TEOS/ nC7	4.1	0.2	4.9%
			3.3	0.6	18.2%

Tabla 2. Datos experimentales de la masa depositada y la masa perdida en la experimentación

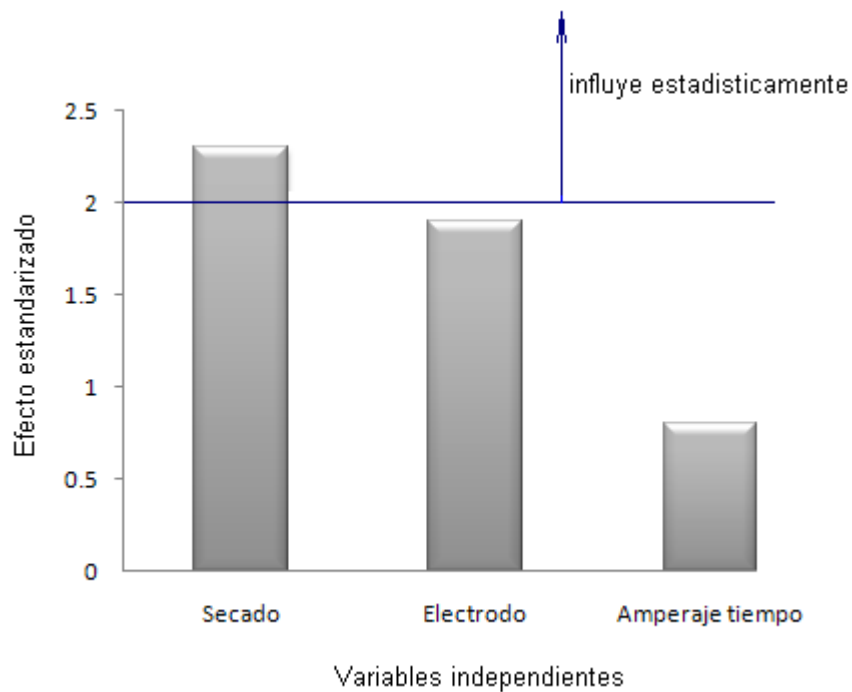


Figura 5. Efectos globales sobre la masa depositada obtenidos por análisis estadístico (Matlab)

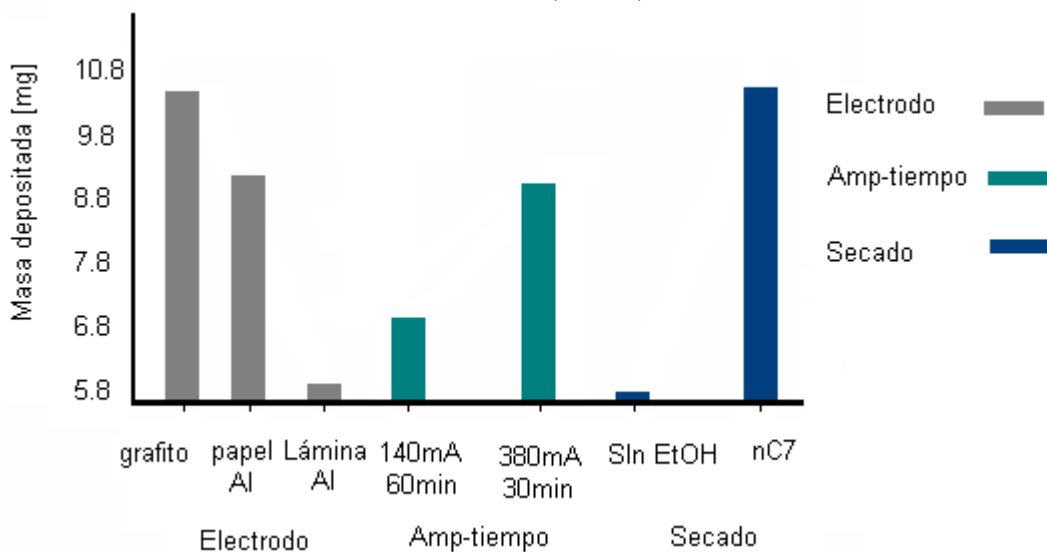


Figura 6. Efectos principales sobre la masa depositada obtenidos por análisis estadístico (Matlab 7.0)

3.1.1. Efecto del secado.

El secado con solución TEOS-EtOH en n-heptano, representa la mejor alternativa en el control de las fisuras con respecto al secado en solución etanol-agua. Debido a la baja solubilidad del n-heptano, se forma una fase entre el TEOS y el EtOH;

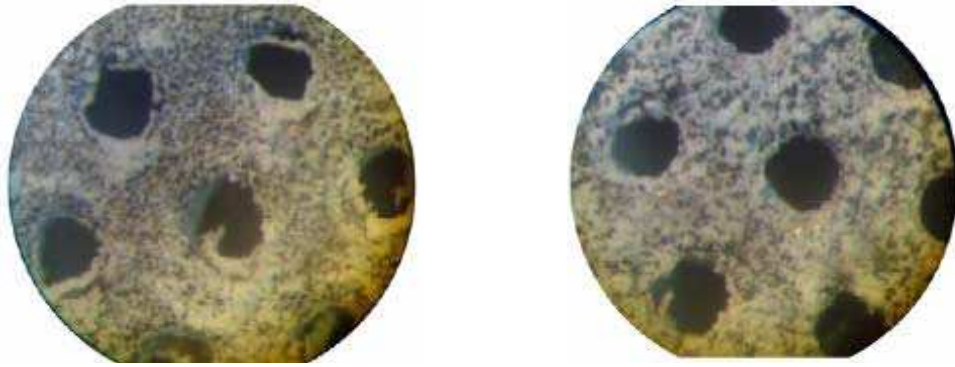
que reduce la velocidad de evaporación del etanol y los gradientes interfaciales [27]. El análisis estadístico indica que es la mejor opción en la obtención de una mayor cantidad de masa depositada como lo muestra la figura 5 y 6, dado que la solución de secado protege el recubrimiento de efectos de agrietamiento; minimiza el nivel de masa perdida durante esta etapa. Los niveles de agrietamiento se evidencian en las microfotografías de la figuras 7[a] y 7[c].

3.1.2. Efecto de la configuración geométrica de la celda electroforética.

El efecto de la geometría se observa en la figura 6. La celda con los dos contraelectrodos de grafito genera mayor influencia en la deposición de sílice; esto es debido a que durante los experimentos los efectos de degradación electrolítica fueron mínimos y la estabilidad de los electrodos no se vio comprometida. Caso contrario sucedió con las celdas de electrodos de aluminio, debido a que se sobrepasó el voltaje mínimo de disolución de los electrodos; de tal forma que al final de los experimentos los electrodos se desintegraron totalmente en los dos casos estudiados (lámina metálica y papel). Estos efectos se observaron con mayor constancia a 380mA y 30 minutos de EPD.

3.1.3. Efecto de la relación amperaje tiempo.

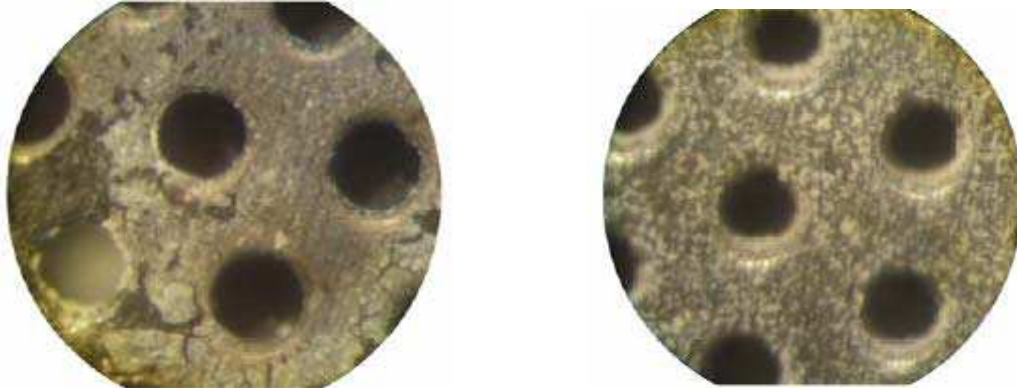
Por lo general la masa depositada aumenta con altos amperajes [8], pero esto a su vez genera un efecto adverso con respecto a la calidad de los recubrimientos obtenidos [8]. Esto se puede evidenciar en la microfotografía de la figura 7b, en la cual se obtiene un recubrimiento denso, pero estructuralmente con baja homogeneidad, en comparación a los experimentos 7a, 7c y 7d; en los cuales se obtienen recubrimientos homogéneos y sin fisuras representativas. Las mejores condiciones en homogeneidad, masa depositada, masa perdida y microestructura; se generan usando como celda electroforética dos contraelectrodos de grafito, una relación de amperaje-tiempo de deposición de 140 mA-30 minutos y un secado en solución EtOH-TEOS en n-Heptano.



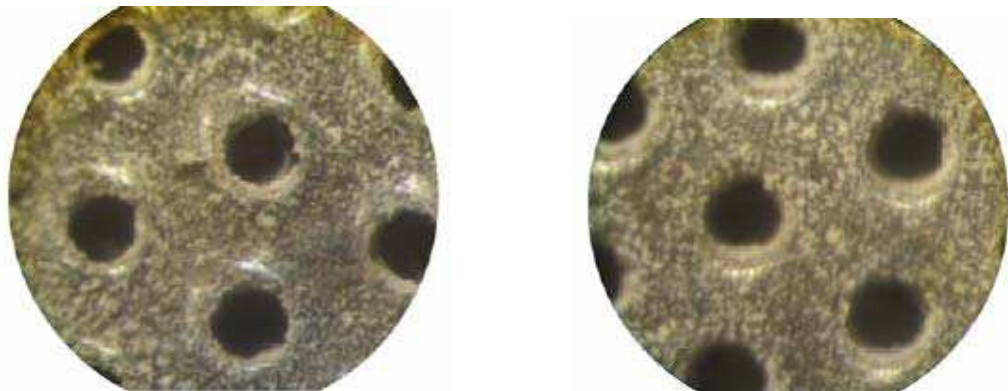
(a). Celda de grafito, 140 mA 60 minutos-secado con solución de etanol-TEOS/ nC7



(b) Celda de cilindro de aluminio, 380 mA 30 min, secado con solución de etanol-TEOS/ nC7



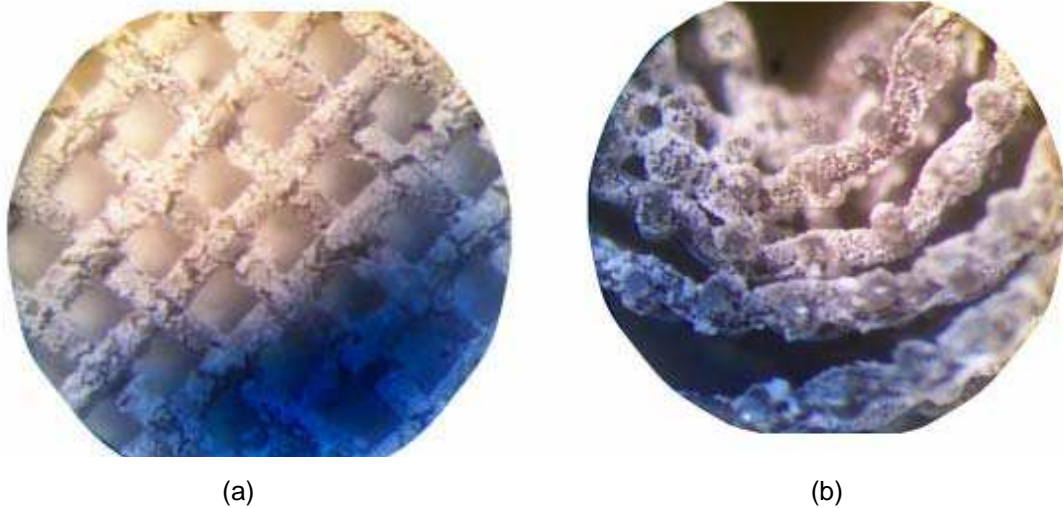
(c) Celda de cilindro de papel aluminio, 140 Voltios 60 min., secado con solución de etanol-TEOS/ nC7



(d) Celda de cilindro de papel aluminio, 140 mA 60 min., secado con solución Etanol-agua

Figura 7. Mallas recubiertas a distintas condiciones de electrodeposición

Estas condiciones se aplicaron a recubrimientos sobre mallas de hilo. Los experimentos en las mallas de hilo mostraron una mayor uniformidad en las microestructuras obtenidas y una menor susceptibilidad con respecto al nivel de fisuras encontradas. La malla plana de la figura 8(a), presenta un agrietamiento mínimo, con un buen nivel de adherencia. La malla espiral de la Figura 8(b) presentó limitaciones difusionales durante la EPD, debido a que la deposición de sílice solo ocurría en la parte externa del espiral. Estos efectos se contrarrestaron depositando el espiral abierto, exponiéndolo completamente al proceso de deposición electroforética.



. Figura 8. Mallas de hilo recubiertas con las mejores condiciones de electrodeposición

La figura 9 muestra el espectro infrarrojo del recubrimiento de sílice sobre las mallas en el cual se encuentran los modos vibracionales mas importantes; mostrados en la Tabla 3. Se confirma la presencia mayoritaria de grupos silanol en los picos 1100, y grupos hidroxilos en el pico 3450 ^[24]. No se presentan otros picos adicionales, ratificando el alto grado de pureza de los depósitos.

Grupo	ν_{O-H}	ν_{CH_2}	ν_{CH_2}	ν_{Si-C}	ν_{Si-O}
$\nu(cm^{-1})$	3450	2975	-----	1400	1100

Tabla 3. Modos vibracionales del recubrimiento de sílice

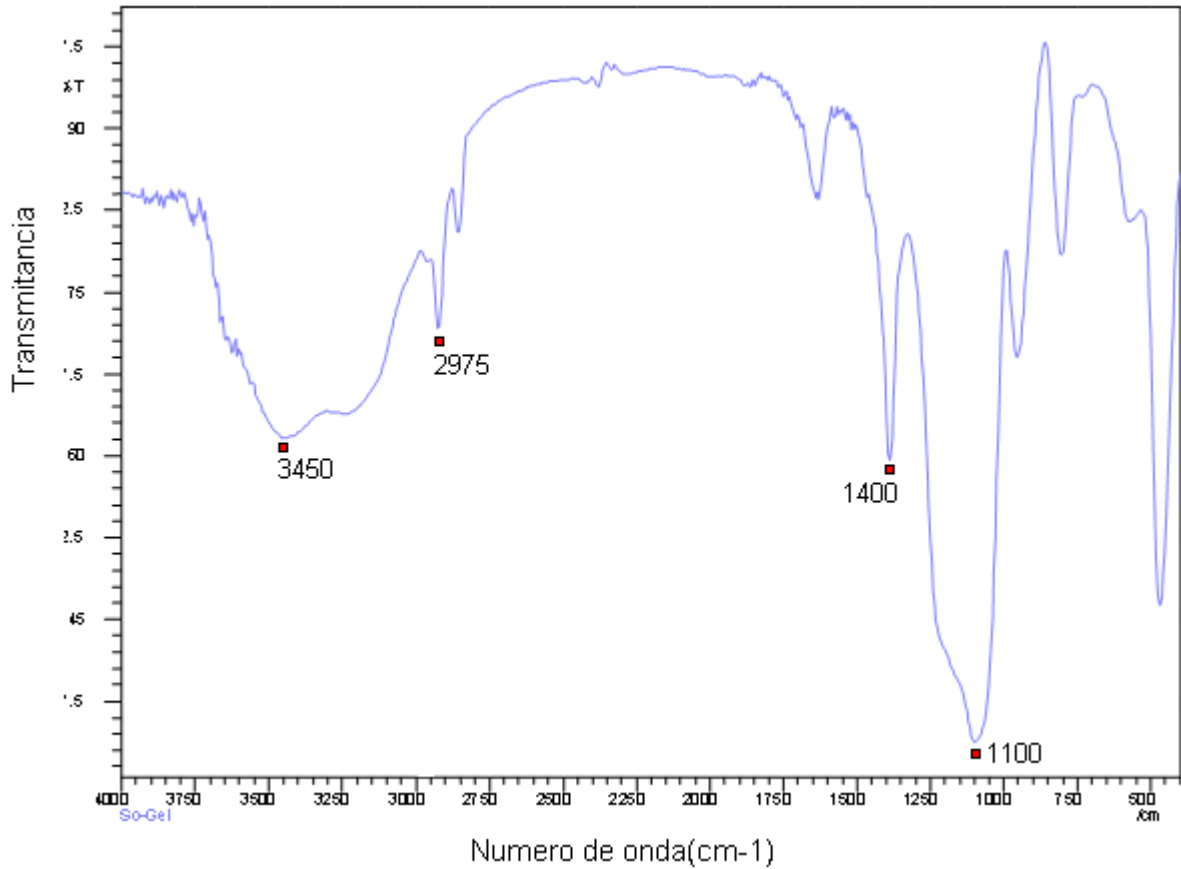


Figura 9. Espectro FTIR del recubrimiento obtenido a 140mA/30 minutos-2 electrodos de grafito y secado en solución TEOS-EtOH/nC7

3.2. EVALUACIÓN TÉRMICA DE MATERIALES COMPUESTOS VS MONOLITOS DE SÍLICE TIPO ESPUMA.

La Tabla 4 reporta la masa de las mallas antes y después de la evaluación térmica. En todos los casos se evidenciaron pérdidas de masa de sílice durante la evaluación térmica, debido a que el tratamiento térmico y el flujo de gas inerte afectan la estabilidad del recubrimiento obtenido.

Tipo de Mallas	Mallas sin recubrimiento[g]	Mallas con recubrimiento[g]	Sílice Depositada[g]	Sílice perdida[g]	Sílice perdida[%]
Perforadas	17.5398	17.7832	0.2435	0.0503	20.67
Hilos	4.2389	4.3825	0.1436	0.0401	27.92
Espiral	3.7670	3.8039	0.0369	0.0124	33.60

Tabla 4. Masa del conjunto de mallas antes y después de la evaluación térmica

Las pérdidas de masa alcanzaron hasta un 33%, sin embargo la gran mayoría se produjeron durante la manipulación de las estructuras monolíticas en el montaje de la evaluación térmica. Indirectamente este hecho refleja el grado de adherencia de los recubrimientos obtenidos, debido a que el contacto con el flujo de nitrógeno evalúa el grado de adherencia de la sílice sobre el metal; generando estas pérdidas. Las figuras 10, 11 y 12 muestra los gradientes de temperatura para cada arreglo estructural de mallas, tanto recubiertas como sin recubrimiento. En todas las mallas recubiertas aumenta el gradiente de temperatura con respecto a las mallas sin recubrimiento; este cambio térmico se presenta debido a que la resistencia térmica cambia por el nivel de masa depositada del recubrimiento, la cual esta ligada al espesor de la película que representa una resistencia adicional en la estructura monolítica.

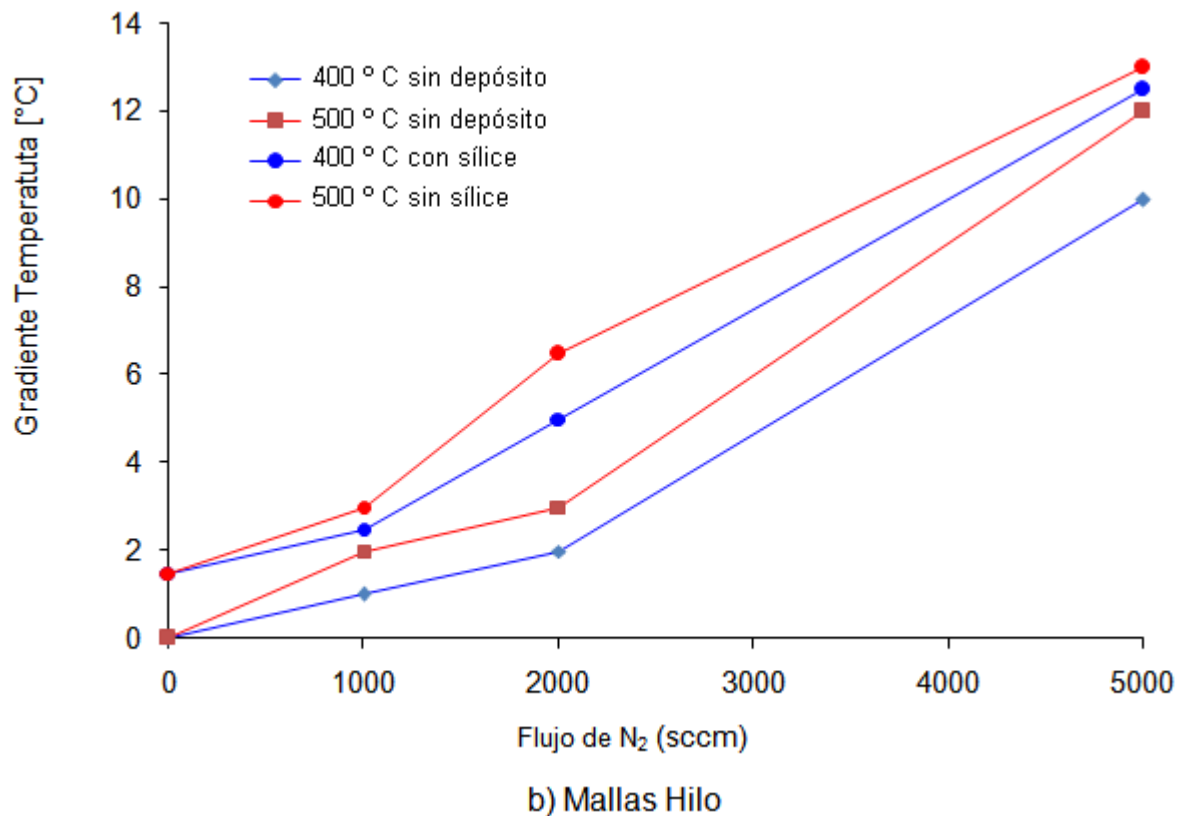
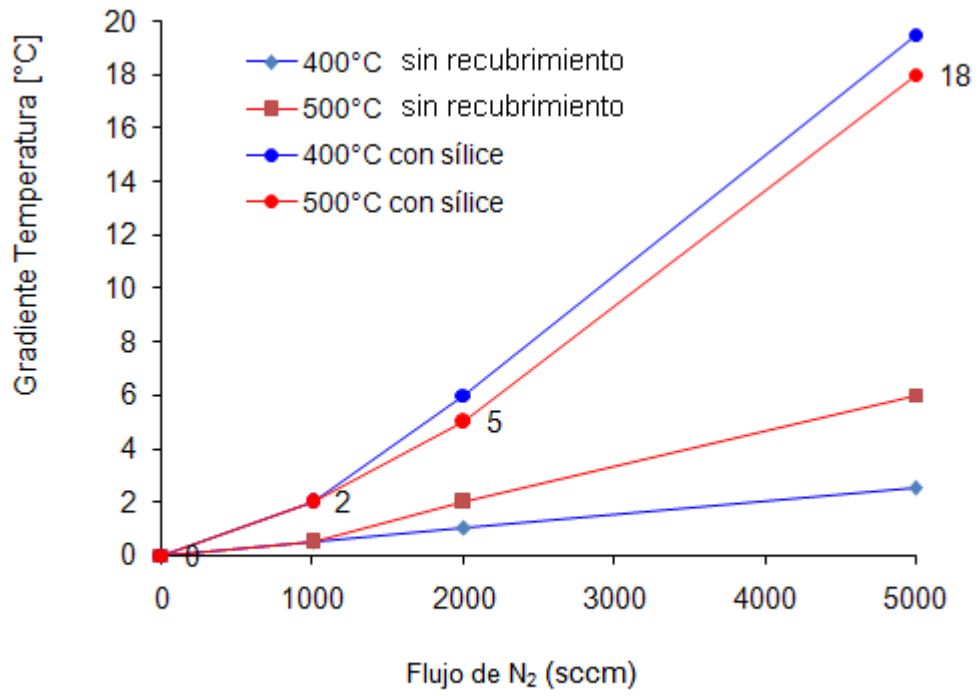
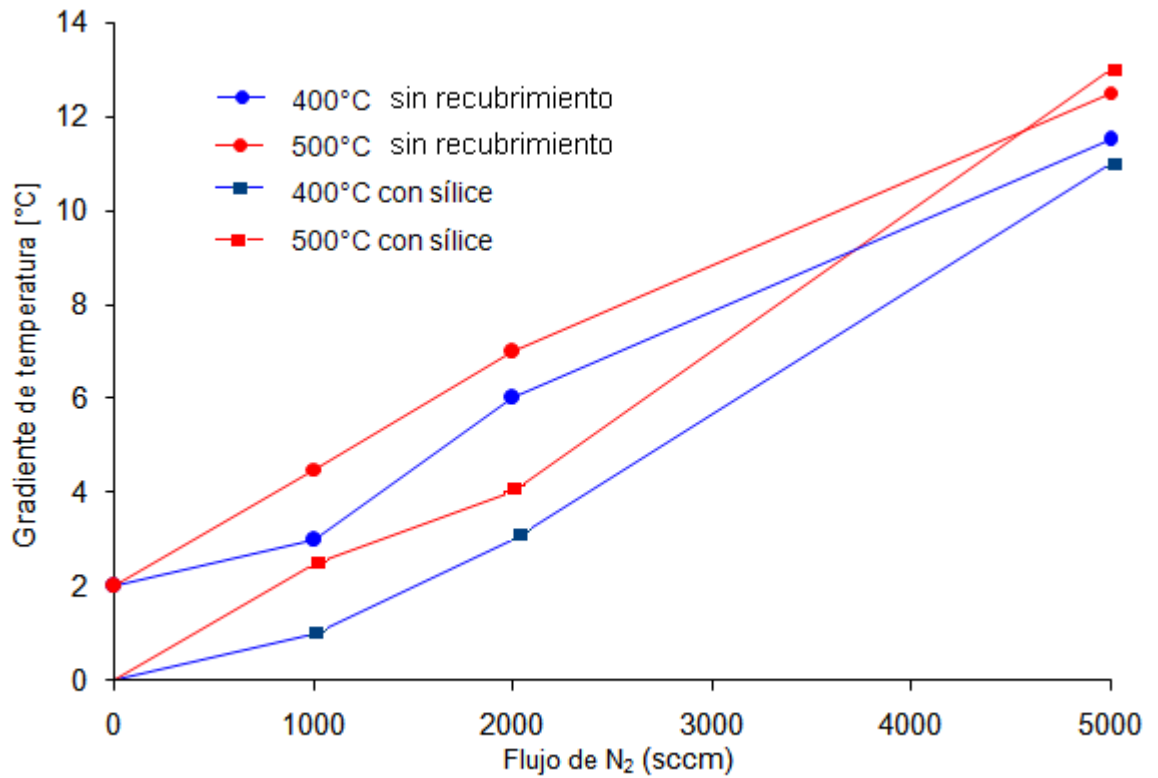


Figura 10. Gradientes de temperatura del monolito de mallas de hilo



a) Mallas Perforadas

Figura 11. Gradientes de temperatura del monolito de mallas perforadas



c) Malla espiral de Hilo

Figura 12. Gradientes de temperatura de mallas tipo espiral de hilos

3.2.1. Efecto térmico del recubrimiento: resistencia a la disipación de energía

El efecto térmico del recubrimiento es más notorio en los gradientes de las mallas metálicas perforadas de la figura 11, mientras que para las mallas de hilo los gradientes de las figuras 10 y 12 muestran una tendencia de linealidad con respecto al flujo, Esto ocurre debido básicamente a que las mallas metálicas perforadas son las que permiten bajo las mismas condiciones de EPD, mayor sílice depositada que las mallas de hilo de acuerdo a la tabla 4. Esto se traduce en una resistencia mayor a la conducción de calor que promueve mayores gradientes de temperatura.

3.2.2. Efecto térmico del flujo: control sobre el tiempo de contacto

De acuerdo a los gradientes presentados en los tres tipos de configuraciones, es posible investigar el comportamiento de la estructura monolítica en función tanto del flujo como del tipo de soporte. Las mallas perforadas son las que presentan una mayor sensibilidad de los gradientes de temperatura con respecto al flujo, mostrando que a medida que aumenta el flujo de gas inerte de arrastre; se incrementan los gradientes superficiales (figura 11). Los gradientes de temperatura en las mallas de hilo, muestran que a mayores flujos de operación; el rendimiento de estas mallas es mejor debido a que permiten un mayor paso de flujo sin generar gradientes térmicos significativos; como se muestra en las figuras 10 y 12. Esto último refleja indirectamente el grado de porosidad de estos materiales. Otro efecto térmico en las mallas se puede observar con respecto a la temperatura de entrada del gas inerte, pero este efecto no es significativo en la evaluación térmica. Aproximadamente un aumento de la temperatura en 100 °C implica un gradiente máximo de 3 °C.

3.2.3. Comparación del comportamiento térmico de mallas metálicas vs monolitos de sílice tipo espuma

Las figuras 13 y 14 representan los gradientes térmicos de las estructuras monolíticas metálicas en comparación a monolitos tradicionales tipo espuma de sílice de 30 y 45 ppi (poros por pulgada lineal), a 2 condiciones de temperatura de gas inerte en la corriente de entrada. Los datos de los gradientes de temperatura en los monolitos de sílice fueron obtenidos en experimentaciones previas [25]. Como lo muestran las figuras 13 y 14, bajo condiciones de flujo de hasta de 3500 sccm y temperaturas de gas inerte de 400 y 500°C, las mallas metálicas promueven gradientes de temperatura inferiores o iguales a los monolitos tipo espuma. Estos gradientes son dependientes del flujo y muestran las siguientes tendencias:

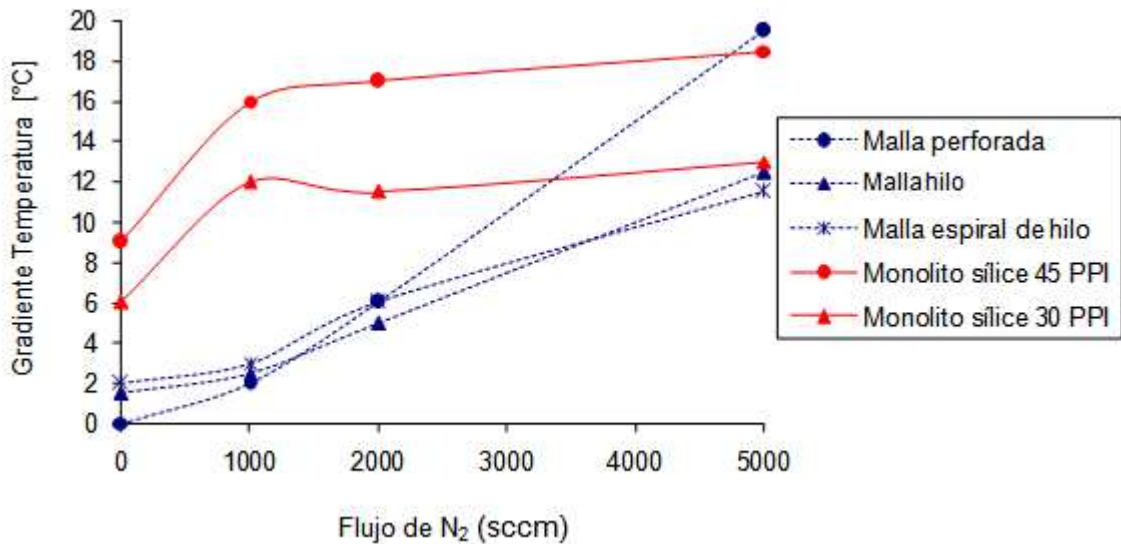


Figura 13. Gradientes térmicos de mallas metálicas recubiertas con monolitos de sílice funcionalizados. $T_{N_2}(\text{Entrada}) = 400^\circ \text{C}$

- Para flujos bajos (<2000 sccm), los gradientes de temperatura disminuyen entre 2 y 5 veces con respecto al sustrato cerámico del monolito, esto sucede debido a que se generan fenómenos convectivos de transferencia de calor lentos; que permiten un mayor tiempo de contacto y una mayor disipación de energía, aun para las mallas de hilo que muestra mayores gradientes a menores flujos.

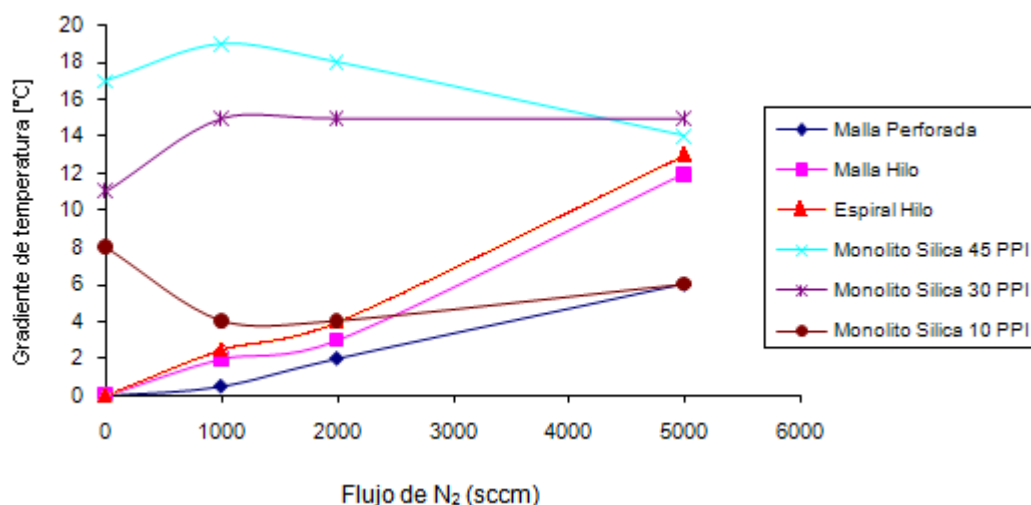


Figura 14. Gradientes térmicos de mallas metálicas recubiertas con sílice con monolitos de sílice funcionalizados. $T_{N_2}(\text{Entrada}) = 500^\circ \text{C}$

- Para flujos mayores a 3000 sccm, las variaciones de temperatura son más notorias en las mallas metálicas como lo muestran las pendientes de los gradientes de temperatura. esta tendencia se presenta debido a que el aumento del flujo promueve un mayor transporte de calor en el soporte metálico, y a su vez un aumento en los gradientes térmicos. lo cual no ocurre en monolitos de sílice a altos flujos, debido a que en el soporte cerámico estos efectos no son tan notorios.

El efecto de disipación de energía, combinado con la cinética de reacción, es determinante en el uso potencial de estos recubrimientos cerámicos sobre estructuras metálicas, debido a que la disminución de los gradientes térmicos implica un grado de controlabilidad del reactor, que permita generar modelos de transferencia de calor isotérmicos que se adapten a las ecuaciones de continuidad, tanto de transferencia de calor como de masa. Las mallas metálicas recubiertas, son una alternativa viable en la optimización de procesos químicos; que impliquen un control estricto de los gradientes térmicos en función de la cinética de reacción y de la selectividad de compuestos intermedios valiosos, teniendo en cuenta que se deben diseñar catalizadores con un alto grado de homogeneidad y sin fisuras que garanticen que el soporte metálico no se vea involucrado en la cinética de los procesos.

CONCLUSIONES

La mejor condición encontrada de deposición sílice sobre mallas metálicas perforadas esta representada por la celda de 2 contraelectrodos de grafito, una relación amperaje tiempo de 140 mA-30 minutos de deposición y una ruta de secado alternativa con una solución de EtOH-TEOS en n-heptano.

Se comprobó experimentalmente que la etapa de secado es influyente en los procesos de deposición electroforética y que juega un papel determinante en la masa final depositada sobre el metal y su microestructura, y más aun en nuestro caso debido a la susceptibilidad de los recubrimientos de sílice al agrietamiento

Se determino experimentalmente que las estructuras monolíticas de mallas de hilos son menos susceptibles al agrietamiento durante la etapa del secado, generando recubrimientos con alto grado de homogeneidad y un nivel de fisuras mínimo.

Debido a que el factor determinante en el uso de estos materiales compuestos como catalizadores, es el tiempo de contacto, Para aplicaciones como las síntesis de cetenas, la cual es la principal aplicación de interés, una malla perforada sería por ahora la opción más conveniente por dos razones:

- Es la malla sobre la cual se deposita más sílice y proporcionalmente pierde menos masa
- Es la malla en la cual los gradientes de temperatura son menores que en monolitos cerámicos tipo espuma en los tiempos de residencia requeridos para esta reacción (50 a 200 milisegundos). Sin embargo, no se debe descartar el uso de mallas de hilo o monolitos espirales debido a que fueron los recubrimientos con mejor microestructura encontrada.

RECOMENDACIONES

Obtener una cinética de la electrodeposición de sílice que contenga parámetros asociados tanto a la solución sol-gel como al fenómeno de electroforesis y también que tenga en cuenta no solo la etapa inicial de la electrodeposición, la cual es lineal, si no la etapa limitante en la cual el fenómeno de electroforesis disminuye con el tiempo de deposición y las corrientes registradas tienden a cero

Análisis microestructurales de los recubrimientos, como AFM (atomic force microscope), SEM (Scanning electron microscope) y difracción de rayos X. ya que solo se usaron microfotografías en la caracterización de los depósitos.

Ensayar recubrimientos con mallas de tejido tricotado, la cual es una malla metálica novedosa con un mayor porcentaje de área disponible con respecto a las tradicionales mallas metálicas planas.

Analizar el efecto de la doble deposición en el metal, con el fin de suprimir las fracturas superficiales del depósito que podrían neutralizar mecanismos de reacción estudiados en estos materiales.

Evaluar los materiales compuestos en la deshidratación catalítica de ácido acético, con el fin de observar los efectos de la reducción de los gradientes térmicos en la selectividad hacia la cetena de bajo peso molecular.

BIBLIOGRAFIA

1. MARTINEZ R. Catalytic synthesis of ketenes on silica monoliths at short Contact-time. Tesis Doctoral. University of Delaware. 2001.
2. M.P. VOROB'EVA, A.A. GREISH, A.V. IVANOV, L.M. KUSTOV. Preparation of catalyst carriers on the basis of alumina supported on metallic gauzes. En: Applied Catalysis A: General 199 (13.Diciembre.1999) p. 257–261.
3. WILLIAMS, J. L. Monolith structures, materials, properties and uses. Catalysis. Today 69(2001) p. 3.
4. RONALD M. HECKA, SURESH GULATI B, ROBERT J. FARRAUTO. The application of monoliths for gas phase catalytic reactions. En: Chemical Engineering Journal 82(3.Noviembre.2000). p 149–156
5. HONG SUN, XIE QUAN, SHUO CHEN, HUIMIN ZHAO, YAZHI ZHAO. Preparation of well-adhered γ -Al₂O₃ washcoat on metallic wire meshes monoliths by electrophoretic deposition. En: Applied Surface Science 253(8.Julio.2006) p.3303–3310.
6. VOROB'EVA, M.P., GREISH, A.A., STAKHEEV, A. New Catalyst support and catalytic systems on the basis of metallic gauzes coated with II – IV group element oxides. En: Studies in Surface Science and Catalysis. (2000); p. 1127 – 1132.
7. KYUNG SHIK YANG, ZHIDONG JIANG, JONG SHIK CHUNG. Electrophoretically Al-coated wire mesh and its application for catalytic oxidation of 1,2-dichlorobenzene. En: Surface and Coatings Technology 168(16.Agosto.2002) p 103–110.

8. L.BESRA, M. LIU. A review on fundamentals and applications of electrophoretic deposition (EPD). En: Progress in Materials Science 52(2007) p.1–61.
9. S.C. TJONG , HAYDN CHEN. Nanocrystalline materials and coatings. En: Materials Science and Engineering R 45 (2004) p. 42.
10. X. PANG, I. ZHITOMIRSKY, M. NIEWCZAS. Cathodic electrolytic deposition of zirconia films. En: Surface & Coatings Technology 195 (12. Agosto.2004). P 138–139.
11. YI LI, C.P. WONG. Recent advances of conductive adhesives as a lead-free Alternative in electronic packaging: Materials, processing, reliability and applications. En: Materials Science and Engineering R 51 (2006) p. 14.
12. LIANG LIU, JI-MING HU, JIAN-QING ZHANG, CHU-NAN CAO. Improving the formation and protective properties of silane films by the combined use of electrodeposition and nanoparticles incorporation. En: Electrochimica Acta 52 (2006) 538–545.
13. SHAN W., ZHANG Y. Electrophoretic deposition of nano-size zeolites in non-aqueous medium and its application in fabricating thin zeolite membranes. En: Micropor. Mesopor. Mater 69(2004). P. 35– 42.
14. WEI M, RUYS AJ, MILTHORPE BK, SORRELL CC, EVANS JH. Electrophoretic deposition of hydroxyapatite coatings on metal substrate: a nanoparticulate dual coating approach.En: Journal Sol–gel Science and Technology 2001; 21:39–48.
15. SRIDHAR TM, MUDALI UK. Development of bioactive hydroxyapatite coatings on Type 316L stainless steel by Electrophoretic deposition for orthopedic

applications. En: Transactions of the Institute of Metal Finishing 56(2003) p.221–30.

16. YUM J-H, SEO S-Y, LEE S, SUNG Y-E. Y3Al5O12: Ce0.05 phosphor coating on gallium nitride for white light emitting diodes. En: J Electrochemical Soc (2003); 150(2): p. 47–52.

17. SHANE MJ, TALBOT JB, SCHREIBER RG, ROSS CL, SLUZKY E, HESSE KR. Electrophoretic deposition of phosphors: I conductivity and zeta potential measurements. En: J. Colloid. Interface. Sci. 1994; 165:325–33.

18. BASU RN, RANDALL CA, MAYO MJ. Fabrication of dense zirconia electrolyte films for tubular solid oxide fuel cells by electrophoretic deposition. En: J. Am. Ceram. Soc (2001) p. 33–40.

19. KIYOSHI KANAMURA, JUN-ICHI HAMAGAMI. Innovation of novel functional material processing technique by using electrophoretic deposition process. En: Solid State Ionics 172 (23.Enero. 2004) p. 303–305.

20. A. PEPE, P.G. GALLIANO Y R. BOERI. OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN PRELIMINAR DE RECUBRIMIENTOS DE SÍLICE POR SOL-GEL SOBRE FUNDICIONES. En: Jornadas SAM 2000 - IV Coloquio Latinoamericano de Fractura y Fatiga, Agosto de 2000, p.872.

21. ANDRÉS PEPE , MARIO APARICIO , SILVIA CÉREA,, ALICIA DURAN, Synthesis of hybrid silica sol–gel coatings containing Zn particles on carbon steel and Al/Zn coated carbon steel. En: Materials Letters 59 (2005) 3937 – 3940

22. D.M. FRIAS, S. NOUSIR, I. BARRIO, M. MONTES, L.M. MARTÍNEZ T, M.A. CENTENO, J.A. ODRIOZOLA. Nucleation and growth of manganese oxides on

metallic surfaces as a tool to prepare metallic monoliths. En: Applied Catalysis A: General 325 (7. Febrero. 2007) 205–206.

23. BARRERA A. Y GALLARDO L. (2004). Recubrimientos de mallas metálicas de acero inoxidable con sílice por electrodeposición utilizando el método sol-gel. Proyecto de grado, Ingeniería Química. Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga.

24. EDUARDO J. NASSAR, CLAUDIO R. NERI, PAULO S. CALEFI, OSVALDO A SERRA. Functionalized silica synthesized by sol-gel process. En: Journal of Non-Crystalline Solids 247 (1999). P. 124-128.

25. MARTÍNEZ R. Y ORDOÑEZ I.D. Quinto informe de avance de proyecto UIS-COLCIENCIAS “Modelamiento y bases tecnológicas para el escalado de la síntesis de cetenas sobre monolitos funcionalizados con sílice”. (2007). Universidad Industrial de Santander.

26. BARRERA A. Y GALLARDO L. (2004). Recubrimientos de mallas metálicas de acero inoxidable con sílice por electrodeposición utilizando el método sol-gel. Proyecto de grado, Ingeniería Química. Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga.

27. FEI SHI, LIJIU WANG, JING XIAO LIU. Synthesis and characterization of silica aerogels by a novel fast ambient pressure drying process. En: Mat. Letters 60. (2006) p. 3718–3722.

28. Y. CASTRO, B. FERRARI, R. MORENO, A. Duran. Coatings produced by electrophoretic deposition from nano-particulate silica sol-gel suspensions. En: Surface and Coatings Technology 182 (2004). P. 199–203.

ANEXOS

ANEXO 1. ESPECIFICACIONES DE LOS ELECTRODOS

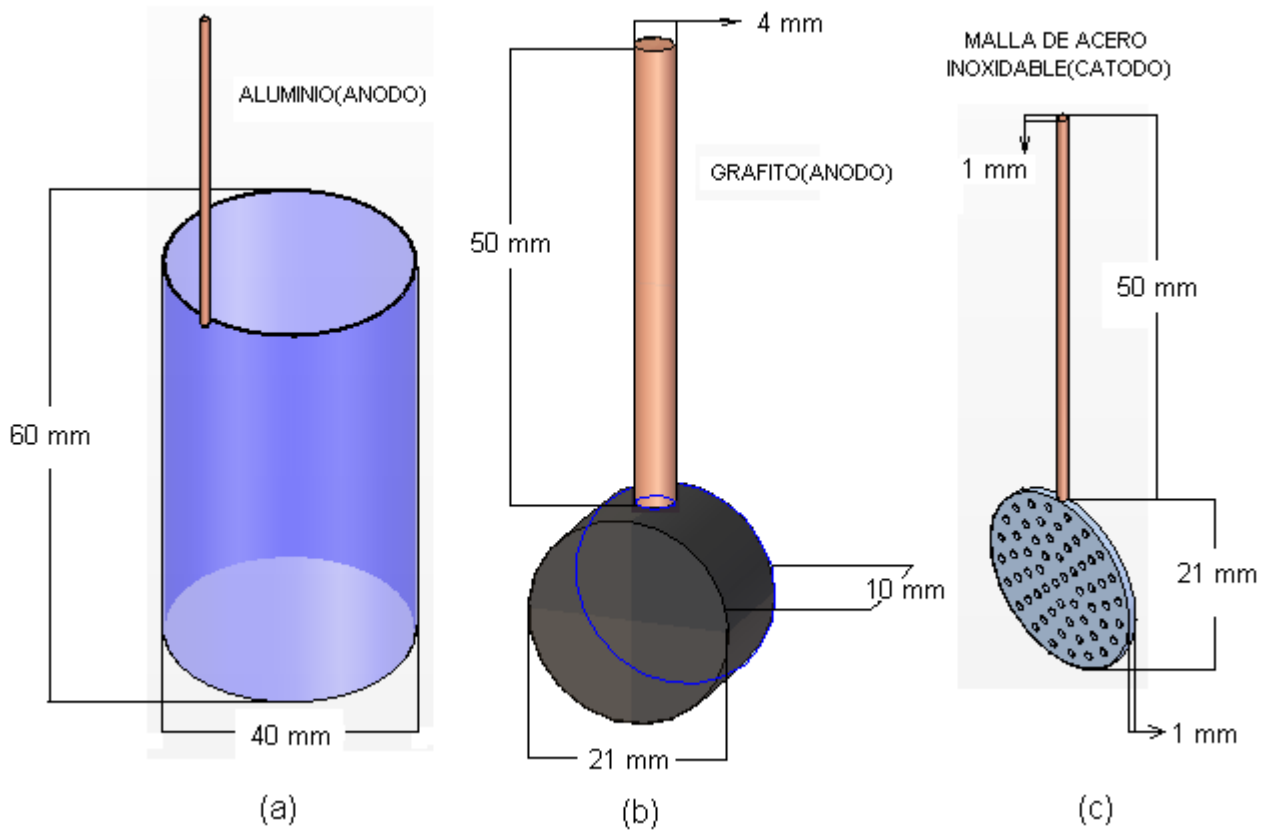


Figura 15. Configuraciones geométricas de los electrodos: (a). cilindros de aluminio (lamina metálica y papel aluminio) (b). Electrodo de grafito (c). Malla metálica perforada

MALLA METALICA		GRAFITO		CILINDRO DE AL	
<i>PROPIEDAD</i>	<i>VALOR</i>	<i>PROPIEDAD</i>	<i>VALOR</i>	<i>PROPIEDAD</i>	<i>VALOR</i>
espesor	1 mm	espesor	10 mm	espesor	1 mm
diámetro	21 mm	diámetro	21 mm	diámetro	40 mm
material	SAE 304	material	Carbon	material	Aluminio
forma	circular	forma	cilíndrica	forma	cilíndrica

Tabla 5. Especificaciones técnicas de los electrodos

ANEXO 2. CELDAS ELECTROFORETICAS

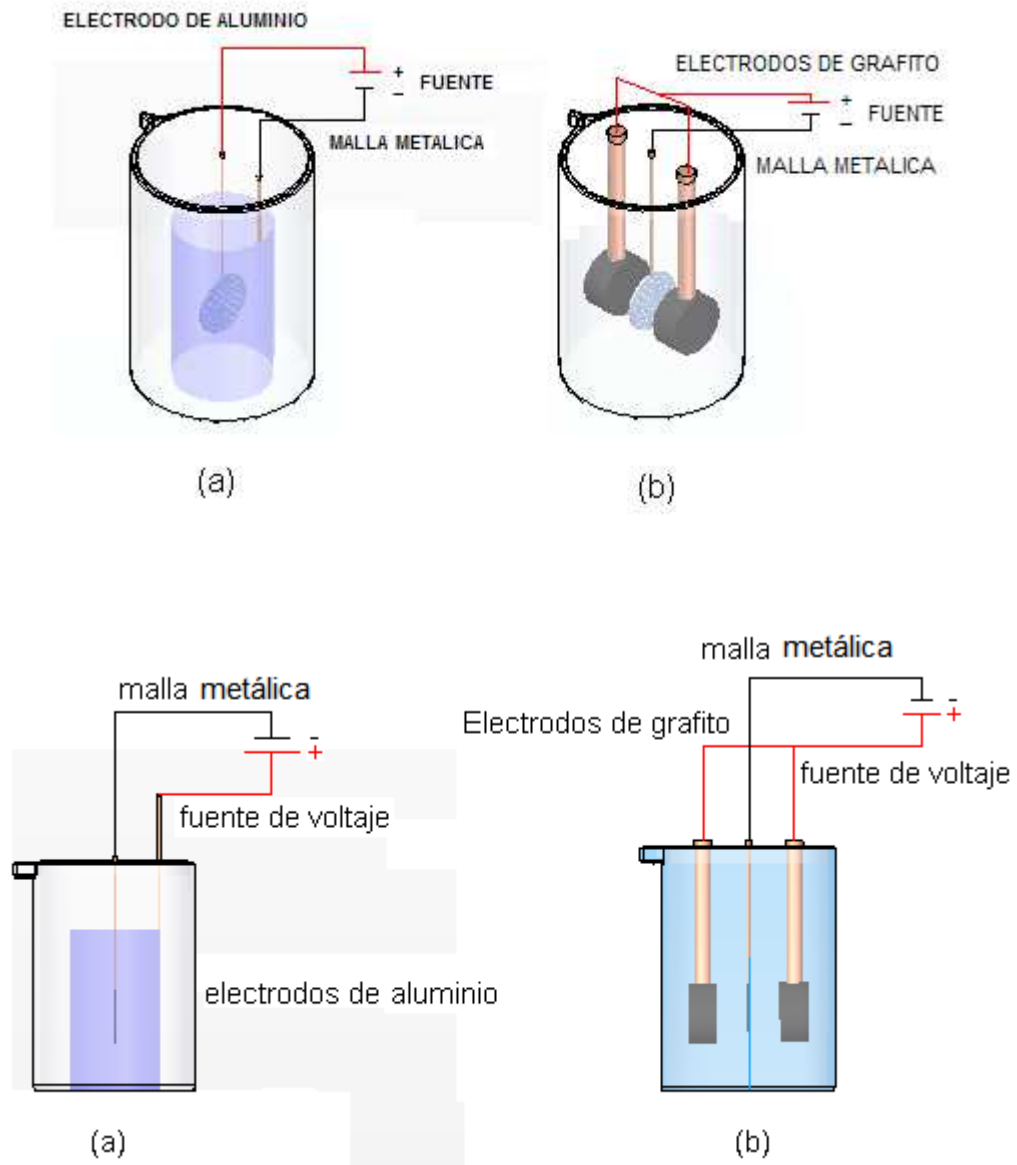


Figura 16. Configuraciones geométricas de los circuitos de electrodeposición usadas en los experimentos: (a). Celda de electrodos de aluminio (lamina metálica y lamina de papel) (b). Celda de electrodos de grafito

ANEXO 3. DATOS EXPERIMENTALES

MASA DEPOSITADA(g)	CORRIENTE PROMEDIO(A)	VOLTAJE APLICADO	DENSIDAD DE CORRIENTE(mA/cm ²)	MASA/AREA (mg/cm ²)	MASA DEPOSITADA(g)
0.0124	0.2871	18	20.7257	0.8950	0.0124
0.0116	0.1150	10	8.3005	0.8372	0.0116
0.0141	0.1184	10	8.5504	1.0177	0.0141
0.0154	0.4542	18	32.7890	1.1115	0.0154
0.0069	0.2233	10	16.1200	0.4980	0.0069
0.0095	0.4954	18	35.3677	0.6857	0.0095
0.0107	0.2025	10	14.6162	0.7723	0.0107
0.0187	0.2671	18	19.2821	1.3497	0.0187
0.0071	0.1184	10	8.5504	0.5124	0.0071
0.0065	0.1269	10	9.1611	0.4691	0.0065
0.0049	0.1450	10	10.4659	0.3536	0.0049
0.0068	0.1423	10	10.2716	0.4908	0.0068
0.0108	0.2842	18	20.5194	0.7795	0.0108
0.0038	0.3548	18	21.6537	0.2742	0.0038
0.0044	0.2671	18	19.2821	0.3175	0.0044
0.0048	0.1253	10	9.0501	0.3464	0.0048
0.0027	0.1276	10	9.2167	0.1948	0.0027
0.0041	0.3254	18	23.0973	0.2959	0.0041
0.003	0.2942	18	21.2412	0.2165	0.0030
0.0024	0.1146	10	8.2728	0.1732	0.0024
0.0052	0.1184	10	8.5504	0.3753	0.0052
0.0112	0.1554	10	10.8268	0.8084	0.0112
0.0022	0.3833	18	27.6686	0.1587	0.0022
0.013	0.3583	18	25.8641	0.9383	0.0130
0.0019	0.3571	18	25.7782	0.1371	0.0019
0.009	0.3566	18	25.7438	0.6496	0.0091
0.0133	0.1650	10	11.9095	0.9599	0.0133
0.0051	0.1391	10	10.0449	0.3681	0.0051
0.0062	0.2657	18	19.1790	0.4475	0.0062
0.0087	0.2785	18	20.1070	0.6279	0.0087
0.003	0.1762	5	12.7215	0.2165	0.0034
0.006	0.055	5	3.96985	0.4330	0.0065
0.002	0.0115	10	0.72179	0.1443	0.0025
0.003	0.1662	10	11.9997	0.2165	0.0038
0.002	0.1724	5	12.2704	0.1443	0.0029
0.003	0.0631	5	4.55630	0.2165	0.0037
0.001	0.0387	10	2.79694	0.0721	0.0013
0.006	0.1751	10	12.6313	0.4330	0.0061
0.03	0.3525	20	25.4431	2.1653	0.0364

Tabla 6. Datos experimentales de los recubrimientos

Cinética de electrodeposición: **voltaje vs masa depositada**

GRAFITO		AL METAL		AL PAPEL	
Potencial(V)	Masa depositada(g)	Potencial(V)	masa depositada(g)	Potencial(V)	masa depositada(g)
5	0.0045	5	0.0025	10	0.0084
10	0.005857143	10	0.00558	18	0.006416667
18	0.0082375	18	0.0187	20	0.019

Tabla 7. Valores experimentales para la masa depositada en función del potencial aplicado

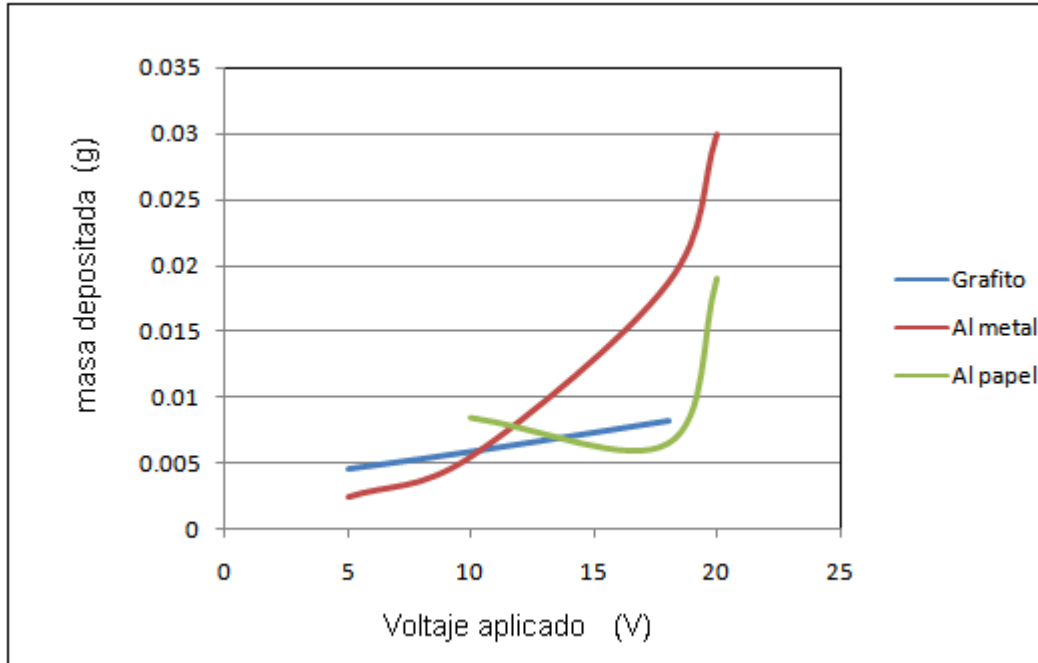


Figura 17. Cinética de electrodeposición en función de la geometría de la celda EPD (Tabla 7)

GRADIENTES TERMICOS DE LAS ESTRUCTURAS MONOLITICAS

- GRADIENTES DE TEMPERATURA DEL ESPIRAL SIN RECUBRIMIENTO

TZ1	TZ2	TZ3	Tetrad	Tsalida	GRADIENTES	Promedio
395	396	395	361	362	1	
395	396	397	363	363	0	
395	396	397	364	364	0	0
Inicio con flujo de 1000 SCCM						
395	396	397	359	360.5	1.5	
396	396	397	359	361.5	2.5	
396	397	397	360	361	1	
396	397	397	360	361	1	1
Inicio con flujo de 5000 SCCM						
396	396	397	310	321	11	
396	396	397	307	318	11	
395	396	397	306	317	11	
395	396	397	305	316	11	11
Inicio con flujo de 2000 SCCM						
395	396	397	349	352	3	
395	396	397	351	354	3	3
RAMPA a 500°C Sin flujo						
494	495	495	445	447	2	
494	495	495	445	448	3	
494	495	495	446	448	2	2.5
Inicio con flujo de 2000 SCCM						
494	495	495	440	444	4	
494	494	495	440	444	4	
494	495	495	440	444	4	4

Inicio con flujo de 5000 SCCM						
494	495	495	397	410	13	
494	495	495	394	407	13	
494	495	495	392.5	406	13.5	13

Tabla 8. Gradientes térmicos para las mallas de espiral de hilos sin recubrimiento

GRADIENTES DE TEMPERATURA DEL ESPIRAL RECUBIERTO

<i>TZ1</i>	<i>TZ2</i>	<i>TZ3</i>	<i>Tetrad</i>	<i>Tsalida</i>	<i>GRADIENTES</i>	<i>Promedio</i>
395	396	395	344	343	1	
395	396	395	349	347	2	
395	396	395	352	350	2	2
Inicio con flujo de 1000 SCCM						
396	396	397	351	348	3	
396	396	397	352	349	3	
396	396	397	353	350	3	3
Inicio con flujo de 2000 SCCM						
396	397	397	348	346	2	
396	397	397	347	346	1	
395	397	397	347	346	1	1
396	397	397	348	346	2	
396	397	397	347	346	1	
395	397	397	347	346	1	1
Inicio con flujo de 5000 SCCM						
395	396	397	308	318	10	
395	396	397	306	315	9	
395	396	397	305	314	9	9
RAMPA a 500°C Sin flujo						
fin de rampa a 500-sin flujo						
493	494	494	440	436	4	
493	495	495	444	439	5	
494	495	495	447	441	6	
494	495	495	448	443	5	5
Inicio con flujo de 1000 SCCM						
494	495	495	446	440	6	
494	495	495	446	440	6	
494	495	495	446	440	6	6
Inicio con flujo de 2000 SCCM						
494	495	495	441	436	5	
494	495	495	440	436	4	
494	495	495	440	435	5	4.5
Inicio con flujo de 5000 SCCM						
494	495	495	399.5	405	5.5	
493	495	495	397	403	6	
493	495	495	396	401	5	5.5

Tabla 9. Gradientes térmicos para las mallas de espiral de hilos con recubrimiento

- GRADIENTES DE TEMPERATURA DE MALLAS PERFORADAS SIN RECUBRIMIENTO

TZ1	TZ2	TZ3	Tetrad	Tsalida	GRADIENTES	Promedio
395	396	395	349	349	0	
396	396	395	354	353	1	
396	396	395	356	355	1	1
Inicio con flujo de 1000 SCCM						
396	396	395	353	353	0	
396	396	395	353.5	353	0.5	0.5
Inicio con flujo de 2000 SCCM						
396	396	395	349	349.5	0.5	
396	397	395	348	349	1	1
Inicio con flujo de 5000 SCCM						
396	396	397	316	318	2	
396	396	397	313	315.5	2.5	
396	396	397	312.5	315	2.5	2.5
RAMPA a 500°C Sin flujo						
Inicio con flujo de 2000 SCCM						
494	495	495	432	434	2	
494	495	495	434	436	2	
494	495	495	435	437	2	2
Inicio con flujo de 5000 SCCM						
494	495	495	406	412	6	
494	495	495	404	410	6	
494	495	495	403	409	6	6
Inicio con flujo de 1000 SCCM						
494	495	495	440	440.5	0.5	
494	495	495	442	442	0	
494	495	495	443	443	0	0.5

Tabla 10. Gradientes térmicos para las mallas perforadas sin recubrimiento

- GRADIENTES DE TEMPERATURA DE MALLAS PERFORADAS RECUBIERTAS

TZ1	TZ2	TZ3	Tetrad	Tsalida	GRADIENTES	Promedio
395	395	397	350	350	0	
395	395	397	356	356	0	
395	395	397	359	359	0	0
Inicio con flujo de 1000 SCCM						
396	396	395	358	360	2	
396	396	395	359	361	2	
396	396	395	360	362	2	2
Inicio con flujo de 2000 SCCM						
396	397	395	354	360	6	
396	397	397	354	360	6	
395	396	397	354	360	6	6
Inicio con flujo de 5000 SCCM						
396	396	397	319	341	22	
395	396	397	318	340	22	
396	396	397	318	339	21	
396	398	397	317	338	21	21
RAMPA a 500°C Sin flujo						
FIN DE LA RAMPA-INICIO FLUJO A 2000						
492	494	494	442	443	1	

493	494	494	435	443	8	
493	494	494	440	446	6	
494	494	495	442	447	5	6
Inicio con flujo de 1000 SCCM						
494	495	495	449	451	2	
494	495	495	450	452	2	
494	495	495	451	453	2	2
Inicio con flujo de 5000 SCCM						
494	495	495	408	428	20	
494	495	495	407	427	20	
494	495	495	407	426	19	19
PRUEBA SIN FLUJO						
494	495	495	454	453	1	
494	495	495	455	454	1	
494	495	495	456	454	2	2

Tabla 11. Gradientes térmicos para las mallas perforadas con recubrimiento

• GRADIENTES DE TEMPERATURA DE MALLAS DE HILO SIN FUNCIONALIZAR

<i>TZ1</i>	<i>TZ2</i>	<i>TZ3</i>	<i>Tentrad</i>	<i>Tsalida</i>	<i>Gradientes</i>	<i>promedio</i>
395	396	396	352	351	1	
396	396	397	357	355	2	
396	397	397	357	355	2	
396	397	397	358	356	2	
396	397	397	358	356	2	2
Inicio con flujo de 1000 SCCM						
396	396	397	354	353	1	
395	397	397	354	352	2	
395	397	397	354	352	2	2
Inicio con flujo de 2000 SCCM						
396	397	397	345	347	2	
396	396	397	344	346	2	
396	396	397	344	346	2	2
Inicio con flujo de 5000 SCCM						
396	396	397	299	309	10	
396	396	397	296	306	10	
396	396	397	295	305	10	10
RAMPA a 500°C Sin flujo						
flujo de 2000 SCCM						
494	495	495	428	430	2	
494	495	495	430	432	2	
494	495	495	431	433	2	2
Inicio con flujo de 5000 SCCM						
494	494	495	385	397	12	
494	494	495	384	396	12	
494	494	495	383	395	12	12
Inicio con flujo de 1000 SCCM						
494	495	495	440	437	3	
494	495	495	441	439	2	

Tabla 12. Gradientes térmicos para las mallas de hilo sin recubrimiento

RESUMEN DE LOS GRADIENTES TERMICOS EN LAS ESTRUCTURAS MONOLITICAS

- MALLAS PERFORADAS:

Sin recubrimiento			Con recubrimiento		
Temp [°C]	Flujo [sccm]	DT [°C]	Temp [°C]	Flujo [scc m]	DT [°C]
400	0	0	400	0	0
	1000	0.5		1000	2
	2000	1		2000	6
	5000	2.5		5000	19.5
500	0	0	500	0	0
	1000	0.5		1000	2
	2000	2		2000	5
	5000	6		5000	18

Tabla 13. Mallas perforadas

- MALLAS ESPIRAL DE HILO:

Sin recubrimiento			Con recubrimiento		
Temp [°C]	Flujo [sccm]	DT [°C]	Temp [°C]	Flujo [scc m]	DT [°C]
400	0	0	400	0	2
	1000	1		1000	3
	2000	3		2000	6
	5000	11		5000	11.5
500	0	0	500	0	2
	1000	2.5		1000	4.5
	2000	4		2000	7
	5000	13		5000	12.5

Tabla 14. Mallas espiral de hilos

- MALLAS DE HILO:

Sin recubrimiento			Con recubrimiento		
Temp [°C]	Flujo [sccm]	DT [°C]	Temp [°C]	Flujo [scc m]	DT [°C]
400	0	0	400	0	1.5
	1000	1		1000	2.5
	2000	2		2000	5
	5000	10		5000	12.5
500	0	0	500	0	1.5
	1000	2		1000	3
	2000	3		2000	6.5
	5000	12		5000	13

Tabla 15. Mallas de hilo

- *MONOLITO DE SÍLICE DE 30 PPI (POROS POR PULGADA CUADRADA), SIN FUNCIONALIZAR*

Sin recubrimiento		
Temp [°C]	Flujo [sccm]	DT [°C]
400	0	6
	1000	12
	2000	11.5
	5000	13
500	0	11
	1000	15
	2000	15
	5000	15

Tabla 16. Monolito de sílice de 30 ppi, sin funcionalizar

- *MONOLITO DE SÍLICE DE 45 PPI (POROS POR PULGADA CUADRADA), SIN FUNCIONALIZAR*

Sin recubrimiento		
Temp [°C]	Flujo [sccm]	DT [°C]
400	0	9
	1000	16
	2000	17
	5000	18.5
500	0	17
	1000	19
	2000	18
	5000	14

Tabla 17. Monolito de sílice de 45 ppi, sin funcionalizar

***DT**= diferencia de temperatura entre la entrada de flujo de N₂ de la estructura monolítica y la salida de flujo de N₂.