

UNIVERSIDAD DE COSTA RICA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

PRODUCCIÓN Y EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES DE MATERIALES  
COMPUESTOS FORMADOS CON MATERIALES DE CAMBIO DE FASE Y  
ZEOLITA O FOSFATO DE ZIRCONIO.

PROYECTO DE GRADUACIÓN SOMETIDO A LA CONSIDERACIÓN DE LA ESCUELA  
DE INGENIERÍA QUÍMICA COMO REQUISITO FINAL PARA OPTAR POR EL GRADO  
DE LICENCIATURA EN INGENIERÍA QUÍMICA

**CAROLINA HAUG SALAZAR**

CIUDAD UNIVERSITARIA RODRIGO FACIO  
SAN JOSÉ, COSTA RICA

2019

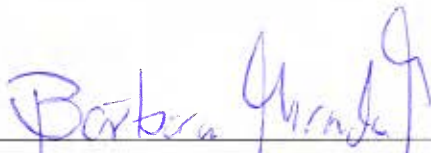


Proyecto de graduación sometido a consideración de la Escuela de Ingeniería Química  
como requisito final para optar por el grado de Licenciatura en Ingeniería Química.

Sustentante:

Carolina Haug Salazar

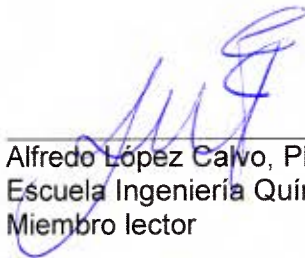
Aprobado por:



Bárbara Miranda Morales, Ph.D  
Escuela Ingeniería Química, UCR  
Presidente del tribunal



Natalia Hernández Montero, Ph.D  
Escuela de Ingeniería Química, UCR  
Directora del proyecto



Alfredo López Calvo, Ph.D  
Escuela Ingeniería Química, UCR  
Miembro lector



Mavis Montero Villalobos  
Escuela de Química, UCR  
Miembro lector



Ing. Dianella Garro Espinoza  
Escuela de Ingeniería Química, UCR  
Miembro lector invitado



## Agradecimientos

Quiero agradecer a Dios por permitirme terminar concluir esta etapa. Les agradezco a mis papás Lisbeth y Andrés por darme la oportunidad de estudiar, apoyarme en todo momento, enseñarme a no rendirme y su amor incondicional. A Daniel que me acompañó durante toda esta etapa, ayudándome en todo momento, dándome siempre su apoyo incondicional, motivándome para seguir adelante. A mis hermanos Andrés y Priscilla les agradezco por siempre brindarme su apoyo en todo momento y su amor.

A la profesora Natalia Hernández por su gran ayuda y guía en este proyecto. A la profesora Mavis Montero y Alfredo López por su gran ayuda.



## Resumen

Los dispositivos electrónicos cada vez poseen mayor cantidad de componentes para aumentar el desempeño, además son más livianos y de menor tamaño. Esto puede causar que la temperatura aumente significativamente dentro del dispositivo y puede provocar un aumento en las fallas del dispositivo. Por esta razón se ha investigado nuevos métodos de enfriamiento, un ejemplo de estos son los materiales de cambio de fase. El presente trabajo tuvo como objetivo general analizar el efecto de partículas como zeolita A y fosfato de zirconio en las propiedades térmicas de materiales de cambio de fase (eicosano y ácido láurico). Primeramente, para este propósito se realizó la síntesis de fosfato de zirconio y zeolita A. Posteriormente, a dichos compuestos se les realizó una modificación en su superficie con octadeciltriclorosilano (OTS) para convertirlos en compuestos hidrofóbicos y mejorar las interacciones con los materiales de cambio de fase orgánicos. Seguidamente, se produjeron los materiales compuestos de cambio de fase: eicosano con fosfato de zirconio/OTS, eicosano con zeolita A/OTS, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS y ácido láurico con zeolita A/OTS con diferentes porcentajes máxicos de los compuestos inorgánicos (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %). Para dispersar los compuestos inorgánicos en los materiales de cambio de fase se utilizó un sonicador con un baño caliente. A los materiales compuestos de cambio de fase resultantes se les midió la capacidad calorífica con un equipo de calorimetría diferencial de barrido (DSC) y la norma ASTM 1269. Con las pruebas de caracterización Espectroscopía infrarroja (FTIR) y Difracción de Rayos X (XRD) se confirmó que los materiales sintetizados eran los esperados. Con los resultados del FTIR y análisis termogravimétrico (TGA) se corroboró la presencia de agua dentro del fosfato de zirconio y zeolita A. Los resultados del FTIR para los compuestos inorgánicos modificados mostraron la presencia del OTS en ellos. Se realizó un análisis de varianza de un solo factor (ANOVA) para analizar el efecto del porcentaje máxico de fosfato de zirconio/OTS y zeolita A/OTS en los materiales de cambio de fase escogidos, se obtuvo a un 95 % de confianza que no hay diferencias significativas entre los niveles para los cuatro diferentes materiales compuestos analizados. El mayor aumento de capacidad calorífica fue de 0.129 % para el material compuesto con eicosano y zeolita A/OTS 1 %. El incremento obtenido se considera bajo, ya que en un sistema similar se obtuvo incrementos de hasta un 35 % en las propiedades térmicas (Ghossein , 2015). Se determinó que después de 4 ciclos de calentamiento hay una disminución entre un 10 % a 11 % en la entalpía de fusión de los materiales compuestos de cambio de fase con ácido láurico, mientras que para los materiales compuestos de cambio de fase producidos con eicosano obtuvieron una

disminución en dicha propiedad de un 4 %. Se recomienda utilizar un agente dispersante para poder agregar una mayor concentración de las partículas inorgánicas. Además, se recomienda continuar investigando en este tipo de materiales para mejorar sus propiedades térmicas para que sean de mayor utilidad en sus diferentes aplicaciones.



## ÍNDICE GENERAL

Introducción .....	1
Capítulo 1: Sistemas de enfriamiento en dispositivos electrónicos.....	3
1.1. Eliminación de calor en dispositivos electrónicos .....	3
1.2. Métodos de enfriamiento en dispositivos electrónicos .....	4
1.2.1. Disipadores de calor (heat sinks) .....	4
1.2.3. Microcanales.....	6
1.2.4. Sistemas termoeléctricos.....	6
Capítulo 2. Materiales de cambio de fase (PCM) .....	9
2.1. Materiales de cambio de fase (PCM).....	9
2.3. Deficiencia en los materiales de cambio de fase .....	13
2.4. Mejoras en los materiales de cambio de fase.....	14
2.4. Almacenamiento térmico y aplicaciones de materiales de cambio de fase .....	17
2.4.1. Almacenamiento térmico.....	17
2.4.2. Aplicaciones de materiales de cambio de fase.....	18
Capítulo 3: Partículas hidratadas .....	21
3.1. Zeolita A.....	21
3.1.1. Características generales .....	21
3.1.2. Síntesis de Zeolita A .....	22
3.1.3. Modificación de la superficie de la zeolita A .....	23
3.2. $\alpha$ -Fosfato de Zirconio .....	23
3.2.1. Características generales .....	23
3.2.2. Rutas de síntesis del $\alpha$ -fosfato de zirconio .....	25
3.2.3. Modificación de la superficie .....	25
Capítulo 4: Técnicas de caracterización .....	27
4.1. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).....	27

4.2. Análisis Termogravimétrico (TGA).....	31
4.3. Espectroscopía Infrarroja .....	31
4.4. Dispersión dinámica de la luz (DLS) .....	32
4.5. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) .....	32
4.6. Difracción de Rayos X (DRX) .....	32
4.8. Tamaño de cristalito .....	33
4.9. Energía Dispersiva de Rayos X (EDX) .....	33
Capítulo 5: Diseño de Experimentos .....	35
5.1. Análisis de varianza (ANOVA).....	35
Capítulo 6: Sección Experimental .....	37
6.1. Síntesis de las partículas hidratadas .....	37
6.1.1. Síntesis de fosfato de zirconio .....	37
6.1.2. Síntesis de zeolita A .....	37
6.2. Modificación de superficie .....	38
6.2.1. Modificación de la superficie del fosfato de zirconio y Zeolita A en una superficie hidrófoba.....	38
6.3. Elaboración de los materiales compuestos de cambio de fase .....	39
6.4. Técnicas de caracterización .....	41
6.4.1. Calorimetría Diferencial de Barrido .....	41
6.4.2. Análisis Termogravimétrico .....	42
6.4.4. Difracción de rayos X.....	42
6.4.5. Espectroscopia Infrarroja .....	43
6.4.6. Dispersión dinámica de la luz (DLS) .....	43
6.5. Equipos utilizados .....	43
Capítulo 7: Resultados y Discusión; Síntesis, modificación de superficie y caracterización de zeolita A y fosfato de zirconio.....	49
7.1. Resultados Caracterización de Fosfato de Zirconio y Zeolita A .....	49

7.2. Resultados obtenidos del microscopio electrónico de barrido (SEM) y dispersión dinámica de la luz (DLS) .....	50
7.5. Resultados del análisis espectroscopia de energía dispersiva de rayos X (EDX) ..	53
7.7. Resultados del análisis del tamaño del cristalito .....	56
7.8. Resultados del análisis termogravimétrico (TGA) .....	56
7.9. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) .....	59
Capítulo 8: Resultados y Discusión; Evaluación de la capacidad calorífica de los materiales compuestos de cambio de fase .....	61
8.1. Selección de los materiales base de los materiales compuestos de cambio de fase y compuestos inorgánicos.....	61
8.2. Evaluación de la capacidad calorífica de los materiales compuestos de cambio de fase .....	62
8.3. Validación del método .....	73
Capítulo 9: Resultados y Discusión; Caracterización de los materiales compuestos de cambio de fase .....	77
9.1. Resultados del análisis de espectroscopia infrarroja (FTIR) .....	77
9.2. Resultados del análisis termogravimétrico.....	79
9.3. Resultados del análisis de DSC .....	82
9.4. Resultados obtenidos de SEM para los materiales compuestos de cambio de fase. ....	94
9.5. Evaluación de materiales compuestos de cambio de fase.....	96
Capítulo 10: Conclusiones y Recomendaciones .....	99
10.1. Conclusiones.....	99
10.2. Recomendaciones.....	100
11. Bibliografía.....	103
12. Nomenclatura .....	113
Apéndice A .....	117
Apéndice B .....	125

Apéndice C: Muestra de cálculo .....	147
Apéndice D: Análisis de residuos.....	155

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1. Diferentes tipos de aletas de disipadores de calor a) Aletas de tipo placa. b) Aletas de tipo circular. c) Aletas de tipo cuadrada .....	4
Figura 1.2. Diferentes arreglos de aletas de disipadores de calor. a) Arreglo con aletas onduladas. b) Arreglo con aletas dispersas .....	5
Figura 1.3. Esquema del sistema heat pipe .....	6
Figura 1.4. A) Microcanal Recto y B) Microcanal ondulado .....	6
Figura 1.5. Diagrama del equipo termoeléctrico .....	7
Figura 2.1. Estructura molecular del eicosano .....	11
Figura 2.2. Estructura del ácido láurico .....	12
Figura 3.1. Estructura de la Zeolita A.....	21
Figura 3.2. Estructura de Fosfato de Zirconio .....	24
Figura 3.3. Estructura del octadeciltriclorosilano.....	26
Figura 3.4. Modificación de fosfato de zirconio con octadeciltricolorosilano .....	26
Figura 4.1. Análisis obtenido por medio del método del directo .....	28
Figura 4.2. Análisis obtenido por medio del método del zafiro.....	29
Figura 4.3. Análisis obtenido por medio del método estado estacionario .....	30
Figura 6.1. Diagrama síntesis de fosfato de zirconio.....	37
Figura 6.2. Diagrama de síntesis de Zeolita A .....	38
Figura 6.3. Diagrama de la modificación de superficie de fosfato de zirconio y Zeolita A .....	39
Figura 6.4. Diagrama de la preparación de los materiales compuestos de cambio de fase .....	40
Figura 6.5. Diagrama de la preparación de los materiales compuestos de cambio de fase .....	40
Figura 6.6. Sonificador utilizado.....	43
Figura 6.7. Equipo de Calorimetría diferencial de barrido utilizado .....	44
Figura 6.8. Equipo de Microscopia electrónica de barrido .....	44
Figura 6.9. Equipo de Dispersión dinámica de la luz .....	44

Figura 6.10. Equipo de Espectroscopia Infrarrojo (FTIR) .....	45
Figura 6.11. Equipo Difractómetro de Rayos X .....	45
Figura 6.12. Equipo usado para el análisis termogravimétrico .....	45
Figura 7.1. Espectro infrarrojo del fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS.....	49
Figura 7.2. Espectro infrarrojo de zeolita A y zeolita A/OTS.....	50
Figura 7.3. Imagen obtenida del SEM de la zeolita A con un aumento de 7500. B) Imagen obtenida del SEM de la zeolita A con un aumento de 3500. ....	51
Figura 7.4. A) Imagen obtenida del SEM de la zeolita A/OTS con un aumento de 7500. B) Imagen obtenida del SEM de la zeolita A/OTS con un aumento de 3000. ....	52
Figura 7.5. Imagen obtenida del SEM para el fosfato de zirconio.....	53
Figura 7.6. A) Imagen obtenida del SEM para el fosfato de zirconio/OTS con un aumento de 20000 B) Imagen obtenida del SEM para el fosfato de zirconio/OTS con un aumento de 10000. ....	53
Figura 7.7. Difractograma de la zeolita A y zeolita A/OTS.....	55
Figura 7.8. Difractograma de la fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS. ....	55
Figura 7.9. Resultado de TGA obtenido del fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS. .....	57
Figura 7.10. Derivada del porcentaje másico con respecto a la temperatura para el fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS.....	57
Figura 7.11. Resultado de TGA obtenido de la zeolita y zeolita/OTS. ....	58
Figura 7.12. Derivada del porcentaje másico con respecto a la temperatura para el fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS.....	58
Figura 7.13. DSC obtenido del fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS.....	59
Figura 7.14. DSC obtenido de la zeolita A y zeolita A/OTS.....	60
Figura 8.1. Relación entre el porcentaje másico de fosfato de zirconio/OTS y la capacidad calorífica para los materiales compuestos de cambio de fase de eicosano y fosfato de zirconio/OTS.....	64

Figura 8.2. Relación entre el porcentaje másico de fosfato de zirconio/OTS y la capacidad calorífica para los materiales compuestos de cambio de fase de ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS.....	66
Figura 8.3. Relación entre el porcentaje másico de zeolita A /OTS y la capacidad calorífica para los materiales compuestos de cambio de fase de eicosano y zeolita A/OTS. ....	68
Figura 8.4. Relación entre el porcentaje másico de zeolita A /OTS y la capacidad calorífica para los materiales compuestos de cambio de fase de ácido láurico con zeolita A/OTS..	69
Figura 9.1. Espectro infrarrojo del eicosano y fosfato de zirconio/OTS al 1 %, eicosano y zeolita A/OTS al 1 % y eicosano.....	78
Figura 9.2. Espectro infrarrojo de ácido láurico, ácido láurico y zeolita A/OTS al 1 %, ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS al 1%.....	79
Figura 9.3. Análisis termogravimétrico del eicosano y fosfato de zirconio/OTS al 1 %, eicosano y zeolita A/OTS al 1 % y eicosano.....	80
Figura 9.4. Derivada del análisis termogravimétrico del eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 %, eicosano con zeolita A/OTS al 1 % y eicosano.....	80
Figura 9.5. Análisis termogravimétrico del ácido láurico, ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % y ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1%. ....	81
Figura 9.6. Derivada del análisis termogravimétrico del ácido láurico, ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % y ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1%. ....	81
Figura 9.7. Curva de calentamiento de eicosano y fosfato de zirconio/OTS al 1 %, eicosano y zeolita A/OTS al 1 % y eicosano.....	82
Figura 9.8. Curva de enfriamiento de eicosano y fosfato de zirconio/OTS al 1 %, eicosano y zeolita A/OTS al 1 % y eicosano.....	83
Figura 9.9. Curva de calentamiento del ácido láurico, ácido láurico y zeolita A/OTS al 1 %, ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS al 1%. ....	85
Figura 9.10. Curva de enfriamiento del ácido láurico, ácido láurico y zeolita A/OTS al 1 %, ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS al 1%. ....	86
Figura 9.11. Termograma obtenido del DSC de 4 ciclos de calentamiento y 3 ciclos de enfriamiento para el eicosano.....	88

Figura 9.12. Termograma obtenido del DSC de 4 ciclos de calentamiento y 3 ciclos de enfriamiento para el material compuesto de cambio de fase eicosano y zeolita A/OTS al 1 %.	89
Figura 9.13. Termograma obtenido del DSC de 4 ciclos de calentamiento y 3 ciclos de enfriamiento para el material compuesto de cambio de fase eicosano y fosfato de zirconio/OTS al 1 %.	89
Figura 9.14. Relación entre la entalpía de fusión y ciclo para el eicosano, eicosano y fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano y zeolita A/OTS al 1 %.	90
Figura 9.15. Relación entre la entalpía de solidificación y el número de ciclo para el eicosano, eicosano y fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano y zeolita A/OTS al 1 %.	90
Figura 9.16. Termograma obtenido del DSC de 4 ciclos de calentamiento y 3 ciclos de enfriamiento para el ácido láurico.	91
Figura 9.17. Termograma obtenido del DSC Análisis de 4 ciclos de calentamiento y 3 ciclos de enfriamiento para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS al 1 %.	91
Figura 9.18. Termograma obtenido del DSC de 4 ciclos de calentamiento y 3 ciclos de enfriamiento para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y zeolita A/OTS al 1 %.	92
Figura 9.19. Relación entre la entalpía de fusión y el número de ciclo para ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %.	92
Figura 9.20. Relación entre la entalpía de solidificación y el número de ciclo para ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %.	93
Figura 9.21. SEM obtenido para eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 %.	95
Figura 9.22. SEM obtenido para ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 %.	95
Figura 9.23 SEM obtenido para eicosano con zeolita A/OTS al 1 %.	96
Figura 9.24 SEM obtenido para ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %.	96
Figura D.1. Análisis de residuos del análisis de varianza de un solo factor en el análisis del efecto de la fracción másica de fosfato de zirconio/OTS en eicosano. A) Análisis de normalidad. B) Residuos contra supuestos. C) Histograma.	155



Figura D.2. Análisis de residuos del análisis de varianza de un solo factor en el análisis del efecto de la fracción másica de fosfato de zirconio/OTS en ácido láurico A) Análisis de normalidad. B) Residuos contra supuestos. C) Histograma. ....	156
Figura D.3. Análisis de residuos del análisis de varianza de un solo factor en el análisis del efecto de la fracción másica de zeolita A/OTS en eicosano A) Análisis de normalidad. B) Residuos contra supuestos. C) Histograma. ....	157
Figura D.4. Análisis de residuos del análisis de varianza de un solo factor en el análisis del efecto de la fracción másica de zeolita A/OTS en ácido láurico A) Análisis de normalidad. B) Residuos contra supuestos. C) Histograma.....	158



## ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro 2.1. Propiedades termofísicas de parafinas utilizadas como material de cambio de fase .....	10
Cuadro 2.2. Propiedades termofísicas de ácido grasos utilizadas como material de cambio de fase.....	11
Cuadro 2.3. Tipos y propiedades de diferentes tipos de materiales utilizados como PCM.	12
Continuación Cuadro 2.3. ....	13
Cuadro 6.1. Características del equipo utilizado. ....	46
Cuadro 6.2. Compuestos químicos utilizados en el laboratorio. ....	46
Continuación Cuadro 6.2. ....	47
Cuadro 7.1. Resultados de la prueba EDX en el fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS. ....	54
Cuadro 7.2. Resultados de la prueba EDX en la Zeolita A y Zeolita A/OTS. ....	54
Cuadro 7.3. Tamaño de cristalito promedio de la zeolita A, zeolita A/OTS, fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS.....	56
Cuadro 8.1. Capacidad calorífica promedio y porcentaje de error del ácido láurico y eicosano.	
Cuadro 8.2. Resultados del ANOVA para analizar el efecto del factor de composición del fosfato de zirconio/OTS en eicosano. ....	64
Cuadro 8.3. Relación de la capacidad calorífica del material compuesto de cambio de fase de eicosano y fosfato de zirconio para los diferentes porcentajes máxicos de 0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 % en comparación a la capacidad calorífica obtenida del eicosano puro. ....	65
Cuadro 8.4. Resultados del ANOVA para analizar el efecto del factor de composición del fosfato de zirconio/OTS en ácido láurico.....	66
Cuadro 8.5. Relación de la capacidad calorífica del material compuesto de cambio de fase de ácido láurico y fosfato de zirconio para los diferentes porcentajes máxicos de 0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 % en comparación a la capacidad calorífica obtenida del ácido láurico puro. ....	67
Cuadro 8.6. Resultados del ANOVA para analizar el efecto del factor de composición del zeolita A/OTS en eicosano.....	68

Cuadro 8.7.Relación de la capacidad calorífica del material compuesto de cambio de fase de eicosano y zeolita A/OTS para los diferentes porcentajes máxicos de 0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 % en comparación a la capacidad calorífica obtenida del eicosano puro. ....	69
Cuadro 8.8.Resultados del ANOVA para analizar el efecto del factor de composición del zeolita A/OTS en ácido láurico. ....	70
Cuadro 8.9.Relación de la capacidad calorífica del material compuesto de cambio de fase de ácido láurico y zeolita A/OTS para los diferentes porcentajes máxicos de 0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 % en comparación a la capacidad calorífica obtenida del ácido láurico puro....	70
Cuadro 8.10.Resultados de la capacidad calorífica promedio de tres diferentes muestras del material compuesto de cambio de fase conformado por eicosano y zeolita A 1 % para realizar la validación del método. ....	74
Cuadro 8.11.Relación de la capacidad calorífica del material compuesto de cambio de fase de eicosano y zeolita A/OTS 1 % para las muestras 2 y 3 con en comparación a la capacidad calorífica obtenida del eicosano puro. ....	74
Cuadro 8.12.Resultados de la capacidad calorífica promedio de tres diferentes muestras del material compuesto de cambio de fase conformado por ácido láurico y zeolita A 1 % para realizar la validación del método. ....	75
Cuadro 8.13.Relación de la capacidad calorífica del material compuesto de cambio de fase de ácido láurico y zeolita A/OTS 1 % para las muestras 2 y 3 con en comparación a la capacidad calorífica obtenida del ácido láurico puro. ....	75
Cuadro 9.1.Entalpías de fusión y solidificación, temperatura de fusión, transición y solidificación para el eicosano, eicosano y fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano y zeolita A/OTS. ....	84
Cuadro 9.2.Entalpías de fusión y solidificación, temperatura de fusión, transición y solidificación para el ácido láurico, ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS al 1 % y ácido láurico y zeolita A/OTS al 1 %. ....	87
Cuadro 9.3.Calor absorbido por eicosano, eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano con zeolita A/OTS al 1 %. ....	97
Cuadro 9.4.Calor absorbido por ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %. ....	97
Cuadro A.1.Capacidad calorífica obtenida del eicosano y ácido láurico a 25 °C. ....	117

Cuadro A.2.Capacidad calorífica obtenida del material compuesto de cambio de fase eicosano con fosfato de zirconio a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 %, 1 %).	117
Cuadro A.3.Capacidad calorífica obtenida del material compuesto de cambio de fase ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 %, 1 %).	117
Continuación Cuadro A.3.	118
Cuadro A.4.Capacidad calorífica obtenida del material compuesto de cambio de fase eicosano con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 %, 1 %).	118
Cuadro A.5.Capacidad calorífica obtenida del material compuesto de cambio de fase ácido láurico con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 %, 1 %).	118
Cuadro A.6.Capacidad calorífica obtenida del material compuesto de cambio de fase ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % y eicosano con zeolita A/OTS al 1 %.	119
Cuadro A.7.Capacidad calorífica promedio obtenida y su porcentaje error del ácido láurico y eicosano.	119
Cuadro A.8.Entalpía de fusión para el eicosano, eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano con zeolita A/OTS al 1 % para los 4 ciclos de calentamiento.	119
Cuadro A.9.Temperatura de fusión para el eicosano, eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano con zeolita A/OTS al 1 % para los 4 ciclos de calentamiento.	120
Cuadro A.10.Entalpía de solidificación para el eicosano, eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano con zeolita A/OTS al 1 % para los 3 ciclos de enfriamiento.	120
Cuadro A.11.Temperatura de solidificación para el eicosano, eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano con zeolita A/OTS al 1 % para los 3 ciclos de enfriamiento.	120
Continuación Cuadro A.11	121
Cuadro A.12.Entalpía de fusión para el ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % , ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % para los 4 ciclos de calentamiento.	121

Cuadro A.13.Temperatura de fusión para el ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % , ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % para los 4 ciclos de calentamiento. ....	121
Cuadro A.14.Entalpía de solidificación para el ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % , ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % para los 3 ciclos de enfriamiento.....	121
Cuadro A.15.Temperatura de solidificación para el ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % , ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % para los 3 ciclos de enfriamiento.....	122
Cuadro A.16.Tamaño de cristalito para cada pico analizado del difractograma y promedio para la zeolita A.....	122
Cuadro A.17.Tamaño de cristalito para cada pico analizado del difractograma y promedio para la zeolita A/OTS.....	122
Cuadro A.18.Tamaño de cristalito para cada pico analizado del difractograma y promedio para el fosfato de zirconio.....	123
Cuadro A.19.Tamaño de cristalito para cada pico analizado del difractograma y promedio para el fosfato de zirconio/OTS.....	123
Cuadro B.1.Masa del portamuestra, tapa y muestra para los fosfato de zirconio, fosfato de zirconio hidrófobo, zeolita A y zeolita A/OTS para el análisis de DSC.....	125
Cuadro B.2.Masa de la muestra utilizada para el análisis termogravimétrico por medio del equipo TGA de los fosfato de zirconio, fosfato de zirconio/OTS, zeolita A, zeolita A/OTS. ....	125
Cuadro B.3.Masa de fosfato de zirconio/ OTS utilizada para la elaboración de las diferentes combinaciones del material compuesto de cambio de fase con eicosano.....	125
Cuadro B.4.Masa de fosfato de zirconio/OTS utilizada para la elaboración de las diferentes combinaciones del material compuesto de cambio de fase con ácido láurico. ....	125
Continuación Cuadro B.4.....	126
Cuadro B.5.Masa de zeolita A/OTS utilizada para la elaboración de las diferentes combinaciones del material compuesto de cambio de fase con eicosano.....	126
Cuadro B.6Masa de zeolita A/OTS utilizada para la elaboración de las diferentes combinaciones del material compuesto de cambio de fase con ácido láurico. ....	126

Cuadro B.7.Masa del portamuestra, tapa y muestra de zafiro y referencia para la determinación de la línea base y zafiro para la medición de capacidad calorífica. ....	126
Cuadro B.8.Flujo de calor obtenido a 25 °C para la línea base y zafiro para la determinación de la capacidad calorífica. ....	127
Cuadro B.9.Masa del portamuestra, tapa y muestra para la primera medición de capacidad calorífica. ....	127
Continuación Cuadro B.9. ....	128
Cuadro B.10.Masa del portamuestra, tapa con muestra para la segunda medición de capacidad calorífica. ....	128
Continuación Cuadro B.10. ....	129
Cuadro B.11.Masa del portamuestra, tapa y muestra para la tercera medición de capacidad calorífica. ....	129
Continuación Cuadro B.11. ....	130
Cuadro B.12.Masa del portamuestra, tapa y muestra para la validación del método para la determinación de la capacidad calorífica para la material de cambio de fase compuesto Eicosano con zeolita A/OTS al 1 %. ....	130
Continuación Cuadro B.12. ....	131
Cuadro B.13.Masa del portamuestra, tapa y muestra para la validación del método para la determinación de la capacidad calorífica para el material compuesto de cambio de fase Ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %. ....	131
Cuadro B.14.Flujo de calor obtenido de la medición de capacidad calorífica a 25 °C para los compuestos de cambio de base de eicosano con fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 %y 1 %). ....	131
Cuadro B.15.Flujo de calor obtenido de la medición de capacidad calorífica a 25 °C para los compuestos de cambio de base ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 %y 1 %). ....	132
Cuadro B.16.Flujo de calor obtenido de la medición de capacidad calorífica a 25 °C para los compuestos de cambio de base eicosano con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %). ....	132

Cuadro B.17.Flujo de calor obtenido de la medición de capacidad calorífica a 25 °C para los compuestos de cambio de base eicosano con Zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 %y 1 %). .....	132
Cuadro B.18.Flujo de calor obtenido de la medición de capacidad calorífica a 25 °C para el ácido láurico y eicosano.....	133
Cuadro B.19.Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base y la muestra a 25 °C para los compuestos de cambio de base eicosano con fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 %y 1 %). .....	133
Cuadro B.20.Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base y la muestra a 25 °C para los compuestos de cambio de base ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 %y 1 %). .....	133
Cuadro B.21.Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base y la muestra a 25 °C para los compuestos de cambio de base eicosano con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 %y 1 %). .....	134
Cuadro B.22.Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base y la muestra a 25 °C para los compuestos de cambio de base ácido láurico con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 %y 1 %). .....	134
Cuadro B.23.Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base y la muestra a 25 °C para eicosano y ácido láurico.....	134
Continuación Cuadro B.23.....	135
Cuadro B.24.Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro y la muestra a 25 °C para los compuestos de cambio de base eicosano y fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 %y 1 %). .....	135
Cuadro B.25.Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro con la muestra a 25 °C para los compuestos de cambio de base ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %). .....	135
Cuadro B.26.Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro con la muestra a 25 °C para los compuestos de cambio de base eicosano con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %). .....	136



Cuadro B.27.Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro con la muestra a 25 °C para los compuestos de cambio de base Ácido láurico con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).	136
Cuadro B.28.Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro con la muestra a 25 °C eicosano y ácido láurico.	136
Cuadro B.29.Sensibilidad calorimétrica a 25 °C para los compuestos de cambio de base eicosano con fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).	137
Cuadro B.30.Sensibilidad calorimétrica a 25 °C para los compuestos de cambio de base ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).	137
Cuadro B.31.Sensibilidad calorimétrica a 25 °C para los compuestos de cambio de base Eicosano con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % con 1 %).	137
Cuadro B.32.Sensibilidad calorimétrica a 25 °C para los compuestos de cambio de base Ácido láurico con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % con 1 %).	138
Cuadro B.33.Sensibilidad calorimétrica a 25 °C para ácido láurico con eicosano.	138
Cuadro B.34.Flujo de calor obtenido de la medición de capacidad calorífica a 25 °C para los compuestos de cambio de base de eicosano con zeolita A/OTS 1 % con ácido láurico con zeolita A/OTS 1 % para la validación del método.	138
Cuadro B.35.Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base con la muestra a 25 °C para eicosano con zeolita A/OTS 1 % con ácido láurico con zeolita A/OTS 1 % para la validación del método.	139
Cuadro B.36.Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro con la muestra a 25 °C para eicosano con zeolita A/OTS 1 % con ácido láurico con zeolita A/OTS 1 % para la validación del método.	139
Cuadro B.37.Sensibilidad calorimétrica a 25 °C para eicosano con zeolita A/OTS 1 % con ácido láurico con zeolita A/OTS 1 % para la validación del método.	140

Cuadro B.38.Masa del portamuestras, tapa con muestra para la caracterización térmica por medio de la calorimetría diferencial de barrido (DSC) de los materiales compuestos de cambio de fase al 1 %, eicosano con ácido láurico. ....	140
Cuadro B.39.Masa del portamuestras, tapa con muestra para la caracterización térmica por medio de la calorimetría diferencial de barrido (DSC) de fosfato zirconio, fosfato de zirconio/OTS, zeolita A, zeolita A/OTS.....	141
Cuadro B.40.Masa de la muestra utilizada para el análisis termogravimétrico por medio del equipo TGA de los materiales compuestos de cambio de fase al 1 %, eicosano con ácido láurico.....	141
Cuadro B.41.Ancho de la mitad de los picos, ángulo de bragg y coseno del ángulo de bragg obtenidos del difractograma para calcular el tamaño de cristalito para el fosfato de zirconio/OTS.....	141
Cuadro B.42.Ancho de la mitad de los picos, ángulo de bragg y coseno del ángulo de bragg obtenidos del difractograma para calcular el tamaño de cristalito para el fosfato de zirconio. ....	142
Cuadro B.43.Ancho de la mitad de los picos, ángulo de bragg y coseno del ángulo de bragg obtenidos del difractograma para calcular el tamaño de cristalito para zeolita A.....	142
Cuadro B.44Ancho de la mitad de los picos, ángulo de bragg y coseno del ángulo de bragg obtenidos del difractograma para calcular el tamaño de cristalito para zeolita A/OTS....	142
Cuadro B.45Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de sensibilidad térmica para el material compuesto de cambio de fase eicosano y fosfato de zirconio/OTS. ....	143
Cuadro B.46.Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de sensibilidad térmica para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS.....	143
Cuadro B.47.Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de sensibilidad térmica para el material compuesto de cambio de fase eicosano y zeolita A/OTS.....	143
Cuadro B.48.Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de sensibilidad térmica para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y zeolita A/OTS. ...	144

Cuadro B.49.Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de capacidad calorífica para el material compuesto de cambio de fase eicosano y fosfato de zirconio/OTS. ....	144
Cuadro B.50.Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de capacidad calorífica para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS. ....	144
Cuadro B.51.Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de capacidad calorífica para el material compuesto de cambio de fase eicosano y zeolita A/OTS. ....	145
Cuadro B.52.Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de capacidad calorífica para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y zeolita A/OTS.	145
Cuadro B.53.Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de capacidad calorífica para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y zeolita A/OTS.	145
Cuadro B.54.Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de la sensibilidad térmica para el material compuesto de cambio de fase eicosano y zeolita A/OTS en la validación del método. ....	146
Cuadro B.55.Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de la sensibilidad térmica para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y zeolita A/OTS en la validación del método. ....	146
Cuadro B.56.Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de la capacidad calorífica para el material compuesto de cambio de fase eicosano y zeolita A/OTS en la validación del método. ....	146
Cuadro B.57.Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de la capacidad calorífica para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y zeolita A/OTS en la validación del método. ....	146



## Introducción

Los aparatos electrónicos actualmente se diseñan cada vez más compactos, livianos y están compuestos por un mayor número de componentes para incrementar el desempeño, esto puede provocar que la temperatura en los dispositivos aumente, esto puede ocasionar que disminuya la eficiencia del sistema y aumentan las fallas en el sistema, provoca que se reduzca la vida útil. Por esta razón es de suma importancia controlar las temperaturas de operación en los sistemas electrónicos para esto se debe realizar una correcta y efectiva eliminación del calor dentro del sistema (Nieto de Castro & Soheli Murshed, 2017).

Existen diferentes soluciones térmicas que varían según el dispositivo electrónico, entre las técnicas más utilizadas se encuentran: la convección natural con aire, convección forzada con aire o con líquidos, diferentes tipos intercambiadores de calor, microcanales, enfriadores termoeléctricos, entre otros (Nieto de Castro & Soheli Murshed, 2017). Ciertos de estos sistemas, como la convección natural, no logra retirar la cantidad de calor necesaria, principalmente en procesos transientes (Kandasamy, Wang, & Mujumdar, 2007). Para el caso de sistemas con convección forzada, como los ventiladores centrífugos en ciertos casos generan mucho ruido mientras se encuentran en funcionamiento, lo que es molesto para los usuarios, además estos ocupan gran espacio dentro del dispositivo (Arshad, Muhammad Ali, Ali, & Manzoor, 2017).

Por estas razones se busca optimizar los mecanismos de enfriamiento utilizados en los dispositivos electrónicos, dentro de las características que se deben considerar que posean estos sistemas son: pequeños, bajo mantenimiento, bajo costo y eficientes en disipar calor, no tóxicos, inflamables entre otros (Arshad, Muhammad Ali, Ali, & Manzoor, 2017).

Una posible solución es el uso de materiales de cambio de fase (PCM por sus siglas en inglés), estos poseen uno de los sistemas de almacenamiento de energía más eficientes, la energía almacenada proviene del calor latente cuando ocurre un cambio de fase en el material. Esta característica les permite almacenar más energía en materiales con tamaños menores, además el cambio de temperatura en el material cuando ocurre el almacenamiento y la liberación de calor es pequeña (Farid, Khudhair, Razack, & Aal-Hallaj, 2004).

Los materiales de cambio de fase de tipo orgánico, poseen una desventaja, baja conductividad térmica (Wang, et al., 2014). Se analizará el efecto de partículas de fosfato de zirconio (ZrP) y zeolita A en los materiales de cambio de fase, para determinar si son

una posible solución a esta deficiencia. Ambas partículas se mezclaron con octodeciltriclorosilano (OTS), este compuesto provoca un carácter hidrofóbico en la superficie de las partículas. La razón por la cual se utiliza fosfato de zirconio es porque su estructura es laminar (Mosby B. , Goloby, Díaz, Bakhmutov, & Clearfield, 2014), por lo que permite que el agua se mantenga retenida en su estructura. La razón por la cual se utiliza la zeolita es porque en la síntesis este compuesto gran cantidad de agua permanece retenida dentro de la estructura porosa (Auerbach, Carrado, & Dutta, 2003) alrededor de un 20 % en peso. Ambos compuestos poseen grandes cantidades de agua dentro de sus estructuras sólidas por lo que pueden aumentar la capacidad calorífica y con esto la transferencia de calor en el sistema.

## **Capítulo 1: Sistemas de enfriamiento en dispositivos electrónicos**

### **1.1. Eliminación de calor en dispositivos electrónicos**

En los dispositivos electrónicos la eliminación de calor ha sido un desafío, ya que la temperatura dentro del aparato debe controlarse para evitar reducir la eficiencia del producto o en el peor de los casos el daño de este. Actualmente es un tema de gran interés porque cada vez es necesario eliminar más calor de los dispositivos electrónicos, porque actualmente poseen un menor tamaño para que sean más livianos, además tienen una mayor cantidad de componentes para aumentar su potencia o la velocidad de trabajo (Nieto de Castro & Sohail Murshed, 2017).

Los métodos tradicionales para extraer calor dentro de los dispositivos electrónicos utilizan diferentes formas de transferencia de calor como: radiación, convección libre, enfriamiento forzado (con un fluido como aire o líquidos) y a través de la evaporación de líquidos. Al comparar estos cuatro métodos mencionados anteriormente se obtiene que el más eficiente es la evaporación de líquido, seguido por convección forzada con líquidos, convección forzada con aire, de últimos se encuentran radiación y convección libre. Cada uno posee sus ventajas y desventajas, para el caso de la evaporación de líquidos no es recomendable utilizarlo en dispositivos de tamaño pequeño, pueden ocurrir oscilaciones de presión y temperatura, además poseen un alto costo, pero es el método que más calor extrae. Para el caso de la convección forzada con líquidos, las desventajas es que poseen un alto costo porque se requiere de bombas, fluidos y se debe realizar un buen mantenimiento, además puede generar ruidos. Para el caso de convección forzada con aire, el costo es menor con respecto a los dos métodos anteriores, pero al utilizar abanicos es probable que genere ruido y requiera de otro método para eliminar calor necesario. Por último la convección libre es el método más común, de bajo costo y simple pero requiere de un gran área de transferencia y es el que menor calor elimina porque posee un coeficiente de transferencia de calor para aire (5-100)  $W/m^2K$  y para el caso del agua es de (100-1200)  $W/m^2K$  y para el agua en convección forzada es de (500-3000)  $W/m^2K$  (Nieto de Castro & Sohail Murshed, 2017).

Actualmente se utilizan tecnologías que aplican los diferentes métodos de transferencia de calor mencionados anteriormente para lograr retirar el calor generado, estas se clasifican en dos tipos: activas y pasivas. Los métodos de enfriamiento activos son los que utilizan algún tipo de fuerza externa dada por un equipo como abanicos y bombas, por el contrario

los de tipo pasivo no requieren una fuerza o energía externa para eliminar el calor, sino que actúa por fenómenos naturales (Oropeza-Perez & Alberg Østergaard, 2018).

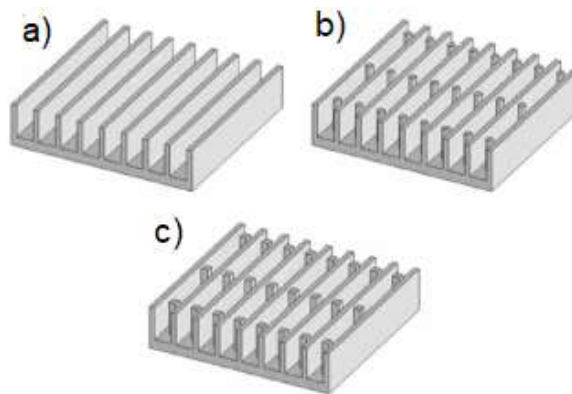
## 1.2. Métodos de enfriamiento en dispositivos electrónicos

Dentro de los métodos de enfriamiento utilizados se encuentran: disipadores de calor (heat sinks), tubo termosifón bifásico (heat pipes), bombas de calor, microcanales, enfriamiento por spray, materiales de cambio de fase (PCM), enfriamiento termoeléctrico. (Nieto de Castro & Sohel Murshed, 2017).

### 1.2.1. Disipadores de calor (heat sinks)

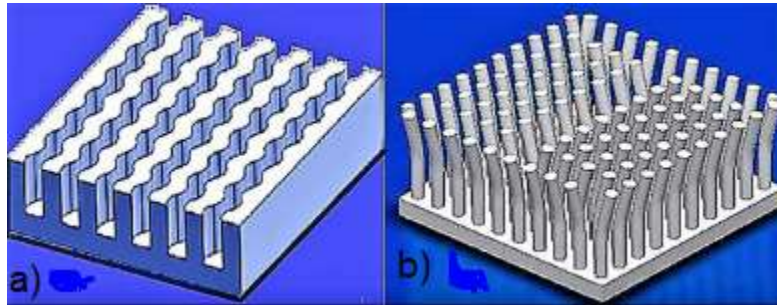
Los disipadores de calores o heat sinks en inglés es un dispositivo compuesto por un conjunto de aletas de metal que se encargan de absorber calor y transferirlo del dispositivo electrónico a un fluido (aire o agua). Los parámetros que afectan la transferencia de calor son la cantidad de aletas, el área de transferencia que ocupen las aletas y la conductividad térmica del metal utilizado (Lee, 2010) (Harikrishnan & Kalaiselvam, Preparation and thermal characteristics of CuO-oleic acid nanofluids as a phase change material, 2012).

Para mejorar la eficiencia del disipador se pueden añadir abanicos al diseño, esto facilita el proceso de eliminación del calor, ya que aumenta la transferencia de calor hacia afuera del dispositivo electrónico (Lee, 2010). Existen diferentes arreglos de aletas de disipadores de calor, en las Figuras 1.1 y 1.2 se pueden observar algunos ejemplos.



**Figura 1.1.** Diferentes tipos de aletas de disipadores de calor a) Aletas de tipo placa. b) Aletas de tipo circular. c) Aletas de tipo cuadrada (Al-damook & Saleh, 2018).



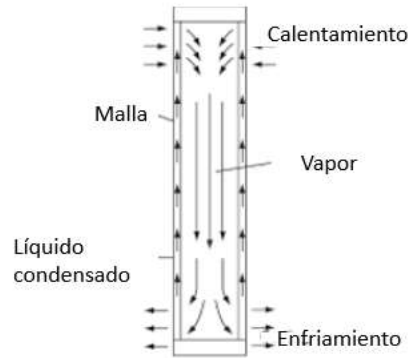


**Figura 1.2.** Diferentes arreglos de aletas de disipadores de calor. a) Arreglo con aletas onduladas. b) Arreglo con aletas dispersas (Khattak & Muhammad Ali, 2019).

### 1.2.2. Tubo termosifón bifásico (heat pipes)

El tubo termosifón bifásico conocido como “heat pipe” en inglés, está hecho de metal y posee un líquido de trabajo dentro de él, está compuesto por tres secciones diferentes: zona de evaporación, adiabática y condensación, estas tres se pueden observar en la Figura 1.3 (Reay, McGlen, & Kew, 2013).

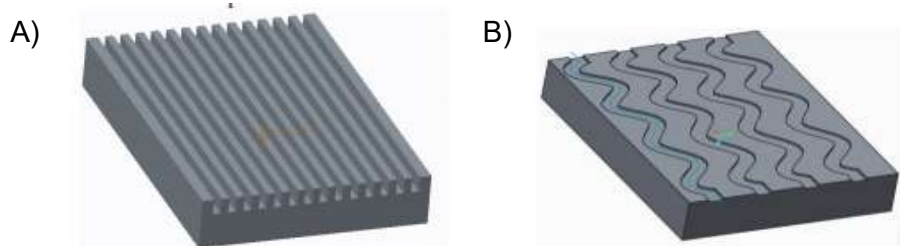
Este sistema se basa en la transferencia de calor por cambio de fase, ya que al calentarse la zona de evaporación provoca que se caliente el líquido de trabajo hasta evaporarse, lo que genera un aumento de la presión en el sistema. Por la diferencia de presión el vapor se traslada a la sección de condensación, donde al condensarse libera el calor latente de vaporización y fluido de trabajo vuelve a su estado original. El líquido vuelve a la zona de evaporación por la caída de presión en la sección de evaporación lo que provoca que una mezcla líquido/vapor entre a una malla que se encuentra alrededor de las paredes del heat pipe en la parte interior, esto genera un aumento de la presión por capilaridad ocasionando que el líquido regrese a la sección que se encontraba inicialmente, por esta razón se origina un ciclo cerrado de evaporación-condensación. Los heat pipes son utilizados actualmente en laptops, computadoras y en unidad centrales de procesamiento. Sus ventajas son: bajo costo, no requiere de energía externa, no genera ruidos al trabajar, bajos costos de operación y pequeño tamaño (Nieto de Castro & Sohail Murshed, 2017).



**Figura 1.3.** Esquema del sistema heat pipe (Reay, McGlen, & Kew, 2013).

### 1.2.3. Microcanales

Un microcanal es un intercambiador de calor que en su superficie posee aberturas o diámetros hidráulicos, se puede observar en la Figura 1.4 dos tipos diferentes de un microcanal. El tamaño de los diámetros clasifica al canal, ya que si el diámetro hidráulico es mayor a 3 mm es un canal convencional, mientras que un minicanal posee un diámetro de 3 mm a 200  $\mu\text{m}$ , en el caso de que se utilice un diámetro entre 200  $\mu\text{m}$  a 10  $\mu\text{m}$  se conoce como microcanal y por último para un rango de diámetros entre 10  $\mu\text{m}$  a 1  $\mu\text{m}$  se clasifica como nanocanal (Shekhar, Swami, & Malwe, 2014). A través de los canales pasa un líquido y ocurre un intercambio convectivo de forma forzada, estos sistemas de enfriamiento son muy eficientes (Nieto de Castro & Sohel Murshed, 2017).

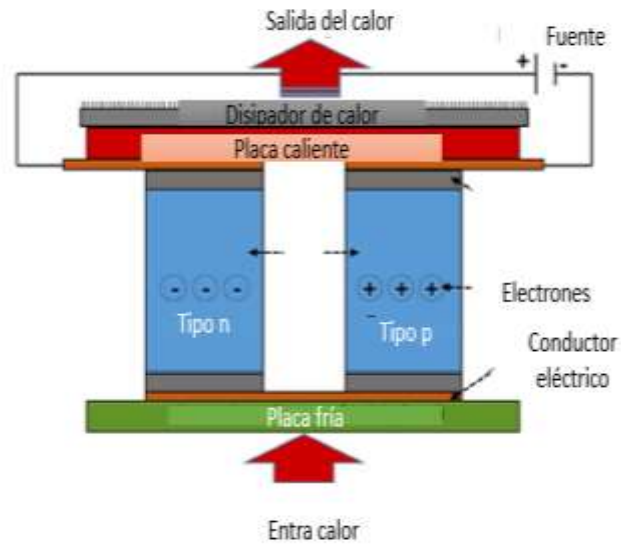


**Figura 1.4.** A) Microcanal Recto y B) Microcanal ondulado (Shekhar, Swami, & Malwe, 2014).

### 1.2.4. Sistemas termoeléctricos.

El enfriamiento de tipo termoeléctrico, en la Figura 1.5. se puede observar el esquema de este sistema, está compuesto por dos semiconductores de tipo N y P, se aplica un voltaje en ambas terminales, provocando que fluya una corriente del semiconductor P al N, esto genera una diferencia de temperatura entre los semiconductores, esto se conoce como

efecto Peltier o termoeléctrico por lo que el calor es absorbido por la placa fría, este pasa a través del dispositivo hasta llegar a la disipador de calor (Nieto de Castro & Sohel Murshed, 2017).



**Figura 1.5.** Diagrama del equipo termoeléctrico (Nieto de Castro & Sohel Murshed, 2017).



## **Capítulo 2. Materiales de cambio de fase (PCM)**

### **2.1. Materiales de cambio de fase (PCM)**

Las deficiencias que presentan los sistemas de enfriamiento tradicionales han provocado que aumenten las investigaciones en esta área para encontrar nuevos sistemas de enfriamiento o mejorar los actuales. Los materiales de cambio de fase son un ejemplo de un nuevo método de enfriamiento, estos se han estudiado en diferentes investigaciones (Nieto de Castro & Sohel Murshed, 2017).

Los materiales de cambio de fase (PCM), se han estado utilizando como otro tipo de solución térmica en dispositivos electrónicos. Estos materiales tienen la capacidad de almacenar y liberar calor por medio de cambios fase, por lo que se pueden llamar como materiales de almacenamiento de energía térmica. Estos compuestos se caracterizan por tener un alto calor latente de fusión, el cambio del volumen del material al cambiar de estado es pequeño, la temperatura no aumenta mucho al absorber calor, además poseen un alto calor específico (Nieto de Castro & Sohel Murshed, 2017). Deben caracterizarse por tener baja presión de vapor, conductividad térmica alta, deben garantizar que pueden realizar la transición de cambio de fase (sólido-líquido) y que pueden mantener dicha transición por mucho tiempo. Con respecto a la parte económica debe tener un bajo costo para que sea accesible y con respecto a la parte de seguridad no puede ser un material tóxico, inflamable ni explosivo porque podría poner en riesgo la vida de las personas que utilizan los dispositivos electrónicos u otros productos en los que se utilicen (Sharma, Ganesan, Tyagi, Metselaar, & Sandaran, 2015).

### **2.2. Tipos de materiales de cambio de fase.**

Existen diferentes tipos de PCMs, ya que depende del compuesto del que está formado. En los PCMs de tipo orgánicos se encuentran las ceras de parafina, las cuales poseen ciertas ventajas como bajo costo, estables, inertes, un rango de temperaturas de fusión que permite trabajar en distintos rangos y no hay separación de fases, pero poseen una baja conductividad térmica como desventaja (alrededor de  $0.2 \text{ W / m } ^\circ\text{C}$ ) (Farid, Khudhair, Razack, & Aal-Hallaj, 2004). Estos compuestos orgánicos se caracterizan también por lograr mantener su eficiencia después de muchos ciclos de fusión/solidificación, ya que continúan almacenando y liberando grandes cantidades de calor aun cuando se han realizado muchos ciclos de enfriamiento y calentamiento (Sharma, Ganesan, Tyagi,

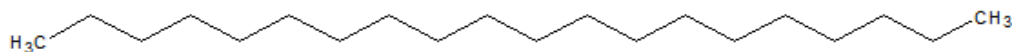
Metselaar, & Sandaran, 2015). En el siguiente Cuadro se observan algunas parafinas utilizadas para almacenamiento de calor latente.

**Cuadro 2.1.** Propiedades termofísicas de parafinas utilizadas como material de cambio de fase (Sharma, Ganesan, Tyagi, Metselaar, & Sandaran, 2015).

Compuesto	Temperatura de fusión, $T_f$ (°C)	Entalpía de fusión, $H_f$ (kJ/kg)	Capacidad calorífica, $C_p$ (kJ/kg K)	Conductividad térmica, $k$ (W/m K)	Densidad, $\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )
Decano	-29.65	202	-	-	726 (líquido)
Dodecano	-9.6	216			745 (líquido)
Tridecano	-5.4	196	2.21 (líquido)		753 (líquido)
Tetradecano	5.5	227	2.07 (sólido)	0.15	825 (sólido)
Parafina C15-C16	8	153	2.2 (sólido)		
Parafina C13-C14	22-24	189	2.1	0.21	790 (líquido)
Parafina C18	28	244	2.16	0.15	814
Nonadecano	32	222			785
Parafina C20-33	48-50	189	2.1	0.21	769 (líquido)
Parafina C22-45	58-60	189	2.1	0.21	0.915
Naftaleno	80	147.7	2.8	0.132 (líquido) 0.341(sólido)	976 (líquido)

El eicosano ( $C_{20}H_{42}$ ) pertenece a este grupo de compuestos orgánicos, su estructura molecular se observa en la Figura 2.1, posee un intervalo de punto de fusión entre 35 °C a 37 °C (Sigma Aldrich, 2014), la entalpía de fusión es de 248 J/g, la capacidad calorífica para estado sólido a 25 °C es 1.930 J/ g K y para estado líquido a 25 °C es 2.333 J/kg K (Totten, Westbrook, & Shah, 2003), la conductividad térmica es de 0.149 W/ m k en estado líquido a 35 °C (Yaws, 2003), posee una temperatura de cristalización es de 32.9 °C y una entalpía

de cristalización de 236.7 J/g (Jiang, Wang, & Wu, 2014).



**Figura 2.1.** Estructura molecular del eicosano (Elaboración propia, 2019).

Otros compuestos pertenecientes a los PCMs orgánicos son los ácidos grasos puros, estos se utilizan porque el punto de fusión se encuentra en un intervalo variado entre 30 °C a 65 °C, por lo que se pueden utilizar en diferentes aplicaciones (Farid, Khudhair, Razack, & Aal-Hallaj, 2004). El calor latente de estos compuestos se encuentra en un rango de 45 kJ/kg a 210 kJ/kg. Este tipo de PCMs poseen características ventajosas como una fusión uniforme y poseen un estrecho rango de temperatura de fusión y solidificación (Sharma, Ganesan, Tyagi, Metselaar, & Sandaran, 2015). La desventaja que presentan es una conductividad térmica baja (Wang, et al., 2014). En el siguiente Cuadro se observa las propiedades termofísicas de algunos ácidos grasos.

**Cuadro 2.2.** Propiedades termofísicas de ácidos grasos utilizadas como material de cambio de fase (Sharma, Ganesan, Tyagi, Metselaar, & Sandaran, 2015).

Ácido graso	Temperatura de fusión, $T_f$ (°C)	Entalpía de fusión, $H_f$ (kJ/kg)	Conductividad térmica, $k$ /(W/m K)	Densidad, $\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )
Butírico	-5.6	126	-	-
Caproico	-3	131	-	-
Caprílico	16	148.5	0.149 (líquido)	862 (líquido)
Cáprico	31.5	153	0.149 (líquido)	886 (líquido)
Mirístico	54	187	-	844 (líquido) 990 (sólido)
Palmítico	63	187	0.165 (líquido)	874 (líquido)
Esteárico	70	203	0.172 (líquido)	941 (líquido)

El ácido láurico ( $C_{12}H_{24}O_2$ ) pertenece a estos compuestos orgánicos su estructura se observa en la Figura 2.2. Su rango de punto de fusión es entre  $43\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $45\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Merck, 2013), la entalpía de fusión teórica es de  $181,209\text{ J/g}$  (Yaws, 2003), la capacidad calorífica en estado sólido a  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  es  $2.196\text{ J/g K}$  (Design Institute for Physical Properties, 2017), la conductividad térmica es de  $0.147\text{ W/m K}$  (Chuah, Rozanna, Salmiah, Choong, & Sa'ari, 2006), la temperatura de solidificación es de  $40.9\text{ }^{\circ}\text{C}$  y la entalpía de solidificación es de  $168.3\text{ J/g}$  (Zhang, Zhang, Li, & Wu, 2019).



**Figura 2.2.** Estructura del ácido láurico (Elaboración propia, 2019).

Otros compuestos utilizados como PCMs son las sales hidratadas, ya que estas poseen ventajas como gran densidad volumétrica de almacenamiento (aproximadamente  $350\text{ MJ/m}^3$ ) y poseen una conductividad térmica de aproximadamente  $0.5\text{ W/m }^{\circ}\text{C}$ , más alto que la mayoría de los compuestos orgánicos. En el Cuadro 2.3, se puede observar las propiedades termofísicas de las diferentes sales hidratadas utilizadas como PCMs (Farid, Khudhair, Razack, & Aal-Hallaj, 2004).

**Cuadro 2.3.** Tipos y propiedades de diferentes tipos de materiales utilizados como PCM (Farid, Khudhair, Razack, & Aal-Hallaj, 2004).

Compuesto	Temperatura de fusión, $T_f$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	Entalpía de fusión, $H_f$ (kJ/kg)	Conductividad térmica, $k$ (W/m K)	Densidad, $\rho$ ( $\text{kg/m}^3$ )
MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	117	168.6	0.570 (líquido, $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ )	1450 (líquido, $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ )
			0.694 (sólido, $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ )	1569 (sólido, $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ )
Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	89	162.8	0.490 (líquido, $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ )	1550 (líquido, $94\text{ }^{\circ}\text{C}$ )
			0.611 (sólido $37\text{ }^{\circ}\text{C}$ )	1636 (sólido, $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ )



**Continuación Cuadro 2.3.**

Ba(OH) <sub>2</sub> ·8H <sub>2</sub> O	48	265.7	0.653 (líquido, 85.7 °C)	1937 (líquido, 84 °C)
			1.225 (sólido, 23 °C)	2070 (sólido, 24 °C)
CaCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	29	190.8	0.540 (líquido, 38.7 °C)	1562 (líquido, 32 °C)
			0.1088 (sólido, 23 °C)	1802 (sólido, 24 °C)

El cambio de fase puede ser también de tipo sólido-sólido, algunos compuestos utilizados como materiales de cambio de fase son los polialcoholes y polímeros. Este tipo se caracteriza por tener ciertas ventajas como el cambio de volumen al cambiar de fase es prácticamente despreciable, no ocurren derrames y pueden utilizarse sin la necesidad de utilizar un contenedor pero también poseen desventajas como super-enfriamiento y el calor latente es relativamente bajo por lo que no son tan utilizados como los de poseen un cambio de fase de tipo sólido-líquido (Umair, Zhang, Iqbal, Zhang, & Tang, 2019).

**2.3. Deficiencia en los materiales de cambio de fase**

Los materiales de cambio de fase presentan ciertas desventajas, para el caso de las sales hidratadas es que sufren de super-enfriamiento, esto significa que el material comienza a cristalizar debajo de la temperatura de fusión. Por lo que es necesario reducir más la temperatura para poder liberar el calor por medio de la cristalización (Safari, Saidur, Sulaiman, Xu, & Dong, 2017). Otro inconveniente que poseen es que después de cierta cantidad de ciclos la alta densidad de almacenamiento que los caracteriza disminuye porque al derretirse se va disminuyendo la cantidad de agua en ellas, por lo que el proceso de fusión-solidificación se va volviendo gradualmente irreversible (Farid, Khudhair, Razack, & Aal-Hallaj, 2004).

Otras razones por las cuales los PCMs pierden la capacidad de almacenamiento de energía con el tiempo son porque los PCMs pueden provocar corrosión en los contenedores que se encuentran o las propiedades del material son inestables. Estos problemas se pueden evitar al realizar pruebas de ciclos de calentamiento-enfriamiento de manera repetitiva para corroborar que las propiedades del material presentan estabilidad y no cambian con el tiempo. Con respecto al problema de los contenedores se debe realizar una selección minuciosa por medio de investigación para encontrar un material que sea compatible y que

no genere ningún tipo de reacción con el PCM que contiene esto para garantizar que la eficiencia no se vea afectada con el tiempo de uso (Farid, Khudhair, Razack, & Aal-Hallaj, 2004).

La mayoría de los PCMs orgánicos se caracterizan por tener una baja conductividad térmica, por lo que afecta directamente la transferencia de calor en el material y con esto la eficiencia del sistema de enfriamiento o calentamiento. Otra desventaja que poseen es que la mayoría de estos materiales al cambiar de fase, ya sea fusión o cristalización hay un cambio de volumen asociado. Cuando el PCM sobrepasa la temperatura de fusión, pueden llegar a tener una variación en su volumen de aproximadamente 10 % más. Esto podría generar daños principalmente en la estructura que los contienen, ya que se comienzan a generar o aumentar esfuerzos en las paredes, esta problemática ocurre principalmente en intercambiadores de calor. Por el contrario, cuando ocurre el cambio de fase de líquido a sólido ocurre una disminución del volumen del material de cambio de fase, lo que provoca una disminución en el área de transferencia de calor, esto disminuye proporcionalmente la eficiencia del sistema. Como solución a estos dos tipos de problemas se propone utilizar un contenedor esférico que contenga el PCM y además se podría utilizar mezclas con diferentes PCMs que tengan diferentes puntos de fusión (Farid, Khudhair, Razack, & Aal-Hallaj, 2004).

#### **2.4. Mejoras en los materiales de cambio de fase**

Una de las maneras de disminuir el problema de super-enfriamiento para los materiales de cambio de fase elaborados con sales hidratadas es utilizar espesantes como la bentonita y agentes nucleantes como el borax respectivamente, estos deben permitir que ocurra la solidificación de manera uniforme, pero poseen efectos secundarios, ya que pueden llegar a reducir un poco la conductividad térmica (Sharma, Ganesan, Tyagi, Metselaar, & Sandaran, 2015). Otra posible solución a este problema es utilizar mezclas eutécticas, donde se utilizan diferentes tipos de PCMs (orgánico-inorgánico) o se utilizan dos o más de un mismo, mientras que sean compatibles entre sí (orgánico-orgánico o inorgánico-inorgánico) (Sharma, Ganesan, Tyagi, Metselaar, & Sandaran, 2015).

Con respecto al problema de baja conductividad térmica se han desarrollado diferentes soluciones como utilizar compuestos con alta conductividad térmica como metales que se pueden utilizar al agregar rellenos de metal dentro del PCM, asimismo se pueden utilizar contenedores metálicos, por ejemplo se ha propuesto también utilizar placas delgadas de aluminio rellenas de PCM (Farid, Khudhair, Razack, & Aal-Hallaj, 2004). Para solucionar

este problema se ha investigado el efecto de agregar grafito, grafito expandido y fibra de carbono, ya que estos se caracterizan por tener mayor conductividad térmica. Otra posible alternativa es generar mezclas de diferentes materiales de cambio de fase, asimismo se ha investigado el efecto de nanopartículas y/o nanofluidos en las propiedades térmicas materiales de cambio de fase (Harikrishnan & Kalaiselvam, 2012).

Actualmente se han realizado gran cantidad de investigaciones con el fin de mejorar las propiedades térmicas de los materiales de cambio de fase, algunas de estas investigaciones se mencionan a continuación. Los autores Fan, et al (2013) han analizado el efecto de nanorellenos de carbono en fracciones máxicas de 1% a 5 % en parafina, en esta investigación se obtuvo un aumento de 164 % de la conductividad térmica para la composición de 5 % (Fan, et al., 2013). El autor Ghossein (2015) realizó una investigación para analizar el efecto de nanoestructuras de plata con diferentes porcentajes máxicos (1, 2, 3.5, 5, 6.5, 8 y 10) % en eicosano. Los calores latentes de fusión y la temperatura de fusión obtenidos disminuyeron con respecto al porcentaje máxico de plata, esto se obtuvo por propiedades coligativas. Se analizó el comportamiento de la conductividad térmica con respecto al porcentaje máxico de las nanopartículas, se obtuvo que el porcentaje máxico de plata no es proporcional a la magnitud de la conductividad térmica, ya que no se obtuvo un comportamiento lineal, porque el porcentaje máxico de 2 % tuvo mayor conductividad térmica en comparación al porcentaje de 5 %. El valor más alto de conductividad se logró con la fracción máxica de 10 % de plata y mejoró un 35.27 %, en esta investigación no se obtuvo la tendencia esperada (Ghossein , 2015). Una posible explicación para este resultado es que la conductividad térmica puede verse afectada por altas concentraciones de nanopartículas, ya que pueden ocurrir aglomeraciones de estas que provocan que las nanopartículas no se encuentre dispersas uniformemente en el PCM, por lo que no se logra tener el efecto deseado (Harikrishnan & Kalaiselvam, 2012).

Se ha estudiado también el efecto de nanopartículas de óxido de cobre en ácido oleico en diferentes composiciones máxicas (0.5, 1, 1.5 y 2) %, la conductividad térmica obtenida de los PCMs compuestos obtenida incrementó 31.69 %, 66.07 %, 85.26 % y 98.66 % para las composiciones 0.5 %, 1 %, 1.5 % y 2 % respectivamente. Al analizar el calor latente de fusión y solidificación se obtuvo que al aumentar el porcentaje máxico de óxido de cobre ambas propiedades disminuyeron. Todas las composiciones obtuvieron un valor menor de calor latente que el ácido graso puro. El autor menciona que la reducción de la propiedad térmica pudo deberse a características de las partículas introducidas en el PCM como

tamaño, superficie y la forma que posean, ya que estas definen como interaccionarán con el material base de cambio de fase, por lo que para el sistema analizado pueda que estas características no permitían buenas interacciones entre compuestos. Asimismo, analizaron la estabilidad térmica del calor latente de fusión y solidificación, esto se realizó al exponer los materiales compuestos a una gran cantidad de ciclos de calentamiento-enfriamiento. Como resultado se obtuvo una reducción lineal de dichas propiedades conforme aumenta el número de ciclos.(Harikrishnan & Kalaiselvam, 2012). Otra razón por la cual se debe evitar tener concentraciones altas de nanopartículas en los PCMs es porque pueden aumentar la viscosidad que puede producir una disminución en la transferencia de calor, provoca un efecto contrario al deseado, asimismo puede ocurrir que las nanopartículas precipiten por las aglomeraciones que se forman al estar en altas concentraciones (Dhaidan, Khodadadi, & Al-Hattab, 2013).

Asimismo, se ha investigado el efecto de impregnar el ácido láurico en sepiolita modificada en diferentes porcentajes máxicos (30 %, 40 %, 50 % y 60 %), como resultado se obtuvo que con la composición de 60 % ácido láurico la conductividad térmica aumentó un 78 % en comparación al ácido láurico puro (Shen, Ouyang, Zhang, & Yang, 2017). Además, se han realizado investigaciones con ácido palmítico y nanopartículas de óxido de titanio en concentraciones máxicas diferentes (0.5, 1, 3, 5) %. Se analizó la conductividad térmica de los materiales compuestos producidos y se obtuvo un incremento del 12.7 %, 20.6 %, 46.6 % y 80 % para las composiciones (0.5, 1, 3, 5) % respectivamente con respecto al ácido graso puro. (Sharma, Ganesan, Tyagi, Metseslaar, & Sandaran, 2016).

Otra propiedad de los materiales de cambio de fase que se ha estudiado para mejorar es capacidad calorífica. Se realizó una investigación con mezcla eutéctica como nitrato de sodio y nitrato de potasio con nanopartículas de sílica con composiciones máxicas de 0.5 %, 1 %, 1.5 % y 2 %. El aumento más alto fue de 26.7 % para la fracción máxica de 1 %, para el caso de las concentraciones de 1,5 % y 2 % los resultados son negativos, ya que la capacidad calorífica disminuyó y para la composición de 2 % fue menor que la mezcla eutéctica de las sales sin las nanopartículas (Hu, He, Zhang, & Wen, 2019). Se ha investigado asimismo el efecto de un nanofluido de cobre en parafina con diferentes porcentajes máxicos (0.5 %, 1 %, 1.5 % y 2 %). Como resultado se obtuvo una reducción de la propiedad en el calor latente conforme aumentaba la fracción máxica del cobre. Para el porcentaje máxico de 2 % se obtuvo una reducción máxima del 11. 1 % del calor latente de fusión, calor latente de solidificación se redujo un 11.7 %. La disminución de las

propiedades térmicas puede deberse a que el tamaño y superficie de las nanopartículas pueden llegar a afectar las propiedades térmicas del PCM. Además se obtuvo que los valores teóricos calculados de las propiedades térmicas no concuerdan con los resultados obtenidos experimentalmente, esta diferencia entre los resultados teóricos y experimentales de las propiedades térmicas puede deberse a que la ecuación que modela la mezcla entre sólido y líquido no simula realmente lo que está ocurriendo en el material compuesto, por lo que se debe determinar una ecuación que tome en cuenta factores interacciones, fuerzas, distribución, tamaño y forma de las nanopartículas para que pueda predecir las propiedades de los materiales (Wu, Zhu, Zhang, & Huang, 2010).

## **2.4. Almacenamiento térmico y aplicaciones de materiales de cambio de fase**

### **2.4.1. Almacenamiento térmico**

Actualmente por la gran contaminación que hay en el mundo se busca generar energía por medio de fuentes renovables, ya que en muchos países continúan produciendo electricidad por medio de combustibles fósiles, lo que sigue contribuyendo a la contaminación, asimismo se busca aprovechar al máximo la energía que se genera. El almacenamiento de energía térmica permite aprovechar más la energía, ya que esta se almacena en un algún material para ser utilizada tiempo después (Lin, Alva, & Fang, 2018). En general el almacenamiento de energía es importante porque ayuda a preservar la energía, reduce la diferencia entre la oferta y demanda de esta, asimismo puede aumentar la eficiencia de un sistema (Kant, Shukla, & Sharma, 2017).

El almacenamiento se puede realizar de diferentes maneras, por medio del calor sensible, procesos termoquímicos y calor latente. En el método de calor sensible ocurre una transferencia de calor sin que ocurra un cambio de fase (Safari, Saidur, Sulaiman, Xu, & Dong, 2017). Usualmente en este tipo de almacenamiento se utiliza agua, aceite, piedras, arenas, entre otros. Las desventajas de este tipo de almacenamiento es que se necesita grandes cantidades del material para almacenar, el calor específico del material debe ser alto, posee baja densidad de almacenamiento y puede cambiar la temperatura del sistema durante la descarga de energía (Lin, Alva, & Fang, 2018).

El almacenamiento por medio del calor latente, es una de las formas más eficientes en comparación a los otros dos métodos mencionados anteriormente, en este caso el calor es absorbido y liberado en el proceso de fusión y solidificación respectivamente. Las ventajas de este método sobre los otros dos sistemas es que es más barato y posee una mayor

densidad energética (Safari, Saidur, Sulaiman, Xu, & Dong, 2017). Además, otra ventaja que es importante es requiere un menor volumen de material de almacenamiento en comparación con el almacenamiento por calor sensible, por lo que puede resultar más barato en ciertos casos (Kant, Shukla, & Sharma, 2017).

Otra forma de almacenamiento térmico es por medio de reacciones químicas reversibles de absorción que liberan calor, por lo que se consideran exotérmicas. El otro método químico es de tipo termoquímico el cual utiliza usualmente una sal hidratada como material termoquímico para almacenar la energía térmica, lo que ocurre son reacciones de desorción/absorción que generan reacciones endotérmicos/ exotérmicos, ambos métodos continúan en investigación (Lin, Alva, & Fang, 2018).

Los materiales de cambio de fase son utilizados para almacenar energía térmica por sus propiedades, como un valor alto de calor latente y la temperatura del sistema se mantiene constante. Como se mencionó anteriormente hay diferentes tipos de PCMs, por lo tanto hay un gran rango de temperaturas de operación en las que se puede trabajar con estos materiales dependiendo del sistema, por esta razón se continúan las investigaciones para mejorar las propiedades de los materiales de cambio de fase para ser más eficientes en almacenamiento de energía (Lin, Alva, & Fang, 2018).

#### **2.4.2. Aplicaciones de materiales de cambio de fase**

Como se mencionó anteriormente los materiales de cambio de fase pueden ser una solución para el problema de alto consumo energético, ya que tienen la capacidad de almacenar energía térmica, por esta razón se han realizado investigaciones donde se tratan de incorporar en sistemas en diferentes áreas para aumentar la eficiencia. Algunos ejemplos son los siguientes: los PCMs se han incorporado en los materiales de construcción porosos, este compuesto se conoce como compuesto de construcción de material de cambio de fase (BCPCM por sus siglas en inglés), estos se realizan con el fin de lograr reducir la temperatura de la obra civil y lograr mantener una temperatura agradable. La eficiencia de este material compuesto depende de la cantidad de material de cambio de fase utilizado y su capacidad de almacenar calor. Se realizó la prueba con polietilenglicol como material de cambio de fase en Gypsum con una lámpara de tungsteno como fuente de calor se obtuvo que los materiales presentan estabilidad química y tienen buen desempeño, pero es necesario realizar más investigaciones al respecto (Sari, 2014).

Los materiales de cambio de fase asimismo se utilizan en sistemas de energía solar, especialmente en los colectores solares, estos se encuentran encapsulados dentro de un contenedor el cual posee un aislante térmico para evitar la pérdida de calor. Los PCMs lo que realizan dentro del contenedor es almacenar energía durante el día. En colectores solares se ha obtenido un aumento en la eficiencia de 10 % al utilizar materiales de cambio de fase. Asimismo, se pueden utilizar para controlar la temperatura dentro de un panel fotovoltaico (Asgharian & Baniasadi, 2019).

Otra aplicación es en intercambiadores de calor donde están colocados dentro de pequeños tubos, a través de los tubos pasa un fluido con el cual ocurre la transferencia de calor (Farid, Khudhair, Razack, & Aal-Hallaj, 2004).

Asimismo se ha propuesto utilizar los materiales de cambio de fase en sistemas de calefacción, los cuales usualmente utilizan ladrillos de cerámica y una base de cemento, lo propuesto es cambiar la cerámica por un material de cambio de fase, ya que este puede almacenar mayor calor (Farid, Khudhair, Razack, & Aal-Hallaj, 2004) y al usar materiales de cambios de fase con baja conductividad funcionan como aislantes térmicos, por lo que la disipación de calor será menor (Asgharian & Baniasadi, 2019).

En secadores solares que trabajan en un rango de temperatura entre 40 °C a 75 °C se han utilizado PCMs (orgánicos principalmente) dentro de su estructura por su capacidad de almacenamiento de energía, se realizó pruebas con parafina como PCM y se obtuvo que los porcentajes de humedad deseados al final del tiempo de operación (Sharma, Ganesan, Tyagi, Metselaar, & Sandaran, 2015).

Los materiales de cambio de fase se han propuesto utilizar también en satélites para generar energía, ya que estos absorben gran cantidad de calor al ser expuestos a la luz solar, el cual es liberado durante el proceso de solidificación. La energía almacenada podría ser consumida por el sistema operativo de los satélites (Farid, Khudhair, Razack, & Aal-Hallaj, 2004).

En el área de los textiles se podrían utilizar los PCMs (tipo orgánico) para crear ropa que permita mantener una sensación agradable de temperatura, al incorporar en forma de cápsulas el PCM dentro del textil, estos deben trabajar de manera cíclica durante el día y funcionan de la siguiente manera: al ser expuestas a altas temperaturas, estas absorben el calor del ambiente lo que provoca que alcancen la temperatura de fusión y al descender la temperatura el PCM se solidifica por lo que liberan el calor permite una sensación de confort

de la persona, pero esta tecnología presenta desventajas como aumentar el peso de la ropa y perder la flexibilidad. Los PCMs se pueden implementar en la fabricación de calzado, mantas, ropa deportiva, entre otros (Sharma, Ganesan, Tyagi, Metselaar, & Sandaran, 2015).

En el área de alimenticia, se utilizan los PCMs en los contenedores y medios de transporte de comida. Un ejemplo es un estante que contiene PCM que logró mantener una distribución de temperatura uniforme en los alimentos e logró reducir la temperatura 1.5 °C en el período de descongelamiento (Sharma, Ganesan, Tyagi, Metselaar, & Sandaran, 2015).



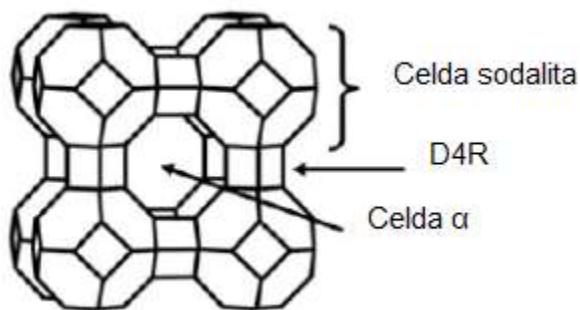
## Capítulo 3: Partículas hidratadas

### 3.1. Zeolita A

#### 3.1.1. Características generales

Las zeolitas son aluminosilicatos, inorgánicos, hidratados, que presentan gran porosidad en su superficie y se caracteriza por tener estructura cristalina. Su estructura se caracteriza por ser un tetraedro formado por un catión, que puede ser silicio o aluminio, estos están enlazados a cuatro átomos de oxígenos (Buhl & Gougazeh, 2014).

La zeolita A es un tipo de zeolita, su fórmula molecular es  $\text{Na}_{12}(\text{AlO}_2)_{12}(\text{SiO}_2)_{12} \cdot 27\text{H}_2\text{O}$ . Sus cristales presentan una morfología cúbica con esquinas redondeadas y bordes, poseen un diámetro promedio de  $3.5 \mu\text{m}$  (HERA, 2004). Esta se caracteriza por tener una relación Si/Al de uno, este tipo de zeolita es muy hidrofílica porque posee gran cantidad de agua en sus canales. El marco de la estructura de la zeolita A se puede observar en la siguiente Figura, esta posee celdas sodalita, las cuales están conectadas por un doble anillo de cuatro miembros (D4R), en el centro de la estructura se encuentra la celda  $\alpha$  (Wakihara, Sasaki, Kato, Ikuhara, & Okubo, 2005). En una celda unidad de Zeolita A hay 8 celdas  $\alpha$  (Bandyopadhyay & Yashonath, 1997).



**Figura 3.1.** Estructura de la Zeolita A (Wakihara, Sasaki, Kato, Ikuhara, & Okubo, 2005).

La zeolita pertenece a la familia de los materiales (Jha & Narain Singh, 2016) cerámicos por lo que sus propiedades térmicas son consideradas relativamente bajas. Para la zeolita A deshidratada tiene un valor de conductividad térmica de  $0.12 \text{ W/m K}$  a  $300 \text{ K}$  (Kvalvag, 2013). Mientras que la zeolita A con agua absorbida posee un rango de conductividad térmica de  $0.16 \text{ W/m K}$  a  $0.21 \text{ W/m K}$  (Dawoud, Imroz Soheli, Freni, Vasta, & Restuccia,

2011). La capacidad calorífica de la zeolita A a 298 K es de 0.915 J/g K (Qiu, Murashov, & White, 2000).

### 3.1.2. Síntesis de Zeolita A

Se ha aumentado la producción de zeolitas sintéticas, ya que estas presentan ventajas con respecto a las naturales como una mayor pureza y uniformidad en el tamaño de las partículas, por esta razón ha aumentado la investigación en las rutas de síntesis para su producción. Algunos ejemplos son: síntesis hidrotermal con metacaolinita (producto del Caolín) y NaOH, después de la agitación el proceso se lleva a cabo en un autoclave (Buhl & Gougazeh, 2014), otra ruta es a partir de trietanolamina (TEA), metasilicato de sodio no hidratado, aluminato de sodio y agua destilada, la mezcla se agita por un tiempo de 10 min y luego se obtiene el producto (Wakihara, Sasaki, Kato, Ikuhara, & Okubo, 2005).

Otra posible síntesis para producir Zeolita A es a partir de Metacaolin, esta se mezcla con NaOH en una proporción por cada 1 g de Metacaolin y se debe utilizar 25 ml de NaOH, estos dos compuestos se agitan por 10 min a temperatura ambiente. Seguidamente se utiliza como sistema de reacción una autoclave en un horno de aire a 100 °C, el tiempo de reacción es de 20 h y la presión del sistema es autógena. El producto se debe lavar con agua destilada y secado por 24 h a una temperatura de 80 °C (Buhl & Gougazeh, 2014). Otra forma de producir Zeolita A es por medio de óxido de aluminio y sodio ( $\text{Na}_2\text{O Al}_2\text{O}_3$ ), metasilicato de sodio ( $\text{Na}_2\text{OSiO}_2$ ) e hidróxido de sodio. Para comenzar se agrega una disolución de hidróxido de sodio en dos recipientes de prolipropileno. En una de las botellas se agrega el metasilicato de sodio, mientras que al otro recipiente se le agrega el óxido de sodio y aluminio. Ambos contenedores deben agitarse hasta obtener mezclas incoloras, seguidamente se debe verter el metasilicato de sodio y NaOH en la botella con el óxido de sodio y aluminio, esta debe agitarse de nuevo, ya que se genera un gel el cual debe homogenizarse. Para realizar la cristalización se debe calentar a 80 °C a 4 h sin agitación (Brar, France, & Smirniotis, 2001).

Otra posible ruta es a partir de aluminato de sodio, metasilicato de sodio e hidróxido de sodio. Inicialmente se debe diluir el hidróxido de sodio y el aluminato de sodio en agua destilada. En paralelo se debe realizar una disolución de metasilicato de sodio en agua destilada en caliente. La disolución de aluminato de sodio se debe agregar a la disolución de metasilicato de sodio, estas se deben agitar a 90 °C por 5 h. La suspensión se filtra y el

sólido obtenido se lava varias veces con agua, seguidamente se debe secar en la estufa a 110 ° C (Rollmann & Shannon, 1983).

### **3.1.3. Modificación de la superficie de la zeolita A**

Se han realizado investigaciones relacionadas con la modificación de la hidrofobicidad de la zeolita A, ya que al tener una superficie hidrofóbica la zeolita A incrementa la adsorción. La modificación de la superficie se puede realizar por dos rutas: la primera de estas se basa en cambiar la relación entre silicio y aluminio, la cantidad de aluminio debe ser reducirse significativamente, mientras que la cantidad de silicio debe aumentarse, ya que con una relación Si/Al alta indica que la zeolita es hidrofóbica, mientras que por el contrario una relación Si/Al baja (menor o igual a 2) implica que la superficie es hidrofílica. Otra forma de cambiar la hidrofobicidad es por medio de ligandos de tipo organosilanos pueden introducirse en los poros de la zeolita, lo que impide que el agua no puede entrar en contacto con la superficie interior. Algunos ejemplos de ligandos investigados son el octiltriclorosilano, diclorodifenilsilano, clorotrimetilsilano y hexametildisiloxano, con caracterización de Espectroscopia Infrarroja se observó señales de los grupos  $-CH_2$  y  $-CH$  presentes en la zeolita (Giroux, et al., 2016).

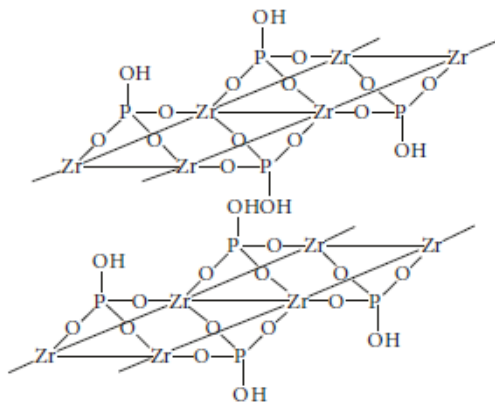
## **3.2. $\alpha$ -Fosfato de Zirconio**

### **3.2.1. Características generales**

El  $\alpha$ -fosfato de zirconio es un compuesto inorgánico, posee una fórmula molecular  $Zr(HPO_4)_2 \cdot H_2O$ , se caracteriza porque posee una estructura cristalina laminar, este es una de las fases de los fosfatos de zirconio, ya que existen diferentes, la diferencia entre estas son la estructura cristalina y el espacio interlaminar (Díaz, Mosby, Bakhmutov, Martí, & Batteas, 2013).

En la estructura los átomos de zirconio están enlazados con los fosfatos, ya que tres oxígenos del grupo fosfato está conectado cada uno con el zirconio esto provoca que la estructura posea una forma octaédrica por  $ZrO_6$ . Además posee una forma tetraédrica por el grupo fosfato ( $HPO_4$ ), en la siguiente Figura se puede observar su estructura. Las dos configuraciones mencionadas anteriormente son las que provocan estructura en forma de láminas. El espacio que hay entre cada lámina o capa está ocupado por una molécula de agua que se enlaza con el hidrógeno del grupo fosfato (Mosby B. , Goloby, Díaz, Bakhmutov, & Clearfield, 2014). En dicha estructura los grupos hidroxilos que no se encuentran enlazados señalan hacia fuera de la capa interlaminar o de la superficie (Mosby,

Díaz , Bakhmutov, & Clearfield, 2014). Las fuerzas que rigen en los enlaces de los átomos conforman el fosfato de zirconio son de tipo covalente, también existen fuerzas débiles de tipo de van der Waals estas ocurren entre las láminas (Xiao & Liu, 2018).



**Figura 3.2.** Estructura de Fosfato de Zirconio (Han L. , et al., 2018).

El  $\alpha$ -fosfato de zirconio se caracteriza por ser anisotropía por la estructura que posee. Por las características que posee se utiliza en diferentes áreas como: funciona para remover compuestos contaminantes en el agua y aire por su capacidad de realizar intercambio iónico, se ha utilizado como catalizador en diferentes reacciones porque tiene la característica que su estructura es fácil de controlar, asimismo han agregado a retardantes de llamas por su estabilidad térmica a altas temperaturas (Xiao & Liu, 2018). Otras áreas en la que se ha utilizado este compuesto es en: electromagnetismo, electroquímica, fotoquímica, biomedicina, medio ambiente, entre otros por sus características (Han L. , et al., 2018). No hay datos disponibles de las propiedades térmicas específicamente del fosfato de zirconio pero se encontraron ciertas propiedades de compuestos similares. La capacidad calorífica del fosfato de zirconio enlazado con compuestos como Bario, Magnesio y Calcio poseen un valor de 0.489 J/g °C (Pet'kov, Schchelokov, Markin, & Smirnova, 2010), 0.586 J/g °C (Pet'kov, Schechelokov, Markin, & Smirnova, 2014) 0.642 J/g °C (Pet'konv, Markin, Schchelokov, & Smirnova, 2010) respectivamente. La conductividad térmica es de 0.76 W/m °C, como este compuesto pertenece a la familia de los materiales cerámicos posee propiedades térmicas relativamente bajas (AREMCO, 2019).

### 3.2.2. Rutas de síntesis del $\alpha$ -fosfato de zirconio

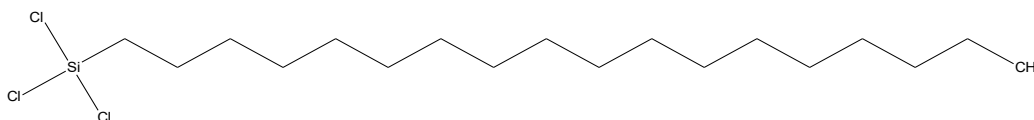
Existen tres diferentes métodos para producir el  $\alpha$ -fosfato de zirconio, estos son: método de reflujo, precipitación directa e hidrotermal. El método directo es más viable para producir el compuesto en gran escala, este utiliza como reactivas  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  con  $H_3PO_4$ , estos dos compuestos se deben mezclar a  $100\text{ }^\circ\text{C}$  por 24 h. El producto obtenido se debe centrifugar y secar a  $65\text{ }^\circ\text{C}$  por 24 h. El método hidrotermal utiliza los mismos reactivos que el método de reflujo, el sistema de reacción se realiza en un recipiente presurizado de teflón, con condiciones de  $200\text{ }^\circ\text{C}$  y el tiempo de reacción puede ser entre 5 h a 24 h. El producto obtenido se debe centrifugar y secar de la misma manera que el método de reflujo.

El tercer utiliza los mismos reactivos que los métodos anteriores y el ácido fluorhídrico (HF). Se utiliza como sistema de reacción un recipiente con un condensador de teflón a  $100\text{ }^\circ\text{C}$  y por 24 h, el tratamiento del producto es igual al mencionado en los dos sistemas de reacción anteriores (Sun, Boo, Sue, & Clearfield, 2006). Otro posible método para obtener el Fosfato de Zirconio es por medio de  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  y HCl, ambos reactivos se deben mezclar y agitar por 30 min hasta lograr un pH estable, seguidamente se debe agregar Fluoruro de Sodio y se debe continuar la agitación por 30 min. Una vez que se haya disuelto todo el fluoruro de sodio se debe agregar ácido ortofosfórico, esto provoca la formación de un precipitado blanco, se recomienda continuar con la agitación por 2 h más para obtener la mayor cantidad de precipitado. El producto final se debe filtrar, lavar con agua destilada y secar al vacío (Ashraf, Hanna, & Gad, 2008). Otra ruta de síntesis de  $\alpha$ -fosfato de zirconio es a partir de cloruro de zirconilo ( $ZrCl_4$ ), ácido clorhídrico (HCl) y ácido fosfórico ( $H_3PO_4$ ). Inicialmente se disuelve el  $ZrCl_4$  en HCl, seguidamente esta mezcla se le agrega al  $H_3PO_4$  con agitación, esta reacción provoca la formación de un precipitado. Este producto se debe ser centrifugado y lavado con ácido fosfórico en baja concentración para eliminar los iones cloruros, por último, debe secarse por convección natural con aire, con esta síntesis se espera conseguir un compuesto amorfo (Trobajo, Khainakov, Espina, & García, 2000).

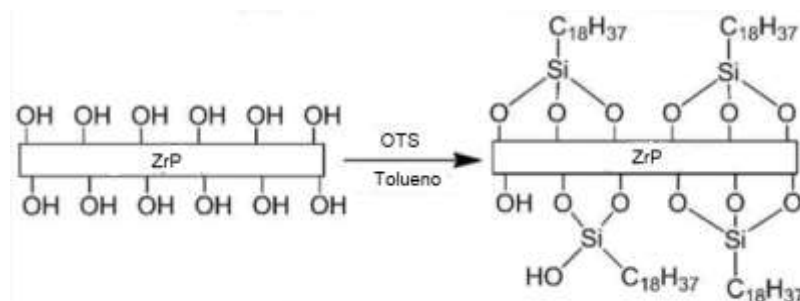
### 3.2.3. Modificación de la superficie

Se han realizado investigaciones con el fin de modificar la estructura del  $\alpha$ -fosfato de zirconio para cambiar la superficie a hidrofóbica (Han L. , et al., 2018). Esto se realiza con el fin de aumentar la solubilidad en disolventes orgánicos, en catalizadores compuestos por el  $\alpha$ -fosfato de zirconio puede mejorar la interacción con los reactivos provocando mayor producción, entre otras aplicaciones. Un compuesto que se ha utilizado para lograr convertir

el  $\alpha$ -fosfato de zirconio a hidrófobo es el octadeciltriclorsilano ( $C_{18}H_{37}Cl_3Si$ ), su estructura se observa en la Figura 3.3, es un compuesto con una gran cadena hidrocarbonada y en el extremo posee una cadena polar. El fosfato de zirconio cambia de polaridad en su superficie, ya que el grupo P-OH del grupo fosfato que se encuentra en la superficie sufre un ataque nucleofílico por el OTS, por lo que provoca que se forme el enlace P-O-Si- $C_{18}H_{37}$ , esto se observa en la Figura 3.4 (Díaz, Mosby, Bakhmutov, Martí, & Batteas, 2013). Esta ruta de modificación también puede ser utilizada para cambiar a hidrófoba la superficie de la zeolita A, ya que la zeolita posee grupos OH por lo que interaccionan con el OTS.



**Figura 3.3.** Estructura del octadeciltriclorsilano (Elaboración propia).



**Figura 3.4.** Modificación de fosfato de zirconio con octadeciltriclorsilano (Díaz, Mosby, Bakhmutov, Martí, & Batteas, 2013).

Se ha estudiado obtener compuestos orgánicos-inorgánicos a partir de fosfato de zirconio y epóxidos. Para esto se utilizó un balón con 25 mL de tolueno, 100 de fosfato de zirconio, se agregó estequiometricamente 1:5 de epóxido (1,2-epoxidodecano, 2-(4-fluorofenil)-oxirano, 1,2-epoxi-9-deceno, 1,2-epoxioctadecano, entre otros) con respecto al fosfato de zirconio, el tiempo de reacción fue de 12 h a 111 °C, los productos fueron lavados con disolventes orgánicos como hexano y etanol. Esta modificación se realizó con el fin de crear compuestos que puedan servir con polímeros para diferentes aplicaciones. Esta modificación logró modificar la parte superior e inferior de la superficie de las láminas pero no logró realizar cambios dentro de las capas (Mosby, Díaz, Bakhmutov, & Clearfield, 2014).

## Capítulo 4: Técnicas de caracterización

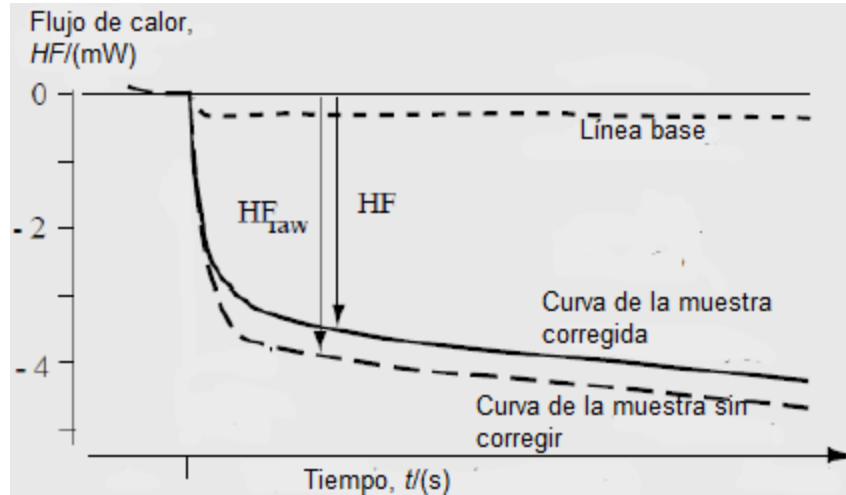
### 4.1. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

La calorimetría diferencial de barrido es un equipo que permite medir la diferencia del flujo de calor a una temperatura controlada que existe entre la muestra en estudio y una de referencia, las cuales se colocan dentro de un contenedor que tiene el sensor de temperatura, el equipo cuenta con un horno el cual genera un flujo de calor que pasa a través de la muestra de interés y la de referencia. Cuando ocurre un cambio en la señal del sensor es porque está reflejando una transición que ocurrió en la muestra, esta diferencia de señal es directamente proporcional a una diferencia entre los flujos de calor que hay entre la muestra que se está analizando y la referencia (Hohne, Hemminger, & Flammersheim, 2013).

Se debe seleccionar la atmósfera con la que se requiere trabajar dependiendo de las propiedades del equipo, el análisis que se quiere analizar, las condiciones y características que presenta la muestra. Existen diferentes opciones que se pueden utilizar de atmósfera son como la de tipo inerte, que utiliza nitrógeno o helio. Cuando no hay problema en utilizar una atmósfera oxidativa es decir que la muestra no presenta ningún tipo de reacción de oxidación o si no es problema que la muestra se oxide se puede utilizar aire. Por otro lado, si se desea analizar las reacciones de oxidación de la muestra se utiliza una atmósfera de oxígeno (Di Lorenzo, Androsch, Rhoades, & Righetti, 2018).

Con este equipo se puede obtener mucha información de la muestra de análisis como la temperatura y entalpía de fusión, procesos de cristalización o super-enfriamiento, transiciones vítreas, reacciones de pirolisis, descomposición térmica o polimerización, descomposición oxidativa, capacidad calorífica, entre otros (Di Lorenzo, Androsch, Rhoades, & Righetti, 2018).

Como se mencionó anteriormente este equipo permite realizar análisis con el fin de determinar la capacidad calorífica de materiales, existen diferentes métodos dentro de los cuales se pueden mencionar: el método directo, en esta técnica se debe realizar una curva de corrección, llamada línea base, esta se realiza con el portamuestras de la muestra vacío. Además se debe realizar una corrida con el rango de temperatura deseado para el análisis. El resultado del análisis es similar al que se observa en la Figura 4.1. La capacidad calorífica se obtiene con la ecuación (1), que relaciona el flujo de calor a una temperatura específica, masa de la muestra y tasa de calentamiento (Mettler Toledo, 2010).



**Figura 4.1.** Análisis obtenido por medio del método del directo (Mettler Toledo, 2010).

$$Cp = \frac{HF}{m \beta} \quad (1)$$

Donde,

$Cp$ : Capacidad calorífica,  $J/g \text{ } ^\circ C$ .

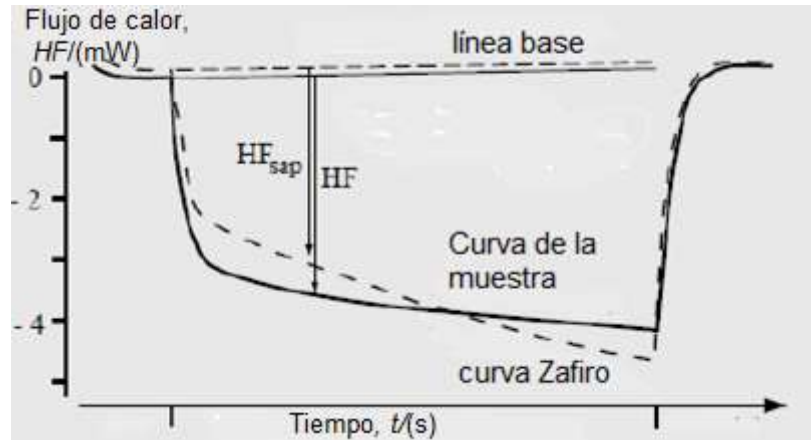
$HF$ : Flujo de calor,  $mW$

$m$ : Masa de la muestra,  $g$

$\beta$ : Tasa de calentamiento,  $^\circ C/s$

Otra técnica muy utilizada para determinar la capacidad calorífica es del método de zafiro, en este se deben realizar una corrida para obtener la curva de corrección o línea base, seguidamente se debe realizar una corrida con el material de referencia zafiro y por último se realiza el análisis de la muestra, estas deben tener las mismas condiciones de operación (rango de temperatura, flujo de gas, tasa de calentamiento). El resultado del análisis con las tres curvas es similar al que se observa en la Figura 4.2 (Mettler Toledo, 2010). Se recomienda realizar una calibración del equipo antes de cada medición, si se cumple con esto se puede calcular la capacidad calorífica con la ecuación (2). En el caso de que no se puede realizar antes de cada medición la calibración se debe utilizar la ecuación (3) para calcular la sensibilidad calorimétrica la cual se utiliza para calcular la capacidad calorífica con la ecuación (4).





**Figura 4.2.** Análisis obtenido por medio del método del zafiro (Mettler Toledo, 2010).

$$Cp_m = \frac{HF_m m_{zaf}}{m_m HF_{zaf}} Cp_{zaf} \quad (2)$$

Donde,

$HF_m$ : Flujo de calor de la muestra, mW

$HF_{sap}$ : Flujo de calor del zafiro, mW

$m_m$ : Masa de la muestra, g

$m_{zaf}$ : Masa del zafiro, g

$Cp_{zaf}$ : Capacidad calorífica del zafiro, J/g °C

$Cp_m$ : Capacidad calorífica de la muestra, J/g °C

$$E = \left[ \frac{b}{60 D_{st}} \right] [m_{st} * Cp_{st} + \Delta W * Cp_c] \quad (3)$$

Donde,

$E$ : Sensibilidad calorimétrica, adim

$b$ : Tasa de calentamiento, °C/min

$D_{st}$ : Desplazamiento vertical entre la curvas térmica del zafiro y la muestra, mW

$m_{st}$ : Masa zafiro, mg

$Cp_{st}$ : Capacidad calorífica del zafiro, J/g °C

$\Delta W$ : Diferencia de masa entre el contenedor de la muestra vacío y el del zafiro, mg

$Cp_c$ : Capacidad calorífica del portamuestras, J/g °C

$$Cp = \frac{60 * E * Ds}{m_s * b} - \frac{\Delta W * Cp_c}{m_s} \quad (4)$$

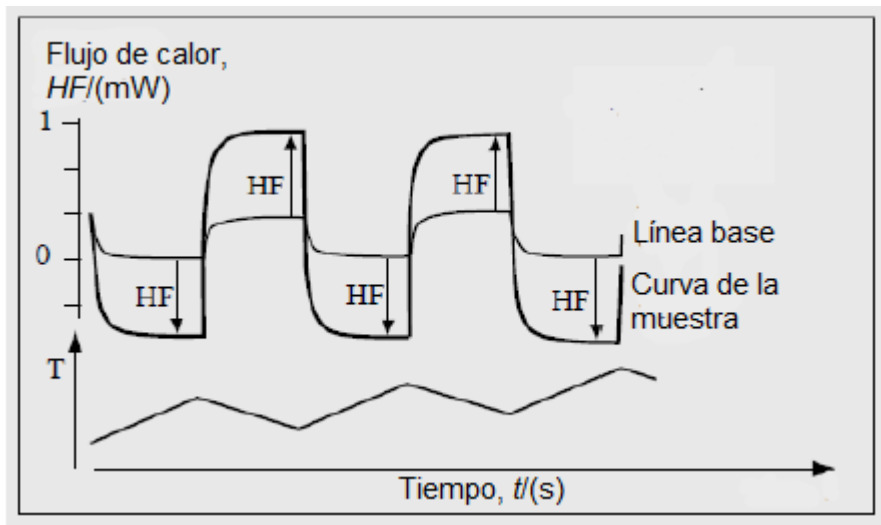
Donde,

$Cp$ : Capacidad calorífica, J/g °C

$Ds$ : Desplazamiento vertical entre la curvas térmica de la línea base y la muestra, mW

$m_s$ : Masa de la muestra, mg

Otro método utilizado para determinar la capacidad calorífica es el conocido como estado estacionario. Esta técnica se basa en que la muestra se expone a calentamientos y enfriamientos periódicos, en los cuales debe garantizarse que la muestra logre alcanzar el estado estacionario por lo que cada proceso térmico debe tardar por lo menos 2 min. Como en las técnicas mencionadas anteriormente se debe realizar una curva de corrección o línea base. La capacidad calorífica se obtiene al utilizar la ecuación (1), que relaciona el flujo de calor, masa y tasa de calentamiento a una temperatura de interés. El resultado al terminar el análisis es similar al de la Figura 4.3 (Mettler Toledo, 2010).



**Figura 4.3.** Análisis obtenido por medio del método estado estacionario (Mettler Toledo, 2010).

En este tipo de materiales compuestos no se recomienda calcular un valor de capacidad calorífica teórica con la siguiente ecuación, porque en varias investigaciones se ha demostrado que esta ecuación no puede modelar las interacciones y distribución que ocurren entre los dos materiales por lo que el resultado obtenido es erróneo (Wu, Zhu, Zhang, & Huang, 2010).

$$Cp_m = \sum_{i=1}^n x_i Cp_i \quad (5)$$

Donde,

$Cp_m$ : Capacidad calorífica de la mezcla, J/g °C

$x_i$ : Fracción másica del componente i, adim

$Cp_i$ : Capacidad calorífica del componente i, J/g °C

#### 4.2. Análisis Termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico (TGA por sus siglas en inglés), es una prueba que mide la masa de una muestra con respecto al tiempo o temperatura. El sistema puede operar de dos maneras con una velocidad de calentamiento constante o de forma isotérmica, al igual que el DSC la atmósfera en la que se trabaje se puede seleccionar, dentro de las opciones que se pueden elegir son: reactiva, inerte u oxidativa. Con esta prueba se obtiene como resultado una curva donde se grafica la masa contra temperatura y/o el tiempo, cuando hay un cambio en la masa de la muestra provoca que se observen pasos o señales en la curva (Gabbott & Wiley, 2008). Se puede determinar la derivada la masa con respecto al tiempo o temperatura para lograr obtener mayor información de la muestra, ya que se obtiene un punto de inflexión que representa la temperatura donde ocurre la tasa más rápida de pérdida de masa de la muestra (PerkinElmer, 2010).

Con este equipo se puede utilizar para diferentes aplicaciones como: determinar en una reacción de descomposición la temperatura y el cambio de masa que ocurre por causa de esta, determinar la cantidad de agua o disolvente en una muestra, determinación de la tasa de evaporación con respecto a la temperatura, se puede determinar la pureza de una muestra, determina la composición de muestras, establece la masa de materiales de relleno utilizados en comida, plásticos, pinturas, entre otros (Anderson Materials Evaluation, 2018).

#### 4.3. Espectroscopía Infrarroja

La espectroscopía infrarroja es una técnica de caracterización que irradia energía infrarroja, esta energía produce en los enlaces de los compuestos químicos dos tipos de vibraciones:

estiramiento y flexión. Cuando que la frecuencia coincide con la vibración del enlace, provoca que la molécula pueda absorber mayor cantidad de energía, esta energía absorbida se puede relacionar con los grupos funcionales que presenta un compuesto (Bruice, 2008).

Con esta prueba se obtiene como resultado un espectro, el cual es una gráfica donde se tiene el porcentaje de transmitancia contra el número de onda, con el análisis de este se puede determinar los grupos funcionales que poseen las moléculas porque cada grupo presenta un intervalo de número de onda característico, esta técnica es de gran utilidad porque es una herramienta que permite determinar como está conformado un compuesto (Bruice, 2008).

#### **4.4. Dispersión dinámica de la luz (DLS)**

Esta técnica se utiliza para determinar el rango de tamaño de partículas que posean un diámetro menor 1 nm. Usualmente se utiliza para analizar emulsiones, proteínas, nanopartículas, y coloides. El equipo lo que realiza es traspasar con un rayo láser la muestra de interés, el láser provoca es una dispersión de la luz con la ayuda de un detector rápido de fotones se puede asociar la dispersión con ángulo  $\theta$ , el equipo se basa en movimiento browniano que presentan las partículas de la muestra de interés (Lsinstruments, 2018). Dentro de las ventajas que posee esta técnica es que se puede medir rangos de tamaños de partículas de 0.1 nm a 10  $\mu\text{m}$ , alta reproducibilidad, muy preciso y se necesita poca muestra (AZONANO, 2013).

#### **4.5. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)**

La microscopía electrónica de barrido, es un método de caracterización de materiales, ya que al emitir un haz de electrones a la muestra del material, los electrones viajan a través de su superficie, las señales emitidas por la muestra se convierten en imágenes por medio de transductores. Con esta prueba se puede conocer imágenes de la superficie de una muestra con un gran aumento y se puede calcular el tamaño de partículas (Vázquez & Echeverría, 2000).

#### **4.6. Difracción de Rayos X (DRX)**

La difracción de Rayos X es una técnica de caracterización de materiales para esto se utiliza el equipo conocido como difractómetro, el cual mide la difracción de los rayos X después de que los rayos interactúan con la muestra de interés. Como resultado se obtiene un

patrón de difracción o difractograma el cual muestra la intensidad y la posición angular. Con el cual se puede determinar la fase del compuesto de interés al ser comparada con bases de datos. Esta técnica permite conocer y analizar las fases y estructuras cristalinas en sólidos y polvo y permite determinar el tamaño del cristal o grano (Kalantar-zadeh & Fty, 2007).

#### 4.8. Tamaño de cristalito

El tamaño del cristalito se define como el tamaño de dominio coherente donde ocurre la difracción de rayos X, este no se debe confundir como el tamaño del cristal completo, sino es cada dominio que conforma al cristal, cada uno de estos tiene la característica de tener una distinta orientación. También se puede definir el tamaño de cristalito como el tamaño de un grano que forma un cristal. Para determinar el tamaño del cristalito se utiliza usualmente la ecuación de Scherrer, la cual relaciona el ensanchamiento de un pico obtenido por la difracción con el tamaño del cristalito (Ramón, 2007). La ecuación de Scherrer ese puede observar en la siguiente ecuación (Burton, Ong, Rea , & Chan, 2009).

$$t = \frac{K * \lambda}{B * \cos\theta} \quad (6)$$

Donde,

$t$ : Tamaño de cristalito, nm

$K$ : Factor de forma, adim

$\lambda$ : Longitud de onda de rayos X, nm

$B$ : Ancho a la mitad del pico, adim

$\theta$ : Ángulo de Bragg, rad

#### 4.9. Energía Dispersiva de Rayos X (EDX)

La técnica de caracterización llamada energía dispersiva de rayos X, utiliza la técnica de microscopía electrónica de barrido para determinar los elementos que componen una muestra de interés, por lo que es una técnica cuantitativa. El equipo puede determinar la presencia de un elemento por los rayos X generados cuando este es impactado por el rayo de electrones. Cada elemento genera rayos X diferentes, esto permite la identificación de cada uno de ellos (Mutalib, Rahman, Othman, Ismail, & Jaafar, 2017).



## Capítulo 5: Diseño de Experimentos

### 5.1. Análisis de varianza (ANOVA)

Los diseños de experimentos son una gran herramienta para el análisis de datos en experimentos, investigaciones, entre otros. El método de análisis de varianza (ANOVA) es un tipo de diseño de experimentos, este permite analizar más de dos tratamientos al realizar una comparación de las medias obtenida. En el ANOVA se separa la variabilidad en dos: la debida al error y la debida a los tratamientos. Cuando esta última variabilidad mencionada no es predominante sobre la del error se concluye que los tratamientos analizados poseen medias iguales, caso contrario ocurre que cuando la variabilidad de los tratamientos es predominante sobre la del error, se concluye que las medias no son iguales y que los tratamientos tienen efecto en la variable de interés. La hipótesis que se plantea en este diseño estadístico es la siguiente (Gutiérrez & De la Vara, 2008).

$$H_{i_0}: \mu_1 = \mu_2 = \dots \cdot \mu_k = \mu \quad (6)$$

$$H_{i_A}: \mu_i \neq \mu_j = \text{para algún } i \neq j \quad (7)$$

Donde,

$H_0$ : Hipótesis nula, adim

$H_A$ : Hipótesis alternativa, adim

$\mu_k$ : Media poblacional de un tratamiento





## Capítulo 6: Sección Experimental

El objetivo general del proyecto fue producir y evaluar las propiedades de los materiales compuestos formados con materiales de cambio de fase (eicosano o ácido láurico) y zeolita/OTS o fosfato de zirconio/OTS. Para esto, se realizaron los siguientes pasos descritos.

### 6.1. Síntesis de las partículas hidratadas

#### 6.1.1. Síntesis de fosfato de zirconio

La síntesis utilizada para producir el fosfato de zirconio se realizó a partir de la síntesis propuesta por los autores Sun, Woong, Sue et al (2006). Se utilizó específicamente el método de reflujo, ya que al comparar los métodos encontrados, esta presenta mayor simplicidad en el sistema de reacción, la teoría indica que se obtiene porcentajes de rendimiento altos y cristalinidad (Sun L. , Boo, Sue, & Clearfield, 2007). Esta síntesis es muy utilizada por otros investigadores. Se utilizó aproximadamente 10 g de  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  y 100 mL de  $H_3PO_4$  (6 M) en un Erlenmeyer a una temperatura de 100 °C por 24 h aproximadamente, seguidamente se filtró al vacío y se lavó con agua destilada, por último se secó el producto en el desecador, el esquema del procedimiento se observa en la siguiente Figura. Se obtuvo aproximadamente 10 g de fosfato de zirconio.



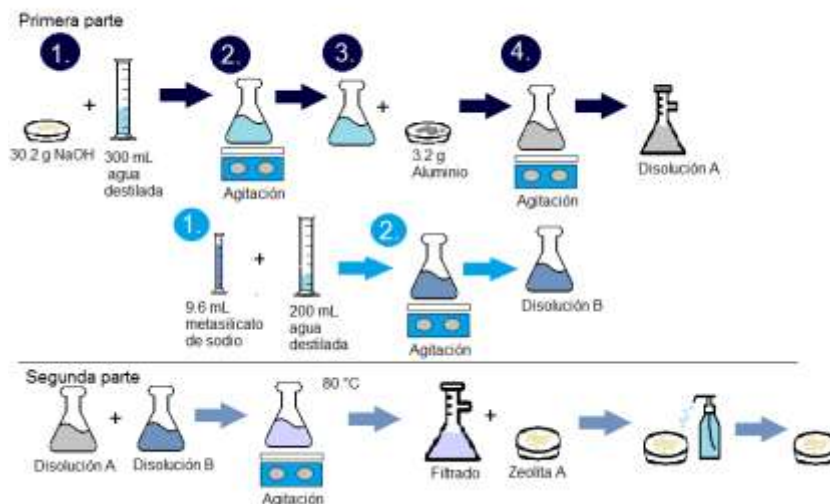
**Figura 6.1.** Diagrama síntesis de fosfato de zirconio (Elaboración propia, 2019).

#### 6.1.2. Síntesis de zeolita A

Para la síntesis de la Zeolita A se utilizó en el artículo de los autores Rollmann & Shannon (1983), de la misma manera que en la síntesis del fosfato de zirconio, las razones por la cuales se escogió esta ruta fue por la disponibilidad de reactivos y simplicidad del sistema de reacción. En esta síntesis se utilizó Aluminio en lugar de aluminato de sodio, el cual es utilizado por los autores Rollmann & Shannon (1983), por la disponibilidad del reactivo, pero el aluminio reacciona con el medio fuertemente básico generando in situ aluminato de sodio.

Una vez finalizada la reacción se filtró para eliminar residuos de óxidos metálicos que se encontraron en el aluminio, al ser este una aleación.

La síntesis se realizó a partir de 30.2 g de hidróxido de sodio los cuales fueron disueltos en 300 mL de agua destilada. Se agregó 3.2 g de aluminio poco a poco a la disolución anterior. Seguidamente se filtró al vacío. En paralelo se realizó la disolución de 9.6 mL de metasilicato de sodio en 200 mL de agua destilada. Se mezcló el filtrado y la disolución de metasilicato, la disolución obtenida se agitó a 80 °C aproximadamente por 48 horas (Rollmann & Shannon, 1983). El sólido obtenido se filtró, seguidamente se lavó con agua destilada y se secó en un desecador. Se obtuvo aproximadamente 8 g de Zeolita A.



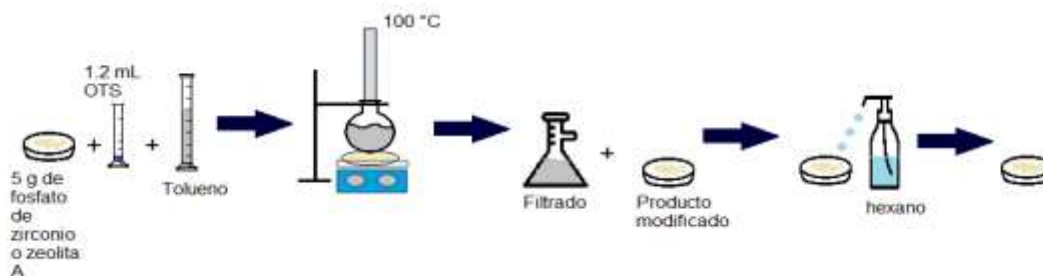
**Figura 6.2.** Diagrama de síntesis de Zeolita A (Elaboración propia, 2019).

## 6.2. Modificación de superficie

### 6.2.1. Modificación de la superficie del fosfato de zirconio y Zeolita A en una superficie hidrófoba

Se realizó una investigación bibliográfica con el fin de determinar el método para cambiar la superficie hidrofílica de los compuestos zeolita A y fosfato de zirconio. El método seleccionado es el siguiente, se colocó aproximadamente 5 g de fosfato de zirconio, 1.2 mL de octadeciltricolorosilano y se inyectó 50 mL de tolueno en un balón como medio de reacción. Se conectó el balón a una columna rellena con cloruro de calcio como trampa de humedad. La atmósfera de la reacción fue nitrógeno, para evitar la oxidación del OTS con el aire. La temperatura del sistema de reacción fue aproximadamente 100 °C y el reflujo se

realizó durante 24 h. Seguidamente, se filtró al vacío y se realizó lavados con hexano, finalmente se dejó secar. Se realizó el mismo procedimiento para la modificación de la zeolita A, en este caso se utilizó como masa inicial aproximadamente de 4 g de zeolita, 50 mL de tolueno y 0.5 mL de OTS (Díaz, Mosby, Bakhmutov, Martí, & Batteas, 2013). El diagrama del procedimiento de dicha modificación se observa en la siguiente Figura.

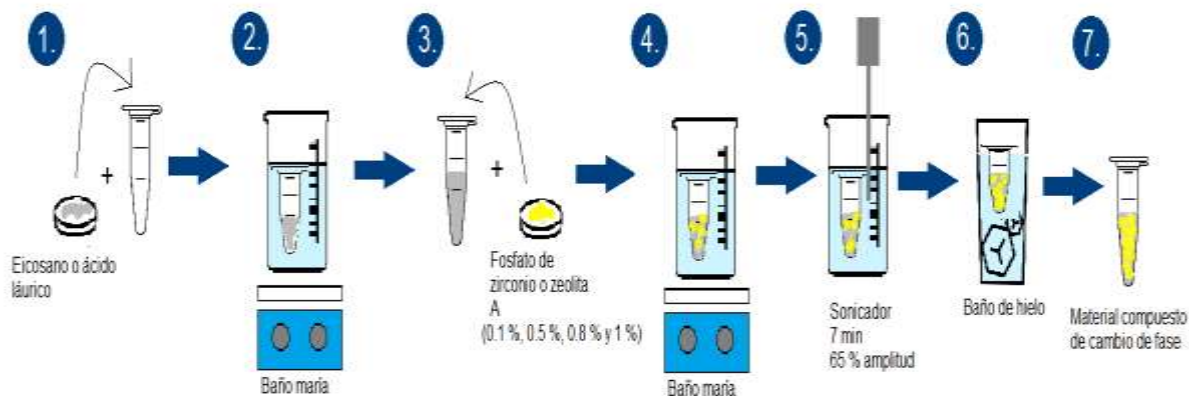


**Figura 6.3.** Diagrama de la modificación de superficie de fosfato de zirconio y Zeolita A (Elaboración propia, 2019).

### 6.3. Elaboración de los materiales compuestos de cambio de fase

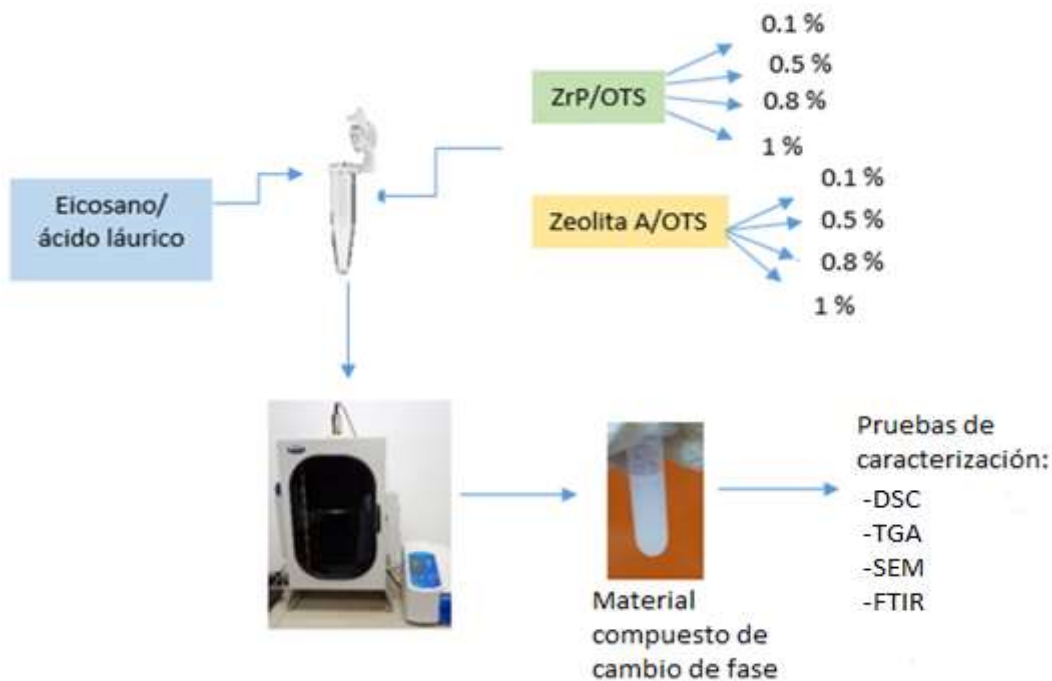
Se realizó una búsqueda bibliográfica con el fin de encontrar el material de cambio de fase por utilizar y el método para lograr producir el material de cambio de fase compuesto. Se escogieron el ácido láurico y eicosano como materiales de cambio de fase, por las propiedades físicas y térmicas que poseen. Para la preparación del PCM compuesto, se pesó el ácido graso (en el caso de ácido láurico 1.32 g y para eicosano 1.185 g, se colocó en un eppendorf dentro de un baño maría hasta fundir el ácido graso o alcano, seguidamente se pesó y colocó en el eppendorf la masa necesario para obtener el porcentaje másico requerido de fosfato de zirconio/OTS o zeolita A/OTS.

Para realizar la dispersión del fosfato de zirconio hidrófobo o zeolita A hidrófoba se colocó el material compuesto en el sonicador en un baño caliente, se utilizó una amplitud del 65 %, 7 min, una temperatura del baño caliente de 50 °C y la punta del sonicador se colocó dentro del baño caliente. Al finalizar el proceso de dispersión el producto se colocó dentro de un baño de hielo, hasta obtener la solidificación del material compuesto de cambio de fase. Se realizaron cuatro composiciones másicas diferentes (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %) de zeolita A/OTS con eicosano y ácido láurico, se utilizaron las mismas composiciones para los PCM compuestos con fosfato de zirconio/OTS y eicosano o ácido láurico. El proceso se resume en el diagrama que se encuentra en la Figura 6.4. Las composiciones másicas, tiempo de sonicación, amplitud se determinaron a partir de pruebas experimentales.



**Figura 6.4.** Diagrama de la preparación de los materiales compuestos de cambio de fase (Elaboración propia, 2019).

A los materiales compuestos de cambio de fase se les caracterizó con diferentes técnicas de caracterización (FTIR, TGA, SEM, DSC) en la siguiente Figura se observa un esquema de la producción y caracterización de los materiales compuestos de cambio de fase.



**Figura 6.5.** Diagrama de la preparación de los materiales compuestos de cambio de fase (Elaboración propia, 2018).

## 6.4. Técnicas de caracterización

### 6.4.1. Calorimetría Diferencial de Barrido

Para evaluar las propiedades térmicas del  $\alpha$ -fosfato de zirconio,  $\alpha$ -fosfato de zirconio/OTS, zeolita A y zeolita A/OTS se utilizó el equipo de calorimetría diferencial de barrido. El método comenzó con una temperatura de inicio de 25 °C, en esta temperatura permaneció isotérmicamente 1 min, la tasa de calentamiento utilizada fue 20 °C/min, se realizó un barrido entre 25 °C hasta 550 °C con un flujo de nitrógeno de 50 mL/min y se utilizó portamuestras de aluminio.

El análisis de calorimetría diferencial de barrido se utilizó para determinar la capacidad calorífica de los materiales de cambio de fase compuestos. El método utilizado fue la norma ASTM E1268 para determinación de la capacidad calorífica.

Para el método de la medición de la capacidad calorífica se realizó inicialmente una línea base, para esto se efectuó una corrida con un portamuestra y tapa del espécimen vacío, una temperatura inicial de 0 °C, en dicha temperatura se equilibró y se mantuvo por 5 min, se utilizó una tasa de calentamiento de 20 °C/min hasta llegar a 35 °C, en esta temperatura final se mantuvo por 5 min. Seguidamente se realizaron las corridas con el material de referencia zafiro y los materiales compuestos de cambio de fase, con las mismas condiciones utilizadas para la línea base, excepto los materiales compuestos de cambio de fase con eicosano se utilizó una temperatura final de 30 °C. Se midió por triplicado la capacidad calorífica de los materiales compuestos de cambio de fase. El flujo de nitrógeno utilizado fue de 25 mL/min, con portamuestras de aluminio y la masa utilizada de muestra fue entre 8,3 a 8,7 g.

Se realizó un análisis del eicosano, ácido láurico, eicosano con fosfato de zirconio/OTS, eicosano con zeolita A/OTS al 1 %, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1% y ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %. El análisis se realizó en un rango de temperatura de 0 °C a 150 °C para eicosano y ácido láurico, para los materiales de cambio de fase compuestos hasta 165 °C, se mantuvo isotérmico por 2 min a una temperatura de 0 °C, esto se repitió por 4 ciclos, se utilizó un flujo de Nitrógeno de 25 mL /min con una tasa de 40 °C/min.

Todas las mediciones realizadas anteriormente se realizaron con el equipo marca TA modelo DSC Q 2000 del Laboratorio Nacional de Materiales y Modelos Estructurales de la Universidad de Costa Rica.

#### **6.4.2. Análisis Termogravimétrico**

A los materiales compuestos de cambio de fase con una composición de 1 %, fosfato de zirconio, fosfato de zirconio/OTS, zeolita A y zeolita A/OTS se les realizó un análisis Termogravimétrico, el cual se llevó acabo en la Escuela de Química del Instituto Tecnológico de Costa Rica con el equipo SDT Q600 marca TA, se utilizaron crisoles de alúmina y un flujo de 100 mL/min, una tasa de calentamiento de 3 °C/min. Para los compuestos inorgánicos el rango de temperatura analizado fue de 25 °C hasta 215 °C, mientras que para los materiales compuestos de cambio de fase fue de 25°C hasta de 250 °C.

#### **6.4.3. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos X (EDX)**

Se utilizó el equipo HITACHI S3700M del Centro de Investigación en Estructuras Microscópicas de la Universidad de Costa Rica para analizar estructura de la superficie y la composición del Fosfato de Zirconio, Fosfato de Zirconio Hidrófobo, Zeolita A y Zeolita A Hidrófoba.

Se utilizó el equipo SEM JSM-6390LV del Laboratorio Nacional de Nanotecnología (LANOTEC) para analizar la dispersión de los compuestos inorgánicos modificados en los compuestos orgánicos, este análisis se realizó para el eicosano con fosfato de zirconio hidrófobo al 1 %, eicosano con zeolita A/OTS al 1 %, ácido láurico con fosfato de zirconio al 1% y ácido láurico con zeolita A/OTS al 1%.

#### **6.4.4. Difracción de rayos X**

El análisis de difracción de rayos X se realizó en la Escuela de Ciencia e Ingeniería de los Materiales en el Instituto Tecnológico de Costa Rica con el Difractómetro de rayos X (XRD) PAN analytical-Empyrean, utilizando un tubo de Cobre  $\lambda=1.54$  Å, una potencia de 45 kV y 40 mA y un barrido de 5 a 70°C.

#### 6.4.5. Espectroscopia Infrarroja

El análisis de espectroscopia Infrarroja se realizó en la Escuela de Química de Universidad de Costa Rica con el equipo marca Perkin Elmer, modelo Spectrum 1000 FTIR para la zeolita A, zeolita A/OTS, fosfato de zirconio, fosfato de zirconio/OTS, eicosano, ácido láurico, todos los materiales compuestos de cambio de fase con una composición del 1 % de zeolita A/OTS y fosfato de zirconio/OTS.

#### 6.4.6. Dispersión dinámica de la luz (DLS)

Se realizó un análisis de dispersión dinámica de la luz para analizar el la distribución de tamaño de los compuestos zeolita A, zeolita A/OTS, fosfato de zirconio, fosfato de zirconio/OTS este se realizó con el equipo marca, Malvern modelo Zetaziser nano sz de la Escuela de Química del Instituto Tecnológico de Costa Rica.

#### 6.5. Equipos utilizados



**Figura 6.6.** Sonicador utilizado.



**Figura 6.7.** Equipo de Calorimetría diferencial de barrido utilizado (TA Instruments, 2009).



**Figura 6.8.** Equipo de Microscopia electrónica de barrido (HITACHI, 2019).



**Figura 6.9.** Equipo de Dispersión dinámica de la luz (Malvern).





**Figura 6.10.** Equipo de Espectroscopia Infrarrojo (FTIR) (Ursinus College, s.f.).



**Figura 6.11.** Equipo Difractómetro de Rayos X (Malvern Panalytical, 2017).



**Figura 6.12.** Equipo usado para el análisis termogravimétrico (Artisan Technology Group).

**Cuadro 6.1.** Características del equipo utilizado.

Equipo	Marca	Modelo	Placa
Sonicador	Branson	SFX	-
Balanza Analítica	Sartorius	AX224	348927

**Cuadro 6.2.** Compuestos químicos utilizados en el laboratorio.

Compuesto	Fórmula molecular	Toxicidad	Disposición de desechos
Hexano	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub>	Irritación de la piel, líquido inflamable, afecta sistema nervioso central, peligro por aspiración	Compuestos orgánicos
Ácido fosfórico	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Genera quemaduras en la piel y ojos	Neutralizar con NaHCO <sub>3</sub> y disponer en la pila
Tolueno	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub>	Causa irritación en la piel, inflamable, afecta el sistema nervioso central	Compuestos orgánicos
Ácido láurico	C <sub>12</sub> H <sub>24</sub> O <sub>2</sub>	Causa daños serios en los ojos	Compuestos orgánicos no halogenados
Zeolita A	Na <sub>12</sub> (AlO <sub>2</sub> ) <sub>12</sub> (SiO <sub>2</sub> ) <sub>12</sub> *27H <sub>2</sub> O	No se considera peligroso	Metales pesados

**Continuación Cuadro 6.2.**

Fosfato de zirconio	$Zr(HPO_4)_2H_2O$	Irritación de ojos, peligroso al ser inhalada, al ser consumido.	Metales pesados
Eicosano	$C_{20}H_{42}$	No se considera peligroso	Compuestos orgánicos no halogenados
Octadeciltricolorosilano	$C_{18}H_{37}Cl_3Si$	Causa serias quemaduras en la piel y daña ojos.	Compuestos orgánicos halogenados
Oxiclорuro de zirconio octahidratado	$Na_2SiO_3$	Causa serias quemaduras en la piel y daño de ojos, irritación respiratoria.	Diatomita
Metasilicato de sodio	$Na_2SiO_3$	Causa serias quemaduras en la piel y daño de ojos, irritación	Metales pesados
Hidróxido de sodio	$NaOH$	Causa serias quemaduras en la piel y daño de ojos, corrosivo.	Neutralizar con ácido acético y disponer en la pila
Aluminio	AL	Sólido inflamable	Metales pesados

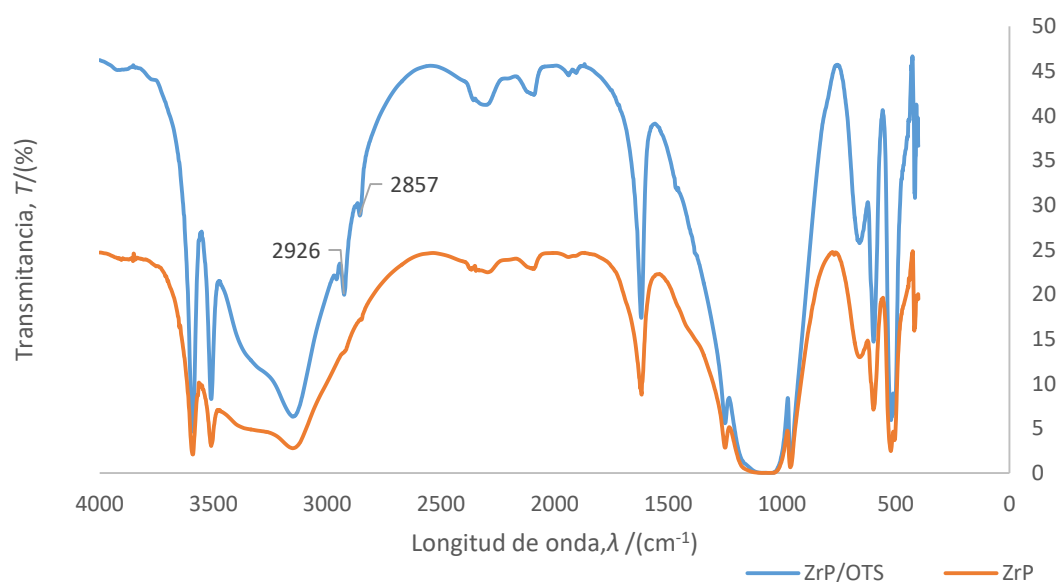
La toxicidad de los productos químicos se obtuvieron de SIGMA Aldrich (Sigma Aldrich, 2019). \* (Pfaltz&Bauer, 2017)



## Capítulo 7: Resultados y Discusión; Síntesis, modificación de superficie y caracterización de zeolita A y fosfato de zirconio.

### 7.1. Resultados Caracterización de Fosfato de Zirconio y Zeolita A

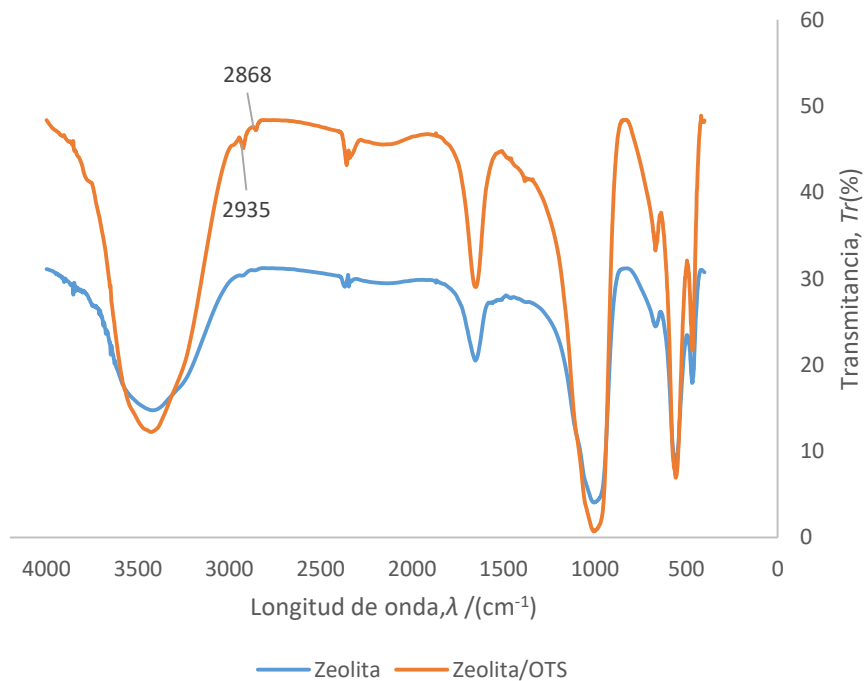
En la Figura 7.1 se observa el espectro infrarrojo del fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS, ambos presentan las bandas características de este compuesto, la banda fuerte entre 960 a 1100  $\text{cm}^{-1}$  representa el estiramiento de los enlaces de fosfato  $-\text{PO}_4$ , mientras que en la banda de en aproximadamente 1250  $\text{cm}^{-1}$ , simboliza la flexión del enlace P-OH. La vibración por deformación del enlace O-H del agua genera la banda en 1620  $\text{cm}^{-1}$ . La banda en aproximadamente 3167  $\text{cm}^{-1}$  se debe a vibración simétrica de las moléculas de agua intercaladas en las capas, mientras que la vibración asimétrica de estos mismos enlaces se ve representada en las bandas entre 3509 a 3592  $\text{cm}^{-1}$  (Han L. , et al., 2018). Las bandas débiles que se observan entre 2089  $\text{cm}^{-1}$  y 2295  $\text{cm}^{-1}$  representan el estiramiento del enlace P-OH (Ashraf, Adly, & Alaa , 2008). Al comparar los espectros del fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS se observa una pequeña diferencia, en el fosfato de zirconio/OTS se obtienen dos bandas en 2858  $\text{cm}^{-1}$  y 2926  $\text{cm}^{-1}$  que representan los estiramientos de los enlaces de  $\text{CH}_2$  estos provenientes del octadeciltricolorosilano (Díaz, Mosby, Bakhmutov, Martí, & Batteas, 2013).



**Figura 7.1.** Espectro infrarrojo del fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS.

En la Figura 7.2 se puede observar el espectro infrarrojo para la zeolita A y zeolita A/OTS, el espectro obtenido es muy similar entre los dos compuestos y poseen las cuatro bandas

características de la zeolita A ( $1000\text{ cm}^{-1}$ ,  $670\text{ cm}^{-1}$ ,  $560\text{ cm}^{-1}$  y  $460\text{ cm}^{-1}$ ) (Giroux, et al., 2016). La banda obtenida alrededor de  $460\text{ cm}^{-1}$  representa la flexión interna en el enlace Si-O y Al-O. Se obtuvo una banda alrededor de  $554\text{ cm}^{-1}$  que representa las vibraciones de torsión entre el enlace Al-O-Si, la banda en  $667\text{ cm}^{-1}$  y  $670\text{ cm}^{-1}$  representa el estiramiento simétrico de los enlaces Si-O y Al-O. La banda obtenida en  $1001\text{ cm}^{-1}$  representa las vibraciones de estiramiento asimétrico del enlace de Si-O y Al-O (Giroux, et al., 2016), en  $1651\text{ cm}^{-1}$  se refleja la flexión del enlace O-H que se encuentra en el agua ocluida en la estructura de la zeolita, la banda de  $3420\text{ cm}^{-1}$  representa la tensión del enlace O-H en el agua ocluida. Una diferencia al realizar una comparación entre los dos espectros es que en el de la Zeolita A/OTS se observan bandas en  $2852\text{ cm}^{-1}$  y  $2921\text{ cm}^{-1}$ , estas son producidas por el estiramiento de enlaces C-H<sub>2</sub>, lo que muestra la presencia del compuesto OTS en la molécula. En la zeolita sin modificar no se observan estas bandas.

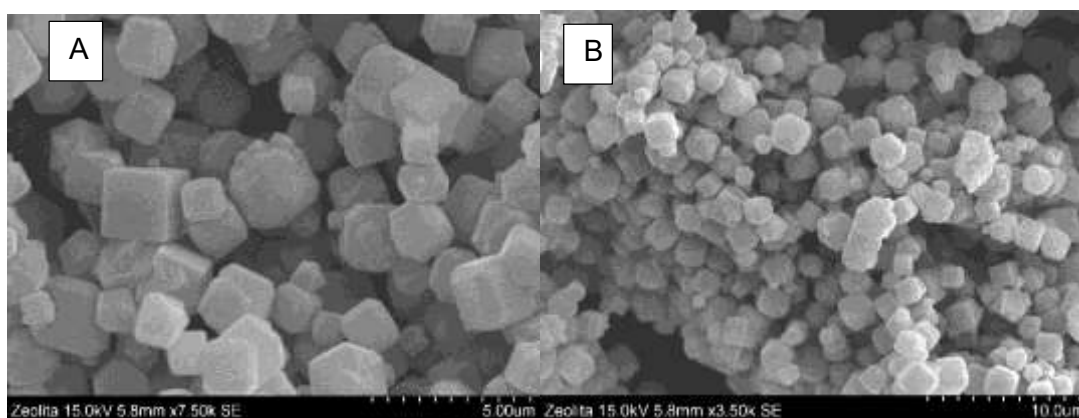


**Figura 7.2.** Espectro infrarrojo de zeolita A y zeolita A/OTS.

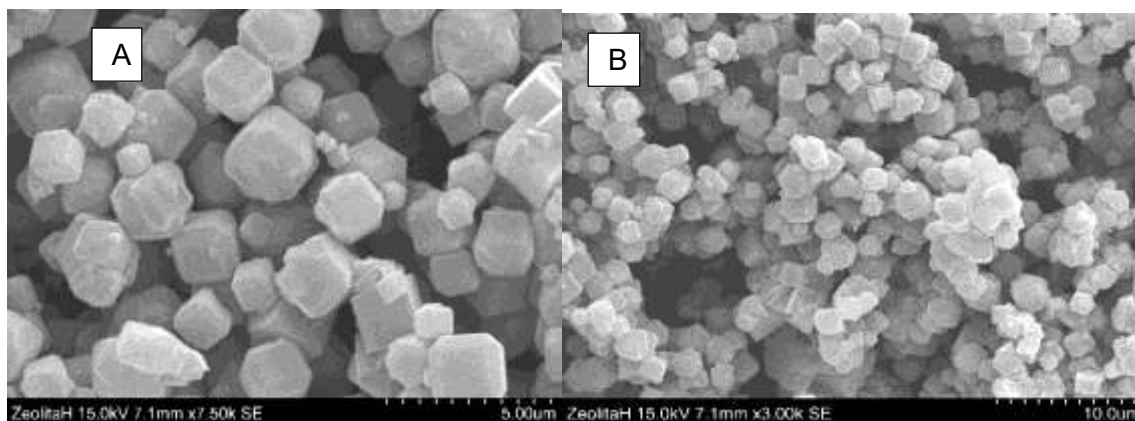
## 7.2. Resultados obtenidos del microscopio electrónico de barrido (SEM) y dispersión dinámica de la luz (DLS)

En la Figura 7.3 se observa el resultado de la imagen obtenida del SEM para la zeolita A, la morfología presenta una forma cúbica uniforme en toda la superficie. El tamaño promedio obtenido de la cara pequeña del cubo es de  $1.076\text{ }\mu\text{m}$ , mientras que la cara grande tiene

un tamaño promedio de  $1.766 \mu\text{m}$ . En la Figura 7.4 se observa la imagen obtenida para la zeolita A/OTS, esta no presenta diferencias en morfología de la zeolita A, ya que ambas presentan la misma estructura cúbica. En este caso el tamaño promedio de la cara pequeña es de  $1.172 \mu\text{m}$  y para la grande es de  $2.01 \mu\text{m}$ . Con el análisis de dispersión dinámica de la luz para la zeolita A se obtuvo que la mayoría de las partículas poseen un tamaño aproximado de  $1.730 \mu\text{m}$ , mientras que para la zeolita A/OTS se obtuvo que la mayoría de las partículas poseen un tamaño aproximado de  $1.106 \mu\text{m}$ . Al comparar los datos obtenidos entre la técnica SEM y DLS se obtienen una pequeñas diferencias entre ellos, se debe tomar en cuenta que los resultados obtenidos con SEM son el tamaño de las partículas puntuales mientras que con la otra técnica los datos sí son representativos de toda la muestra, ya que mide el tamaño de la mayoría de las partículas presentes. La mayoría de los tamaños obtenidos son menores al tamaño promedio de la zeolita A que es  $3.5 \mu\text{m}$ , esto puede deberse a las condiciones de reacción.



**Figura 7.3.** Imagen obtenida del SEM de la zeolita A con un aumento de 7500. B) Imagen obtenida del SEM de la zeolita A con un aumento de 3500.

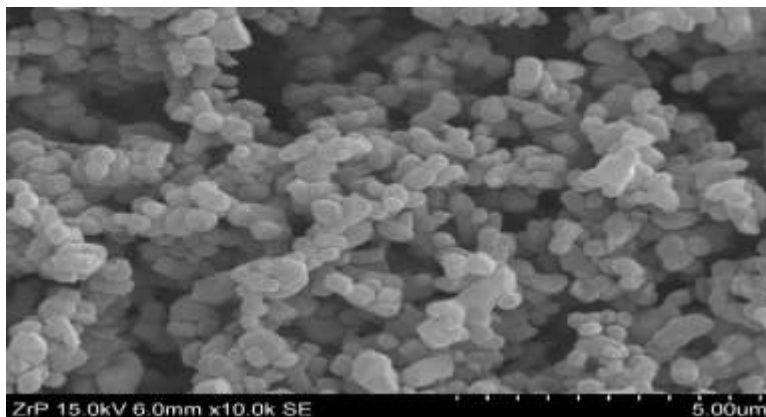


**Figura 7.4.** A) Imagen obtenida del SEM de la zeolita A/OTS con un aumento de 7500. B) Imagen obtenida del SEM de la zeolita A/OTS con un aumento de 3000.

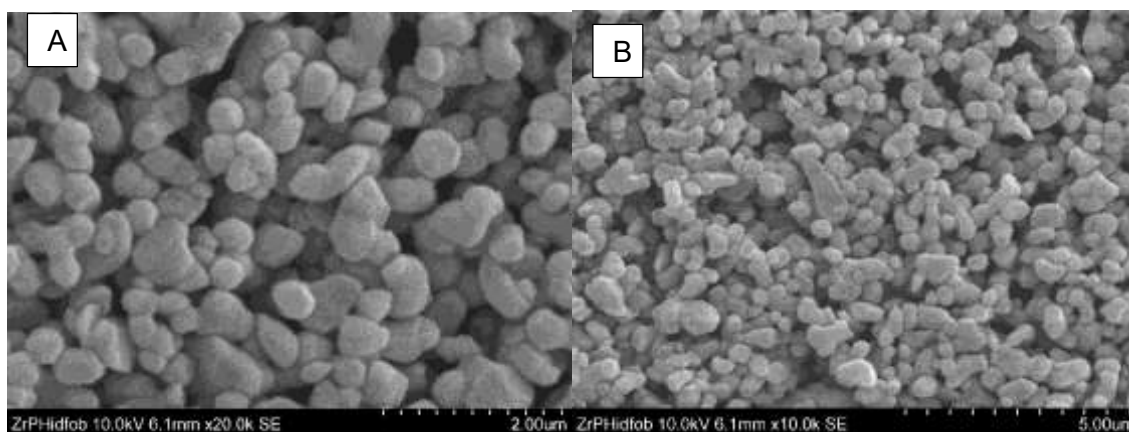
En la Figura 7.5 se observa la imagen obtenida del SEM para el fosfato de zirconio, las partículas presentan una forma rectangular. El tamaño promedio es de 716 nm de largo. En la Figura 7.6 se observa para el fosfato de zirconio hidrófobo la imagen obtenida del SEM, la morfología es bastante similar en comparación con el fosfato de zirconio. El material hidrófobo presenta un tamaño promedio de 568 nm.

El análisis de dispersión dinámica de la luz dio como resultado que el tamaño que la mayoría de partículas poseen un tamaño entre 615 nm para el fosfato de zirconio, mientras que para el fosfato de zirconio/OTS se obtuvo que las partículas poseen un tamaño 825 nm. Al comparar los tamaños obtenidos con las dos técnicas (SEM y DLS) se obtiene que para el fosfato de zirconio los valores son muy similares, mientras que para el compuesto hidrófobo el valor obtenido con SEM es inferior que el rango obtenido con DLS. Para las condiciones de reacción se utilizaron el tamaño promedio según la teoría es entre 100-200 nm (Sun L. , Boo, Sue, & Clearfield, 2007), por lo que si se compara con los tamaños de partícula obtenidos experimentalmente son mucho más grandes.





**Figura 7.5.** Imagen obtenida del SEM para el fosfato de zirconio.



**Figura 7.6.** A) Imagen obtenida del SEM para el fosfato de zirconio/OTS con un aumento de 20000 B) Imagen obtenida del SEM para el fosfato de zirconio/OTS con un aumento de 10000.

### 7.5. Resultados del análisis espectroscopia de energía dispersiva de rayos X (EDX)

El microscopio electrónico de barrido se puede realizar un estudio de espectroscopia de energía dispersiva de rayos X (EDX) con el cual se puede realizar un análisis elemental de la superficie de la muestra que permite determinar las composiciones másicas de los elementos. Este análisis se realizó al fosfato de zirconio, fosfato de zirconio hidrófobo, zeolita A y zeolita A/OTS para obtener su respectiva composición. En el Cuadro 7.1 se puede observar los resultados para el fosfato de zirconio, fosfato de zirconio/OTS. En el Cuadro 7.2 se observan los resultados para la zeolita A y zeolita A/OTS. No hay gran diferencia entre los compuestos modificados y sin modificar en sus composiciones, se debe a que los compuestos modificador poseen una muy baja composición de carbono, por lo

que es posible que el equipo no los haya podido detectar, para el caso del hidrógeno no puede detectarse con el equipo.

La zeolita A posee una relación Si/Al de 0.958, mientras que la Zeolita A hidrófoba posee una relación de 1.033, en la teoría se indica que la relación Si/Al para este tipo de zeolita posee un valor de 1 (Wakihara, Sasaki, Kato, Ikuhara, & Okubo, 2005), por lo que se puede decir que los valores obtenidos son similares a lo que indica la teoría.

**Cuadro 7.1.** Resultados de la prueba EDX en el fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS.

Compuesto	Porcentaje másico de Oxígeno, $w_O$ / (%)	Porcentaje en masa de Fósforo. $w_P$ / (%)	Porcentaje en masa de Zirconio, $w_{Zr}$ / (%)
Fosfato de Zirconio	53.139	10.033	36.828
Fosfato de Zirconio /OTS	51.192	9.348	39.460

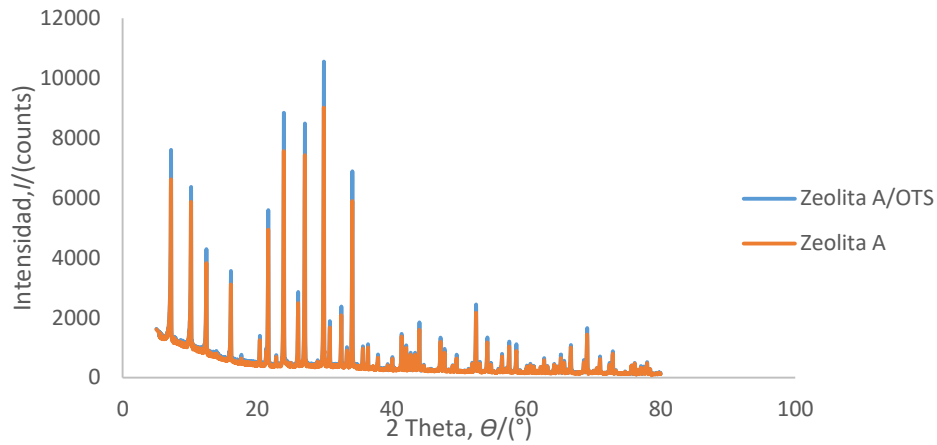
**Cuadro 7.2.** Resultados de la prueba EDX en la Zeolita A y Zeolita A/OTS.

Compuesto	Porcentaje másico de Oxígeno, $w_O$ / (%)	Porcentaje másico de Sodio, $w_{Na}$ / (%)	Porcentaje másico de Aluminio, $w_{Al}$ / (%)	Porcentaje másico de Silicio, $w_{Si}$ / (%)
Zeolita A	49.912	15.802	17.503	16.783
Zeolita A/OTS	47.171	15.292	18.464	19.073

## 7.6. Resultados de difracción de rayos X

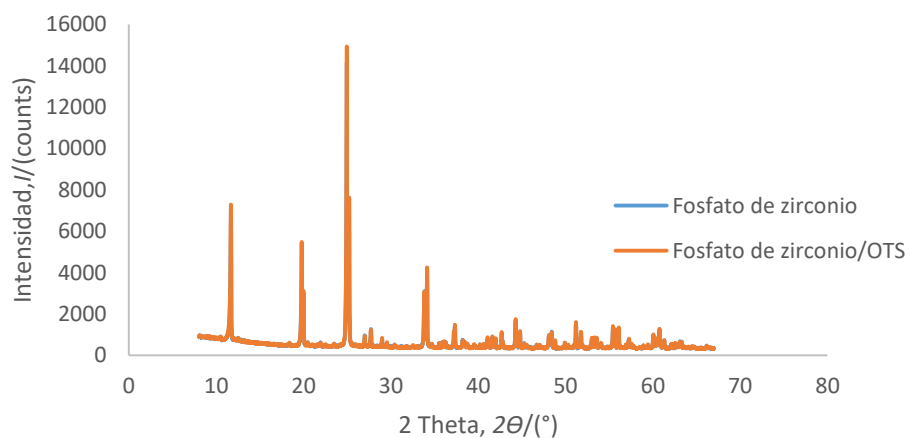
En la Figura 7.7 se observa el difractograma obtenido para la zeolita A y zeolita A/OTS, con este se comprueba que la Zeolita sintetizada es realmente de tipo A, ya que ambas zeolitas presentan picos en los ángulos ( $2\theta$ ) en  $7^\circ$ ,  $10^\circ$ ,  $16^\circ$ ,  $22^\circ$  y  $30^\circ$  característicos de dicho compuesto (Rout, Padhi, & Panda, 2016), por lo que ambos difractogramas son muy

similares, lo que quiere decir que el octadeciltriclorosilano no se colocó dentro de la estructura cristalina, sino que puede que solo se colocara en la superficie.



**Figura 7.7.** Diffractograma de la zeolita A y zeolita A/OTS.

En la Figura 7.8 se observa el diffractograma para el fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS. Se puede apreciar que no hay una diferencia entre los dos diffractogramas, poseen las mismas señales, las cuales son muy similares a los ángulos característicos reportados en la literatura, estos son ( $2\theta$ )  $12.5^\circ$ ,  $20^\circ$ ,  $25^\circ$  y  $34^\circ$  (Díaz, Mosby, Bakhmutov, Martí, & Batteas, 2013). Con este análisis se obtuvo que el fosfato de zirconio sintetizado posee la fase esperada  $\alpha$ , como los dos diffractogramas son prácticamente iguales se puede decir que lo que quiere decir que el octadeciltriclorosilano no se colocó dentro de la estructura cristalina, sino que puede que solo se colocara en la superficie.



**Figura 7.8.** Diffractograma de la fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS.

### 7.7. Resultados del análisis del tamaño del cristalito

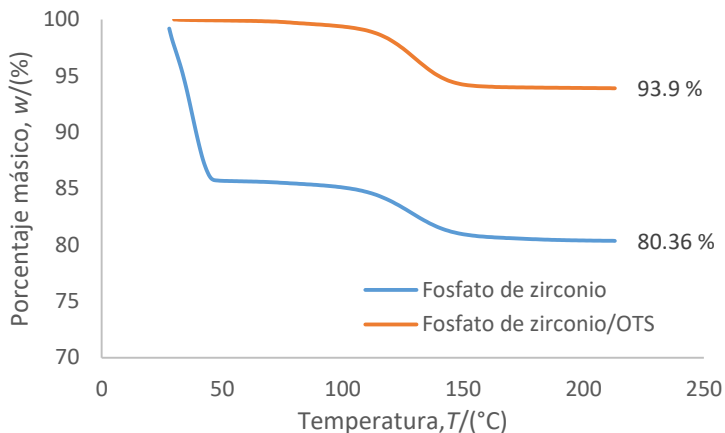
A partir de los difractogramas obtenidos se calculó por medio de la ecuación de Scherrer (ecuación 6) el tamaño de cristalito, en el siguiente Cuadro se observa el tamaño promedio de cristalito para el fosfato de zirconio, fosfato de zirconio/OTS, zeolita A y zeolita A/OTS. Al comparar los tamaños se observa que no hay una gran diferencia entre el fosfato de zirconio modificado y sin modificar, mientras que para el caso de zeolita A el compuesto modificado es ligeramente mayor que la zeolita A sin modificar.

**Cuadro 7.3.** Tamaño de cristalito promedio de la zeolita A, zeolita A/OTS, fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS.

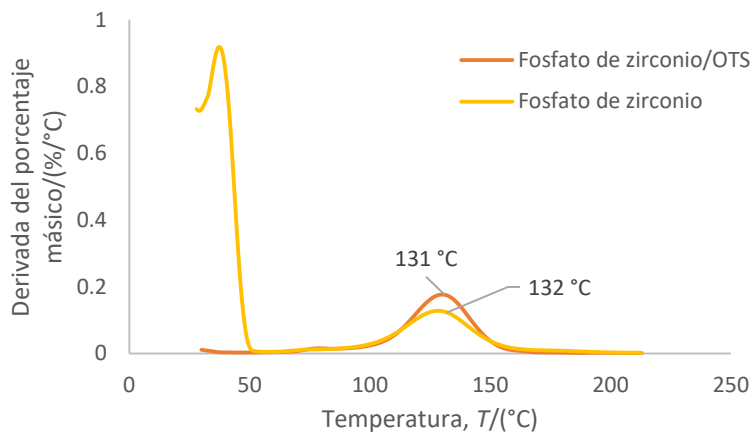
	<b>Zeolita A</b>	<b>Zeolita A/OTS</b>	<b>Fosfato de Zirconio</b>	<b>Fosfato de Zirconio/OTS</b>
Tamaño del cristalito, $t/(nm)$	1.275	1.398	1.277	1.248

### 7.8. Resultados del análisis termogravimétrico (TGA)

En la Figura 7.9 se observa el resultado de pérdida de masa con respecto a la temperatura obtenido del análisis termogravimétrico para el fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS, se obtuvo una pérdida de masa total de 19.64 % y 6.1 % respectivamente. En la Figura 7.10 se observa la derivada del porcentaje másico con respecto a la temperatura se aprecia un primer pico a 38 °C para el fosfato de zirconio, el cual se asocia a una impureza en el portamuestras. En aproximadamente 132 °C y 131 °C se obtuvo un pico de pérdida de masa para el fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS respectivamente, esta pérdida se asocia con agua dentro de la estructura del fosfato.

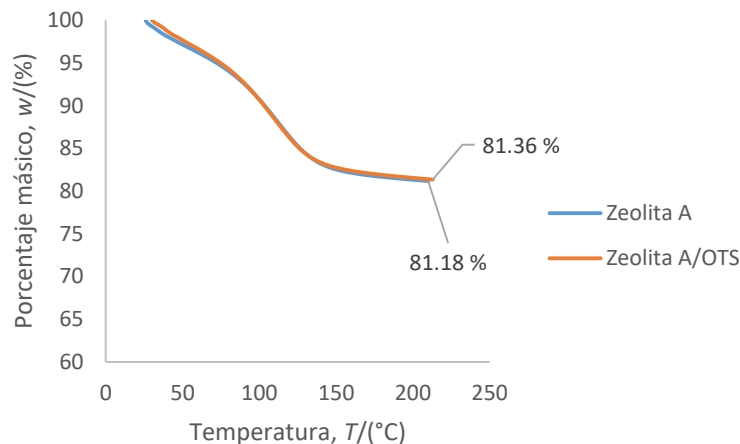


**Figura 7.9.** Resultado de TGA obtenido del fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS.

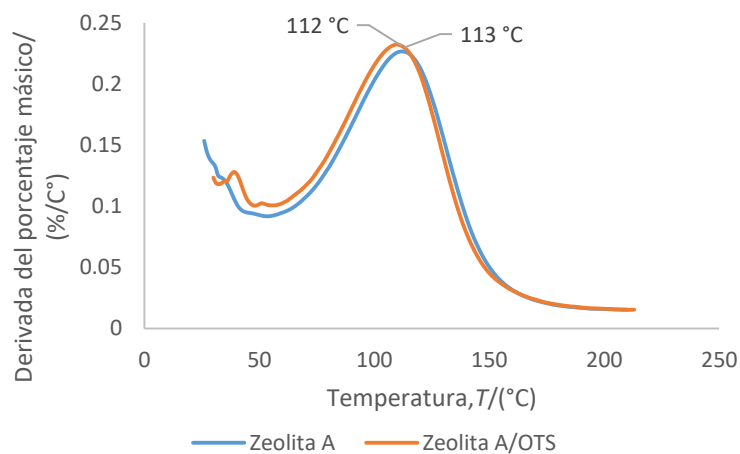


**Figura 7.10.** Derivada del porcentaje másico con respecto a la temperatura para el fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS.

En la Figura 7.11 se observa el análisis termogravimétrico obtenido que muestra la masa total perdida por la zeolita A y zeolita A/OTS, la masa pérdida total es 18.82 % y 18.64 % respectivamente, en este no hay diferencia en la masa perdida. En la Figura 7.12 se observa la derivada del porcentaje másico con respecto a la temperatura para la zeolita A y zeolita A/OTS, se aprecia que hay un primer pico en aproximadamente 43 °C, este se relaciona con alguna impureza o solvente en el portamuestras, ambos compuestos obtuvieron un pico en temperaturas muy similares en 113 °C y 112 °C para la zeolita y zeolita/OTS respectivamente, a la temperatura que ocurre el pico se relaciona con agua dentro de las moléculas.



**Figura 7.11.** Resultado de TGA obtenido de la zeolita y zeolita/OTS.



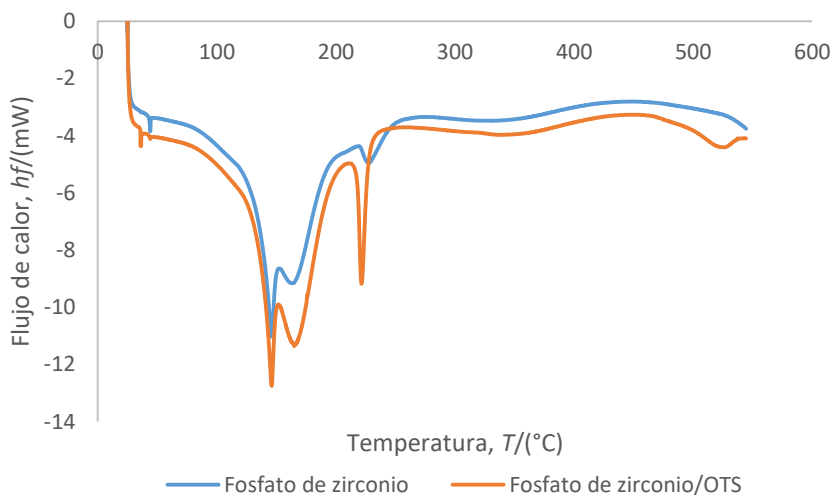
**Figura 7.12.** Derivada del porcentaje másico con respecto a la temperatura para el fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS.

Al comparar la masa perdida por ambos compuestos se obtiene que el fosfato de zirconio/OTS pierde una menor cantidad de agua esto se puede deber a la modificación realizada con OTS, ya que puede que este compuesto reaccionó con el agua interlaminar por lo que se redujo la cantidad de agua en el fosfato de zirconio, además en el proceso de reflujo utilizado puede que haya ocurrido una pérdida de agua. En la zeolita la masa perdida tanto por el compuesto modificado y sin modificar es igual, por lo que se puede decir que en este compuesto no hay una disminución de agua por la modificación por OTS, esto puede deberse a que la zeolita es una estructura tridimensional y el agua se encuentra

dentro del canal de la zeolita en cambio para el fosfato de zirconio es un compuesto lineal por lo que hay más facilidad que reaccione con el OTS o se evapore.

### 7.9. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

En la Figura 7.13, se observa el resultado del análisis por calorimetría diferencial de barrido para el fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS. Se obtiene un primer pico endotérmico a 145 °C aproximadamente para ambos compuesto y un segundo pico endotérmico a 160 °C para el fosfato de zirconio y 165 °C para el compuesto modificado, estos picos representan la pérdida de agua de la superficie y el espacio interlaminar, en el pico endotérmico a 220 °C para el fosfato de zirconio/OTS y en aproximadamente 227 °C para el compuesto no modificado, puede representar la formación de agua a partir de la deshidratación del fosfato de zirconio (Bhatt, V, Rathod, & P, 2019). En aproximadamente 355 °C se observa un pico pequeño exotérmico en ambos compuestos, este puede representar la eliminación de los grupos hidroxilo (Thakkar, Patel, & Chudasama, 2007).

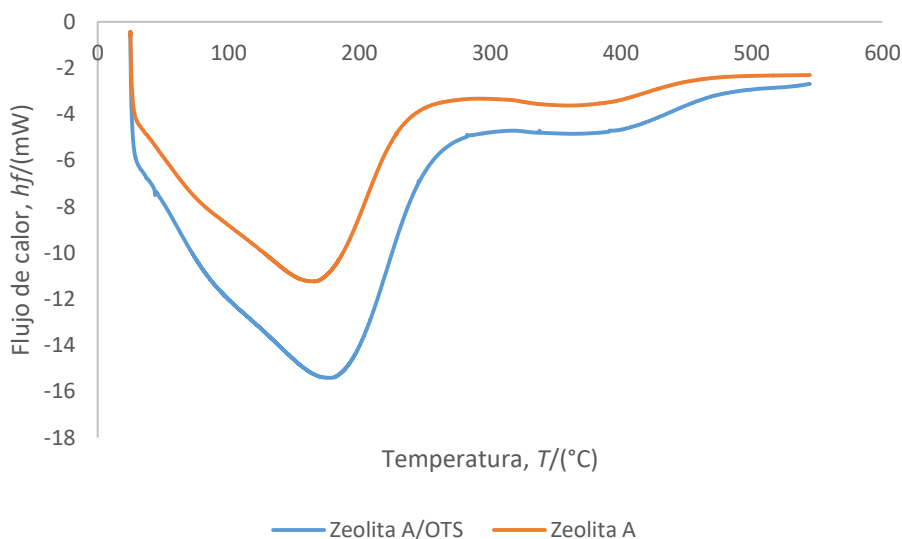


**Figura 7.13.** DSC obtenido del fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS.

En la Figura 7.14 se observa el resultado del análisis por calorimetría diferencial de barrido para la zeolita A y zeolita A/OTS, las curvas obtenidas para ambos compuestos son bastante similares entre sí. En la curva obtenida para la zeolita A se observa un pico endotérmico a 165 °C y para la zeolita A/OTS se obtiene pero a 183 °C, esto representa una deshidratación del agua libre del compuesto. Se observa un segundo pico en aproximadamente 385 °C y 397 °C para la zeolita sin modificar y modificada

respectivamente, estos picos representan una deshidratación del agua que se encuentra dentro de la estructura (Guo, Wu, Corbin, & Navrotsky, 2019).

En la Figura 7.14 se observa una mayor diferencia entre las curvas de zeolita A modificada y sin modificar con respecto al flujo de calor y temperaturas de deshidratación. Esto puede deberse a que la modificación con OTS tenga mayor impacto en la zeolita porque su estructura es tridimensional y el agua se encuentra encerrada en canales, por lo que pueda que el OTS le impida al agua escapar de la zeolita. Esto puede provocar que se requiera mayor energía para aumentar la temperatura. Caso contrario ocurre en la Figura 7.13 las curvas de fosfato de zirconio modificado y sin modificar son similares, no hay tanta diferencia en el flujo de calor o temperaturas de descomposición. Esto puede deberse a que el fosfato de zirconio es laminar por lo que puede que el OTS no tiene el mismo efecto sobre este compuesto inorgánico. Se debe recalcar que en el fosfato de zirconio hay diferentes tipos de agua ( interlaminar y formada por condensacion), en cambio en la zeolita únicamente hay un tipo de agua que es la que se encuentra dentro de los canales, por esta razón solamente se obtiene una señal.



**Figura 7.14.** DSC obtenido de la zeolita A y zeolita A/OTS.



## **Capítulo 8: Resultados y Discusión; Evaluación de la capacidad calorífica de los materiales compuestos de cambio de fase**

### **8.1. Selección de los materiales base de los materiales compuestos de cambio de fase y compuestos inorgánicos.**

Para escoger los materiales base de los materiales de cambio de fase se realizó una investigación bibliográfica, se seleccionó un ácido graso y un alcano, ácido láurico y eicosano respectivamente, estos compuestos orgánicos se escogieron por sus propiedades térmicas, asimismo porque tienen muy baja toxicidad y no son corrosivos. La entalpía de fusión, capacidad calorífica y conductividad térmica de estos compuestos no son valores tan altos en comparación a otros compuestos como las sales hidratadas, pero la ventaja de utilizar el ácido láurico y eicosano es que se evitan problemas como separación de fases y super-enfriamiento que afectan la eficiencia de los materiales de cambio de fase. Para escoger entre los diferentes ácidos grasos y alcanos se tomaron en cuenta las propiedades térmicas mencionadas anteriormente y el punto de fusión.

El intervalo del punto de fusión del eicosano es entre 35 °C a 37 °C (Sigma Aldrich, 2014), es la entalpía de fusión 248 J/g, capacidad calorífica para estado sólido a 25 °C es 1.930 J/g K y para estado líquido a 25 °C es 2.333 J/kg K (Totten, Westbrook, & Shah, 2003), la conductividad térmica es de 0.149 W/ m k en estado líquido a 35 °C (Yaws, 2003), la temperatura de cristalización es de 32.9 °C y la entalpía de cristalización es de 236.7 J/g (Jiang, Wang, & Wu, 2014). Para el ácido láurico el punto de fusión es entre 43 °C a 45 °C (Merck, 2013), la entalpía de fusión teórica es de 181,209 J/g (Yaws, 2003), la capacidad calorífica en estado sólido a 25 °C es 2.196 J/ g K (Design Institute for Physical Properties , 2017), la conductividad térmica es de 0.147 W/m K (Chuah, Rozanna, Salmiah, Choong, & Sa'ari, 2006), la temperatura de cristalización es de 40.9 °C y la entalpía de cristalización es de 168.3 J/g (Zhang, Zhang, Li, & Wu, 2019).

Existen otros compuestos orgánicos que se utilizan como PCMs, en ciertos casos estos poseen valores de conductividad térmica y capacidad calorífica más altos en comparación a los dos compuestos escogidos como el ácido palmítico, mirístico o esteárico, la temperatura de fusión de estos compuestos es entre 55 °C a 70 °C. Estos valores no funcionan en los sistemas de enfriamiento de tipo superficial de dispositivos electrónicos, porque se debe trabajar con compuestos que realicen el cambio de fase a temperaturas menores, para que así el dispositivo electrónico no pueda sobrepasar una temperatura de

aproximadamente de 45 °C, ya que a partir de esa temperatura los humanos pueden comenzar a sentir malestar por contacto (Kandasamy, Wang, & Mujumdar , 2007).

Para mejorar las propiedades térmicas del eicosano y ácido láurico se escogió el fosfato de zirconio y zeolita A. Estos dos compuestos inorgánicos pertenecen a la familia de las cerámicas por lo que su capacidad calorífica es baja, pero su conductividad térmica se considera relativamente alta. La razón principal por la que se escogieron es porque en las estructuras de dichos compuestos hay grandes cantidades de agua (Mosby B. , Goloby, Díaz, Bakhmutov, & Clearfield, 2014) (Buhl & Gougazeh, 2014) por lo que pueden aumentar la capacidad calorífica del ácido láurico y eicosano.

Se escogió el OTS para llevar a cabo la modificación de la superficie. La razón por la cual se escogió es porque para el caso de la zeolita es muy recomendado, ya que este compuesto se logra introducir dentro de los poros de la zeolita y además reacciona con los grupos –OH y cambia la polaridad de la superficie (Giroux, et al., 2016). Para el caso del fosfato de zirconio posee gran cantidad de grupos -OH por lo que el OTS reacciona con estos (Díaz, Mosby, Bakhmutov, Martí, & Batteas, 2013). Esta modificación se debe realizar porque la zeolita A y fosfato de zirconio son compuestos polares por lo que no podrían dispersarse en el ácido láurico o eicosano.

## **8.2. Evaluación de la capacidad calorífica de los materiales compuestos de cambio de fase**

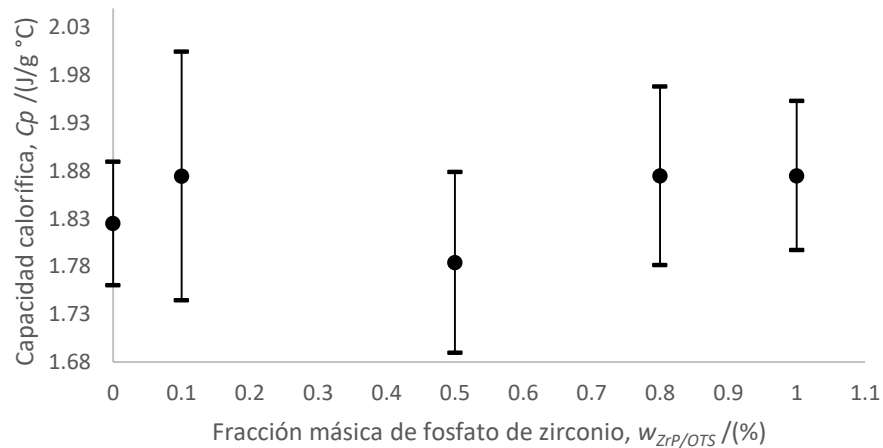
Se realizaron cuatro combinaciones distintas de materiales compuestos de cambio de fase: eicosano y fosfato de zirconio/OTS, eicosano y zeolita A/OTS, ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS, ácido láurico y zeolita A/OTS en composiciones máxicas de 0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %. Se midió la capacidad calorífica por triplicado del eicosano, ácido láurico y los materiales compuestos de cambio de fase para analizar el efecto de las partículas hidratadas.

En el Cuadro 8.1 se observa los valores promedio de la capacidad calorífica de los materiales de cambio de fase puros y sus porcentajes de error. Las capacidades caloríficas experimentales se calcularon a 25 °C para poder ser comparadas con los valores teóricos reportados a esta temperatura. Los valores obtenidos son cercanos a los teóricos, y los porcentajes de error obtenidos se consideran relativamente bajos y concuerdan con los obtenidos en otras investigaciones (Hu, He, Zhang, & Wen, 2019).

**Cuadro 8.1.** Capacidad calorífica promedio y porcentaje de error del ácido láurico y eicosano.

	<b>Capacidad calorífica promedio, <math>C_p</math> (J/g °C)</b>	<b>Porcentaje de error, <math>e</math> (%)</b>
Ácido láurico	2.107( $\pm$ 0.038)	4.025
Eicosano	1.825( $\pm$ 0.065)	5.446

En la Figura 8.1 se observan los resultados de la capacidad calorífica con su respectivo error estándar asociado del material compuesto de cambio de fase de eicosano y fosfato de zirconio/OTS para cada porcentaje másico utilizado. Se observa que los materiales con porcentajes másicos de 0.1 %, 0.8 % y 1 % la capacidad calorífica promedio aumentó en comparación a la capacidad calorífica obtenida del eicosano puro, los valores obtenidos para estas tres composiciones son muy similares entre sí. Se observa que el promedio obtenido para la composición de 0.5% de fosfato de zirconio/OTS obtuvo la capacidad calorífica un poco menor que la del eicosano puro. Pero con el error estándar asociado a cada medición de capacidad calorífica se obtiene que la capacidad calorífica se encuentra en un intervalo de posibles valores, cada uno de los materiales compuestos analizados se traslapa en cierto punto del intervalo por lo que cabe la posibilidad que todos los valores sean iguales. La preparación de la muestra, distribución de la muestra en el portamuestra, condiciones ambientales cuando se realizaron las mediciones y la dispersión del fosfato de zirconio en el eicosano son posibles factores que pueden ser causantes de error para todas las mediciones realizadas.



**Figura 8.1.** Relación entre el porcentaje másico de fosfato de zirconio/OTS y la capacidad calorífica para los materiales compuestos de cambio de fase de eicosano y fosfato de zirconio/OTS.

Se realizó la prueba estadística de análisis de varianza de un solo factor (ANOVA) para analizar el efecto del porcentaje másico de fosfato de zirconio/OTS en el eicosano sobre la capacidad calorífica. Los resultados se observan en el Cuadro 8.2. Como el valor p obtenido es mayor a 0.05, se obtiene a un 95 % de confianza que no hay diferencias significativas entre los porcentajes de masa de fosfato de zirconio/OTS. La Figura 8.1 corrobora el resultado obtenido del ANOVA, porque muestra que al tomar en cuenta el error estándar de las capacidades caloríficas se obtiene un traslape en los intervalos de todos los porcentajes másicos.

**Cuadro 8.2** Resultados del ANOVA para analizar el efecto del factor de composición del fosfato de zirconio/OTS en eicosano.

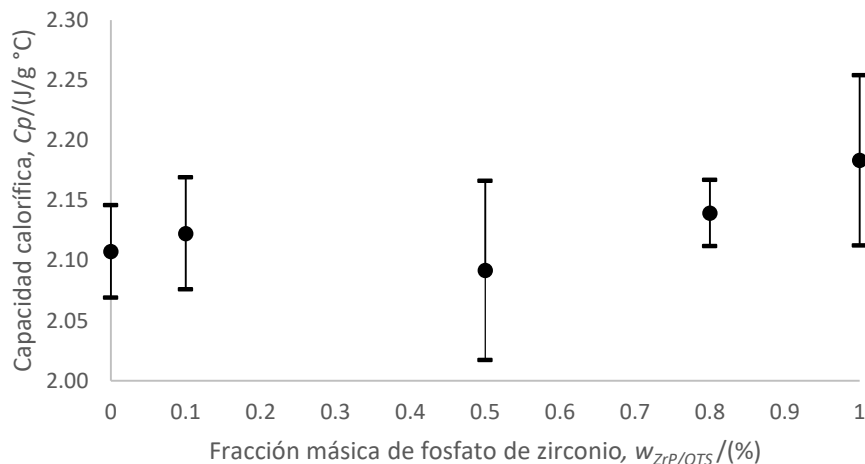
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	Valor F	Valor p
Factor	0.018	3	0.006	0.202	0.892
Error	0.244	8	0.031		
Total	0.263	11			

En el Cuadro 8.3, se observa la relación de la capacidad calorífica promedio del eicosano puro y el material compuesto de cambio de fase, el mayor aumento de la capacidad calorífica es de 0.030 % para la composición de 1 %, seguido por 0.029 % para las composiciones de 0.8 % y 0.1 % respectivamente, estos aumentos de la capacidad calorífica se consideran relativamente bajos. Pero se debe tomar en cuenta los resultados obtenidos en el ANOVA por lo que no hay diferencia estadística entre ellos.

**Cuadro 8.3.** Relación de la capacidad calorífica del material compuesto de cambio de fase de eicosano y fosfato de zirconio para los diferentes porcentajes máxicos de 0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 % en comparación a la capacidad calorífica obtenida del eicosano puro.

	Porcentaje máxico de fosfato de zirconio, $w_{Zr/P/OTS}$ (%)			
	0.1	0.5	0.8	1
<b>Relación de la capacidad calorífica/ (adim)</b>	1.029	0.980	1.029	1.030

Las capacidades caloríficas y su respectivo error estándar para los diferentes porcentajes máxicos de fosfato de zirconio/OTS en ácido láurico se observan en la Figura 8.2. En este caso se obtiene que las composiciones de 0.1 %, 0.8 % y 1 % tienen mayor capacidad calorífica promedio que el ácido láurico puro, mientras que la composición de 0.5 % obtuvo un valor menor de capacidad calorífica promedio que material de cambio de fase puro. Al analizar el efecto del error estándar se genera un intervalo de posibles valores de capacidad calorífica, como todos los intervalos obtenidos se traslapan implica que hay posibilidad que los valores sean iguales como en el caso anterior.



**Figura 8.2.** Relación entre el porcentaje másico de fosfato de zirconio/OTS y la capacidad calorífica para los materiales compuestos de cambio de fase de ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS.

En el Cuadro 8.4 se observa el resultado del ANOVA realizado para analizar el efecto del porcentaje másico de fosfato de zirconio/OTS en el ácido láurico. Se obtuvo un valor  $p$  mayor a 0.05, por lo que no hay diferencia significativa a un 95 % de confianza, pero cabe destacar que el valor de capacidad calorífica más alto es el que tiene una composición de 1 % de fosfato de zirconio/OTS. Con la Figura 8.2 se corrobora el resultado obtenido con el ANOVA, ya que al tomar en cuenta el error estándar en cada medición se obtiene el intervalo de posibles valores de capacidad calorífica los cuales se traslapan.

**Cuadro 8.4.** Resultados del ANOVA para analizar el efecto del factor de composición del fosfato de zirconio/OTS en ácido láurico.

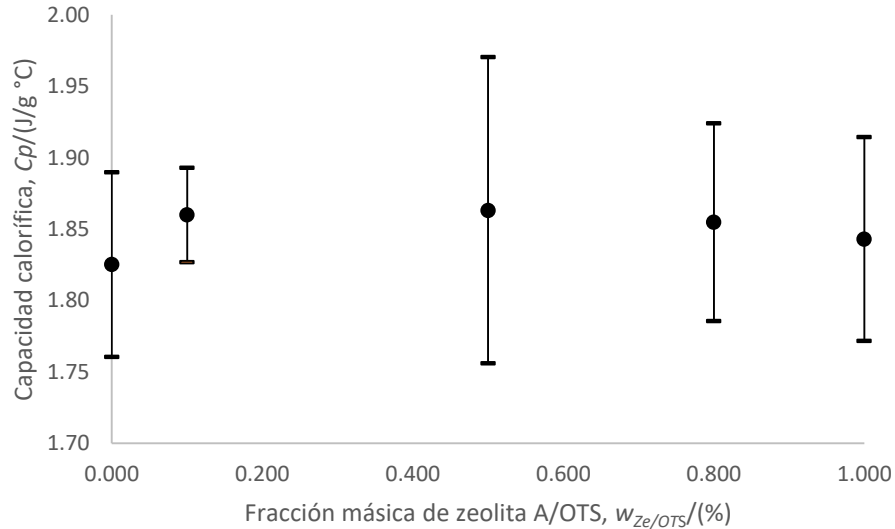
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	Valor F	Valor p
Factor	0.013	3	0.004	0.432	0.736
Error	0.081	8	0.010		
Total	0.094	11			

En el Cuadro 8.5 se observa la relación entre la capacidad calorífica promedio obtenida de las diferentes composiciones de los materiales compuestos de cambio de fase con la capacidad calorífica promedio obtenida del ácido láurico, se obtuvo aumentos de 0.036 %, 0.015 % y 0.007 % para las composiciones de 1 %, 0.8 % y 0.1 % respectivamente. Estos valores se consideran relativamente bajos, ya que no hay un aumento significativo en la propiedad térmica. Pero se debe tomar en cuenta los resultados del ANOVA, por lo que no hay diferencias significativas en dichos resultados.

**Cuadro 8.5.** Relación de la capacidad calorífica del material compuesto de cambio de fase de ácido láurico y fosfato de zirconio para los diferentes porcentajes másicos de 0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 % en comparación a la capacidad calorífica obtenida del ácido láurico puro.

	Porcentaje másico de fosfato de zirconio, $w_{ZrP/OTS}$ / (%)			
	0.1	0.5	0.8	1
<b>Relación de la capacidad calorífica / (adim)</b>	1.007	0.992	1.015	1.036

En la Figura 8.3 se observa los resultados obtenidos de las capacidades caloríficas promedio para cada porcentaje de zeolita A/OTS en eicosano con su respectivo error estándar. En las cuatro composiciones utilizadas se obtuvo una capacidad calorífica promedio mayor que la del eicosano puro. Pero en este caso la tendencia obtenida no es la esperada, ya que el material con una composición de 0.5 % obtuvo mayor capacidad calorífica promedio que composiciones de fosfato de zirconio modificadas más altas. Pero se debe rescatar que la diferencia entre ellos es mínima, además al tomar en cuenta el error estándar asociado a cada medición se observa que todos los intervalos se traslapan por lo que pueda que los valores obtenidos sean iguales.



**Figura 8.3.** Relación entre el porcentaje másico de zeolita A /OTS y la capacidad calorífica para los materiales compuestos de cambio de fase de eicosano y zeolita A/OTS.

En el Cuadro 8.6, se observan los resultados obtenidos del análisis de varianza de un solo factor al analizar el efecto del factor de los diferentes porcentajes másicos en el eicosano. Se obtuvo a un 95 % de confianza no hay diferencias significativas entre los porcentajes másicos utilizados. Con la Figura 8.3 se fortalece el resultado obtenido en el ANOVA, ya que se obtiene el mismo comportamiento para los casos mencionados anteriormente.

**Cuadro 8.6.** Resultados del ANOVA para analizar el efecto del factor de composición del zeolita A/OTS en eicosano.

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadro medio	Valor F	Valor p
<b>Factor</b>	0.001	3	0	0.014	0.998
<b>Error</b>	0.135	8	0.017		
<b>Total</b>	0.136	11			

En el Cuadro 8.7, se observa que el mayor aumento de la capacidad calorífica promedio fue la fracción másica de 0.5 % con 0.021 % más, el menor aumento fue de 0.01 % obtenido para el porcentaje másico de 1 %. Al analizar los valores de aumento se puede decir que son relativamente bajos, ya que son valores muy pequeños. De igual forma a los casos

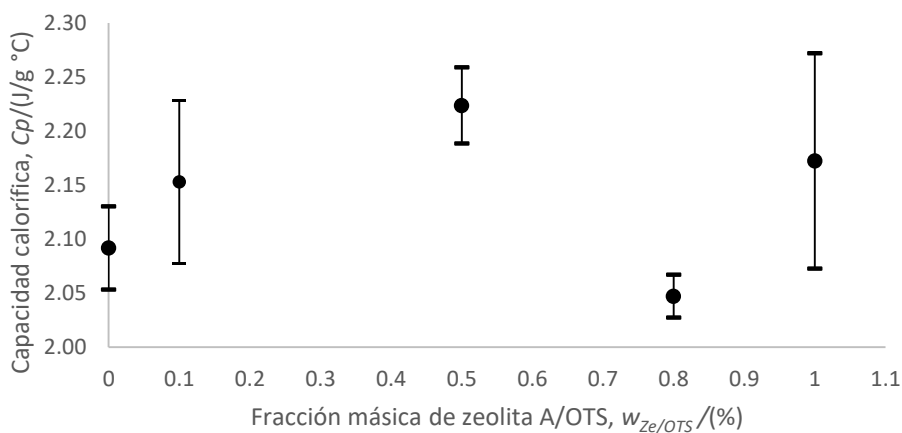


anteriores se debe tomar en cuenta los resultados del ANOVA y el error estándar que demuestran que no hay diferencia significativas entre los datos obtenidos.

**Cuadro 8.7.** Relación de la capacidad calorífica del material compuesto de cambio de fase de eicosano y zeolita A/OTS para los diferentes porcentajes máscicos de 0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 % en comparación a la capacidad calorífica obtenida del eicosano puro.

	Porcentaje máscico de zeolita A/OTS, $w_{Ze/OTS}$ / (%)			
	0.1	0.5	0.8	1
Relación de la capacidad calorífica / (adim)	1.019	1.021	1.016	1.010

En la Figura 8.4, se observa los resultados de capacidad calorífica de los materiales compuestos de cambio de fase de ácido láurico con los diferentes porcentajes máscicos de zeolita A/OTS, en este caso se observa que no se obtuvo la tendencia esperada, porque no se obtuvo una tendencia creciente de la capacidad calorífica promedio con respecto al porcentaje máscico de zeolita modificado. Se debe tomar en cuenta el error asociado a las mediciones, el cual es significativo y muestra que los valores sean iguales.



**Figura 8.4.** Relación entre el porcentaje máscico de zeolita A /OTS y la capacidad calorífica para los materiales compuestos de cambio de fase de ácido láurico con zeolita A/OTS.

En el Cuadro 8.8 se observa los resultados del ANOVA al analizar el factor de fracción másica de zeolita A/OTS en el ácido láurico, se obtuvo a 95 % de confianza que no hay diferencia significativa entre los distintos porcentajes másicos, ya que como ocurrió en los casos anteriores el valor p es mayor a 0.05. En la Figura 8.4 se observa el mismo comportamiento obtenido que en los casos pasados, hay un traslape en los intervalos de los materiales compuestos por lo que corrobora el resultado obtenido con el ANOVA.

**Cuadro 8.8.** Resultados del ANOVA para analizar el efecto del factor de composición del zeolita A/OTS en ácido láurico.

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	Valor F	Valor p
Factor	0.049	3	0.016	1.275	0.347
Error	0.104	8	0.013		
Total	0.153	11			

En el Cuadro 8.9, se observa la relación entre la capacidad calorífica promedio para las diferentes fracciones másicas de zeolita A/OTS del material compuesto de cambio de fase y la del ácido graso puro. El mayor aumento de la capacidad calorífica promedio se obtuvo para la fracción másica de zeolita A/OTS de 0.5 %, el aumento fue de 0.063 %. Para la fracción másica de 0.8 %, por el contrario se obtuvo una reducción de la capacidad calorífica promedio de un 0.021%. De igual forma que los casos anteriores se debe tomar en cuenta que no hay diferencias significativas entre los datos obtenidos según los resultados del ANOVA.

**Cuadro 8.9.** Relación de la capacidad calorífica del material compuesto de cambio de fase de ácido láurico y zeolita A/OTS para los diferentes porcentajes másicos de 0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 % en comparación a la capacidad calorífica obtenida del ácido láurico puro.

	Porcentaje másico de zeolita A/OTS, $w_{ze/OTS}$ / (%)			
	0.1	0.5	0.8	1
Relación de la capacidad calorífica / (adim)	1.029	1.063	0.979	1.038

Es necesario recalcar que se calculó el error estándar asociado a cada medición y no una incertidumbre instrumental, para tener un valor de más confianza. También se debe mencionar que los errores estándar obtenidos en las mediciones de capacidad calorífica de los materiales compuestos son más altos que los obtenidos para el eicosano y ácido láurico puros. Una posible fuente de error es que la dispersión del fosfato de zirconio/OTS o zeolita A/OTS en los materiales orgánicos no era homogénea en todo el material compuesto, por lo que al tomar una muestra puede que esta no fuera representativa, esto afecta la medición. Mientras que para el eicosano y ácido láurico las tres muestras tomadas para cada compuesto eran representativas, por ser muestras de los compuestos 100 % puros.

Se debe mencionar que el fosfato de zirconio y zeolita A poseen capacidades caloríficas relativamente bajas porque pertenecen a la familia de las cerámicas, pero se esperaba que conforme aumentara la fracción másica de fosfato de zirconio/OTS o zeolita A/OTS aumentaría gradualmente la capacidad calorífica, porque estas partículas se caracterizan por contener agua dentro de su estructura. Como la capacidad calorífica del agua es alta podría aumentar dicha propiedad de los materiales de cambio de fase. Pero en los cuatro tipos diferentes de materiales compuestos de cambio de fase producidos no se obtuvo la tendencia esperada. En ciertos casos el valor de capacidad calorífica promedio más alto se obtuvo para un bajo porcentaje másico, además en algunos materiales compuestos se obtuvo una disminución en el valor promedio de dicha propiedad en comparación al valor del eicosano o ácido láurico puro, pero se debe tomar en cuenta el error asociado a cada medición es muy alto. Los resultados muestran asimismo que las partículas no generaron un gran aumento en la capacidad calorífica, ya que todos los resultados obtenidos son cercanos a la capacidad calorífica del eicosano o ácido láurico puro según sea el caso.

Los resultados de capacidad calorífica obtenidos no son tan ventajosos, existen posibles razones que pudieron afectar. Una posible causa es que las partículas de los compuestos modificados no se lograron dispersar de manera homogénea en todo el material de cambio de fase esto se puede deber a que se obtuvo una cierta concentración de los materiales inorgánicos, en la que las partículas comienzan a aglomerarse en un solo punto o región (Harikrishnan & Kalaiselvam, 2012). Otro posible problema relacionado con la concentración de los compuestos modificados es que al tener concentraciones relativamente altas se pueden generar precipitados, por lo que genera asimismo una mala dispersión de las partículas. Las altas concentraciones pueden aumentar significativamente la viscosidad del material de cambio de fase, esto puede generar un efecto contrario al que

se desea obtener porque causa que la transferencia de calor disminuya (Dhaidan, Khodadadi, & Al-Hattab, 2013).

Otra razón que puede afectar los resultados es la metodología empleada para producir los materiales de cambio de fase, ya que por motivos de la naturaleza de los materiales de cambio de fase utilizados (ácido láurico y eicosano) no se colocó la punta del sonicador directamente en la mezcla de los PCMs y las partículas modificadas, lo cual puede dar como resultado una dispersión deficiente del fosfato de zirconio/OTS o zeolita A/OTS en el material de cambio de fase, por lo que las muestras que se utilizaron puede que no fueron homogéneas. Asimismo, se debe analizar las interacciones y/o fuerzas que hay entre el compuesto inorgánico y el orgánico, ya que esto puede generar que no exista una buena interacción y por ello una mala dispersión. Además se debe analizar si la modificación realizada al fosfato de zirconio y zeolita A, ya que puede que la modificación con el OTS no se dio por completo o se requiera agregar más de este compuesto para que realmente funcione como se esperaba y permita dispersar las partículas en el medio. Se debe tomar en cuenta que la concentración de partículas en el material de cambio de fase es muy pequeña por lo que pueda que no aporte un gran cambio en las propiedades térmicas, en este caso se debería buscar la forma de lograr dispersar una mayor cantidad de partículas, evitando que estas precipiten o aglomeren, para observar si generan un cambio mayor en las propiedades térmicas.

Otro factor que puede afectar las mediciones son las condiciones en las que se midió la capacidad calorífica, ya que la medición se puede ver afectada por la preparación de la muestra, utilizar una muestra no representativa para hacer la medición, la distribución de la muestra en el portamuestra una vez que este se encuentre cerrado, una distribución no uniforme en el contenedor provoca que la transferencia de calor no ocurra de manera homogénea en el material de cambio de fase y las condiciones ambientales puede que afecten la medición, ya que se utilizó un rango de temperaturas de 0 a 30 °C. Se debe recordar que los errores estándares obtenidos para cada medición de capacidad calorífica para los materiales compuestos se consideran relativamente altos por lo que pueden ocultar la verdadera tendencia. Además, se debe tomar en cuenta que con este método se obtuvo porcentajes de error de aproximadamente 5 %, que concuerda con los porcentajes de error obtenidos de otros investigadores (Hu, He, Zhang, & Wen, 2019).

### 8.3. Validación del método

Se realizó la validación del diseño experimentos, para esto se volvió a elaborar los materiales compuestos de cambio de fase específicamente las combinaciones con zeolita al 1 % con eicosano y ácido láurico. Se escogió los materiales con zeolita, ya que la zeolita tiene un precio de producción por gramo más económico que el fosfato de zirconio, ya que al sumar el precio de los reactivos y las cantidades utilizadas para el fosfato de zirconio se obtuvo un costo de 1.76 USD \$/g, mientras que para la zeolita A fue de 0.843 USD \$/g (Sigma Aldrich, 2019). Además al realizar los materiales compuestos de cambio de fase, se obtuvo una mayor facilidad dispersar la zeolita/OTS que el fosfato de zirconio/OTS en los dos diferentes compuestos orgánicos.

Se escogió la fracción másica de 1 % de zeolita A/OTS para el eicosano y ácido láurico porque en ambos casos se obtuvo que no hay diferencias significativas entre los distintos porcentajes másicos utilizados, aunque en ambos análisis el porcentaje de 0.5 % obtuvo un valor más alto de capacidad calorífica promedio pero si se compara entre los valores de capacidad calorífica promedio de los porcentajes de 1 %, hay una diferencia de 0.025 J/g °C y 0.011 J/g °C para el material compuesto de cambio de fase con ácido láurico y eicosano respectivamente, por lo que se consideran diferencias muy pequeñas. Se decidió analizar este porcentaje porque se quiso corroborar los resultados obtenidos en las primeras mediciones y verificar si continuaban siendo los mismos.

Como se mencionó anteriormente para realizar la validación se volvió a elaborar los materiales de cambio de fase de eicosano y ácido láurico con zeolita A/OTS 1 % ambos, estos produjeron dos de cada combinación, se realizaron bajo las mismas condiciones que se usaron para la primera muestra. Asimismo, se les midió la capacidad calorífica utilizando el mismo método y condiciones que las mediciones anteriores, a cada uno se le midió la capacidad calorífica por triplicado y se determinó la desviación total, la cual toma en cuenta tanto reproducibilidad y repetibilidad de las muestras. Los resultados de la capacidad calorífica promedio obtenida para las tres muestras distintas del material compuesto de cambio de fase con eicosano y zeolita A/OTS se observan en el Cuadro 8.10. Se obtiene que los tres valores obtenidos son cercanos entre sí, las capacidades caloríficas obtenidas para la muestra 2 y 3 poseen valores más similares, porque la diferencia entre la capacidad calorífica promedio de la muestra 1 y 3 es un poco mayor que la obtenida entre 2 y 3. La ligera diferencia se puede deber a que se lograra una mejor dispersión de las partículas en la muestra 2 y 3 o en las condiciones al medir la variable de respuesta.

**Cuadro 8.10.** Resultados de la capacidad calorífica promedio de tres diferentes muestras del material compuesto de cambio de fase conformado por eicosano y zeolita A 1 % para realizar la validación del método.

Muestra	Capacidad calorífica, $C_p$ /(J /g °C)
1	1.843 ( $\pm 0.071$ )
2	1.968 ( $\pm 0.064$ )
3	2.061 ( $\pm 0.073$ )

En el Cuadro 8.11 se observa la relación entre la capacidad calorífica promedio de las muestras 2 y 3 del material compuesto de cambio de fase de eicosano y zeolita A/OTS 1 %, el aumento de esta propiedad térmica es de 0.078 % y 0.129% para la muestra 2 y 3 respectivamente. Este último valor es el mayor aumento obtenido en comparación a todas las combinaciones realizadas de materiales compuestos de cambio de fase.

**Cuadro 8.11.** Relación de la capacidad calorífica del material compuesto de cambio de fase de eicosano y zeolita A/OTS 1 % para las muestras 2 y 3 con en comparación a la capacidad calorífica obtenida del eicosano puro.

	Muestra	
	2	3
Relación de la capacidad calorífica / (adim)	1.078	1.129

En el Cuadro 8.12, se observa los valores de capacidad calorífica de las tres diferentes muestras producidas de ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %. En este caso se obtuvo valores muy similares de capacidad calorífica para las tres muestras realizadas, pero el valor obtenido para la muestra 2 y 3 son ligeramente mayores. Como se mencionó anteriormente la ligera diferencia que hay entre los valores de capacidad calorífica se puede deber a que dispersaron mejor las partículas en una muestra que en la otra, asimismo puede influir las condiciones de medición. En este caso se debe considerar el efecto de los errores estándares asociados a cada medición, ya que genera un intervalo de posibles valores de capacidad calorífica y los tres intervalos se traslapan entre sí, por lo que podrían ser iguales.

**Cuadro 8.12.** Resultados de la capacidad calorífica promedio de tres diferentes muestras del material compuesto de cambio de fase conformado por ácido láurico y zeolita A 1 % para realizar la validación del método.

Muestra	Capacidad calorífica, $C_p$ /(J /g °C)
1	2.172( $\pm$ 0.100)
2	2.247 ( $\pm$ 0.097)
3	2.272 ( $\pm$ 0.049)

En el Cuadro 8.13 se observa la relación de la capacidad calorífica promedio para las muestras 2 y 3 del material compuesto de cambio de fase de ácido láurico y zeolita A/OTS 1 % al ser comparadas con la capacidad calorífica obtenida del ácido láurico puro. En esta se obtiene un aumento del 0.074 % y 0.086 % para la muestra 2 y 3 respectivamente, estos incrementos son mayores que los obtenidos para las demás fracciones másicas de zeolita A/OTS en ácido láurico.

**Cuadro 8.13.** Relación de la capacidad calorífica del material compuesto de cambio de fase de ácido láurico y zeolita A/OTS 1 % para las muestras 2 y 3 con en comparación a la capacidad calorífica obtenida del ácido láurico puro.

	Muestra	
	2	3
Relación de la capacidad calorífica / (adim)	1.074	1.086



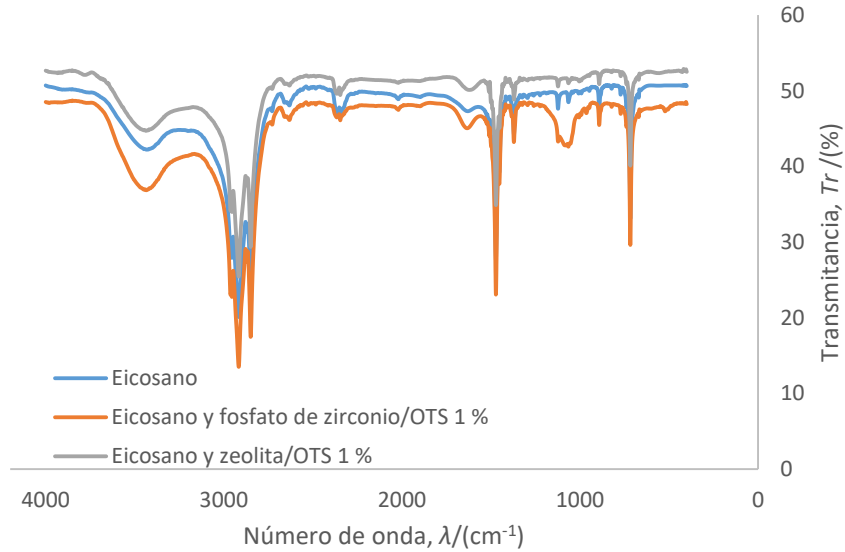


## **Capítulo 9: Resultados y Discusión; Caracterización de los materiales compuestos de cambio de fase**

Al analizar los resultados de las capacidades caloríficas obtenidas se determina que los materiales con mayor incremento en dicha propiedad térmica son los que poseen zeolita A/OTS por los resultados obtenidos en la validación del método del diseño experimental. Por esta razón se determina que los mejores materiales son eicosano con 1 % de zeolita A/OTS y ácido láurico con 1 % de zeolita A/OTS, a estos materiales y los compuestos con fosfato de zirconio/OTS al 1% se les realizó ciertas pruebas de caracterización, ya que estos obtuvieron los valores más altos de capacidad calorífica dentro de la combinación de eicosano con fosfato de zirconio/OTS y ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS.

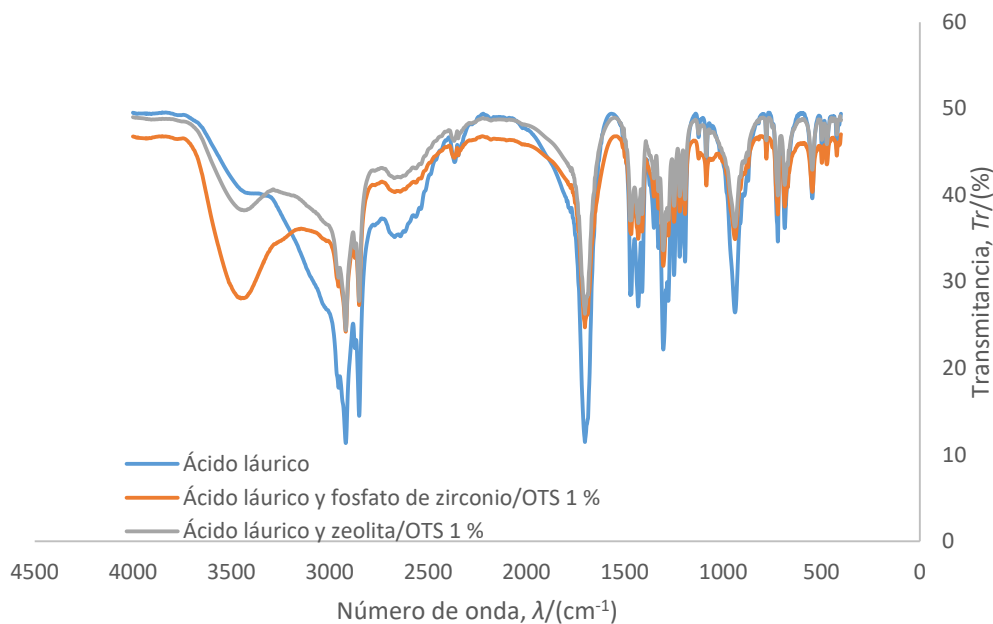
### **9.1. Resultados del análisis de espectroscopia infrarroja (FTIR)**

En la Figura 9.1, se observa los resultados de la espectroscopia infrarroja para el eicosano, eicosano con 1 % de fosfato de zirconio/OTS y eicosano con 1 % de zeolita A/OTS. Los tres espectros obtenidos son muy similares, ya que poseen los mismos picos, esto quiere decir que no hay diferencia entre el espectro del eicosano puro y el de los materiales compuestos de cambio de fase. La única diferencia que se observa al comparar el espectro del alcano puro y el de eicosano con fosfato de zirconio/OTS, es que en este último se observa una banda en aproximadamente  $1088\text{ cm}^{-1}$  que representa el estiramiento de los enlaces del grupo fosfato  $-\text{PO}_4$  (Han L. , et al., 2018), únicamente se obtiene esta banda característica del fosfato de zirconio. Al comparar el espectro de eicosano con zeolita A/OTS con eicosano puro se observa que son muy similares, no se obtienen los picos característicos de la zeolita A.



**Figura 9.1.** Espectro infrarrojo del eicosano y fosfato de zirconio/OTS al 1 %, eicosano y zeolita A/OTS al 1 % y eicosano.

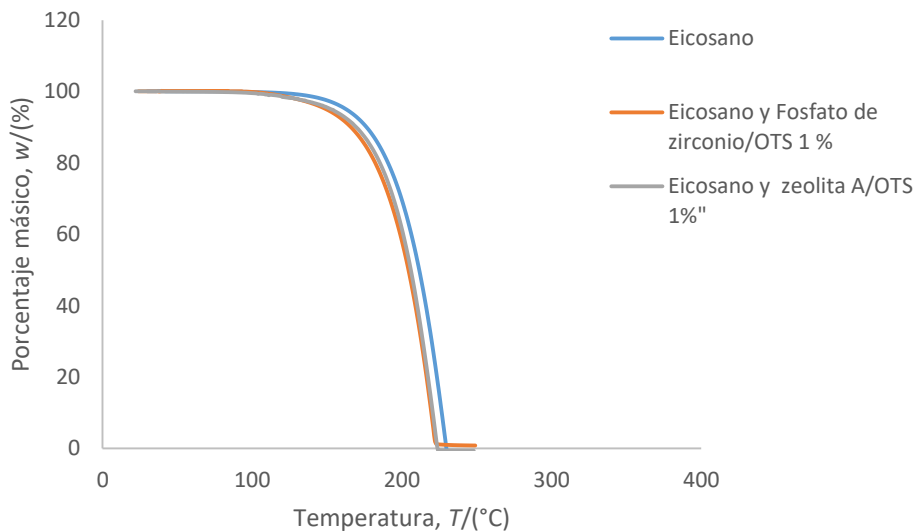
En la Figura 9.2 se observa los espectros obtenidos para el ácido láurico puro, ácido láurico con 1 % fosfato de zirconio/OTS y ácido láurico con 1 % zeolita A/OTS. Al comparar los tres espectros se observa que poseen los mismos picos característicos pertenecientes al ácido láurico, únicamente para el caso de ácido láurico con 1 % de fosfato de zirconio/OTS se observa una diferencia en aproximadamente  $3480\text{ cm}^{-1}$  que puede representar la vibración asimétrica del el agua atrapada dentro de las capas del fosfato de zirconio/OTS (Han L. , et al., 2018). Pero de igual forma no se observa las bandas características del fosfato de zirconio/OTS ni de la zeolita A/OTS en los espectros. Con los resultados de los espectros infrarrojos obtenidos se podría decir que no se generaron nuevos enlaces químicos entre las partículas inorgánicas y los compuestos orgánicos, únicamente hay interacción física ya que no se obtuvieron nuevas bandas que representara las uniones entre dichos compuestos (Wu, Zhu, Zhang, & Huang, 2010).



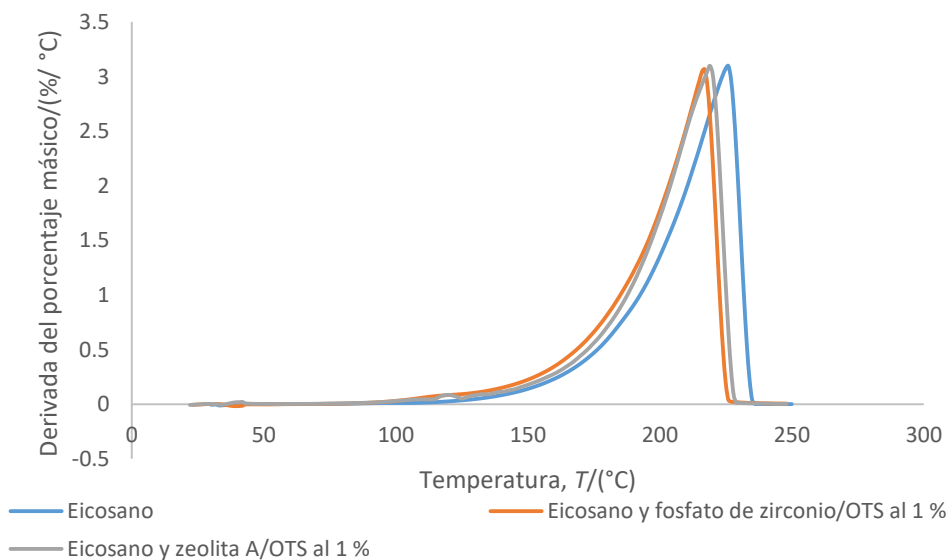
**Figura 9.2.** Espectro infrarrojo de ácido láurico, ácido láurico y zeolita A/OTS al 1 %, ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS al 1%.

## 9.2. Resultados del análisis termogravimétrico

En la Figura 9.3, se observa los resultados de análisis termogravimétrico que muestran la estabilidad térmica del eicosano, eicosano con 1 % de zeolita A/OTS y eicosano con 1 % fosfato de zirconio/OTS. La pérdida de masa comienza para el eicosano en aproximadamente 132 °C y termina en 235 °C con la pérdida total de la masa, ocurre es una descomposición de la molécula en solo paso (Alkan, Sari, & Karaipekli, 2011). Para el caso del eicosano con fosfato de zirconio y eicosano con zeolita la pérdida de masa comienza en aproximadamente en 105 °C hasta perder completamente la masa a una temperatura entre 221 °C a 223 °C. La pérdida de la masa para los tres materiales ocurre en un solo paso como se observa en la Figura 9.4. Al comparar las temperaturas donde comienza y termina la pérdida de masa entre el eicosano puro y los materiales compuestos de cambio de fase, se obtiene que para el proceso de pérdida de masa comienza y termina a temperaturas menores para los materiales compuestos, esto puede suceder porque las partículas de fosfato de zirconio/OTS o zeolita A/OTS se introdujeron dentro de los enlaces de carbono que componen al eicosano y provoquen una disminución de las fuerzas moleculares presentes en ellos.



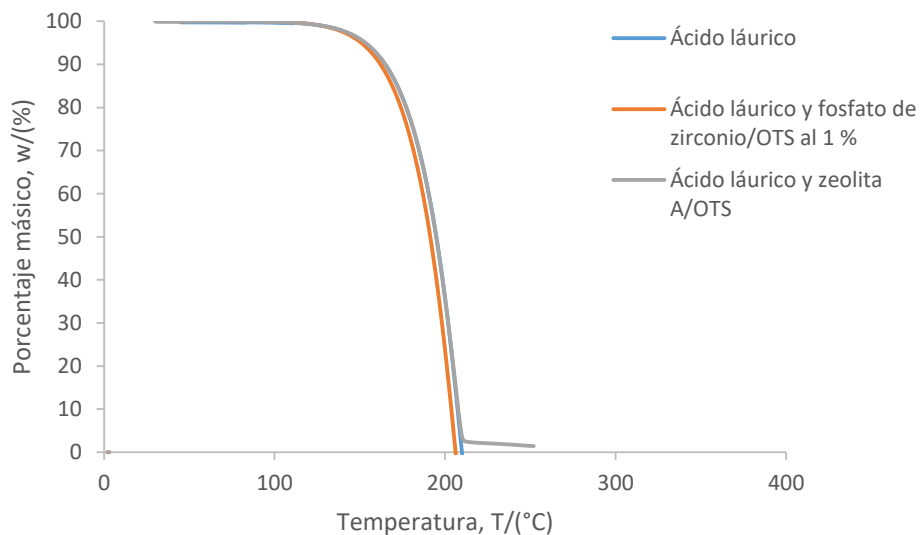
**Figura 9.3.** Análisis termogravimétrico del eicosano y fosfato de zirconio/OTS al 1 %, eicosano y zeolita A/OTS al 1 % y eicosano.



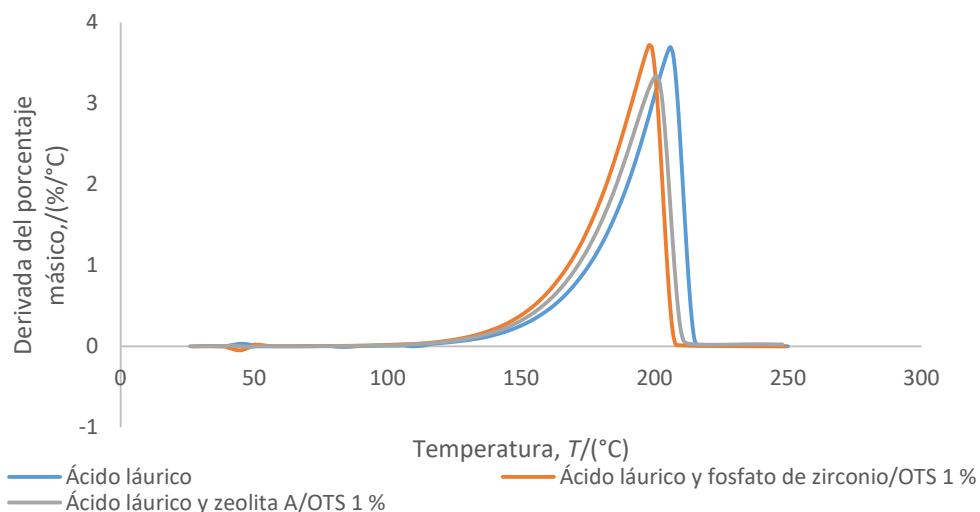
**Figura 9.4.** Derivada del análisis termogravimétrico del eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 %, eicosano con zeolita A/OTS al 1 % y eicosano.

En la Figura 9.5 se observa análisis termogravimétrico, que demuestra la estabilidad térmica del ácido láurico, ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1%. El ácido graso puro comienza a perder masa en aproximadamente 130 °C y termina en 211 °C con la pérdida completa de la masa de la muestra, el ácido graso sufre una descomposición en solo paso como se observa en la Figura 9.6, esto ocurre

también para los materiales compuestos de cambio de fase (Lu, Chen, Fan, Ghaban, & Zhu, 2018). Para los materiales compuestos se obtuvieron temperaturas muy similares para el comienzo y final de la pérdida de masa, empiezan en aproximadamente 130 °C y terminan en aproximadamente 205 °C. Al comparar estas temperaturas con las obtenidas con el ácido graso puro se observa que no hay una gran diferencia.



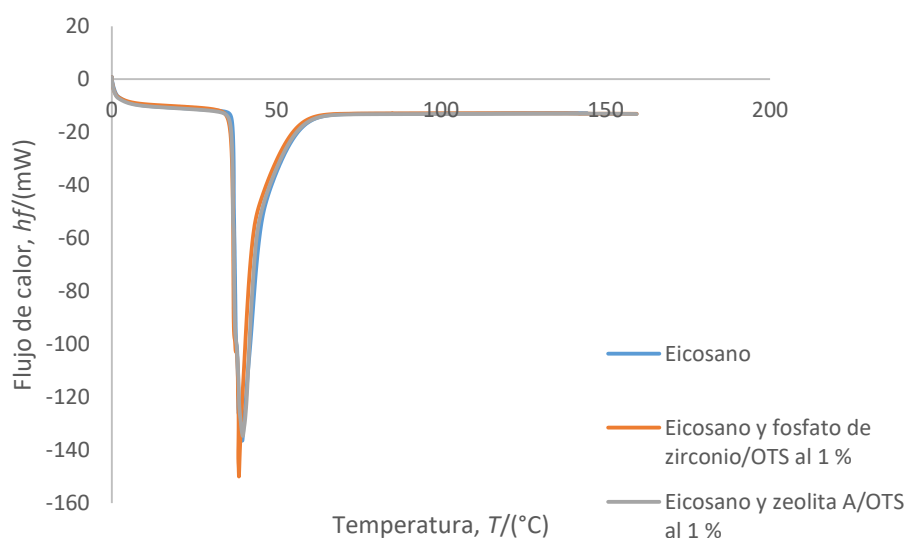
**Figura 9.5.** Análisis termogravimétrico del ácido láurico, ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % y ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1%.



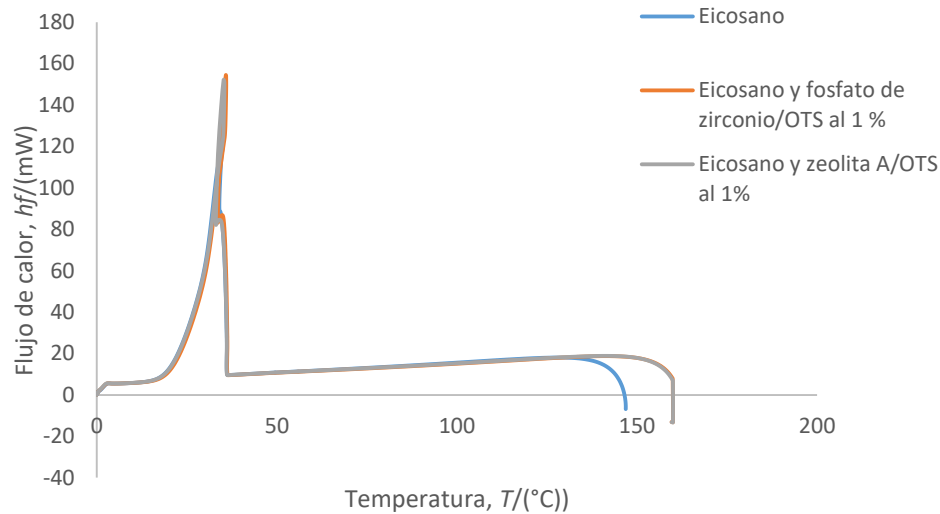
**Figura 9.6.** Derivada del análisis termogravimétrico del ácido láurico, ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % y ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1%.

### 9.3. Resultados del análisis de DSC

En las Figuras 9.7 y 9.8 se pueden observar la curva de calentamiento y enfriamiento respectivamente, en estos se pueden analizar los cambios de fase, además de la energía almacenada y liberada ligadas a estos cambios para el eicosano puro, eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano con zeolita A/OTS al 1 %, los tres análisis obtenidos son muy similares entre sí, en cada uno de estos se observa un pico endotérmico que representa la fusión del compuesto. En la curva de enfriamiento se observan dos picos exotérmicos, el primero (mayor temperatura) de estos representa una transición de fase, ya que el eicosano presenta un cambio de fase metaestable antes de la temperatura de cristalización, por lo que este alcano se caracteriza por tener una cristalización con dos transiciones de fase (Jiang, Wang, & Wu, 2014).



**Figura 9.7.** Curva de calentamiento de eicosano y fosfato de zirconio/OTS al 1 %, eicosano y zeolita A/OTS al 1 % y eicosano.



**Figura 9.8.** Curva de enfriamiento de eicosano y fosfato de zirconio/OTS al 1 %, eicosano y zeolita A/OTS al 1 % y eicosano.

En el Cuadro 9.1 se puede observar la entalpía y temperatura de fusión, temperatura y entalpía de cristalización y temperatura de transición para los tres materiales de cambio de fase. Los valores obtenidos de entalpía de fusión y cristalización, temperatura de fusión, cristalización y transición para el eicosano puro son similares a los valores teóricos. Al comparar los valores de entalpía de fusión entre el alcano puro y los materiales compuestos se obtiene que el eicosano puro posee una entalpía de magnitud un poco mayor. Los puntos de fusión obtenidos para los materiales compuestos en comparación al eicosano obtuvieron diferencias de 2.5 % y de 0.33 % para el eicosano con fosfato de zirconio modificado y con zeolita A modificada respectivamente, estas diferencias se consideran despreciables. Al comparar las entalpías de solidificación entre los compuestos analizados, se obtiene que el valor obtenido para el eicosano puro es mayor que el valor obtenido para los materiales compuestos. Las temperaturas de transición y solidificación obtenidas son muy similares entre sí para los tres materiales.

**Cuadro 9.1.** Entalpías de fusión y solidificación, temperatura de fusión, transición y solidificación para el eicosano, eicosano y fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano y zeolita A/OTS.

	Entalpía de fusión, $H_f$ (J/g)	Temperatura de fusión, $T_f$ (°C)	Entalpía de solidificación, $H_s$ (J/g)	Temperatura de solidificación, $T_s$ (°C)	Temperatura de transición, $T_t$ (°C)
Eicosano	247	39.61	238.7	35	34.25
Eicosano y fosfato de zirconio/OTS al 1 %	240.4	38.59	232.4	36	34.90
Eicosano y Zeolita A/OTS al 1 %	238.5	39.74	229.8	35.19	34.68

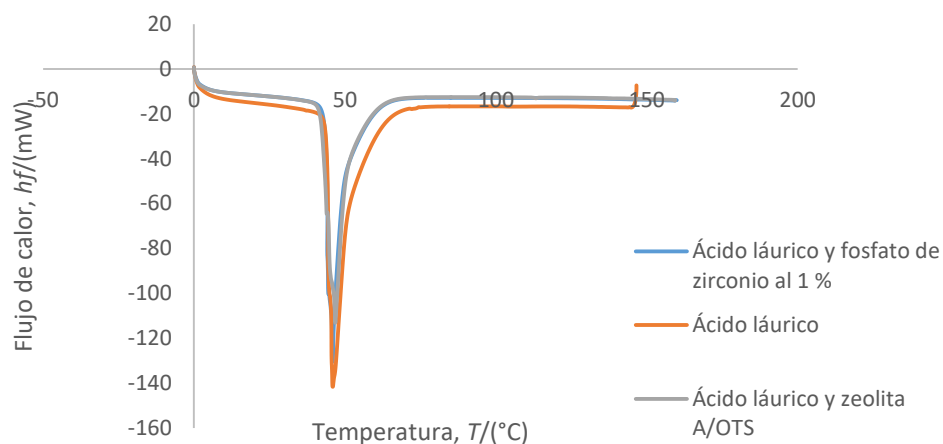
Es común que haya cierta diferencia de puntos y entalpías de fusión y/o solidificación entre los materiales compuestos y los materiales de cambio de fase puros, ya que en algunas investigaciones se han obtenido estos resultados en sistemas similares para este tipo de materiales. Una posible causa por la cual ocurre esta diferencia es por las propiedades coligativas, ya que por ejemplo las partículas en este caso de fosfato de zirconio o zeolita pueden imposibilitar la formación de la estructura cristalina, por lo que se requiere menor temperatura para alcanzar la fusión del material (Ghossein , 2015). Otra posible causa son las características de las partículas agregadas como el tamaño, la forma y la superficie, ya que pueden provocar variaciones en propiedades físicas, químicas y térmicas con respecto a los valores teóricos de los materiales base de cambio de fase, (Harikrishnan & Kalaiselvam, 2012). Las interacciones que puedan ocurrir entre los componentes que forman el material compuesto de cambio de fase pueden llegar a variar las propiedades físicas y químicas de dichos materiales en comparación al material de cambio de fase puro (Barreneche, et al., 2018).

Con respecto a las propiedades ligadas al proceso de solidificación las partículas agregadas al material de cambio de fase pueden afectar de dos maneras dicho cambio de fase, ya que estas partículas pueden comportarse como agentes nucleantes por lo que la entalpía de

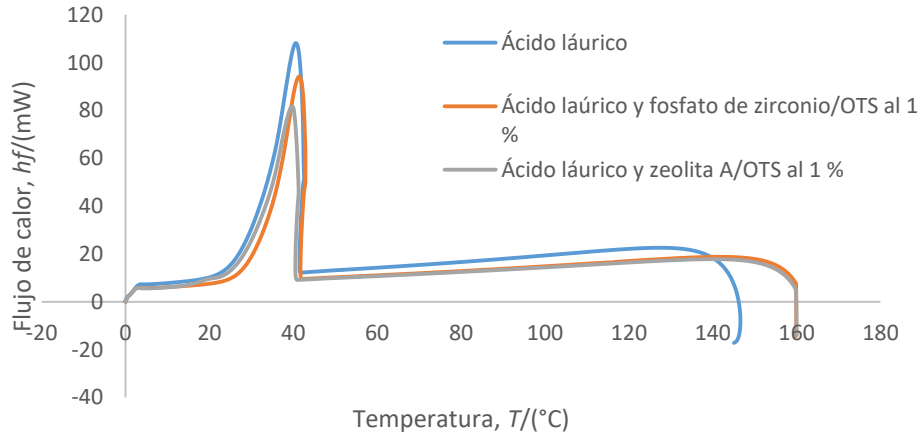


solidificación es menor, por el lado contrario pueden llegar a impedir la formación del sólido (Jiang, Wang, & Wu, 2014). En este caso no se observa que generen ninguno de los dos efectos porque las temperaturas de solidificación de los materiales compuestos son muy cercanas al del eicosano puro.

En las Figuras 9.9 y .9.10 se observan las curvas de calentamiento y enfriamiento respectivamente del ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 %, ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % en rango de 0 °C a 150 °C. Los tres análisis obtenidos son similares entre sí, en cada uno se obtuvo un pico endotérmico que representa el punto de fusión y un pico exotérmico que por representa el proceso de solidificación.



**Figura 9.9.** Curva de calentamiento del ácido láurico, ácido láurico y zeolita A/OTS al 1 %, ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS al 1%.



**Figura 9.10.** Curva de enfriamiento del ácido láurico, ácido láurico y zeolita A/OTS al 1 %, ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS al 1%.

En el Cuadro 9.2 se puede observar los valores obtenidos de entalpía y punto de fusión para los compuestos mencionados anteriormente. Al comparar los valores obtenidos para el ácido de láurico el punto y entalpía de fusión, punto y entalpía de solidificación son muy cercanos a los valores reportados en la literatura. Al analizar los valores de entalpía de fusión de los tres compuestos analizados, se obtuvo que el PCM compuesto con zeolita A/OTS posee una entalpía de fusión menor que el ácido graso puro, esto se puede explicar por los factores mencionados anteriormente. El material compuesto con fosfato de zirconio/OTS obtuvo el mismo valor de entalpía de fusión que el ácido láurico puro. Al comparar los puntos de fusión obtenidos de los materiales compuestos con el ácido graso puro se obtuvieron diferencias 0.24 % y 1.80 % para el material compuesto con fosfato de zirconio/OTS y zeolita A/OTS respectivamente, estas discrepancias son consideradas despreciables.

En el Cuadro 9.2, se puede observar asimismo los valores obtenido de temperatura y entalpía de solidificación obtenidas durante el enfriamiento de la muestra, en este caso las entalpías de solidificación de los materiales compuestos son menores que la del ácido graso puro, principalmente la que contiene zeolita A/OTS. Al comparar los valores de entalpía de solidificación entre el ácido láurico puro y los materiales compuestos se obtienen diferencias de 0.84 % y 5.76 % para el ácido láurico con fosfato de zirconio modificado y zeolita A modificada respectivamente. Las diferencias de puntos de solidificación entre los mismos compuestos son de 2.07 % y 2.32 % para el ácido láurico con fosfato de zirconio modificado y zeolita A modificada respectivamente. Las diferencias de las propiedades de solidificación

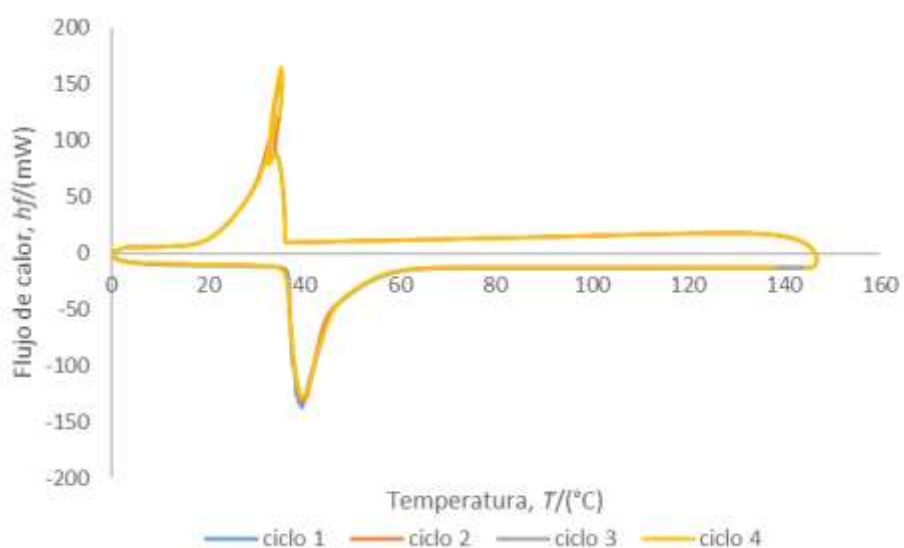
con la zeolita A/OTS son mayores en comparación con las obtenidas con el fosfato de zirconio/OTS, principalmente para la entalpía de solidificación. Por lo que puede que este compuesto inorgánico se comporte como un agente nucleante que ayude a la formación del sólido.

**Cuadro 9.2.** Entalpías de fusión y solidificación, temperatura de fusión, transición y solidificación para el ácido láurico, ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS al 1 % y ácido láurico y zeolita A/OTS al 1 %.

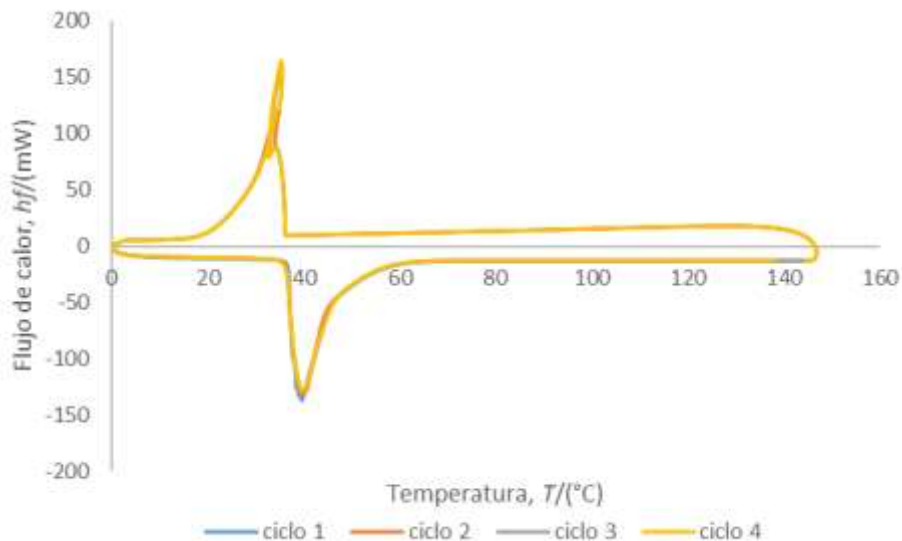
	Entalpía de fusión, $H_f$ (J/g)	Temperatura de fusión, $T_f$ (°C)	Entalpía de solidificación, $H_s$ (J/g)	Temperatura de solidificación, $T_s$ (°C)
Ácido láurico	180.9	45.98	178.8	40.5
Ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS al 1 %	181	45.87	177.3	41.34
Ácido láurico y zeolita A/OTS al 1 %	174.3	46.81	168.5	39.56

Al comparar los valores de entalpía de fusión y cristalización de los materiales compuestos se observa que hay una mayor reducción en estas propiedades para los materiales elaborados con eicosano. Esto puede ocurrir por las interacciones físicas que ocurren entre el eicosano y las partículas modificadas. El eicosano y ácido láurico poseen fuerzas de tipo van der Waals y London, pero el ácido graso tiene fuerzas más fuertes como puentes de hidrógeno. Por lo que podría decirse que es más fácil para las partículas hidrófobas interaccionar con el eicosano por tener enlaces más débiles. Los dos materiales compuestos de cambio de fase con zeolita modificada obtuvieron una mayor disminución en la entalpía de fusión y solidificación, esto podría deberse a que la zeolita modificada logró introducirse más en el material de cambio de fase en comparación al fosfato de zirconio.

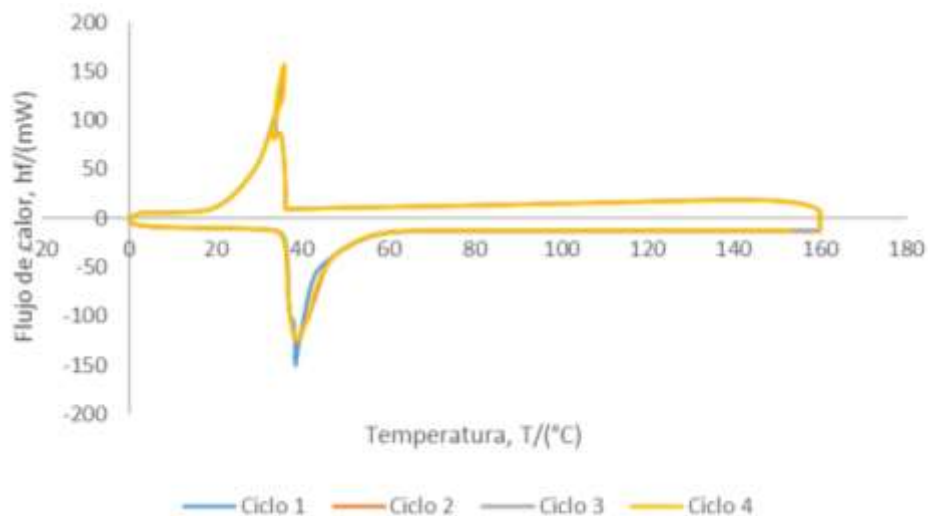
Se realizó un análisis de cuatro ciclos de calentamiento y tres de enfriamiento para los materiales de cambio de fase puros y los compuestos, esto se hizo para analizar el comportamiento y principalmente las propiedades térmicas después de varios cambios de fase. En las Figuras 9.11, 9.12 y 9.13 se observan los termogramas obtenidos con el equipo DSC para el eicosano, eicosano con zeolita A/OTS al 1 %, eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 % respectivamente, en estas Figuras se pueden observar que en los tres casos los cuatro ciclos son muy similares, ya que la curva obtenidas para cada ciclo coincide con las demás, además muestran que las temperaturas de fusión y solidificación se mantienen igual.



**Figura 9.11.** Termograma obtenido del DSC de 4 ciclos de calentamiento y 3 ciclos de enfriamiento para el eicosano.



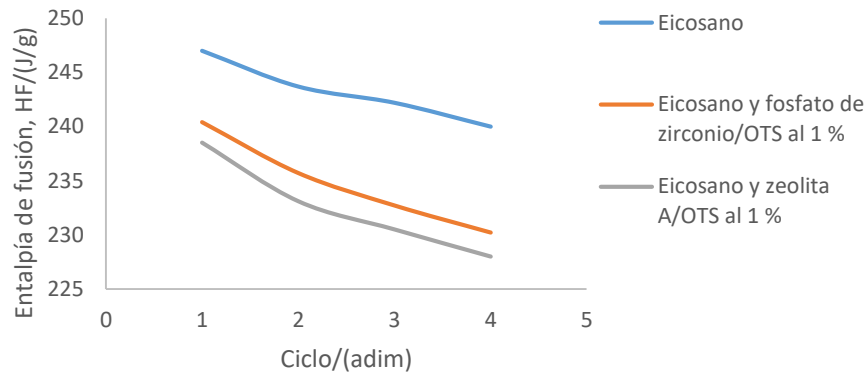
**Figura 9.12.** Termograma obtenido del DSC de 4 ciclos de calentamiento y 3 ciclos de enfriamiento para el material compuesto de cambio de fase eicosano y zeolita A/OTS al 1 %.



**Figura 9.13.** Termograma obtenido del DSC de 4 ciclos de calentamiento y 3 ciclos de enfriamiento para el material compuesto de cambio de fase eicosano y fosfato de zirconio/OTS al 1 %.

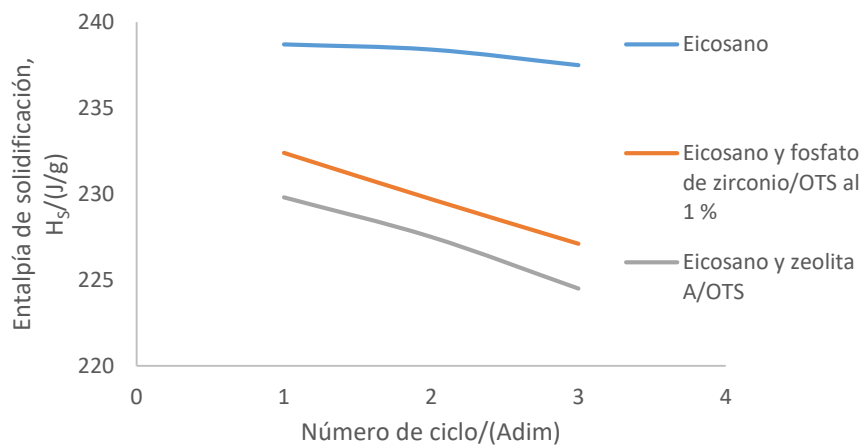
Se comparó los valores de entalpía de fusión para cada ciclo en la Figura 9.14 para el eicosano, eicosano con zeolita A/OTS 1 % y eicosano con fosfato de zirconio/OTS 1 %, se obtuvo una disminución gradual de esta propiedad en cada ciclo. En el cuarto ciclo se obtuvo una disminución para el eicosano de 2.8 %, para el eicosano con fosfato de

zirconio/OTS al 1 % fue de 4.25 % y para el eicosano con zeolita A/OTS al 1 % fue de 4.40 % para la entalpía de fusión.



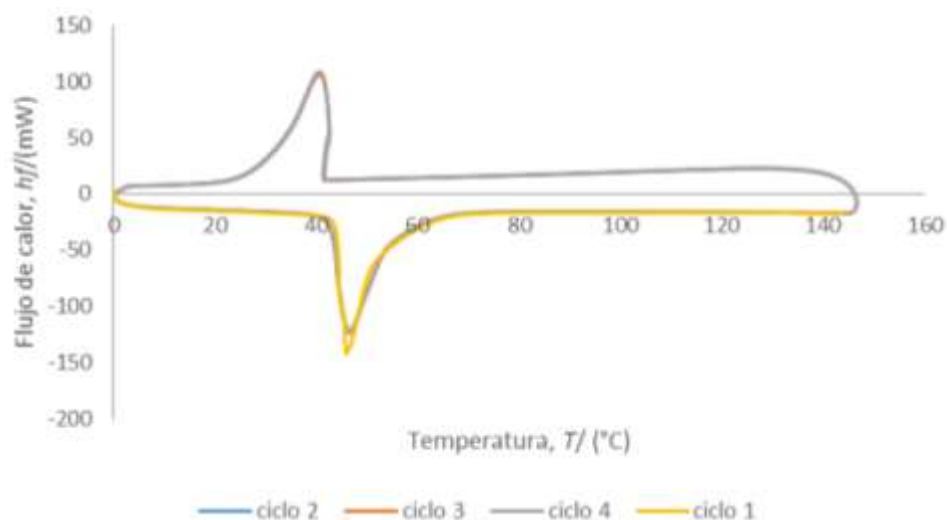
**Figura 9.14.** Relación entre la entalpía de fusión y ciclo para el eicosano, eicosano y fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano y zeolita A/OTS al 1 %.

Asimismo, para la entalpía de solidificación se obtuvo una disminución en esta propiedad con el paso de los ciclos, esto se observa en la Figura 9.15, el eicosano puro obtuvo una disminución en el último ciclo de 0.5 %, para el material compuesto con fosfato de zirconio/OTS al 1 % fue de 2.28 % y para el eicosano con zeolita A/OTS al 1 % fue de 2.31 %. La disminución en la entalpía de solidificación es menor que la obtenida en la entalpía de fusión.

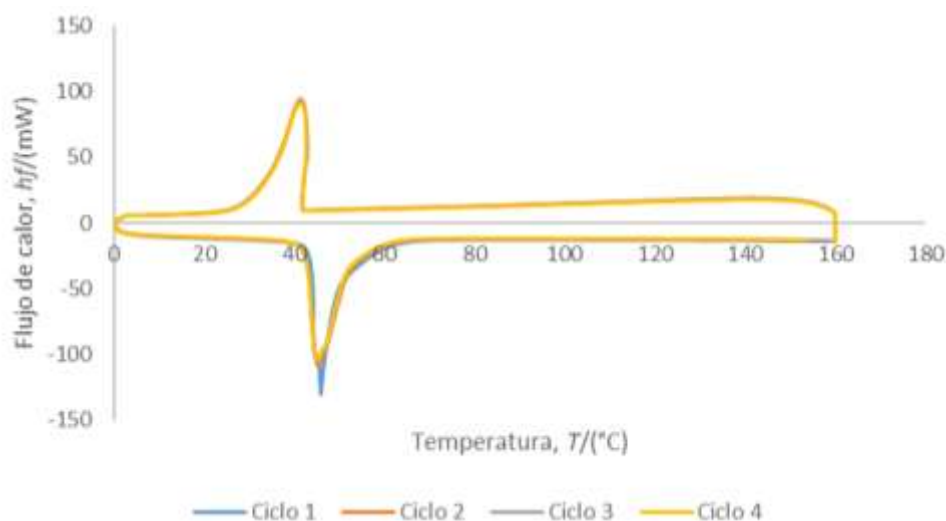


**Figura 9.15.** Relación entre la entalpía de solidificación y el número de ciclo para el eicosano, eicosano y fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano y zeolita A/OTS al 1 %.

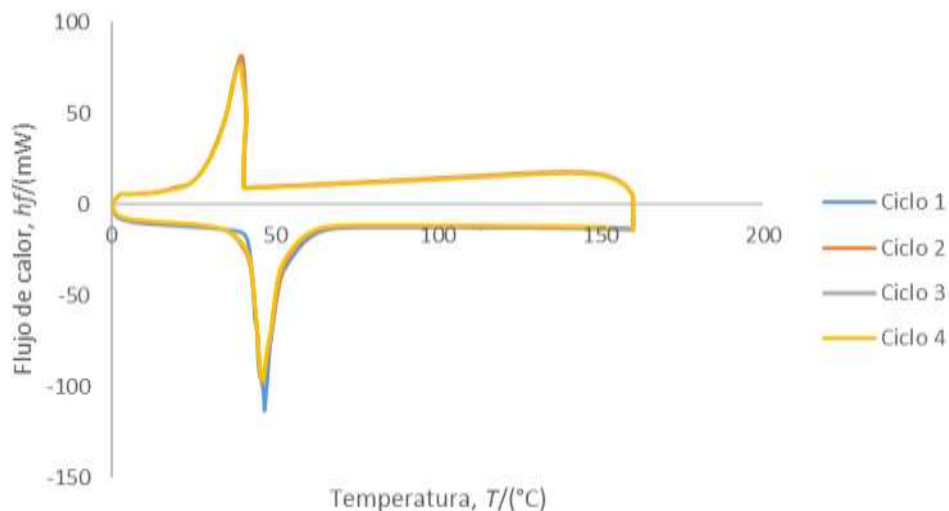
En las Figuras 9.16, 9.17 y 9.18 se observan los termogramas obtenidos para el ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % al aplicar los ciclos de calentamiento–enfriamiento, se obtuvo que los perfiles de calentamiento y enfriamiento son muy similares porque los ciclos coinciden entre sí, asimismo se obtuvo que las temperaturas de fusión y solidificación se mantuvieron constantes en todos los análisis para los tres compuestos estudiados.



**Figura 9.16.** Termograma obtenido del DSC de 4 ciclos de calentamiento y 3 ciclos de enfriamiento para el ácido láurico.

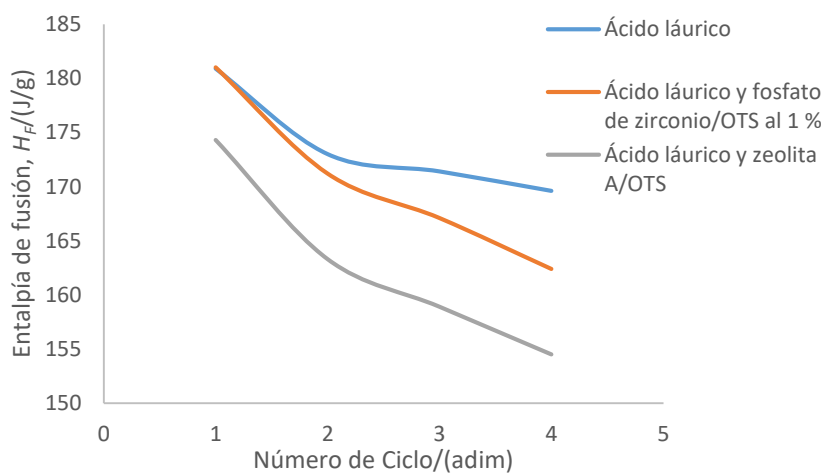


**Figura 9.17.** Termograma obtenido del DSC Análisis de 4 ciclos de calentamiento y 3 ciclos de enfriamiento para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS al 1 %.



**Figura 9.18.** Termograma obtenido del DSC de 4 ciclos de calentamiento y 3 ciclos de enfriamiento para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y zeolita A/OTS al 1 %.

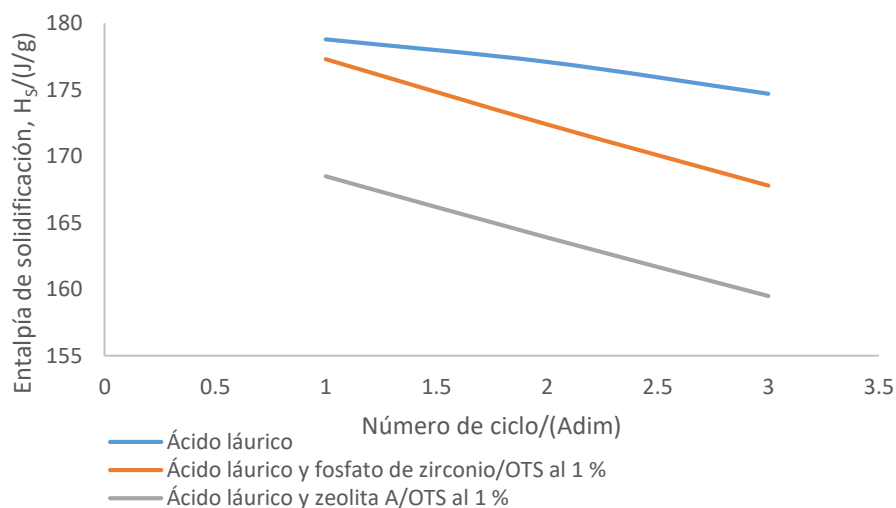
Al analizar el comportamiento de la entalpía de fusión se obtiene una pequeña disminución en cada ciclo, como se observa en la Figura 9.19, en el cuarto ciclo el ácido láurico puro obtuvo una reducción de un 6.24 % en la entalpía de fusión, para el ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y ácido láurico zeolita A/OTS la entalpía disminuyó en un 10.28 % y 11.36 % respectivamente.



**Figura 9.19.** Relación entre la entalpía de fusión y el número de ciclo para ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %.



Una tendencia similar se obtuvo para la entalpía de solidificación esta se puede observar en la Figura 9.20, conforme se aplican los ciclos de enfriamiento disminuye un poco la magnitud de dicha propiedad. Al final del tercer ciclo para el caso del ácido láurico puro se obtuvo una disminución de 2.30% de la entalpía de solidificación, para el ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS al 1 % se redujo en un 5.36 % y por último para el ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % fue de 5.34 % menor.



**Figura 9.20.** Relación entre la entalpía de solidificación y el número de ciclo para ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %.

Las reducciones de las entalpías de las entalpías de solidificación y fusión de los materiales compuestos de cambio de fase puede deberse a que en cada ciclo de calentamiento-enfriamiento ocurra un desacomodo de las partículas, lo que provocan que estas cambien de posición y puedan llegar a generar aglomeraciones en ciertos puntos del material de cambio de fase, lo que trae como consecuencia que se disminuya la dispersión de las partículas en el medio y se reduce la transferencia de calor, hasta llegar a un punto donde todas las partículas se encuentren aglomeradas en el fondo (Barreneche, et al., 2018).

Con el análisis de los ciclos de calentamiento-enfriamiento se obtiene que los materiales compuestos de cambio de fase no poseen una estabilidad térmica aceptable, ya que con solo cuatro ciclos hay disminuciones significativas en dichas propiedades, esos resultados no son los esperados. En la ecuación 8 se observa la ecuación que representa el flujo de calor cuando ocurre un calentamiento y cambio de sólido a líquido para cualquier materia con ( $T_1 < T_F < T_2$ ) (Noel & White, 2019). El flujo de calor en esta ecuación es positivo y

directamente proporcional a la entalpía de fusión, por lo que, si en cada ciclo disminuye esta propiedad, el calor transferido cada vez será menor.

$$Q = \int_{T_1}^{T_F} mCp_s(T)dT + m\Delta H_F + \int_{T_F}^{T_2} mCp_l(T)dT \quad (8)$$

Donde,

$Q$  : Calor, W

$T_1$ : Temperatura inicial, °C

$Cp_s$ : Capacidad calorífica del sólido, J/g °C

$Cp_l$ : Capacidad calorífica del líquido, J/g °C

$T_2$ : Temperatura final

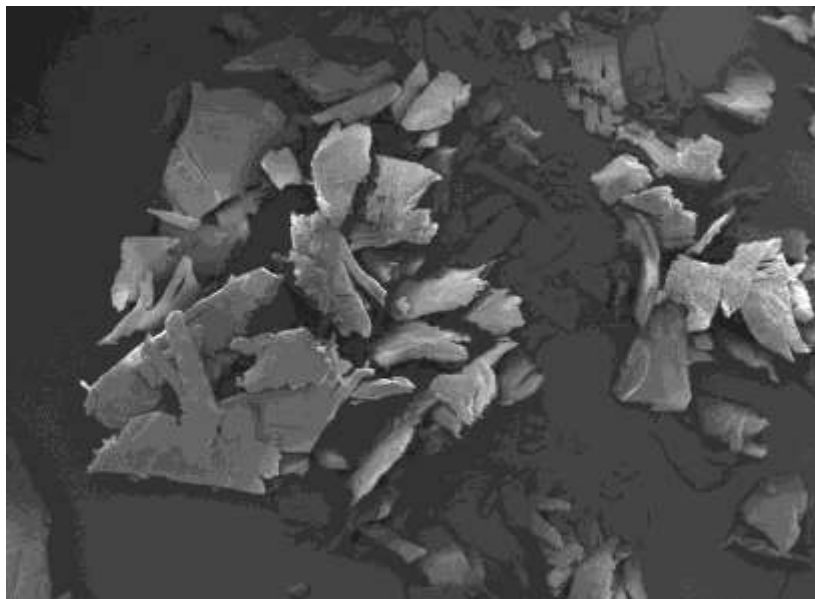
La ecuación que describe el proceso de enfriamiento y cambio de fase líquido a sólido se observa en la ecuación 9 con ( $T_1 > T_s > T_2$ ). En este caso el flujo de calor posee símbolo negativo, ya que el calor sale del sistema. En esta ecuación se obtiene que el calor es proporcional a la entalpía de solidificación por lo que si en cada ciclo se reduce dicha propiedad lo mismo ocurrirá con el calor que se libera en cada ciclo.

$$Q = \int_{T_1}^{T_s} mCp_l(T)dT + m\Delta H_s + \int_{T_s}^{T_2} mCp_s(T)dT \quad (9)$$

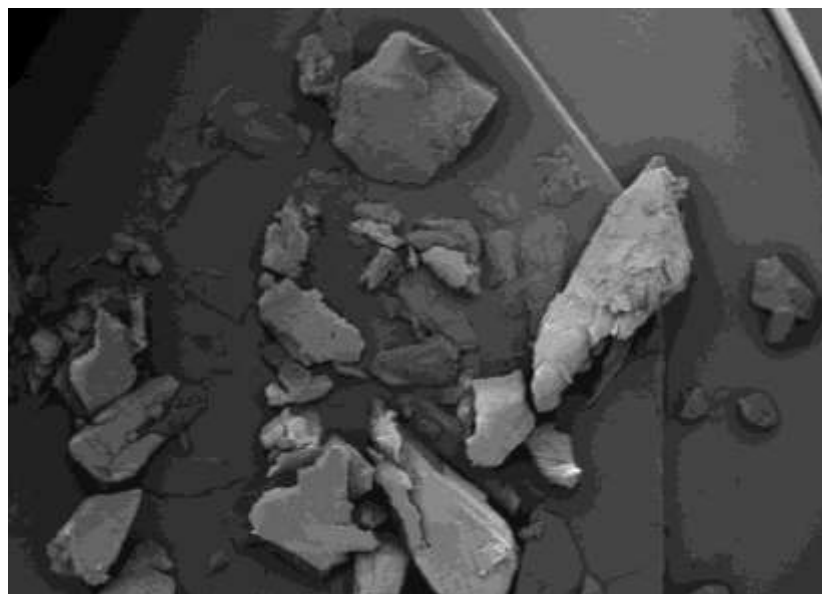
#### **9.4. Resultados obtenidos de SEM para los materiales compuestos de cambio de fase.**

En las Figuras 9.21, 9.22, 9.23 y 9.24 se observan las imágenes obtenidas del SEM para el eicosano con fosfato de zirconio/OTS 1 %, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 1 %, eicosano con zeolita A/OTS 1 % y ácido láurico con zeolita A/OTS 1 % respectivamente. En las cuatro Figuras no se observa la presencia de las partículas inorgánicas modificadas agregadas al ácido graso y alcano, se debe recordar que la zeolita posee un tamaño entre 1 a 2  $\mu\text{m}$  y el fosfato de zirconio posee un tamaño entre 560 nm a 800 nm. Por esta razón es posible que no se logren visualizar y no se puede determinar si las partículas están dispersas en el ácido láurico o eicosano. No se puede utilizar un mayor aumento por la naturaleza de los compuestos orgánicos, ya que en el sistema del equipo se utiliza vacío y por los bajos puntos de fusión de los materiales es posible que ocurra un cambio de fase en el equipo. Además, a pesar de que las muestras se encontraban cubiertas con oro-

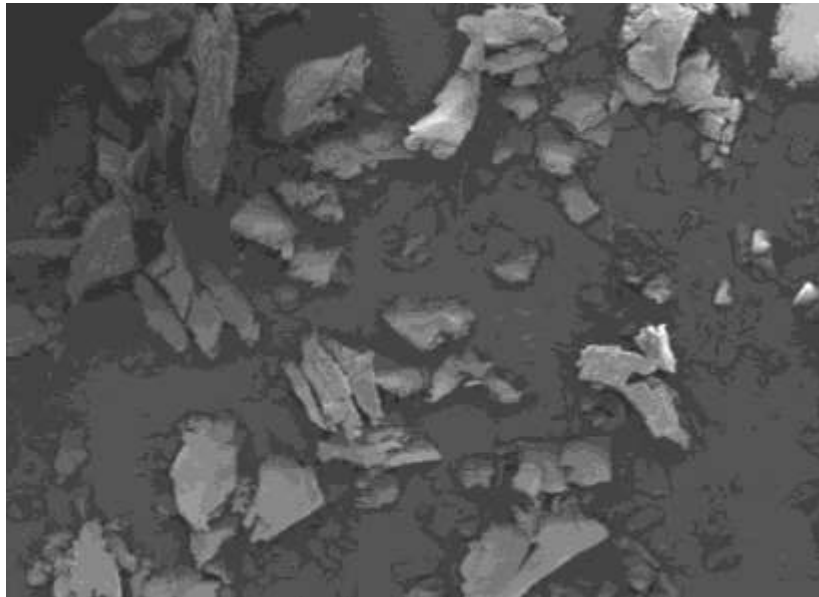
platino al utilizar un mayor aumento ocurre una acumulación de carga en la superficie lo que imposibilitó obtener resultados nítidos.



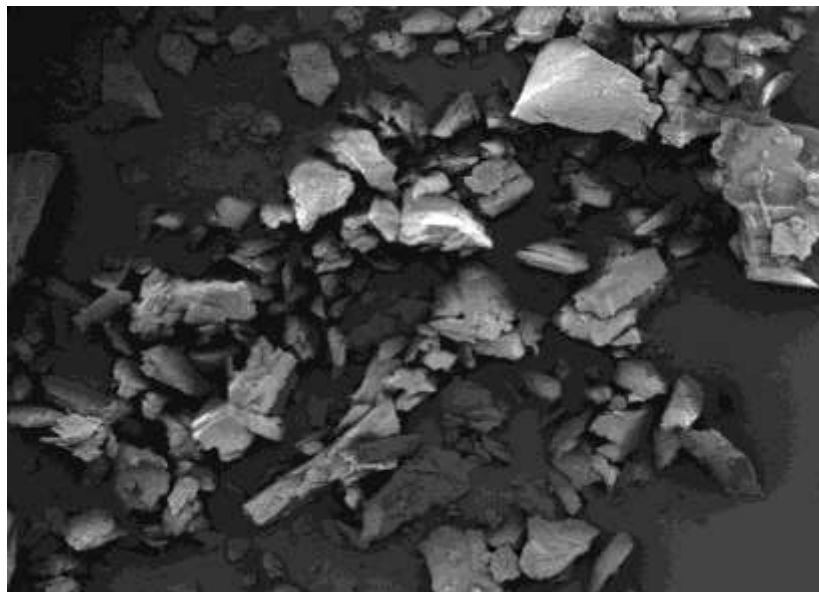
**Figura 9.21.** SEM obtenido para eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 %.



**Figura 9.22.** SEM obtenido para ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 %.



**Figura 9.23** SEM obtenido para eicosano con zeolita A/OTS al 1 %.



**Figura 9.24** SEM obtenido para ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %.

### **9.5. Evaluación de materiales compuestos de cambio de fase.**

Se evaluó con las propiedades térmicas obtenidas en el primer ciclo de calentamiento-enfriamiento cuanto calor podría absorber 1 g de los materiales compuestos de cambio de fase, de una temperatura de 20 °C hasta su temperatura de fusión, para esto se utilizó la siguiente ecuación.

$$Q = \int_{T_1}^{T_F} mC_{p,s}(T)dT + m\Delta H_F \quad (9)$$

En el Cuadro 9.3 se observa el calor absorbido para los materiales compuestos que poseen eicosano, los tres valores son muy similares entre sí, pero el eicosano absorbe más calor en comparación a los materiales compuestos de cambio de fase.

**Cuadro 9.3.** Calor absorbido por eicosano, eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano con zeolita A/OTS al 1 %.

	<b>Eicosano (<math>\pm 0.065</math>)</b>	<b>Eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 % (<math>\pm 0.078</math>)</b>	<b>Eicosano con zeolita A/OTS al 1 % (<math>\pm 0.071</math>)</b>
Calor absorbido, Q/(J)	282.79	275.26	276.99

En el Cuadro 9.4 se observa el calor absorbido para el ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %. En este caso se obtiene que el material compuesto con ácido láurico y fosfato de zirconio modificado es el que logra absorber más calor, seguido por el ácido láurico puro y por último el que contiene zeolita A modificada. Pero se debe recalcar que los tres valores obtenidos son muy cercanos entre sí.

**Cuadro 9.4.** Calor absorbido por ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %.

	<b>Ácido láurico (<math>\pm 0.038</math>)</b>	<b>Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % (<math>\pm 0.071</math>)</b>	<b>Ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % (<math>\pm 0.10</math>)</b>
Calor absorbido, Q/(J)	235.67	237.47	234.09

Al analizar los datos obtenidos del calor absorbido se corroboran los resultados que las partículas inorgánicas agregadas no actúan en el sistema como se esperaban, ya que no hay gran diferencia en el calor absorbido por los materiales puros y los compuestos. Esto puede deberse por las razones mencionadas anteriormente, principalmente porque se

utilizó una baja concentración de las partículas modificadas, por lo que la cantidad de agua es aún menor dentro del material compuesto. Otra posible razón es que no se haya logrado realmente obtener una buena dispersión de las partículas inorgánicas en los materiales de cambio de fase. Se recomienda agregar con agentes dispersantes para aumentar la concentración de partículas que se pueden dispersar en el ácido láurico y eicosano, porque al probar con mayores concentraciones se obtuvo un precipitado. Otra recomendación en el proceso de elaborar los materiales compuestos es colocar la punta del sonicador dentro del material compuesto de cambio de fase para realizar una sonicación más efectiva y lograr una mayor dispersión de las partículas

## Capítulo 10: Conclusiones y Recomendaciones

### 10.1. Conclusiones

- Aplicando las técnicas de caracterización FTIR y XRD se logró confirmar la síntesis de los compuestos de fosfato de zirconio y zeolita A.
- Con las técnicas de caracterización de FTIR, TGA y DSC se observó la presencia de agua en los compuestos de zeolita A, zeolita A/OTS, fosfato de zirconio y fosfato de zirconio/OTS.
- Por medio de las técnicas de caracterización FTIR se observa la presencia de octadeciltriclorosilano en las moléculas de zeolita A y fosfato de zirconio modificados.
- Con los resultados del DSC se obtuvo el OTS tiene un mayor efecto sobre en la zeolita A por su estructura tridimensional, ya que se obtuvo una mayor diferencia en el flujo de calor y temperatura de descomposición entre la zeolita modificada y sin modificar en comparación al fosfato de zirconio modificado y sin modificar.
- Los porcentajes de error obtenidos al medir la capacidad calorífica con el método de la ASTM 1269 se consideran relativamente bajos, ya que poseen valores de 4.025 % y 5.446 % para el ácido láurico y eicosano respectivamente.
- Por medio del análisis de varianza (ANOVA) se determinó que no hay diferencias significativas a un 95 % entre los diferentes porcentajes máxicos de zeolita A/OTS en eicosano ni en ácido láurico.
- Por medio del análisis de varianza (ANOVA) se determinó que no hay diferencias significativas a un 95 % entre los diferentes porcentajes máxicos de fosfato de zirconio/OTS en eicosano ni en ácido láurico.
- Las entalpías de fusión y solidificación para los materiales compuestos de eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano con zeolita A/OTS al 1 % son menores que las del eicosano puro, posiblemente debido por las propiedades coligativas. Las temperaturas de fusión y solidificación obtenidas de los tres materiales mencionados anteriormente son muy cercanas entre sí.
- Las entalpías de fusión y solidificación del material compuesto ácido láurico con zeolita A/OTS son menores que las obtenidas para el ácido graso puro, posiblemente debido a las propiedades coligativas.

- Las temperaturas de fusión y solidificación obtenidas del ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % son muy similares entre sí.
- La relación obtenida entre la capacidad calorífica y fracción másica de las partículas inorgánicas (zeolita A/OTS y fosfato de zirconio/OTS) no es directamente proporcional por factores como aglomeración de las partículas, baja concentración de las partículas, la preparación de la muestra a la hora de determinar la capacidad calorífica y se presume que hay mala dispersión del compuesto inorgánico en el material de cambio de fase.
- Después de cuatro ciclos de calentamiento y tres de enfriamiento se obtuvo una reducción de la entalpía de fusión y solidificación para tanto el eicosano y ácido láurico puros y en todos los materiales compuestos de cambio de fase, posiblemente porque se pierde en cada ciclo el grado de dispersión de las partículas hidratadas.
- Las temperaturas de fusión y solidificación de los materiales compuestos de cambio de fase se mantuvieron constantes en el análisis de ciclos de calentamiento-enfriamiento.
- Los materiales compuestos de cambio de fase que contienen eicosano obtuvieron una mayor reducción en la entalpía de cristalización y fusión.
- Los materiales compuestos de cambio de fase que poseen zeolita A/OTS obtuvieron una mayor reducción en la entalpía de cristalización y fusión.
- Se determinó que los materiales que más calor pueden absorber por gramo es el eicosano (282.79 J) y el ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS (237.47 J) en sus respectivos sistemas.

## **10.2. Recomendaciones**

- Agregar un agente dispersante como Hitenol BC-10 (Wu, Zhu, Zhang, & Huang, 2010) en el material compuesto de cambio de fase para aumentar la cantidad de fosfato de zirconio o zeolita A, aumentar la homogeneidad de la dispersión y evitar la desestabilización de las partículas en los ciclos de calentamiento-enfriamiento.
- Colocar la punta del sonicador dentro de los materiales compuestos de cambio fase a la hora de realizar la dispersión para analizar si se obtiene un mejor resultado.
- Medir la conductividad térmica de los materiales compuestos de cambio de fase.



- Se recomienda utilizar zeolita por tener una estructura tridimensional, ya que como el agua se encuentra atrapada dentro su estructura, al modificar la superficie con OTS se requiere mayor calor lograr extraer el agua.
- Caracterizar la variabilidad de la muestra antes de medir la capacidad calorífica con el método utilizado.
- Realizar un análisis más riguroso estadísticamente para cuantificar reproducibilidad y repetibilidad del método de medición de capacidad calorífica.



## 11. Bibliografía

- Al-damook, A., & Saleh, F. (2018). Heat transfer and airflow characteristics enhancement of compact plate-pin fins heat sinks-a review. *Propulsion and Power Research*, 138-146.
- Alkan, C., Sari, A., & Karaipekli, A. (2011). Preparation, thermal properties and thermal reliability of microencapsulated n-eicosane as novel phase change material for thermal energy storage. *Energy Conversion and Management*, 687-692.
- Anderson Materials Evaluation. (23 de Setiembre de 2018). *TGA Analysis or Thermogravimetric Analysis*. Recuperado el 21 de Octubre de 2018, de <http://www.andersonmaterials.com/tga.html>
- AREMCO. (2019). *Aremco AREMCOLOX 502-1550 (low sendity) MAchinable Zirconium Phosphate*. Recuperado el 17 de Febrero de 2019, de <http://www.matweb.com/search/datasheet.aspx?matguid=cf0ecc0e83bf4aaa9438932ee4519f12&n=1&ckck=1>
- Arshad, A., Muhammad Ali, H., Ali, M., & Manzoor, S. (2017). Thermal performance of phase change material (PCM) based pin-finned heat sinks for electronics devices: Effect of pin thickness and PCM volume fraction . *Applied Thermal Engineering*, 143-155.
- Artisan Technology Group. (s.f.). *TA Instruments SDT-Q600 Simultaneous TGA/DSC*. Recuperado el 20 de Febrero de 2019, de [https://www.artisanng.com/Scientific/74393-1/TA\\_Instruments\\_SDT\\_Q600\\_Simultaneous\\_TGA\\_DSC](https://www.artisanng.com/Scientific/74393-1/TA_Instruments_SDT_Q600_Simultaneous_TGA_DSC)
- Asgharian, H., & Baniasadi, E. (2019). A review on modeling and simulation of solar energy storage systems based on phase change materials. *Journal of Energy Storage*, 186-201.
- Ashraf, A., Adly, H., & Alaa , G. (2008). Synthesis of  $\alpha$ - Zirconium Phosphate from Acetyl Acetate Solution; a Comparative Synthesis Study of  $\alpha$ -ZrP. *Phosphorus Research Bulletin*, 32-40.

- Ashraf, A., Hanna, A., & Gad, A. (2008). Synthesis of  $\alpha$ - Zirconium phosphate from acetyl acetone solution; a comparative synthesis study of  $\alpha$ -ZrP. *Phosphorus Research Bulletin* , 32-40.
- Auerbach, S., Carrado, K., & Dutta, P. (2003). *Handbook of Zeolite Science and Technology*. Estados Unidos: CRC Press.
- AZONANO. (2013). *Dynamic Light Scattering - Understanding the Basics*. Recuperado el 14 de Diciembre de 2018, de Dynamic Light Scattering - Understanding the Basics
- Bandyopadhyay, S., & Yashonath, S. (1997). Conformational Analysis of n-Butane in Zeolita NaCaA: Temperature and concentration dependence. *The Journal of Physical Chemistry*, 5675-5683.
- Barreneche, C., Mondragon, R., Ventura-Espinosa, D., Mata, J., Cabeza, L., Fernández, I., & Julia, E. (2018). Influence of nanoparticle morphology and its dispersion ability regarding thermal properties of water used as phase change material. *Applied Thermal Engineering*, 121-126.
- Bhatt, R., V, A., Rathod, S., & P, P. (2019). Self-assembled chitosan-zirconium phosphate nanostructures for adsorption of chromium and degradation of dyes. *Carbohydrate Polymers*, 441-450.
- Bonilla, J., & Srivastva, S. (2011). *Handbook of Analysis of Oligonucleotides and Related Products*. CRC Press.
- Brar, T., France, P., & Smirniotis, P. (2001). Control Crystal Size and Distribution of Zeolite A. *Industrial and Chemical Engineering Chemistry*, 1133-1139.
- Bruice, P. (2008). *Química Orgánica*. México: Pearson Educación.
- Buhl, J.-C., & Gougazeh, M. (2014). Synthesis and characterization of zeolite A by hydrothermal transformation of natural Jordanian. *Journal of the Association of Arab Universities for Basic and Applied Sciences*, 35-42.
- Burton, A., Ong, K., Rea , T., & Chan, I. (2009). On the estimation of average crystallite size of zeolites from the Scherrer equation: A critical evaluation of its application to zeolites with one-dimensional pore systems . *Microporous and Mesoporous Materials* , 75-90.

- Camirand, C. (2004). Measurement of Thermal Conductivity by differential scanning calorimetry. *Thermochimica Acta*, 1-4.
- Dawoud, B., Imroz Sohel, M., Freni, A., Vasta, S., & Restuccia, G. (2011). On the effective thermal conductivity of wetter zeolite under the working conditions of an adsorption chiller. *Applied Thermal Engineering*, 2241-2246.
- Design Institute for Physical Properties . (2017). *DIPPR Project 801*. Design Institute for Physical Property Research/AIChE.
- Dhaidan, N., Khodadadi, J., & Al-Hattab, T. (2013). Experimental and numerical investigation of melting of phase change material/nanoparticle suspensions in a square container subjected to a constant heat flux. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 672-683.
- Di Lorenzo, M. L., Androsch, R., Rhoades, A. M., & Righetti, M. C. (2018). *Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry*. Elsevier.
- Díaz, A., Mosby, B., Bakmutov, V., Martí, A., & Batteas, J. (2013). Self-Assembled Monolayers Based Upon a Zirconium Phosphate Platform. *Chemistry of Materials*, 723-728.
- Fan, L.-W., Fang, X., Wang, X., Zeng, Y., Xiao, Y., Yu, Z.-T., . . . Cen, K.-F. (2013). Effects of various carbon nanofillers on the thermal conductivity and energy storage properties of paraffin-based nanocomposite phase change materials. *Applied Energy*, 163-172.
- Farid, M., Khudhair, A., Razack, S., & Aal-Hallaj, S. (2004). A review on phase change energy storage: materials and applications. *Energy Conversion and Management*, 1597-1615.
- Gabbott, P., & Wiley, J. (2008). *Principles and Applications of Thermal Analysis* . Reino Unido: Blackwell.
- Ghossein , R. (2015). *Thermal conductivity enhancement of solid eicosane based silver nanostructure-enhanced phase change materials for thermal energy storage. (Tesis para obtener el grado de Master)* . Auburn University: Estados Unidos.

- Giroux, M., Sahadeo, E., Libera, R., Maurizi, A., Giles, I., & Marteel-parish, A. (2016). An undergraduate research experience: Synthesis, modification, and comparison of hydrophobicity of zeolites A and X. *Polyhedron*, 42-52.
- Guo, X., Wu, L., Corbin, D., & Navrotsky, A. (2019). Thermochemistry of formation of ion exchanged zeolite RHO. *Microporous and Mesoporous Materials*, 373-378.
- Gutiérrez, H., & De la Vara, R. (2008). *Análisis y diseño de experimentos*. México: McGraw-Hill.
- Hale, D., Hoover, M., & O'Neill, M. (1971). *Phase Change Materials Handbook*. Alabama.
- Han, L., Chen, Q., Chen, H., Yu, S., Xiao, L., & Ye, Z. (2018). Synthesis and Performance of Functionalized  $\alpha$ -Zirconium Phosphate Modified with Octadecyl Isocyanate. *Hindawi*, 1-9.
- Han, L., Chen, Q., Chen, H., Yu, S., Xiao, L., & Zhongbin, Y. (2018). Synthesis and Performance of Functionalized  $\alpha$ - Zirconium Phospahte Modified with Octadecyl Isocyanate. *Journal of Nanomaterials*, 1-9.
- Harikrishnan, S., & Kalaiselvam, S. (2012). Preparation and thermal characteristics of CuO-oleic acid nanofluids as a phase change material. *El Servier*, 46-55.
- Harikrishnan, S., & Kalaiselvam, S. (2012). Preparation and thermal characteristics of CuO-oleic acid nanofluids as a phase change material. *Thermochimica Acta*, 46-55.
- Harikrishnan, S., & Kalaiselvam, S. (2012). Preparation and thermal characteristics of CuO-oleic acid nanofluids as a phase change material. *Thermochimica Acta*, 46-55.
- HERA. (2004). *Zeolite A*. Bélgica.
- HITACHI. (2019). *Scanning Electron Microscope S-3700N*. Recuperado el 20 de Febrero de 2019, de <https://www.hitachi-hightech.com/global/science/products/microscopes/electron-microscope/sem/s3700n.html>
- Hohne, G., Hemminger, W., & Flammersheim, H. (2013). *Differential Scanning Calorimetry*. Nueva York: Springer.
- Hu, H., & Lee, T. (1990). Synthesis Kinetics of Zeolite A. *Industrial & Engineering Chemistry*, 749-754.

- Hu, Y., He, Y., Zhang, Z., & Wen, D. (2019). Enhanced heat capacity of binary nitrate eutectic salt-silica nanofluid for solar energy storage. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 94-102.
- Jha, B., & Narain Singh, D. (2016). *Fly ash zeolites*. Springer.
- Jiang, F., Wang, X., & Wu, D. (2014). Design and synthesis of magnetic microcapsules based on n-eicosane core and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> hybrid shell for dual-functional phase change materials. *Applied Energy*, 456-468.
- Kalantar-zadeh, K., & Fty, B. (2007). *Nanotechnology-Enabled Sensors*. Springer Science & Business.
- Kandasamy, R., Wang, X.-Q., & Mujumdar, A. (2007). Application of phase change materials in thermal management of electronics. *ELSEVIER*, 2822-2832.
- Kant, K., Shukla, A., & Sharma, A. (2017). Advancement in phase change materials for thermal energy storage applications. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 82-92.
- Khattak, Z., & Muhammad Ali, H. (2019). Air cooled heat sink geometries to forced flow: A critical review. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 141-161.
- Kvalvag, S. (2013). *Molecular Simulations of zeolites: Heterogeneous Systems at Equilibrium and Non Equilibrium*. Noruega: Delft University of Technology.
- Lee, H. (2010). *Thermal Design: Heat sinks, Thermoelectrics, Heat Pipes, Compact Heat Exchangers, and Solar Cells*. Estados Unidos: John Wiley & Sons.
- Lin, Y., Alva, G., & Fang, G. (2018). Review on thermal performances and applications of thermal energy storage systems with inorganic phase change materials. *Energy*, 685-708.
- Lsinstruments. (2018). *Dynamic Light Scattering*. Recuperado el 14 de Diciembre de 2018, de <https://lsinstruments.ch/en/technology/dynamic-light-scattering-dls>
- Lu, P., Chen, W., Fan, J., Ghaban, R., & Zhu, M. (2018). Thermally Triggered Nanocapillary Encapsulation of Lauric Acid in Polystyrene Hollow Fibers for Efficient Thermal Energy Storage. *Sustainable Chemistry & Engineering*, 2656-2666.
- Malvern Panalytical. (2017). *Empyrean*. Reino Unido: Malvern Panalytical.
- Malvern. (s.f.). *Zetasizer Nano Series*. Reino Unido: Malvern Instruments Limited.

- Mettler Toledo. (2010). Measuring Specific Heat Capacity. *Thermal Analysis UserCom7*, 1-5.
- Miller, N., & Miller, J. (2002). *Estadística y quimiometría para química analítica*. Madrid: Pearson Educación .
- Mosby, B., Díaz , A., Bakhmutov, V., & Clearfield, A. (2014). Surface Functionalization of Zirconium Phosphate Nanoplatelets for the Design of Polymer Fillers. *applied Materials & interfaces*, 585-592.
- Mosby, B., Goloby, M., Díaz, A., Bakhmutov, V., & Clearfield, A. (2014). Designable Architectures on Nanoparticle Surfaces: Zirconium Phosphate Nanoplatelets as a Platform for Tetravalent Metals and Phosphonic Acid Assemblies. *Langmuir*, 2513-2521.
- Mosby, B., Goloby, M., Díaz, A., Bakhmutov, V., & Clearfield, A. (2014). Designable Architectures on Nanoparticles Surface: Zirconium Phosphate Nanoplatelets as a Platform for Tetravalent Metal and Phosphonic Acid Assemblies. *Langmuir*, 2513-2521.
- Naderi, M. (2015). Surface Area: Brunauer-Emmett-Teller (BET). En S. Tarleton, *Progress in Filtration and Separation* (págs. 585-608). Academic Press.
- Nieto de Castro, C., & Sohel Murshed, S. (2017). A critical review of traditional and emerging techniques and fluids for electronics cooling. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 821-833.
- Noel, J., & White, M. (2019). Heat capacities of potential organic phase change materials. *The Journal of Chemical Thermodynamics*, 127-133.
- Oropeza-Perez, I., & Alberg Østergaard, P. (2018). Active and passive cooling methods for dwellings: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 531-544.
- PerkinElmer. (2010). *A Beginner's Guide*. Estados Unidos: PerkinElmer.
- Pet'kov, V., Markin, A., Schchelokov, I., & Smirnova, N. (2010). The heat capacity and thermodynamic functions of  $\text{Ca}_{0.5}\text{Zr}_2(\text{PO}_4)_3$  crystalline phosphate from T 0 to 650 K. *Russian Journal of Physical Chemistry*, 541-547.



- Pet'kov, V., Schchelokov, I., Markin, A., & Smirnova, N. (2010). Thermodynamic properties of crystalline phosphate  $Ba_{0.5}Zr_2(PO_4)_3$  over the temperature range from T 0 to 610 K. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 1147-1154.
- Pet'kov, V., Schechelokov, I., Markin, A., & Smirnova, N. (2014). Thermodynamic properties of crystalline phosphate Magnesium zirconium phosphate. *Journal of Thermal Analysis of Calorimetry*.
- Pfaltz&Bauer. (2017). *Safety Data Sheet Zirconium Phosphate*.
- Qiu, L., Murashov, V., & White, M. (2000). Zeolite 4 A: heat capacity and thermodynamic properties. *Solid State Sciences*, 841-846.
- Ramón, M. (2007). *Determinación del tamaño de cristal utilizando el software jade 6.5*. México: Universidad Nacional Autónoma de México.
- Ramón, M. (2007). *Determinación del tamaño de cristal utilizando el software Jade 6.5*. México: Universidad Nacional Autónoma de México.
- Reay, D., McGlen, R., & Kew, P. (2013). *Heat Pipes: Theory, Design and Applications*. Reino Unido: El Servier.
- Rollmann, L., & Shannon, R. (1983). *Inorganic Syntheses*. Estados Unidos: John Wiley & Sons.
- Rout, S., Padhi, P., & Panda, D. (2016). Effect of modification of Zeolite A using Poly Vinyl Alcohol (PVA). *Bulgarian Chemical Communications*, 779-786.
- Safari, A., Saidur, R., Sulaiman, F., Xu, Y., & Dong, J. (2017). A review oon supercooling of Phase Change Materials in thermal energy storage systems. *Renewable and Sustainable Energy*, 905-919.
- Sánchez, D., López, J. P., Farjas, J., & Roura, P. (2015). Determination of Thermal Conductivity of powders in atmospheres by differential scanning calorimetry. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 469-473.
- Sari, A. (2014). Composites of polyethylene glycol (PEG600) with gypsum and natural clay as new kinds of buildings PCMs for low temperature- thermal energy store. *El sevier*, 184-192.
- Serway, R., & Jewett, J. (2018). *Física para ciencias e ingeniería*. México: CENGAGE.

- Sharma, R., Ganesan, P., Tyagi, V., Metselaar, H., & Sandaran, S. (2015). Developments in organic solid-liquid phase change materials and their applications in thermal energy storage. *Energy Conversion and Management*, 193-228.
- Sharma, R., Ganesan, P., Tyagi, V., Metselaar, H., & Sandaran, S. (2016). Thermal properties and heat storage analysis of palmitic acid-TiO<sub>2</sub> composite as nano-enhanced organic phase change materials. *Applied Thermal Engineering*, 1254-1262.
- Shekhar, D., Swami, V., & Malwe, P. (2014). Cooling System of Electronic Devices using Microchannel Heat Sink. *International Journal of Thermal Technology*, 58-60.
- Shen, Q., Ouyang, J., Zhang, Y., & Yang, H. (2017). Lauric acid/modified sepiolite composite as a forms-stable phase change material for thermal energy storage. *Applied Clay Science*, 14-22.
- Sigma Aldrich. (2019). *Sigma Aldrich*. Recuperado el 11 de Enero de 2019, de <https://www.sigmaaldrich.com/us-export.html>
- Sun, L., Boo, W., Sue, H.-J., & Clearfield, A. (2006). Preparation of a-zirconium phosphate nanoplatelets with wide variations in aspect ratios. *New Journal of Chemistry*, 39-43.
- Sun, L., Boo, W., Sue, H.-J., & Clearfield, A. (2007). Preparation of a-zirconium phosphate nanoplatelets with wide variations in aspect ratios. *New Journal of Chemistry*, 39-43.
- TA Instruments. (2009). *Differential Scanning Calorimetry (DSC) Basic theory & Applications Training*.
- TA Instruments. (s.f.). *Thermal Applications Note: Sapphire Specific Heat Capacity Literature Values*. Thermal Analysis and Rheology.
- Tasumi, M. (2014). *Introduction to Experimental Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Practical Methods*. Wiley.
- Thakkar, R., Patel, H., & Chudasama, U. (2007). A comparative study of proton transport properties of zirconium phosphate and its metal exchanged phases. *Materials Science*, 205-209.
- ThermoFisher Scientific. (2018). *FTIR Sample Techniques-Transmission*. Recuperado el 14 de Octubre de 2018, de

<https://www.thermofisher.com/cr/en/home/industrial/spectroscopy-elemental-isotope-analysis/spectroscopy-elemental-isotope-analysis-learning-center/molecular-spectroscopy-information/ftir-information/ftir-sample-handling-techniques/ftir-sample-handling-tec>

ThermoFisher Scientific. (3 de Octubre de 2018). *FTIR Sample Techniques: Attenuated Total Reflection (ATR)*. Recuperado el 2018, de <https://www.thermofisher.com/cr/en/home/industrial/spectroscopy-elemental-isotope-analysis/spectroscopy-elemental-isotope-analysis-learning-center/molecular-spectroscopy-information/ftir-information/ftir-sample-handling-techniques/ftir-sample-handling-tec>

Totten, G., Westbrook, S., & Shah, R. (2003). *Fuels and Lubricants Handbook: Technology, Properties, Performance, and Testing: (MNL 37WCD)*. ASTM.

Trobajo, C., Khainakov, S., Espina, A., & García, J. R. (2000). On the Synthesis of a Zirconium Phosphate. *Chemistry of Materials*, 1787-1790.

Umair, M., Zhang, Y., Iqbal, K., Zhang, S., & Tang, B. (2019). Novel strategies and supporting materials applied to shape stabilize organic phase change materials for thermal energy storage-A review. *Applied Energy*, 846-873.

Ursinus College. (s.f.). *Perkin-Elmer Spectrum 1000 FT/IT*. Recuperado el 20 de Febrero de 2019, de <https://www.ursinus.edu/academics/chemistry/facilities-and-laboratories/instrumental-laboratory/perkin-elmer-spectrum-1000-ftir/>

Vázquez, G., & Echeverría, O. (2000). *Introducción a la Microscopía Electrónica Aplicada a las ciencias biológicas*. México: Universidad Nacional Autónoma de México.

Wakihara, T., Sasaki, Y., Kato, H., Ikuhara, Y., & Okubo, T. (2005). Investigation of the surface structure of zeolite A. *Physical Chemical Chemistry Physics*, 3416-3418.

Wang, W., Wwang, C., Wang, T., Li, W., Chen, L., Zou, R., . . . Li, X. (2014). Enhancing the thermal conductivity of n- eicosane/silica phase change materials by reduced graphene oxide. *Materials Chemistry and Physics*, 701-706.

Wu, S., Zhu, D., Zhang, X., & Huang, J. (2010). Preparation and Melting/Freezing of Cu/Paraffin Nanofluid as Phase Change Material (PCM). *Energy & Fuels*, 1894-1898.

Xiao, H., & Liu, S. (2018). Zirconium phosphate (ZrP)-based functional materials: Synthesis properties and applications. *Materials and Design*, 19-35.

## 12. Nomenclatura

### Mayúsculas

<i>B</i>	Ancho a la mitad del pico	adim
<i>C<sub>p</sub></i>	Capacidad calorífica	J/g °C
<i>D</i>	Desplazamiento vertical	mW
<i>E</i>	Sensibilidad calorimétrica	adim
<i>GL</i>	Grados de libertad	adim
<i>H</i>	Entalpía	kJ/kg
<i>H<sub>i</sub></i>	Hipótesis	adim
<i>I</i>	Intensidad	counts
<i>K</i>	Factor de forma	adim
<i>N</i>	Número total de datos	
<i>PCM</i>	Material de cambio de fase	
<i>SC</i>	Suma de Cuadrados	
<i>T</i>	Temperatura	°C
<i>Tr</i>	Transmitancia	%
$\Delta W$	Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro y la muestra	mg

### Minúsculas

<i>b</i>	Tasa de calentamiento	°C/min
<i>e</i>	Porcentaje de error	%
<i>hf</i>	Flujo de calor	mW
<i>k</i>	Conductividad térmica	W/ mK

$m$	Masa	mg
$N$	Número de tratamientos	
$t$	Tamaño de cristalito	nm
$w$	Porcentaje másico	%
	Letras griegas	
$\rho$	Densidad	kg/m <sup>3</sup>
$\lambda$	Número de onda	cm <sup>-1</sup>
$\theta$	Theta	°
$\mu$	Media poblacional	
	<b>Subíndices</b>	
A	Alternativa	
Al	Aluminio	
B	Línea base	
C	Material de portamuestras	
E	Error	
F	Fusión	
M	Muestra	
Na	Sodio	
O	Oxígeno	
P	Aluminio	
S	Solidificación	
Pm	Portamuestras y tapa de la muestra	
pt	Portamuestras y tapa	

pz	Portamuestras y tapa de zafiro
R	Transición
s	Línea base y la muestra
Si	Silicio
st	Estándar
T	Total
TRAT	Tratamiento
z	Zafiro
Ze	Zeolita
Zr	Zirconio
ZrP	Fosfato de zirconio
0	Nula





## Apéndice A

**Cuadro A.1.** Capacidad calorífica obtenida del eicosano y ácido láurico a 25 °C.

<b>Capacidad calorífica, Cp/(J/g °C)</b>		
<b>Medición</b>	<b>Eicosano (±0.065)</b>	<b>Ácido láurico (±0.038)</b>
1	1.747	2.183
2	1.953	2.084
3	1.774	2.056
promedio	1.825	2.108

**Cuadro A.2.** Capacidad calorífica obtenida del material compuesto de cambio de fase eicosano con fosfato de zirconio a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 %, 1 %).

<b>Capacidad calorífica, Cp/(J/g °C)</b>				
<b>Medición</b>	<b>Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 0.1 % (±0.130)</b>	<b>Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 0.5 % (±0.095)</b>	<b>Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 0.8 % (±0.093)</b>	<b>Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 1 % (±0.078)</b>
1	1.625	1.623	1.694	1.827
2	2.063	1.778	1.925	2.028
3	1.936	1.951	2.006	1.771
promedio	1.875	1.784	1.875	1.875

**Cuadro A.3.** Capacidad calorífica obtenida del material compuesto de cambio de fase ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 %, 1 %).

<b>Capacidad calorífica, Cp/(J/g °C)</b>				
<b>Medición</b>	<b>Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 0.1 % (±0.046)</b>	<b>Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 0.5 % (±0.075)</b>	<b>Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 0.8 % (±0.028)</b>	<b>Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 1 % (±0.071)</b>
1	2.099	2.057	2.143	2.049
2	2.056	1.984	2.185	2.290

**Continuación Cuadro A.3.**

3	2.212	2.235	2.090	2.211
promedio	2.099	2.057	2.143	2.049

**Cuadro A.4.** Capacidad calorífica obtenida del material compuesto de cambio de fase eicosano con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 %, 1 %).

Medición	Capacidad calorífica, $C_p$ /(J/g °C)			
	Eicosano con Zeolita A/OTS 0.1 % ( $\pm 0.033$ )	Eicosano con Zeolita A/OTS 0.5 % ( $\pm 0.011$ )	Eicosano con Zeolita A/OTS 0.8 % ( $\pm 0.069$ )	Eicosano con Zeolita A/OTS 1 % ( $\pm 0.071$ )
1	1.828	1.656	1.752	1.781
2	1.826	2.014	1.825	1.985
3	1.926	1.921	1.987	1.763
promedio	1.860	1.863	1.855	1.843

**Cuadro A.5.** Capacidad calorífica obtenida del material compuesto de cambio de fase ácido láurico con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 %, 1 %).

Medición	Capacidad calorífica, $C_p$ /(J/g °C)			
	Ácido láurico con Zeolita A/OTS 0.1 % ( $\pm 0.075$ )	Ácido láurico con Zeolita A/OTS 0.5 % ( $\pm 0.035$ )	Ácido láurico con Zeolita A/OTS 0.8 % ( $\pm 0.020$ )	Ácido láurico con Zeolita A/OTS 1 % ( $\pm 0.100$ )
1	2.294	2.292	2.068	2.360
2	2.037	2.175	2.066	2.020
3	2.128	2.204	2.008	2.137
promedio	2.108	2.224	2.047	2.172

**Cuadro A.6** Capacidad calorífica obtenida del material compuesto de cambio de fase ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % y eicosano con zeolita A/OTS al 1 %.

Muestra	Medición	Capacidad calorífica, $C_p$ /(J/g °C)	
		Eicosano con zeolita A/OTS 1 %	Ácido láurico con zeolita A/OTS 1 %
1	1	1.943	2.135
	2	1.921	2.294
	3	2.041	2.313
	promedio	1.968 ( $\pm 0.037$ )	2.247 ( $\pm 0.056$ )
2	1	2.101	2.220
	2	2.106	2.316
	3	1.977	2.280
	promedio	2.061 ( $\pm 0.042$ )	2.272 ( $\pm 0.028$ )

**Cuadro A.7.** Capacidad calorífica promedio obtenida y su porcentaje error del ácido láurico y eicosano.

	Capacidad calorífica promedio, $C_p$ /(J/g °C)	Porcentaje de error, $e$ / (%)
<b>Eicosano</b>	1.825 ( $\pm 0.038$ )	5.446
<b>Ácido láurico</b>	2.108 ( $\pm 0.065$ )	4.025

**Cuadro A.8.** Entalpía de fusión para el eicosano, eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano con zeolita A/OTS al 1 % para los 4 ciclos de calentamiento.

Ciclo/(Adim)	Entalpía de fusión, $H_f$ (J/g)		
	Eicosano	Eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 %	Eicosano con zeolita A/OTS al 1 %
1	247	240.4	238.5
2	243.7	235.7	233.1
3	242.2	232.7	230.5
4	240	230.2	228

**Cuadro A.9.** Temperatura de fusión para el eicosano, eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano con zeolita A/OTS al 1 % para los 4 ciclos de calentamiento.

Ciclo/(Adim)	Temperatura de fusión, $T_F$ (°C)		
	Eicosano	Eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 %	Eicosano con zeolita A/OTS al 1 %
1	39.61	38.59	39.74
2	39.61	38.95	39.26
3	39.72	39.05	39.29
4	39.75	38.75	39.19

**Cuadro A.10.** Entalpía de solidificación para el eicosano, eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano con zeolita A/OTS al 1 % para los 3 ciclos de enfriamiento.

Ciclo/(Adim)	Entalpía de solidificación, $H_d$ (J/g)		
	Eicosano	Eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 %	Eicosano con zeolita A/OTS al 1 %
1	238.7	232.4	229.8
2	238.4	229.7	227.5
3	237.5	227.1	224.5

**Cuadro A.11.** Temperatura de solidificación para el eicosano, eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 % y eicosano con zeolita A/OTS al 1 % para los 3 ciclos de enfriamiento.

Ciclo/(Adim)	Temperatura de solidificación, $T_d$ (°C)		
	Eicosano	Eicosano con fosfato de zirconio/OTS al 1 %	Eicosano con zeolita A/OTS al 1 %
1	34.95	35.81	35.19

**Continuación Cuadro A.11**

2	35.33	35.63	35.21
3	35.28	36.01	35.09

**Cuadro A.12.** Entalpía de fusión para el ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % , ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % para los 4 ciclos de calentamiento.

Ciclo/(Adim)	Entalpía de fusión, $H_f$ (J/g)		
	Ácido láurico	Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 %	Ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %
1	180.9	181	174.3
2	173	171.2	163.3
3	171.4	167.1	158.9
4	169.9	162.4	154.5

**Cuadro A.13.** Temperatura de fusión para el ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % , ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % para los 4 ciclos de calentamiento.

Ciclo/(Adim)	Temperatura de fusión, $T_f$ (J/g)		
	Ácido láurico	Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 %	Ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %
1	45.98	45.87	46.81
2	46.5	45.29	46.1
3	46.47	45.19	46.21
4	46.44	45.07	46.13

**Cuadro A.14.** Entalpía de solidificación para el ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % , ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % para los 3 ciclos de enfriamiento.

Ciclo/(Adim)	Entalpía de solidificación, $H_d$ (J/g)		
	Ácido láurico	Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 %	Ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %
1	178.8	177.3	168.5
2	177.1	172.4	163.9
3	174.7	167.8	159.5

**Cuadro A.15** Temperatura de solidificación para el ácido láurico, ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 % , ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 % para los 3 ciclos de enfriamiento.

Ciclo/(Adim)	Temperatura de solidificación, $T_c$ (J/g)		
	Ácido láurico	Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS al 1 %	Ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %
1	40.5	41.36	39.67
2	40.58	41.45	39.23
3	40.67	41.29	39.24

**Cuadro A.16.** Tamaño de cristalito para cada pico analizado del difractograma y promedio para la zeolita A.

Pico	Tamaño cristalito, $t$ (nm)
1	1.259
2	1.304
3	1.245
4	1.312
5	1.254
promedio	1.275

**Cuadro A.17.** Tamaño de cristalito para cada pico analizado del difractograma y promedio para la zeolita A/OTS.

Pico	Tamaño cristalito, $t$ (nm)
1	1.433
2	1.402
3	1.372
4	1.361
5	1.421
promedio	1.398

**Cuadro A.18.** Tamaño de cristalito para cada pico analizado del difractograma y promedio para el fosfato de zirconio.

<b>Pico</b>	<b>Tamaño cristalito, <math>t</math>/(nm)</b>
1	1.287
2	1.256
3	1.204
4	1.356
promedio	1.277

**Cuadro A.19.** Tamaño de cristalito para cada pico analizado del difractograma y promedio para el fosfato de zirconio/OTS.

<b>Pico</b>	<b>Tamaño cristalito, <math>t</math>/(nm)</b>
1	1.276
2	1.238
3	1.214
4	1.267
promedio	1.248





## Apéndice B

**Cuadro B.1.** Masa del portamuestra, tapa y muestra para los fosfato de zirconio, fosfato de zirconio hidrófobo, zeolita A y zeolita A/OTS para el análisis de DSC.

Muestra	Masa portamuestra y tapa, $m_{pt}$ /(mg)	Masa muestra, $m_m$ /(mg)
Fosfato de zirconio	25.9	11.9
Fosfato de zirconio/OTS	25.8	11.8
Zeolita A	25.3	8.4
Zeolita A/OTS	25.2	8.5

**Cuadro B.2.** Masa de la muestra utilizada para el análisis termogravimétrico por medio del equipo TGA de los fosfato de zirconio, fosfato de zirconio/OTS, zeolita A, zeolita A/OTS.

Muestra	Masa muestra, $m_m$ /(mg)
Fosfato de zirconio	13.592
Fosfato de zirconio/OTS	9.891
Zeolita A	7.973
Zeolita A/OTS	7.016

**Cuadro B.3.** Masa de fosfato de zirconio/ OTS utilizada para la elaboración de las diferentes combinaciones del material compuesto de cambio de fase con eicosano.

Porcentaje másico de Fosfato de zirconio/OTS, $w_{ZrP/OTS}$ (%)	Masa, $m$ /(mg)
0.1	1.1
0.5	5.8
0.8	9.4
1	11.7

**Cuadro B.4.** Masa de fosfato de zirconio/OTS utilizada para la elaboración de las diferentes combinaciones del material compuesto de cambio de fase con ácido láurico.

Porcentaje másico de Fosfato de zirconio/OTS, $w_{ZrP/OTS}$ (%)	Masa, $m$ /(mg)
0.1	1.2

**Continuación Cuadro B.4.**

0.5	6.8
0.8	10.5
1	13.1

**Cuadro B.5.** Masa de zeolita A/OTS utilizada para la elaboración de las diferentes combinaciones del material compuesto de cambio de fase con eicosano.

Porcentaje másico de zeolita A/OTS, $w_{Ze/OTS} / (\%)$	Masa, $m/(mg)$
0.1	1.1
0.5	6.2
0.8	9.4
1	11.9

**Cuadro B.6** Masa de zeolita A/OTS utilizada para la elaboración de las diferentes combinaciones del material compuesto de cambio de fase con ácido láurico.

Porcentaje másico de zeolita/OTS, $w_{Ze/OTS} / (\%)$	Masa, $m/(mg)$
0.1	1.2
0.5	6.6
0.8	10.7
1	13.3

**Cuadro B.7.** Masa del portamuestra, tapa y muestra de zafiro y referencia para la determinación de la línea base y zafiro para la medición de capacidad calorífica.

Masa portamuestra y tapa de referencia/(mg)	Masa portamuestra y tapa, $m_{ptst} / (mg)$	Masa zafiro, $m_z / (mg)$
25.7	25.8	25.9

**Cuadro B.8.** Flujo de calor obtenido a 25 °C para la línea base y zafiro para la determinación de la capacidad calorífica.

	<b>Línea base</b>	<b>Zafiro</b>
<b>Flujo de calor, <math>hfl</math>(mW)</b>	-0.6738	-6.866

**Cuadro B.9.** Masa del portamuestra, tapa y muestra para la primera medición de capacidad calorífica.

<b>Muestra</b>	<b>Masa portamuestra y tapa, <math>m_{pt}</math>/(mg)</b>	<b>Masa muestra, <math>m_m</math>/(mg)</b>
Eicosano con zeolita A/OTS 0.5 %	25.6	8.5
Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 1%	25.8	8.5
Eicosano con zeolita A/OTS 0.1 %	25.7	8.3
Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 1%	25.8	8.4
Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 0.8 %	25.9	8.5
Ácido láurico con zeolita A/OTS 0.1 %	25.7	8.5
Eicosano con zeolita/OTS 0.8 %	25.8	8.3
Eicosano con zeolita A/OTS 1 %	26.0	8.7
Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 0.1 %	25.6	8.6
Ácido láurico con zeolita A/OTS 1 %	25.8	8.2
Ácido láurico con zeolita A/OTS 0.8 %	25.7	8.5
Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 0.1 %	25.9	8.6

**Continuación Cuadro B.9.**

Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 0.5 %	25.8	8.5
Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 0.8 %	25.6	8.6
Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 0.5 %	25.8	8.2
Eicosano	25.7	8.5
Ácido láurico	25.9	9.8
Ácido láurico con zeolita A/OTS 0.5 %	25.9	8.1

**Cuadro B.10.** Masa del portamuestra, tapa con muestra para la segunda medición de capacidad calorífica.

<b>Muestra</b>	<b>Masa portamuestra con tapa, <math>m_{pt}</math> / (mg)</b>	<b>Masa muestra, <math>m_m</math> / (mg)</b>
Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 1 %	25.8	8.4
Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 0.5 %	25.6	8.2
Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 1 %	25.8	8.5
Eicosano con zeolita A/OTS 0.8 %	25.7	8.4
Ácido láurico con zeolita A/OTS 1 %	25.8	8.1
Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 0.5 %	25.9	8.2
Ácido láurico con zeolita A/OTS 0.1 %	25.6	8.1
Eicosano con zeolita A/OTS 1 %	25.6	8.5
Ácido láurico	25.6	10.3

**Continuación Cuadro B.10**

Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 1 %	25.8	8.2
Eicosano con fosfato de zirconio/OTS o 0.1 %	25.5	8.3
Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 0.8 %	25.8	8.2
Ácido láurico con zeolita A/OTS 0.8 %	25.9	8.4
Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 0.1 %	25.9	8.1
Eicosano	25.6	8.3
Eicosano con zeolita A/OTS 0.5 %	25.6	8.3
Ácido láurico con zeolita A/OTS 0.5 %	25.7	8.4
Eicosano con zeolita A/OTS 0.5 %	25.8	10.2

**Cuadro B.11.** Masa del portamuestra, tapa y muestra para la tercera medición de capacidad calorífica.

<b>Muestra</b>	<b>Masa portamuestra y tapa, <math>m_{pt}</math> /(mg)</b>	<b>Masa muestra, <math>m_m</math> /(mg)</b>
Eicosano con zeolita A/OTS 0.8 %	25.6	8.6
Eicosano con zeolita A/OTS 0.1 %	25.6	8.5
Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 0.8 %	25.7	8.3
Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 0.1 %	25.6	8.6
Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 0.8 %	25.7	8.6

**Continuación Cuadro B.11**

Eicosano con zeolita A/OTS 1 %	26.0	8.4
Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 1 %	25.8	8.4
Eicosano con zeolita A/OTS 0.1 %	25.5	8.7
Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 0.5 %	25.8	8.4
Ácido láurico con zeolita A/OTS 1 %	25.9	8.5
Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 1 %	25.8	8.3
Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 0.1 %	25.6	8.7
Ácido láurico con zeolita A/OTS 0.8 %	25.6	8.5
Ácido láurico. con zeolita A/OTS 0.5 %	25.7	8.7
Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 0.5 %	25.9	8.6
Eicosano	25.8	10.8
Ácido láurico	25.7	10.8
Eicosano con zeolita A/OTS 0.5 %	25.7	8.7

**Cuadro B.12.** Masa del portamuestra, tapa y muestra para la validación del método para la determinación de la capacidad calorífica para la material de cambio de fase compuesto Eicosano con zeolita A/OTS al 1 %.

Muestra	Medición	Masa portamuestra y tapa $l$ (mg)	Masa muestra, $m_m$ (mg)
1	1	25.7	8.5
	2	25.8	8.3
	3	25.5	8.5

**Continuación Cuadro B.12.**

2	1	25.8	8.5
	2	25.7	8.7
	3	25.4	8.5

**Cuadro B.13.** Masa del portamuestra, tapa y muestra para la validación del método para la determinación de la capacidad calorífica para el material compuesto de cambio de fase Ácido láurico con zeolita A/OTS al 1 %.

Muestra	Medición	Masa portamuestra y tapa $l$ (mg)	Masa muestra, $m_m$ (mg)
1	1	25.8	8.5
	2	25.9	8.5
	3	25.6	8.5
2	1	25.9	8.4
	2	25.8	8.5
	3	25.9	8.6

**Cuadro B.14.** Flujo de calor obtenido de la medición de capacidad calorífica a 25 °C para los compuestos de cambio de base de eicosano con fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).

Medición	Flujo de calor, $hfl$ (mW)			
	Eicosano con fosfato de zirconio/OTS	Eicosano con fosfato de zirconio/OTS	Eicosano con fosfato de zirconio/OTS	Eicosano con fosfato de zirconio/OTS
	0.1 %	0.5 %	0.8 %	1 %
1	-5.251	-4.996	-4.783	-5.155
2	-5.668	-5.947	-5.16	-5.547
3	-5.33	-5.865	-5.733	-5.808

**Cuadro B.15.** Flujo de calor obtenido de la medición de capacidad calorífica a 25 °C para los compuestos de cambio de base ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).

Medición	Flujo de calor, <i>hfl</i> (mW)			
	Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS	Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS	Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS	Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS
	0.1 %	0.5 %	0.8 %	1 %
1	-6.241	-6.071	-6.3	-6.051
2	-5.82	-5.7	-6.202	-6.612
3	-6.544	-6.608	-6.219	-6.406

**Cuadro B.16.** Flujo de calor obtenido de la medición de capacidad calorífica a 25 °C para los compuestos de cambio de base eicosano con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).

Medición	Flujo de calor, <i>hfl</i> (mW)			
	Eicosano con zeolita A/OTS	Eicosano con zeolita A/OTS	Eicosano con zeolita A/OTS	Eicosano con zeolita A/OTS
	0.1 %	0.5 %	0.8 %	1 %
1	-5.35	-5.001	-5.164	-5.469
2	-5.338	-5.766	-5.399	-5.874
3	-5.832	-5.827	-5.94	-5.259

**Cuadro B.17.** Flujo de calor obtenido de la medición de capacidad calorífica a 25 °C para los compuestos de cambio de base eicosano con Zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).

Medición	Flujo de calor, <i>hfl</i> (mW)			
	Ácido láurico con zeolita A/OTS	Ácido láurico con zeolita A/OTS	Ácido láurico con zeolita A/OTS	Ácido láurico con zeolita A/OTS
	0.1 %	0.5 %)	0.8 %	1 %
1	-6.693	-6.407	-6.096	-6.648
2	-5.757	-6.31	-6.035	-5.725
3	-6.251	-6.593	-5.933	-6.283



**Cuadro B.18.** Flujo de calor obtenido de la medición de capacidad calorífica a 25 °C para el ácido láurico y eicosano.

Medición	Flujo de calor, $hfl$ (mW)	
	Ácido láurico	Eicosano
1	2.183	1.747
2	2.084	1.953
3	2.056	1.775

**Cuadro B.19.** Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base y la muestra a 25 °C para los compuestos de cambio de base eicosano con fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).

Medición	Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base y la muestra, $D_s$ (mW)			
	Eicosano con fosfato de zirconio/OTS	Eicosano con fosfato de zirconio/OTS	Eicosano con fosfato de zirconio/OTS	Eicosano con fosfato de zirconio/OTS
	0.1 %	0.5 %	0.8 %	1 %
1	4.322	4.109	4.481	4.737
2	5.273	4.486	4.873	5.320
3	5.191	5.059	5.134	4.537

**Cuadro B.20.** Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base y la muestra a 25 °C para los compuestos de cambio de base ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).

Medición	Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base y la muestra, $D_s$ (mW)			
	Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS	Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS	Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS	Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS
	0.1 %	0.5 %	0.8 %	1 %
1	5.567	5.397	5.626	5.377
2	5.146	5.026	5.528	5.938
3	5.870	5.934	5.545	5.732

**Cuadro B.21.** Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base y la muestra a 25 °C para los compuestos de cambio de base eicosano con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).

<b>Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base y la muestra, <math>D_s</math>(mW)</b>				
<b>Medición</b>	<b>Eicosano con zeolita A/OTS</b>	<b>Eicosano con zeolita A/OTS</b>	<b>Eicosano con zeolita A/OTS</b>	<b>Eicosano con zeolita A/OTS</b>
	<b>0.1 %</b>	<b>0.5 %</b>	<b>0.8 %</b>	<b>1 %</b>
1	4.676	4.327	4.490	4.795
2	4.664	5.092	4.725	5.200
3	5.158	5.153	5.266	4.585

**Cuadro B.22.** Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base y la muestra a 25 °C para los compuestos de cambio de base ácido láurico con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).

<b>Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base y la muestra, <math>D_s</math>(mW)</b>				
<b>Medición</b>	<b>Ácido láurico con zeolita A/OTS</b>	<b>Ácido láurico con zeolita A/OTS</b>	<b>Ácido láurico con zeolita A/OTS</b>	<b>Ácido láurico con zeolita A/OTS</b>
	<b>0.1 %</b>	<b>0.5 %</b>	<b>0.8 %</b>	<b>1 %</b>
1	6.019	5.733	5.422	5.974
2	5.083	5.636	5.361	5.051
3	5.577	5.919	5.259	5.609

**Cuadro B.23.** Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base y la muestra a 25 °C para eicosano y ácido láurico.

<b>Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base y la muestra, <math>D_s</math>(mW)</b>		
<b>Medición</b>	<b>Ácido láurico</b>	<b>Eicosano</b>
1	6.601	4.577

**Continuación Cuadro B.23.**

2	6.631	4.994
3	6.857	4.656

**Cuadro B.24.** Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro y la muestra a 25 °C para los compuestos de cambio de base eicosano y fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).

Medición	Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro y la muestra, $\Delta W$ (mg)			
	Eicosano con fosfato de zirconio/OTS	Eicosano con fosfato de zirconio/OTS	Eicosano con fosfato de zirconio/OTS	Eicosano con fosfato de zirconio/OTS
	0.1 %	0.5 %	0.8 %	1 %
1	0.1	0	-0.2	0
2	-0.3	-0.2	0	0
3	-0.2	0	-0.1	0

**Cuadro B.25.** Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro con la muestra a 25 °C para los compuestos de cambio de base ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).

Medición	Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro con la muestra, $\Delta W$ (mg)			
	Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS	Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS	Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS	Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS
	0.1 %	0.5 %	0.8 %	1 %
1	-0.2	0	0.1	0
2	0.1	0.1	-0.1	0
3	-0.2	0.1	-0.1	0

**Cuadro B.26.** Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro con la muestra a 25 °C para los compuestos de cambio de base eicosano con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).

<b>Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro con la muestra, <math>\Delta W</math>(mg)</b>				
<b>Medición</b>	<b>Eicosano con Zeolita A/OTS 0.1 %</b>	<b>Eicosano con Zeolita A/OTS 0.5 %</b>	<b>Eicosano con Zeolita A/OTS 0.8 %</b>	<b>Eicosano con Zeolita A/OTS 1 %</b>
1	-0.1	-0.2	0	0.2
2	-0.2	-0.1	-0.1	-0.2
3	-0.3	-0.1	-0.2	0.2

**Cuadro B.27.** Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro con la muestra a 25 °C para los compuestos de cambio de base Ácido láurico con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).

<b>Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro con la muestra, <math>\Delta W</math>(mg)</b>				
<b>Medición</b>	<b>Ácido láurico con Zeolita A/OTS 0.1 %</b>	<b>Ácido láurico con Zeolita A/OTS 0.5 %</b>	<b>Ácido láurico con Zeolita A/OTS 0.8 %</b>	<b>Ácido láurico con Zeolita A/OTS 1 %</b>
1	-0.1	0.1	-0.1	0
2	-0.2	-0.1	0.1	0
3	-0.2	-0.1	-0.2	0.1

**Cuadro B.28.** Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro con la muestra a 25 °C eicosano y ácido láurico.

<b>Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro con la muestra, <math>\Delta W</math>(mg)</b>		
<b>Medición</b>	<b>Ácido láurico</b>	<b>Eicosano</b>
1	0.1	-0.1
2	-0.2	-0.2
3	-0.1	0

**Cuadro B.29.** Sensibilidad calorimétrica a 25 °C para los compuestos de cambio de base eicosano con fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).

<b>Sensibilidad calorimétrica, <math>E/(adim)</math></b>				
<b>Medición</b>	<b>Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 0.1 % (<math>\pm 0.006</math>)</b>	<b>Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 0.5 % (<math>\pm 0.003</math>)</b>	<b>Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 0.8 % (<math>\pm 0.003</math>)</b>	<b>Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 1 % (<math>\pm 0.000</math>)</b>
1	1.085	1.085	1.070	1.080
2	1.065	1.070	1.080	1.080
3	1.070	1.080	1.075	1.080

**Cuadro B.30.** Sensibilidad calorimétrica a 25 °C para los compuestos de cambio de base ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).

<b>Sensibilidad calorimétrica, <math>E/(adim)</math></b>				
<b>Medición</b>	<b>Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 0.1 % (<math>\pm 0.005</math>)</b>	<b>Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 0.5 % (<math>\pm 0.002</math>)</b>	<b>Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 0.8 % (<math>\pm 0.003</math>)</b>	<b>Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 1 % (<math>\pm 0.000</math>)</b>
1	1.070	1.080	1.085	1.080
2	1.085	1.085	1.075	1.080
3	1.070	1.085	1.075	1.080

**Cuadro B.31.** Sensibilidad calorimétrica a 25 °C para los compuestos de cambio de base Eicosano con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % y 1 %).

<b>Sensibilidad calorimétrica, <math>E/(adim)</math></b>				
<b>Medición</b>	<b>Eicosano con zeolita/OTS A 0.1 % (<math>\pm 0.003</math>)</b>	<b>Eicosano con zeolita A/OTS 0.5 % (<math>\pm 0.002</math>)</b>	<b>Eicosano con zeolita A/OTS 0.8 % (<math>\pm 0.003</math>)</b>	<b>Eicosano con zeolita A/OTS 1 % (<math>\pm 0.007</math>)</b>
1	1.075	1.070	1.080	1.090
2	1.070	1.075	1.075	1.070
3	1.065	1.075	1.070	1.090

**Cuadro B.32.** Sensibilidad calorimétrica a 25 °C para los compuestos de cambio de base Ácido láurico con zeolita A/OTS a diferentes composiciones másicas (0.1 %, 0.5 %, 0.8 % con 1 %).

<b>Sensibilidad calorimétrica, <math>E/(adim)</math></b>				
<b>Medición</b>	<b>Ácido láurico con zeolita A/OTS 0.1 %</b>	<b>Ácido láurico con zeolita A/OTS 0.5 %</b>	<b>Ácido láurico con zeolita A/OTS 0.8 %</b>	<b>Ácido láurico con zeolita A/OTS 1 %</b>
	<b>(±0.002)</b>	<b>(±0.003)</b>	<b>(±0.004)</b>	<b>(±0.002)</b>
1	1.075	1.085	1.075	1.080
2	1.070	1.075	1.085	1.080
3	1.070	1.075	1.070	1.085

**Cuadro B.33.** Sensibilidad calorimétrica a 25 °C para ácido láurico con eicosano.

<b>Sensibilidad calorimétrica, <math>E/(adim)</math></b>		
<b>Medición</b>	<b>Ácido láurico</b>	<b>Eicosano</b>
	<b>(±0.004)</b>	<b>(±0.005)</b>
1	1.085	1.075
2	1.070	1.070
3	1.075	1.080

**Cuadro B.34.** Flujo de calor obtenido de la medición de capacidad calorífica a 25 °C para los compuestos de cambio de base de eicosano con zeolita A/OTS 1 % con ácido láurico con zeolita A/OTS 1 % para la validación del método.

<b>Flujo de calor, <math>hf/(mW)</math></b>			
<b>Muestra</b>	<b>Medición</b>	<b>Eicosano con zeolita A/OTS 1 %</b>	<b>Ácido con zeolita A/OTS 1 %</b>
1	1	-5.766	-6.277
	2	-5.595	-6.693
	3	-6.021	-6.741
2	1	-6.186	-6.432
	2	-6.328	-6.751
	3	-5.843	-6.727

**Cuadro B.35.** Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base con la muestra a 25 °C para eicosano con zeolita A/OTS 1 % con ácido láurico con zeolita A/OTS 1 % para la validación del método.

<b>Desplazamiento vertical entre la curva térmica de la línea base con la muestra, <math>Ds/(mW)</math></b>			
<b>Muestra</b>	<b>Medición</b>	<b>Eicosano con zeolita A/OTS 1 %</b>	<b>Ácido con zeolita A/OTS 1 %</b>
1	1	5.092	5.603
	2	4.921	6.019
	3	5.347	6.067
2	1	5.512	5.758
	2	5.654	6.077
	3	5.169	6.053

**Cuadro B.36.** Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro con la muestra a 25 °C para eicosano con zeolita A/OTS 1 % con ácido láurico con zeolita A/OTS 1 % para la validación del método.

<b>Diferencia entre la masa del portamuestras utilizado para el zafiro con la muestra, <math>\Delta W/(mg)</math></b>			
<b>Muestra</b>	<b>Medición</b>	<b>Eicosano con zeolita A/OTS 1 %</b>	<b>Ácido con zeolita A/OTS 1 %</b>
1	1	-0.1	0
	2	0	0.1
	3	-0.2	-0.2
2	1	0	0.1
	2	5.654	6.077
	3	5.169	6.053

**Cuadro B.37.** Sensibilidad calorimétrica a 25 °C para eicosano con zeolita A/OTS 1 % con ácido láurico con zeolita A/OTS 1 % para la validación del método.

<b>Sensibilidad calorimétrica, E/(adim)</b>			
<b>Muestra</b>	<b>Medición</b>	<b>Eicosano con zeolita A/OTS 1 %</b>	<b>Ácido con zeolita A/OTS 1 %</b>
1	1	1.075	1.080
	2	1.080	1.085
	3	1.070	1.070
	promedio	1.075 ( $\pm 0.003$ )	1.078 ( $\pm 0.004$ )
2	1	1.080	1.085
	2	1.075	1.080
	3	1.060	1.085
	promedio	1.072 ( $\pm 0.006$ )	1.083 ( $\pm 0.002$ )

**Cuadro B.38.** Masa del portamuestras, tapa con muestra para la caracterización térmica por medio de la calorimetría diferencial de barrido (DSC) de los materiales compuestos de cambio de fase al 1 %, eicosano con ácido láurico.

<b>Muestra</b>	<b>Masa portamuestra con tapa/(mg)</b>	<b>Masa muestra, <math>m_m</math>/(mg)</b>
Eicosano	25.7	8.3
Ácido láurico	25.6	10.8
Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 1 %	25.8	8.3
Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 1 %	25.8	8.4
Eicosano con zeolita A/OTS 1 %	25.8	8.5
Ácido láurico con zeolita A/OTS 1 %	25.8	8.5



**Cuadro B.39.** Masa del portamuestras, tapa con muestra para la caracterización térmica por medio de la calorimetría diferencial de barrido (DSC) de fosfato de zirconio, fosfato de zirconio/OTS, zeolita A, zeolita A/OTS.

Muestra	Masa portamuestra con tapa, m/(mg)	Masa muestra, $m_m$ /(mg)
fosfato de zirconio/	25.7	10.1
fosfato de zirconio/OTS	25.6	10.8
zeolita A	25.4	6.7
con zeolita A/OTS	25.8	10.2

**Cuadro B.40.** Masa de la muestra utilizada para el análisis termogravimétrico por medio del equipo TGA de los materiales compuestos de cambio de fase al 1 %, eicosano con ácido láurico.

Muestra	Masa muestra, $m_m$ /(mg)
Eicosano	11.076
Ácido láurico	12.650
Eicosano con fosfato de zirconio/OTS 1 %	9.062
Ácido láurico con fosfato de zirconio/OTS 1 %	8.975
Eicosano con zeolita A/OTS 1 %	9.899
Ácido láurico con zeolita A/OTS 1 %	9.938

**Cuadro B.41.** Ancho de la mitad de los picos, ángulo de bragg y coseno del ángulo de bragg obtenidos del difractograma para calcular el tamaño de cristalito para el fosfato de zirconio/OTS.

Pico	Ancho de la mitad de pico, $B/(\text{adim})$	Angulo de Bragg, $\Theta/(\text{adim})$	Coseno del ángulo de bragg, $\cos \Theta/(\text{adim})$
1	0.111	11.689	0.979
2	0.119	19.750	0.941
3	0.126	24.950	0.907
4	0.121	25.226	0.905

**Cuadro B.42.** Ancho de la mitad de los picos, ángulo de bragg y coseno del ángulo de bragg obtenidos del difractograma para calcular el tamaño de cristalito para el fosfato de zirconio.

Pico	Ancho de la mitad de pico, $B/(\text{adim})$	Angulo de Bragg, $\Theta/(\text{adim})$	Coseno del ángulo de bragg, $\cos \Theta/(\text{adim})$
1	0.110	11.689	0.979
2	0.117	19.790	0.941
3	0.127	24.950	0.907
4	0.113	25.226	0.905

**Cuadro B.43.** Ancho de la mitad de los picos, ángulo de bragg y coseno del ángulo de bragg obtenidos del difractograma para calcular el tamaño de cristalito para zeolita A.

Pico	Ancho de la mitad de pico, $B/(\text{adim})$	Angulo de Bragg, $\Theta/(\text{adim})$	Coseno del ángulo de bragg, $\cos \Theta/(\text{adim})$
1	0.111	7.186	0.992
2	0.108	10.153	0.984
3	0.114	12.438	0.976
4	0.110	16.089	0.960
5	0.119	21.642	0.929

**Cuadro B.44.** Ancho de la mitad de los picos, ángulo de bragg y coseno del ángulo de bragg obtenidos del difractograma para calcular el tamaño de cristalito para zeolita A/OTS.

Pico	Ancho de la mitad de pico, $B/(\text{adim})$	Angulo de Bragg, $\Theta/(\text{adim})$	Coseno del ángulo de bragg, $\cos \Theta/(\text{adim})$
1	0.0975	7.186	0.992
2	0.100	10.167	0.984
3	0.103	12.451	0.976
4	0.106	16.101	0.960
5	0.105	21.656	0.929

**Cuadro B.45.** Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de sensibilidad térmica para el material compuesto de cambio de fase eicosano y fosfato de zirconio/OTS.

Porcentaje de zeolita A/OTS, $w_{ZrP/OTS}$ (%)	Desviación estándar, $s$ (J/g °C)	Error estándar, $\bar{s}$ (J/ g°C)
0	0.005	0.003
0.1	0.010	0.006
0.5	0.006	0.003
0.8	0.005	0.003
1	0	0.

**Cuadro B.46.** Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de sensibilidad térmica para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS.

Porcentaje de zeolita A/OTS, $w_{ZrP/OTS}$ (%)	Desviación estándar, $s$ (J/g °C)	Error estándar, $\bar{s}$ (J/ g°C)
0	0.007	0.004
0.1	0.008	0.005
0.5	0.003	0.002
0.8	0.006	0.003
1	0.000	0.000

**Cuadro B.47.** Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de sensibilidad térmica para el material compuesto de cambio de fase eicosano y zeolita A/OTS.

Porcentaje de zeolita A/OTS, $w_{Ze/OTS}$ (%)	Desviación estándar, $s$ (J/g °C)	Error estándar, $\bar{s}$ (J/ g°C)
0	0.005	0.003
0.1	0.005	0.003
0.5	0.003	0.002
0.8	0.005	0.003
1	0.011	0.007

**Cuadro B.48.** Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de sensibilidad térmica para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y zeolita A/OTS.

Porcentaje de zeolita A/OTS, $w_{ze/OTS}$ (%)	Desviación estándar, $s$ /(J/g °C)	Error estándar, $\bar{s}$ /(J/ g°C)
0	0.00745	0.004
0.1	0.00282	0.002
0.5	0.00563	0.003
0.8	0.00745	0.004
1	0.00282	0.002

**Cuadro B.49.** Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de capacidad calorífica para el material compuesto de cambio de fase eicosano y fosfato de zirconio/OTS.

Porcentaje de fosfato de zirconio, $w_{zrp/OTS}$ (%)	Desviación estándar, $s$ /(J/g °C)	Error estándar, $\bar{s}$ /(J/ g°C)
0	0.112	0.065
0.1	0.225	0.130
0.5	0.164	0.095
0.8	0.162	0.093
1	0.135	0.078

**Cuadro B.50.** Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de capacidad calorífica para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y fosfato de zirconio/OTS.

Porcentaje de fosfato de zirconio, $w_{zrp/OTS}$ (%)	Desviación estándar, $s$ /(J/g °C)	Error estándar, $\bar{s}$ /(J/ g°C)
0	0.067	0.038
0.1	0.081	0.047
0.5	0.129	0.075
0.8	0.048	0.028
1	0.123	0.071

**Cuadro B.51.** Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de capacidad calorífica para el material compuesto de cambio de fase eicosano y zeolita A/OTS.

Porcentaje de zeolita A/OTS, $w_{Ze/OTS}$ (%)	Desviación estándar, $s$ (J/g °C)	Error estándar, $\bar{s}$ (J/ g°C)
0	0.112	0.065
0.1	0.057	0.033
0.5	0.186	0.107
0.8	0.120	0.069
1	0.124	0.071

**Cuadro B.52.** Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de capacidad calorífica para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y zeolita A/OTS.

Porcentaje de zeolita A/OTS, $w_{Ze/OTS}$ (%)	Desviación estándar, $s$ (J/g °C)	Error estándar, $\bar{s}$ (J/ g°C)
0	0.067	0.038
0.1	0.131	0.075
0.5	0.061	0.035
0.8	0.034	0.020
1	0.173	0.100

**Cuadro B.53.** Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de capacidad calorífica para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y zeolita A/OTS.

Porcentaje de zeolita A/OTS, $w_{Ze/OTS}$ (%)	Desviación estándar, $s$ (J/g °C)	Error estándar, $\bar{s}$ (J/ g°C)
0	0.067	0.038
0.1	0.131	0.075
0.5	0.061	0.035
0.8	0.034	0.020
1	0.173	0.100

**Cuadro B.54.** Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de la sensibilidad térmica para el material compuesto de cambio de fase eicosano y zeolita A/OTS en la validación del método.

Medición	Desviación estándar, $s/(J/g\ ^\circ C)$	Error estándar, $\bar{s}/(J/g\ ^\circ C)$
1	0.005	0.003
2	0.010	0.006

**Cuadro B.55.** Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de la sensibilidad térmica para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y zeolita A/OTS en la validación del método.

Medición	Desviación estándar, $s/(J/g\ ^\circ C)$	Error estándar, $\bar{s}/(J/g\ ^\circ C)$
1	0.007	0.004
2	0.003	0.002

**Cuadro B.56.** Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de la capacidad calorífica para el material compuesto de cambio de fase eicosano y zeolita A/OTS en la validación del método.

Medición	Desviación estándar, $s/(J/g\ ^\circ C)$	Error estándar, $\bar{s}/(J/g\ ^\circ C)$
1	0.064	0.037
2	0.073	0.042

**Cuadro B.57.** Desviación y error estándar obtenidos para las mediciones de la capacidad calorífica para el material compuesto de cambio de fase ácido láurico y zeolita A/OTS en la validación del método.

Medición	Desviación estándar, $s/(J/g\ ^\circ C)$	Error estándar, $\bar{s}/(J/g\ ^\circ C)$
1	0.097	0.056
2	0.049	0.028

## Apéndice C: Muestra de cálculo

### C.1. Cálculo del desplazamiento vertical entre la curva térmica de la muestra y del zafiro.

Para el cálculo del desplazamiento vertical entre la curva térmica de la muestra y del zafiro se utiliza la siguiente ecuación:

$$D_{st} = hf_b - hf_z \quad (C.1)$$

Utilizando los datos del Cuadro B.8 fila 2 columnas 2 y 3

$$D_{st} = -0.6738 \text{ mW} - (6.866) \text{ mW}$$

$$D_{st} = 6.192 \text{ mW}$$

### C.2. Cálculo del desplazamiento vertical entre la curva térmica de la muestra y la línea base.

Para el cálculo del desplazamiento vertical entre la curva térmica de la muestra y la línea base se utiliza la siguiente ecuación:

$$D_s = hf_b - hf_m \quad (C.2)$$

Utilizando los datos del Cuadro B.8 fila 2 columnas 2 y Cuadro B.14 fila 2 columna 2, se obtiene el dato tabulado en el Cuadro B.19 en la fila 2 y columna 2.

$$D_s = -0.6738 \text{ mW} - (-5.251 \text{ mW})$$

$$D_s = 4.322 \text{ mW}$$

### C.3. Cálculo de la diferencia de masa entre la masa del portamuestras y tapa utilizado para la muestra el utilizado para el zafiro.

Para el cálculo del de la diferencia de masa entre la masa del portamuestras y tapa utilizados para la muestra y el utilizado con el zafiro se utiliza la siguiente ecuación:

$$\Delta W = m_{pz} - m_{pm} \quad (C.3)$$

Utilizando los datos B.7 fila 2 y columna 2 y el Cuadro B.9 fila 2 y columna 2, se obtiene el dato tabulado en el Cuadro B.26 fila 2 columna 3.

$$\Delta W = 25.6 \text{ mg} - 25.8 \text{ mg}$$

$$\Delta W = -0.2 \text{ mg}$$

#### C.4. Cálculo de la sensibilidad calorimétrica a 25 °C en la determinación de la capacidad calorífica.

Para el cálculo de la sensibilidad calorimétrica a 25 °C se utiliza la siguiente ecuación:

$$E = \left[ \frac{b}{60 D_{st}} \right] [m_{st} * Cp_{st} + \Delta W * Cp_c] \quad (C.4)$$

Utilizando la tasa de calentamiento (b) de 20 °C/min, la capacidad calorífica del material estándar a 25 °C (Zafiro) ( $Cp_{st}=0.77448 \text{ J/g } ^\circ\text{C}$ ) (TA Instruments), la capacidad calorífica del material del portamuestras (aluminio) ( $Cp_c=0.906 \text{ J/ g } ^\circ\text{C}$ ) (Design Institute for Physical Properties , 2017), el Cuadro B.7 fila 2, columna 3, el valor de  $D_{st}$  de 6.192 mW, en Cuadro B.24 fila 2, columna 2 y Cuadro , se obtiene el dato tabulado en el Cuadro B.2. fila 2, columna 2.

$$E = \left[ \frac{20 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}}{60 * 6.1922 \text{ mW}} \right] [25.9 \text{ mg} * 0.77448 \frac{\text{J}}{\text{g}^\circ\text{C}} + 0.1 \text{ mg} * 0.901 \frac{\text{J}}{\text{g}^\circ\text{C}})]$$

$$E = 1.085$$

#### C.5. Cálculo de la capacidad calorífica.

Para el cálculo de la capacidad calorífica se utilizó la siguiente ecuación:

$$Cp = \frac{60 * E * D_s}{m_s * b} - \frac{\Delta W * Cp_c}{m_s} \quad (C.5)$$

Utilizando la tasa de calentamiento (b) de 20 °C/min, los datos del Cuadro B.9 fila 2, columna 2, Cuadro B.21, fila 2, columna 3, Cuadro B.26 fila 2, columna 3 y el Cuadro B.31.fila 2, columna 3, se obtiene el dato tabulado en el Cuadro A.4 fila 2, columna 3.

$$Cp = \frac{60 * 1.070 * 4.327 \text{ mW}}{25.6 \text{ mg} * 20 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}} - \frac{-0.2 \text{ mg} * 0.906 \frac{\text{J}}{\text{g}^\circ\text{C}}}{25.6 \text{ mg}}$$

$$Cp = 1.656 \frac{\text{J}}{\text{g}^\circ\text{C}}$$



### C.6. Cálculo del porcentaje de error.

Para calcular el porcentaje de error se utilizó la siguiente ecuación:

$$e = \frac{|valor\ teórico - valor\ experimental|}{valor\ teórico} \quad (C.6)$$

Utilizando la capacidad calorífica teórica del eicosano ( $C_p = 1.930 \text{ J/g } ^\circ\text{C}$  (Totten, Westbrook, & Shah, 2003)) y el dato del Cuadro A.6 fila 2, columna 2, se obtiene el dato tabulado en el Cuadro A.6 fila 2, columna 3.

$$e = \frac{|1.930 \frac{\text{J}}{\text{g}^\circ\text{C}} - 1.825 \frac{\text{J}}{\text{g}^\circ\text{C}}|}{1.930 \frac{\text{J}}{\text{g}^\circ\text{C}}} * 100$$

$$e = 5.446 \%$$

### C.7. Cálculo de ANOVA

Se utilizaron las siguientes hipótesis para análisis de varianza de un solo factor.

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k \quad (C.7)$$

$$H_A: \mu_1 \neq \mu_2 \neq \dots \neq \mu_k \quad (C.8)$$

Para calcular la suma de cuadrados del tratamiento se utilizó la siguiente ecuación:

$$SC_{TRAT} = \sum_{i=1}^k \frac{Y_{i.}^2}{n_i} - \frac{Y_{..}^2}{N} \quad (C.9)$$

El número de datos en cada tratamiento ( $n$ ) es 3 y el número total de datos ( $N$ ) es 12, se determinó el total por tratamiento ( $Y_{i.}$ ) y la suma de los datos ( $Y_{..}$ ) con los datos del Cuadro A.2. El resultado se encuentra tabulado en Cuadro 8.3 fila 2 columna 2.

$$SC_{TRAT} = \sum_{i=1}^k \frac{(5.624^2 + 5.353^2 + 5.625^2 + 5.625^2)}{3} - \frac{22.2^2}{12}$$

$$SC_{TRAT} = 0.018$$

Para calcular la suma de cuadrados total se utilizó la siguiente ecuación:

$$SC_T = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_j} Y_{ij}^2 - \frac{Y_{..}^2}{N} \quad (C.10)$$

El número total de datos (N) es 12, se determinó la suma de cuadrados de todos los datos ( $Y_{ij}^2$ ) con los datos del Cuadro A.2, se utilizó el dato obtenido anteriormente de la suma de datos. El resultado se encuentra tabulado en Cuadro 8.3 fila 4 columna 2.

$$SC_T = 41.432 - \frac{22.2^2}{12}$$

$$SC_T = 0.263$$

Para calcular la suma de cuadrados del error se utilizó la siguiente ecuación:

$$SC_E = SC_T - SC_{TRAT} \quad (C.11)$$

Se utilizó los dos valores determinados anteriormente, el resultado se encuentra tabulado en el Cuadro 8.3 fila 3 columna 2.

$$SC_E = 0.263 - 0.018$$

$$SC_E = 0.244$$

Para calcular los grados de libertad del tratamiento se utilizó la siguiente ecuación:

$$GL_{TRAT} = k - 1 \quad (C.12)$$

Se utilizó 4 niveles diferentes ( $k$ ) y el dato se encuentra tabulado en el Cuadro 8.3 fila 2 columna 3.

$$GL_{TRAT} = 4 - 1$$

$$GL_{TRAT} = 3$$

Para calcular los grados de libertad del error se utilizó la siguiente ecuación:

$$GL_E = N - k \quad (C.13)$$

El número total de datos ( $N$ ) son 12 y el total de niveles utilizados son ( $k$ ) son 4. El dato se encuentra tabulado en el Cuadro 8.3 fila 3 columna 3.

$$GL_E = 12 - 4$$

$$GL_E = 8$$

Para calcular los grados de libertad del total se utilizó la siguiente ecuación:

$$GL_T = N - 1 \tag{C.14}$$

El número total de muestras ( $N$ ) son 12 y el resultado se encuentra tabulado en el Cuadro 8.3 fila 4 columna 3.

$$GL_T = 12 - 1$$

$$GL_T = 11$$

Para calcular el cuadrado medio del tratamiento se utilizó la siguiente ecuación:

$$CM_{TRAT} = \frac{SC_{TRAT}}{k - 1} \tag{C.15}$$

Se utiliza el valor obtenido de suma de cuadrados para el tratamiento determinado anteriormente y el valor se encuentra tabulado en el Cuadro 8.3 fila 2 columna 4.

$$CM_{TRAT} = \frac{0.018}{4 - 1}$$

$$CM_{TRAT} = 0.006$$

Para calcular el cuadrado medio del error se utilizó la siguiente ecuación:

$$CM_E = \frac{SC_E}{N - k} \tag{C.16}$$

Se utiliza el valor obtenido anteriormente de suma de cuadrados para el error y el dato se encuentra tabulado en el Cuadro 8.3 fila 3 columna 4.

$$CM_E = \frac{0.244}{12 - 4}$$

$$CM_E = 0.031$$

Para calcular el valor F se utilizó la siguiente ecuación:

$$F = \frac{CM_{TRAT}}{CM_E} \quad (C.17)$$

Se utilizaron los valores determinados anteriormente de cuadrado medio para el error y tratamiento y el valor se encuentra tabulado en el Cuadro 8.3 fila 3 columna 5.

$$F = \frac{0.006}{0.031}$$

$$F = 0.202$$

Para calcular el tamaño del cristal se utilizó la siguiente ecuación:

$$T = \frac{K * \lambda}{B * \cos\theta} \quad (C.18)$$

Se utilizaron los datos del Cuadro B.41 fila 2 columnas 2 y 4. Se utilizó un factor de forma de 0.9 y una longitud de onda de rayos X de 0.154 nm, el resultado se encuentra tabulado en el Cuadro A.18 fila 2 columna 2.

$$T = \frac{0.9 * 0.154}{0.110 * 0.979}$$

$$T = 1.287$$

### C.8. Cálculo del valor promedio de la capacidad calorífica

Para determinar el valor promedio de la capacidad calorífica se utiliza la siguiente ecuación.

$$\overline{Cp} = \frac{\sum_{i=1}^3 Cp_i}{n} \quad (C.19)$$

Donde,

$\overline{Cp}$ : Capacidad calorífica promedio, J/g °C

$n$ : Número de repeticiones

Utilizando los datos del Cuadro A.2 fila 3,4 y 5, columna 2 y un número de repeticiones igual a 3 se obtiene el dato tabulado en el Cuadro A.2 columna 2 fila 6.

$$\bar{Cp} = \frac{1.625 \frac{J}{g^{\circ}C} + 2.063 \frac{J}{g^{\circ}C} + 1.936 \frac{J}{g^{\circ}C}}{3}$$

$$\bar{Cp} = 1.875 \frac{J}{g^{\circ}C}$$

### C.8. Cálculo de la desviación estándar.

Para determinar la desviación de las mediciones se utiliza la siguiente ecuación.

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (q_i - \bar{q})^2} \quad (C.20)$$

Donde,

s: Desviación estándar

$q_i$ : Resultado de la medición

$\bar{q}$ : Promedio de los resultados

Utilizando los valores en el Cuadro A.2 fila 3,4 y 5, columna 2 y un número de repeticiones igual a 3 se obtiene el resultado el tabulado en el Cuadro B.49 fila 3 columna 2.

$$s = \sqrt{\frac{1}{3-1} ((1.625 - 1.875)^2 + (2.063 - 1.875)^2 + (1.936 - 1.875)^2)}$$

$$s = 0.112 \frac{J}{g^{\circ}C}$$

### C.9. Cálculo del error estándar.

Para determinar la desviación de las mediciones se utiliza la siguiente ecuación.

$$\bar{s} = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (C.21)$$

Donde,

$\bar{s}$ : Error estándar

Utilizando los datos del Cuadro B.49 fila 3 y columna 2 se obtiene el resultado tabulado en el Cuadro B.49. fila 3 y columna 3.

$$\bar{s} = \frac{0.112 \frac{J}{g^{\circ}C}}{3}$$

$$\bar{s} = 0.065 \frac{J}{g^{\circ}C}$$

### C.10. Cálculo del calor absorbido por los materiales compuestos de cambio de fase

Para determinar el calor absorbido por los materiales compuestos de cambio de fase se utiliza la siguiente ecuación.

$$Q = \int_{T_1}^{T_F} mC_{p,s}(T)dT + m\Delta H_F \quad (9)$$

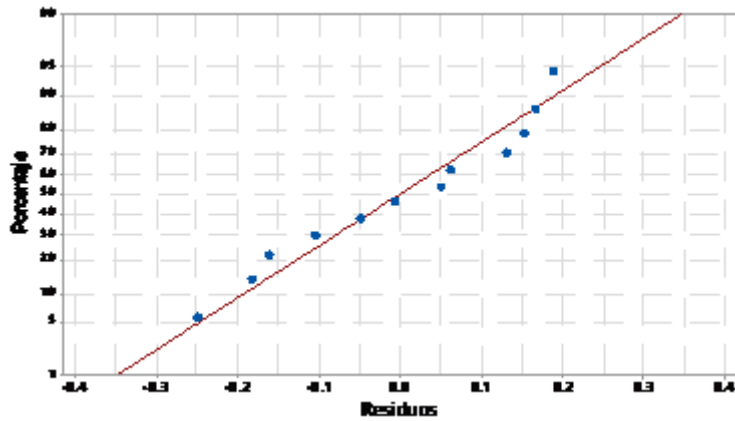
Utilizando los datos del Cuadro 9.1, fila 3 columnas 2, 3 y los del Cuadro A.2 fila 5, columna 2, una masa de 1 g, temperatura inicial de 25 °C. El resultado se encuentra tabulado en el Cuadro 9.3 fila 2 columna 3.

$$Q = \int_{20^{\circ}C}^{38.59^{\circ}C} 1 g * 1.875 \frac{J}{g^{\circ}C} dT + 1 g * 240.4 \frac{J}{g}$$

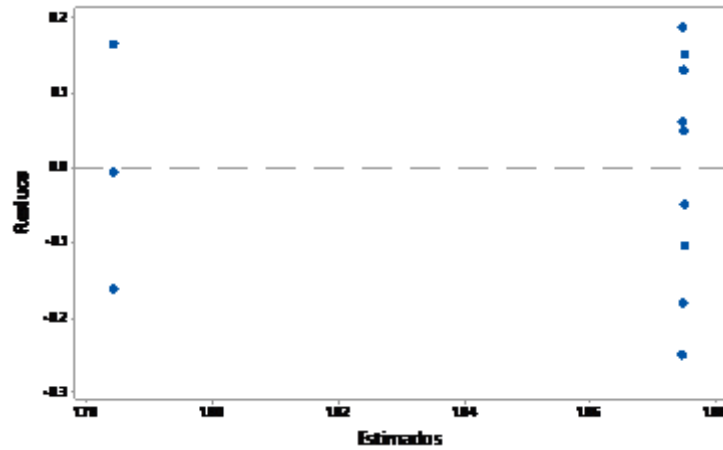
$$Q = 276.9 J$$

## Apéndice D: Análisis de residuos

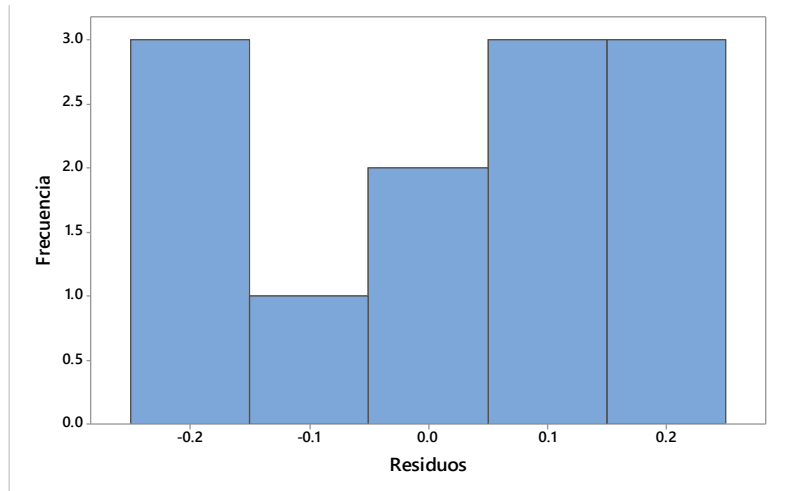
A)



B)

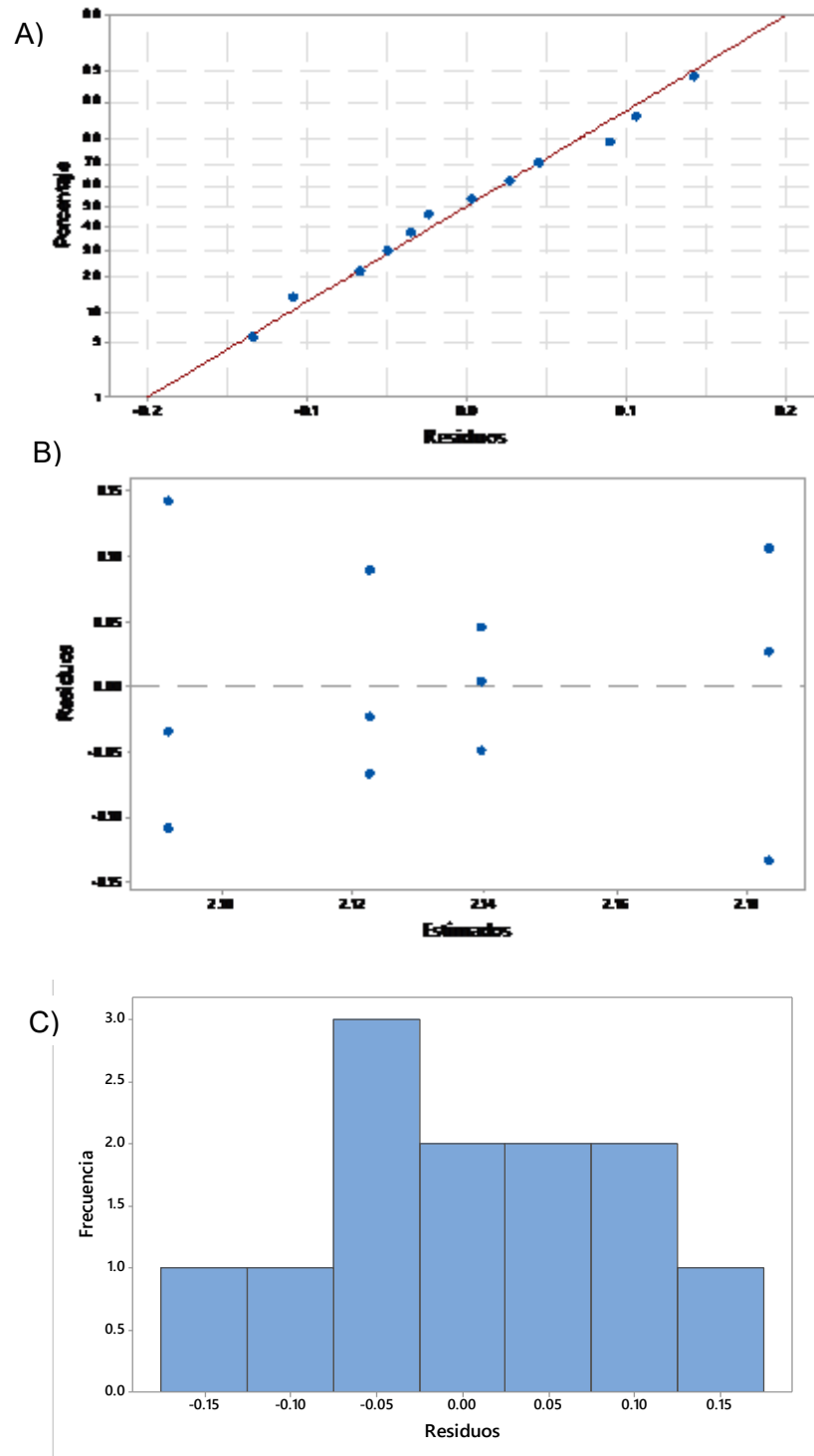


C)



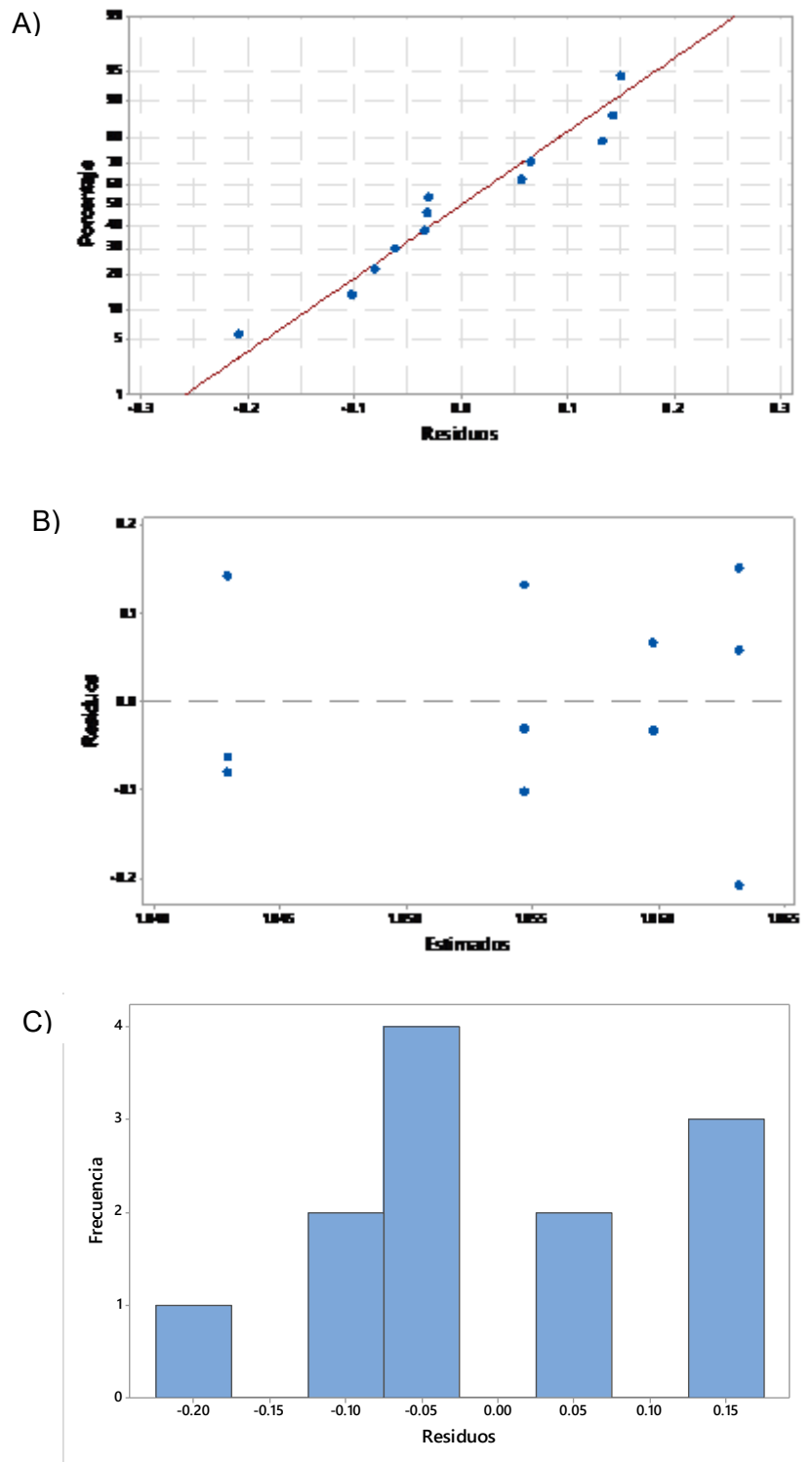
**Figura D.1.** Análisis de residuos del análisis de varianza de un solo factor en el análisis del efecto de la fracción másica de fosfato de zirconio/OTS en eicosano.

A) Análisis de normalidad. B) Residuos contra supuestos. C) Histograma.

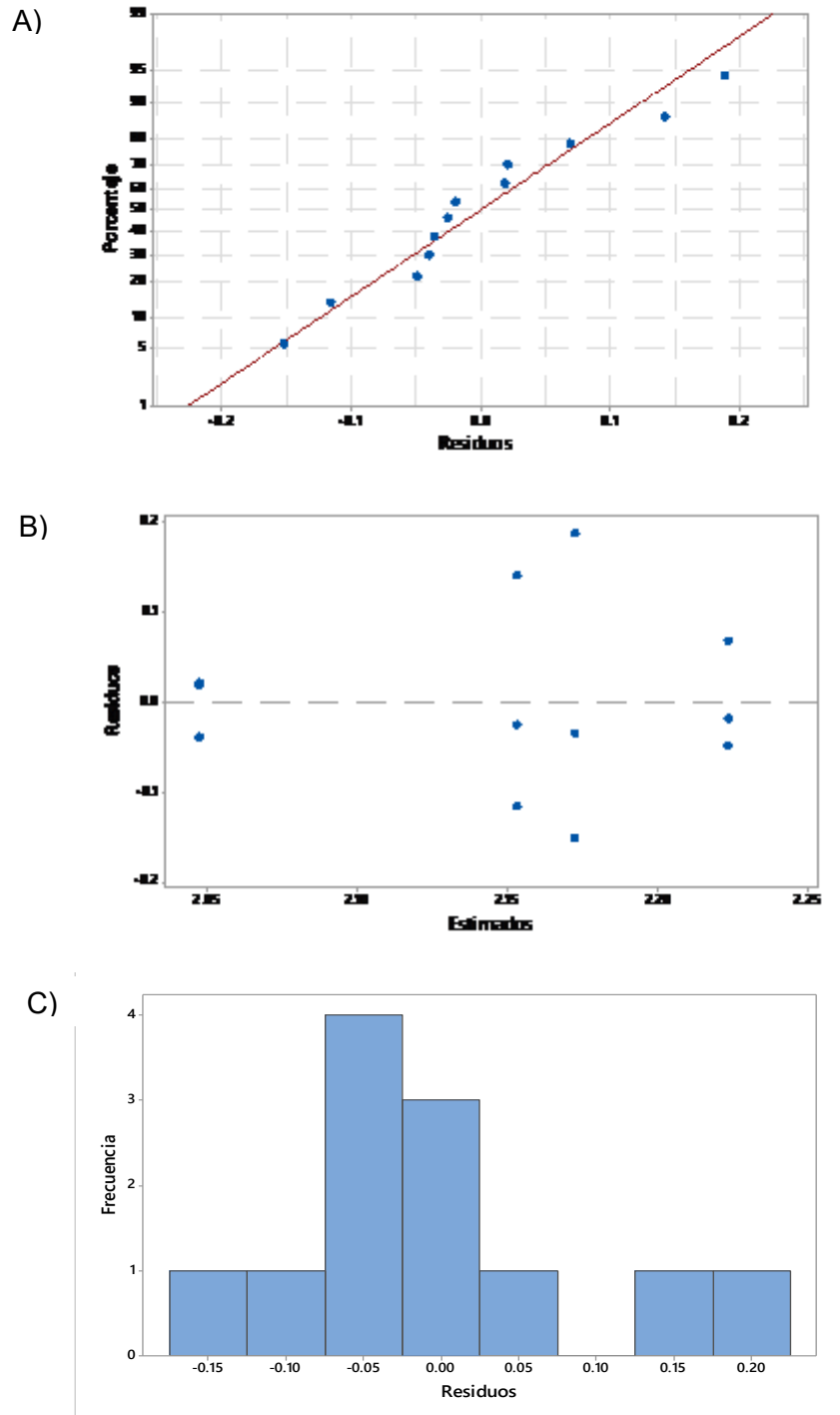


**Figura D.2.** Análisis de residuos del análisis de varianza de un solo factor en el análisis del efecto de la fracción másica de fosfato de zirconio/OTS en ácido láurico A) Análisis de normalidad. B) Residuos contra supuestos. C) Histograma.





**Figura D.3.** Análisis de residuos del análisis de varianza de un solo factor en el análisis del efecto de la fracción másica de zeolita A/OTS en eicosano A) Análisis de normalidad. B) Residuos contra supuestos. C) Histograma.



**Figura D.4.** Análisis de residuos del análisis de varianza de un solo factor en el análisis del efecto de la fracción másica de zeolita A/OTS en ácido láurico A) Análisis de normalidad. B) Residuos contra supuestos. C) Histograma.