



Universidad Autónoma de Querétaro

Facultad de Ingeniería

Doctorado en Ingeniería

Reforzamiento de recubrimientos poliméricos aislantes eléctricos con nanopartículas porosas de SiO_2 sintetizadas in-situ

Que como parte de los requisitos para obtener el Grado de
Doctor en Ingeniería

Presenta:

Aldo Córdoba Guerrero

Dirigido por:

Dra. Karen Esquivel Escalante

Dra. Karen Esquivel Escalante
Presidente

Dr. Rodrigo Rafael Velázquez Castillo
Secretario

Dr. Eric Mauricio Rivera Muñoz
Vocal

Dr. Juan Valerio Cauich Rodríguez
Suplente

Dr. Luis Aturo Godínez Mora Tovar
Suplente

Centro Universitario, Querétaro, Qro.
Fecha de aprobación por el Consejo Universitario (Agosto 2025)
México

La presente obra está bajo la licencia:
<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/deed.es>



CC BY-NC-ND 4.0 DEED

Atribución-NoComercial-SinDerivadas 4.0 Internacional

Usted es libre de:

Compartir — copiar y redistribuir el material en cualquier medio o formato

La licenciante no puede revocar estas libertades en tanto usted siga los términos de la licencia

Bajo los siguientes términos:



Atribución — Usted debe dar [crédito de manera adecuada](#), brindar un enlace a la licencia, e [indicar si se han realizado cambios](#). Puede hacerlo en cualquier forma razonable, pero no de forma tal que sugiera que usted o su uso tienen el apoyo de la licenciante.



NoComercial — Usted no puede hacer uso del material con [propósitos comerciales](#).



SinDerivadas — Si [remezcla, transforma o crea a partir](#) del material, no podrá distribuir el material modificado.

No hay restricciones adicionales — No puede aplicar términos legales ni [medidas tecnológicas](#) que restrinjan legalmente a otras a hacer cualquier uso permitido por la licencia.

Avisos:

No tiene que cumplir con la licencia para elementos del material en el dominio público o cuando su uso esté permitido por una [excepción o limitación](#) aplicable.

No se dan garantías. La licencia podría no darle todos los permisos que necesita para el uso que tenga previsto. Por ejemplo, otros derechos como [publicidad, privacidad, o derechos morales](#) pueden limitar la forma en que utilice el material.

DEDICATORIA

A Jessica, mi compañera de vida, con quien he compartido cada paso de este camino. Gracias por estar a mi lado en los momentos de alegría y también en los más difíciles, por tu paciencia, tu amor incondicional y tu fe constante en mí.

Este logro es también tuyo, porque sin tu apoyo, tu compañía y tu motivación diaria, este viaje no habría sido igual.

A mi familia, que ha sido mi raíz y guía. A mis padres, por su ejemplo de esfuerzo, honestidad y perseverancia, y por enseñarme desde pequeño que el trabajo duro y la dedicación son las bases para alcanzar cualquier meta.

A mis hermanos, por ser inspiración y motivo para superarme, con la esperanza de ser para ustedes un ejemplo de que con esfuerzo y dedicación todo se puede realizar.

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar, a mi pareja Jessica, con quien he compartido todo este proceso. Siempre ha estado a mi lado, brindándome su amor, apoyo incondicional, motivándome día a día a seguir esforzándome y creciendo tanto personal como profesionalmente. Gracias por acompañarme en cada paso, en los buenos y malos momentos, y por creer en mí incluso cuando yo mismo dudaba.

A mis padres y hermanos, por su amor, paciencia y enseñanzas. A mis padres, por exigirme desde pequeño que me esforzara al máximo en todo lo que hiciera y por darme la educación y los valores que me han permitido llegar hasta aquí. A mis hermanos, por ser una parte fundamental de mi vida y una constante motivación para ser un buen ejemplo para ellos.

A la Dra. Karen Esquivel, quien me ha acompañado a lo largo de todos estos años, desde la licenciatura hasta la culminación de este doctorado. Su dedicación, exigencia y ejemplo de esfuerzo constante han sido una inspiración para seguir adelante y dar siempre lo mejor de mí.

Al Dr. Juan, por recibirme durante un semestre en su laboratorio en el CICY Mérida y darme la oportunidad de colaborar en su grupo de investigación, experiencia que marcó un antes y un después en mi desarrollo profesional y que hasta hoy continúa generando frutos.

A todo mi sínodo y compañeros en el laboratorio, por ser una guía valiosa antes y durante el desarrollo de este proyecto, aportando observaciones y sugerencias que enriquecieron sustancialmente este trabajo.

A la SECIHTI, cuyo apoyo institucional fue clave para poder iniciar y finalizar mis estudios de posgrado, brindándome el respaldo económico que me permitió dedicarme plenamente a mis actividades académicas sin contratiempos financieros.

A la Universidad Autónoma de Querétaro, mi casa académica durante 15 años, desde el bachillerato hasta este doctorado. Gracias por formarme, influir profundamente en lo que soy hoy y permitirme conocer a grandes maestros, compañeros y amigos que han sido parte esencial de mi vida.

Asimismo, agradezco profundamente a quienes colaboraron en la caracterización y evaluación de los materiales de esta investigación:

- M. en C Manuel Aguilar Franco, del Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada (CFATA) de la UNAM, campus Juriquilla, por las micrográficas obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).
- Ma. Lourdes Palma Tirado, de la Unidad de Microscopía del Instituto de Neurobiología de la UNAM, campus Juriquilla, por el análisis de Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM).
- Dra. Patricia Quintana, Dr. Daniel Aguilar Treviño e Ing. William Cauich, del Laboratorio Nacional de Nano y Biomateriales del CINVESTAV-IPN, por los análisis de Difracción de Rayos X (XRD) y Espectroscopía de Fotoelectrones de Rayos X (XPS).
- Dr. Luis Escobar Alarcón, del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, por el análisis de superficie específica mediante la técnica BET.
- Dra. Fabiola A. Gutiérrez Mejía, del Centro de Investigación Aplicada de Yucatán y TecNM – Campus Mérida, por los análisis de Dispersión Dinámica de Luz (DLS).
- Mtra. Ileri Graciela Segura Gutiérrez, del Laboratorio de Nanotecnología de la Universidad Autónoma de Querétaro, campus Aeropuerto, por el análisis termogravimétrico (TGA).
- Q.I. Roxana Vargas Coronado, de la Unidad de Materiales en el Centro de Investigación Científica de Yucatán (CICY), por los estudios de espectroscopía Raman, FT-IR, análisis dinámico-mecánico (DMA) y ensayos mecánicos. Finalmente,
- Dr. Francis Avilés Cetina, del Centro de Investigación Científica de Yucatán (CICY), por las pruebas de conductividad eléctrica y resistividad.

ÍNDICE DE CONTENIDO

II. ANTECEDENTES	12
2.1. Polímeros siloxanos y refuerzo mecánico.....	12
2.2. Nanopartículas de silicio y porosidad.....	13
2.3. Nanocompósitos poliméricos.....	13
2.4. Síntesis sol-gel <i>in-situ</i>	15
2.5. Estado del arte.....	15
III. JUSTIFICACIÓN	17
IV. DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA	17
V. FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA	19
5.1. Clasificación de los polímeros.....	19
5.2. Proceso de Reticulación (entrecruzamiento).....	22
5.3. Elastómeros de silicio.....	25
5.4. Síntesis <i>in-situ</i> de nanocompósitos.....	27
5.5. Síntesis sol-gel de nanopartículas SiO ₂	29
5.6. Variables de síntesis en polímeros.....	32
5.7. Modificación de las propiedades mecánicas de nanocompósitos.....	34
5.7.a. Matriz polimérica.....	34
5.7.b. Disolventes.....	36
5.7.c. Reforzantes Nanoestructurados.....	36
VI. HIPÓTESIS	38
VII. OBJETIVOS	38
7.2. Objetivo General.....	38
7.3. Objetivos Específicos.....	38
VIII. METODOLOGÍA	39
8.1. Generalidades (Diseño de experimentos).....	39
8.2. Obtención de nanopartículas SiO ₂ por método sol-gel en medio ácido y básico.....	41
8.3. Caracterización de las propiedades fisicoquímicas de nanopartículas SiO ₂	43
8.4. Obtención de nanocompósitos PDMS-SiO ₂	45
8.5. Evaluación de propiedades mecánicas y químicas de los compositos PDMS-SiO ₂	47
8.5.a. Propiedades mecánicas de compositos PDMS-SiO ₂	47
8.5.b. Propiedades químicas de compositos PDMS-SiO ₂	49
8.6. Evaluación del comportamiento térmico, reticulación, conductividad y propiedades superficiales de los compósitos PDMS-SiO ₂	49
8.6.a. Propiedades térmicas.....	49
8.6.b. Rendimiento de reticulación.....	50
8.6.c. Conductividad eléctrica.....	51
8.6.d. Adhesión a superficies.....	52
8.6.e. Determinación de Hidrofobicidad por Ángulo de contacto.....	53
8.7. Estabilidad de propiedades fisicoquímicas de PDMS-SiO ₂	54
IX. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	55
9.1. Obtención de nanopartículas SiO ₂ por método sol-gel.....	55
9.2. Propiedades fisicoquímicas de las nanopartículas.....	56
9.2.a. Microscopía electrónica de transmisión.....	56
9.2.b. Microscopía electrónica de barrido (SEM).....	58

9.2.c. Difracción de rayos X (DRX)	62
9.2.d. Análisis de porosidad B.E.T.	63
9.2.e. Espectroscopía Raman y FT-IR	65
9.2.f. Espectroscopía Foelectrónica de Rayos X	68
9.2.g. Potencial Zeta y Dispersión dinámica de luz (DLS).....	71
9.2.h. Resumen de propiedades fisicoquímicas de NPs SiO ₂ -a y SiO ₂ -b.....	73
9.3. Desarrollo de nanocompuestos PDMS-SiO ₂	75
9.3.a. Determinación de tiempos de agitación	75
9.3.b. Síntesis de compósitos PDMS-%SiO ₂	80
9.4. Propiedades fisicoquímicas de los nanocompuestos	82
9.4.a. Espectroscopía Raman y FT-IR de compósitos	82
9.4.b. Espectroscopia fotoelectrónica de rayos-X (XPS)	91
9.5. Comportamiento mecánico de nanocompuestos	98
9.5.a. Ensayos de Tensión Mecánica	99
9.6. Evaluación de propiedades térmicas y superficiales de nanocompuestos	111
9.6.a. Comportamiento térmico (TGA y DMA).....	113
9.6.b. Rendimiento de reticulación	122
9.6.c. Hidrofobicidad superficial.....	124
9.6.d. Conductividad eléctrica.....	126
9.6.e. Adhesión a superficie.....	127
9.7. Estabilidad fisicoquímica de los compositos en intemperie	130
9.7.a. Estabilidad química	131
9.7.b. Estabilidad física y superficial	138
X. CONCLUSIONES	149
XI. PERSPECTIVAS	150
11.1 Perspectivas científicas	151
11.2 Perspectiva ambiental.....	152
XII. REFERENCIAS	153
XIII. ANEXOS	153

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Variables independientes y valores para el diseño de experimentos propuesto.	40
Tabla 2. Grupos de estudio del diseño de experimentos.....	40
Tabla 3. Medidas estándar del molde halterio tipo 5B.....	48
Tabla 4. Clasificación de la adhesión del recubrimiento para la prueba de rayado (D3359, 2017).....	53
Tabla 5. Parámetros B.E.T. de nanopartículas SiO ₂ sintetizadas por sol-gel en medio ácido (SiO ₂ -a) y alcalino (SiO ₂ -b).	63
Tabla 6. Especies químicas identificadas por XPS de las partículas SiO ₂ y resultados de proceso de convolución de orbitales Si2p y C1s.	69
Tabla 7. Resultados de potencial Z y tamaño de partícula de NPs SiO ₂ en etanol.	72
Tabla 8. Resumen de propiedades fisicoquímicas de NPs SiO ₂ -a y SiO ₂ -b.	74
Tabla 9. Modos vibracionales Raman para compositos PDMS-%SiO ₂ y variación en intensidades según el tipo y concentración de nanopartículas SiO ₂ (Hudson et al., 2018).	84
Tabla 10. Modos vibracionales de compósitos activos en FT-IR e intensidades relativas entre grupos de estudio PDMS-%SiO ₂ (J E Mark, 1999).	88
Tabla 11. Resultados XPS de especies químicas presentes en compósitos PDMS-%SiO ₂ y proceso de deconvolución para especies de Si y C.	95
Tabla 12. Valores de módulo elástico de compósitos PDMS-%SiO ₂ promedio y variación resultante de probetas.....	102
Tabla 13. Valores de deformación máxima promedio de compósitos PDMS-%SiO ₂ y variación resultante de probetas.	104
Tabla 14. Valores de deformación máxima promedio de compósitos PDMS-%SiO ₂ y variación resultante de probetas.	106
Tabla 15. Energía almacenada durante ensayo de tensión de compósitos PDMS-%SiO ₂ y variación resultante de probetas.	109
Tabla 16. Resultados de ensayos termogravimétricos de compósitos PDMS-%SiO ₂	115
Tabla 17. Resultados de análisis dinámico-mecánico para los compositos PDMS-%SiO ₂ seleccionados.	120
Tabla 18. Porcentaje de absorción, pérdida de peso y rendimiento de reticulación de los compósitos PDMS-%SiO ₂ a través de las pruebas gravimétricas.	123
Tabla 19. Resultados de ángulo de contacto en gota de agua en aire para compósitos PDMS-%SiO ₂	125
Tabla 20. Resultados de resistividad volumétrica para compósitos PDMS-%SiO ₂	127
Tabla 21. Clasificación de los compósitos en ensayos de adherencia a superficies con base en la norma ASTM D3359.....	129
Tabla 22. Modos vibracionales de compósitos activos en FTIR e intensidades normalizadas posterior al proceso de intemperismo.	132
Tabla 23. Modos vibracionales de compósitos activos en Raman e intensidades normalizadas posterior al proceso de intemperismo.	134
Tabla 24. Resultados de ángulo de contacto en gota de agua en aire para compósitos PDMS-%SiO ₂ que fueron expuestos a intemperismo.	139

Tabla 25. Resultados de propiedades mecánicas de compósitos PDMS-%SiO₂ seleccionados posterior al proceso de intemperismo..... 143

Tabla 26. Comparativa de propiedades mecánicas y de resistividad eléctrica de recubrimientos poliméricos comerciales y compositos PDMS-%SiO₂ desarrollados. 150

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Clasificación de polímeros (a) lineales y (b) ramificados. 19

Figura 2. Representación esquemática de la distribución espacial que presentan los polímeros (a) termoplásticos, (b) termoestables y (c) elastómeros. 20

Figura 3. Camino de reacción en sistema de polímeros de silicio PDMS con cadenas terminales reactivas..... 24

Figura 4. Esquema representativo de la estructura base del polímero inorgánico polidimetilsiloxano (PDMS). 26

Figura 5. Esquema de diferencias entre procesos de síntesis de nanocompósitos ex-situ e in-situ. 29

Figura 6. Reacción de hidrólisis y condensación de TEOS para la obtención de nanopartículas de SiO₂ a través del método sol-gel en medio básico..... 30

Figura 7. Comportamiento de sílice en solución acuosa de precursores de alcóxidos de silicio en soluciones básicas y ácidas con y sin sales floculantes. 31

Figura 8. Dependencia relativa de las tasas de las reacciones de hidrólisis y condensación de Si(OR)₄ ante distintos pH. 32

Figura 9. Probeta forma halterio tipo 5B seleccionada para pruebas de tensión mecánica en función a la norma ISO 527-1. 48

Figura 10. Esquema de síntesis de partículas de SiO₂ por método sol-gel..... 43

Figura 11. Geles obtenidos por síntesis sol gel en (a) medio ácido y (b) medio básico... 56

Figura 12. Imágenes TEM de partículas SiO₂ sintetizadas por método sol-gel con catálisis básica..... 57

Figura 13. Imágenes TEM de partículas SiO₂ sintetizadas por método sol-gel con catálisis ácida. 58

Figura 14. Imágenes SEM de partículas SiO₂-b sintetizadas por método sol-gel. 59

Figura 15. Imágenes SEM de partículas SiO₂-a sintetizadas por método sol-gel. 60

Figura 16. Difractograma de rayos X de nanopartículas SiO₂ sintetizadas mediante catálisis ácida (SiO₂-a) y básica (SiO₂-b). 62

Figura 17. Espectros (a) Raman y (b) FTIR de nanopartículas de SiO₂ obtenidas mediante el método sol-gel con catálisis ácida (SiO₂-a) y alcalina (SiO₂-b)..... 66

Figura 18. Espectro XPS de nanopartículas de SiO₂ obtenidas con método sol-gel con catálisis ácida (SiO₂-a) y alcalina (SiO₂-b)..... 69

Figura 19. Deconvolución de los espectros de alta resolución de C1s y Si2p en nanopartículas de SiO₂. 71

Figura 20. Formación de fases y homogeneización de la solución PDMS-acetona durante periodos de agitación de (a) 0 min, (b) 30 min y (c) 60 min.	76
Figura 21. Ensayos de viscosidad en el tiempo para soluciones PDMS-acetona a 30 y 60 min.	76
Figura 22. Ensayos de viscosidad en el tiempo para soluciones de PDMS solo y PDMS-TEOS con relaciones en peso 15:1, 10:1 y 5:1.	78
Figura 23. Ajuste polinomial de viscosidad promedio a mezclas PDMS:TEOS en función a la concentración de TEOS.	80
Figura 24. Proceso de síntesis de compósitos PDMS-%SiO ₂ : (a) homogeneización de acetona y PDMS, (b) proceso sol-gel, (c) solución neutralizada y (d) compósito reticulado	82
Figura 25. Espectros Raman de compósitos PDMS-%SiO ₂ con distintas relaciones PDMS:TEOS: (a) 15:1, (b) 10:1 y (c) 5:1. (d) Ampliación de espectro Raman de grupos 5:1 en región 150-800 cm ⁻¹	84
Figura 26. Espectros FT-IR de compósitos PDMS-%SiO ₂ con distintas relaciones PDMS:TEOS: (a) 15:1, (b) 10:1 y (c) 5:1. (d) Enfoque de espectro de grupos 5:1 en región 3000-2850 cm ⁻¹	88
Figura 27. Espectros XPS de compósitos PDMS-%SiO ₂ con distintas relaciones PDMS:TEOS: (a) 15:1, (b) 10:1 y (c) 5:1.	93
Figura 28. (a) Probetas tipo halterio (5B) para ensayos mecánicos de tensión, (b) Ensayo de tensión a probetas en máquina de ensayos universal.	99
Figura 29. Curva esfuerzo-deformación de compósitos PDMS-%SiO ₂ con mejores respuestas mecánicas.....	100
Figura 30. Módulo elástico promedio de compósitos PDMS-%SiO ₂ y variación resultante de probetas.....	101
Figura 31. Deformación máxima promedio de los compósitos PDMS-%SiO ₂ sintetizados en función a la concentración de reforzante.....	104
Figura 32. Esfuerzo de fractura promedio de los compósitos PDMS-%SiO ₂ sintetizados en función a la concentración de reforzante SiO ₂	106
Figura 33. Energía almacenada promedio (J/cm ²) de los compósitos PDMS-%SiO ₂ sintetizados en función a la concentración de reforzante SiO ₂	109
Figura 34. Termograma del compósitos PDMS-%SiO ₂ : (a) Porcentaje de pérdida de peso y (b) Tasa de pérdida de peso (%/°C).	114
Figura 35. (a) Rampas de fuerza estática aplicada a probetas 5-15b Porcentaje de pérdida de peso y (b) Tasa de pérdida de peso (%/°C).	119
Figura 36. Imágenes de pruebas de hidrofobicidad de nanocompósitos PDMS-%SiO ₂ .125	
Figura 37. Marcas de ensayos de adherencia a superficies con base en la norma ASTM D3359: (a) 15-0, (b) 10-0, (c) 5-0, (d) 10-15 ^a , (e) 5,15b y (d) negativo en cinta de 5-15b.	129
Figura 38. Espectros (a) Raman y (b) FT-IR de compósitos PDMS-%SiO ₂ seleccionados posterior al proceso de intemperismo.....	132
Figura 39. Perfiles esfuerzo-deformación de compósitos PDMS-%SiO ₂ seleccionados posterior al proceso de intemperismo.....	141

ABREVIATURAS Y SIGLAS

AFM	Microscopía de Fuerza Atómica (<i>Atomic Force Microscopy</i>)
ASTM	Sociedad Americana para Pruebas y Materiales (<i>American Society for Testing and Materials</i>)
ATR	Reflexión Total Atenuada (<i>Attenuated Total Reflectance</i>)
BET	Método Brunauer–Emmett–Teller
CNT	Nanotubos de Carbono (<i>Carbon Nanotubes</i>)
DBTDL	Dilaurato de Dibutilestaño (<i>Dibutyltin Dilaurate</i>)
DLS	Dispersión Dinámica de Luz (<i>Dynamic Light Scattering</i>)
DMA	Análisis Mecánico Dinámico (<i>Dynamic Mechanical Analysis</i>)
DRX	Difracción de Rayos X
FT-IR	Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>)
FWHM	Ancho a Media Altura (<i>Full Width at Half Maximum</i>)
ISO	Organización Internacional de Normalización (<i>International Organization for Standardization</i>)
PDMS	Polidimetilsiloxano (<i>Polydimethylsiloxane</i>)
PE	Polietileno (<i>Polyethylene</i>)
PET	Tereftalato de Polietileno (<i>Polyethylene Terephthalate</i>)
PP	Polipropileno (<i>Polypropylene</i>)
PS	Poliestireno (<i>Polystyrene</i>)
RPM	Revoluciones por Minuto (<i>Revolutions Per Minute</i>)
RTV	Vulcanización a Temperatura Ambiente (<i>Room Temperature Vulcanizing</i>)
SEM	Microscopía Electrónica de Barrido (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)
TEM	Microscopía Electrónica de Transmisión (<i>Transmission Electron Microscopy</i>)
TEOS	Tetraetilortosilicato (<i>Tetraethyl Orthosilicate</i>)
TGA	Análisis Termogravimétrico (<i>Thermogravimetric Analysis</i>)
XPS	Espectroscopía de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X (<i>X-ray Photoelectron Spectroscopy</i>)

RESUMEN

La presente investigación se centra en el desarrollo de recubrimientos poliméricos aislantes eléctricos, con el objetivo de mejorar su resistencia mecánica sin comprometer sus propiedades funcionales. Se elaboraron nanocompuestos de polidimetilsiloxano (PDMS) reforzados con nanopartículas porosas de dióxido de silicio (SiO_2) sintetizadas *in-situ* mediante el método sol-gel, evaluando la influencia del pH, la concentración de refuerzo y la proporción de agente entrecruzador sobre sus propiedades. Las nanopartículas se caracterizaron estructural, química y morfológicamente, evidenciando diferencias significativas entre aquellas obtenidas en medio ácido y alcalino. Los compósitos resultantes mostraron mejoras sustanciales en la resistencia a la tracción y en la deformación. Adicionalmente, se verificó que las propiedades hidrofóbicas, dieléctricas y de adherencia se mantuvieron, lo que respalda su potencial como recubrimientos aislantes eléctricos. Las pruebas de intemperismo revelaron procesos de post-reticulación que afectan el desempeño mecánico, señalando la necesidad de estrategias para mitigar su endurecimiento progresivo. Estos resultados confirman que la síntesis *in-situ* de nanoreforzantes es una vía prometedora para la mejora recubrimientos poliméricos para aplicaciones eléctricas y potencialmente en otras áreas industriales.

ABSTRACT

This research focuses on the development of polymeric electrical insulating coatings, aiming to enhance their mechanical strength without compromising their functional properties. Polydimethylsiloxane (PDMS) nanocomposites reinforced with porous silicon dioxide (SiO_2) nanoparticles were synthesized in-situ via the sol-gel method, assessing the influence of pH, reinforcement content, and crosslinking agent ratio on their properties. The nanoparticles were structurally, chemically, and morphologically characterized, revealing significant differences between those synthesized under acidic and alkaline conditions. The resulting composites exhibited substantial improvements in tensile strength and elongation. Additionally, hydrophobic, dielectric, and adhesion properties were preserved, supporting their potential as electrical insulating coatings. Weathering tests revealed post-crosslinking processes that affect mechanical performance, highlighting the need for strategies to mitigate progressive hardening. These findings confirm that the in-situ synthesis of nanofillers is a promising route for improving polymeric coatings for electrical applications and potentially other industrial uses.

II. ANTECEDENTES

2.1. Polímeros siloxanos y refuerzo mecánico

Los polímeros son materiales formados por macromoléculas con una composición química simple, manteniéndose una base de carbono, hidrógeno, oxígeno, silicio y nitrógeno principalmente. Estos materiales presentan una estructura elemental (cadena principal) que puede ser lineal o ramificada, con distintas moléculas orgánicas y/o inorgánicas enlazadas a esta cadena principal (cadenas laterales) (Callister et al., 2014).

En función de su origen, los polímeros pueden clasificarse como naturales (celulosa, seda, colágeno quitosano, etc.) o sintéticos, según si son producidos por procesos biológicos o por síntesis química controlada (Sheraz et al., 2025). A su vez, los sintéticos pueden subdividirse en polímeros orgánicos e inorgánicos, dependiendo de si su estructura molecular contiene principalmente átomos de carbono o bien metales o metaloides como silicio, estaño o fósforo (Mark, 2007).

Dentro de los polímeros sintéticos inorgánicos, los polisiloxanos, también conocidos como siloxanos o silicones, son macromoléculas que se conforman químicamente de átomos de silicio y oxígeno con enlaces covalentes (-Si-O-) como cadena principal. Contienen principalmente moléculas orgánicas en sus cadenas laterales y se encuentra en distintas formas: fluidos, aceites, cauchos y resinas, esto dependiendo de su composición química (Chanda et al., 2009)

En el campo de los polímeros, se utiliza el término reforzante o refuerzo para referir a cualquier estructura que es adicionada a un material base (polímero) con el fin de provocar una mejora en sus propiedades mecánicas, viéndose incrementadas magnitudes como la resistencia a la tracción, resistencia al desgarre, dureza, resistencia a la abrasión y módulo elástico (Tcherdyntsev, 2021) Los reforzantes pueden presentar distintos tamaños y formas, pudiendo tener dimensiones desde micras hasta nanómetros (Musa et al., 2025).

2.2. Nanopartículas de silicio y porosidad

Una nanopartícula se define como una estructura en la que sus 3 dimensiones espaciales presentan un tamaño menor a 100 nm (Khan et al., 2019). Son obtenidas a partir de métodos de síntesis tanto físicos como químicos presentando propiedades ópticas, magnéticas, físicas, eléctricas y catalíticas dependientes de su tamaño y forma (Muhammud et al., 2022; Wypych, 2016). Entre las distintas propiedades que presentan las nanopartículas se encuentra la porosidad, la cual modifica directamente el área de la superficie de estas estructuras.

Las nanopartículas porosas son estructuras nanométricas que se caracterizan por la presencia de poros (oquedades) en su superficie o dentro de ella, con un diámetro que puede variar 2 y 50 nm, dependiendo del método de síntesis. Esta singularidad les proporciona a las estructuras la capacidad de aumentar su área superficial y potencial interacción en comparación con los sistemas que no presentan porosidad (Llinàs et al., 2014).

Los nanomateriales de silicio, específicamente los óxidos de silicio (SiO_2), son nanopartículas a base de silicio y oxígeno que presentan propiedades electromecánicas, biocompatibilidad, estabilidad química, buenas propiedades mecánicas y grandes relaciones superficie-volumen (Bhatt et al., 2021). Por su parte, el SiO_2 poroso nanoestructurado puede modificar sus características ópticas, eléctricas y químicas en función a su tamaño, química superficial y grado de porosidad (Ríos et al., 2020).

2.3. Nanocompuestos poliméricos

El término nanocompuesto se refiere a todo tipo de material que consta de varios componentes de igual o distinta naturaleza química (metal, cerámico, polímero, etc.) y física (líquido, sólido, gaseoso), donde al menos uno de ellos es una nanopartícula (Gomes Souza et al., 2024).

Específicamente, los nanocompuestos poliméricos son materiales conformados principalmente por una matriz polimérica (sustrato) a la cual se le incorpora al menos

un componente con dimensiones nanométricas, generando una fase dispersa que modifica las propiedades finales (Jamil et al., 2024). La elección del tipo de refuerzo, su morfología, tamaño y funcionalización química determina en gran medida las características finales del material. Entre los refuerzos más ampliamente utilizados se encuentran: nanoestructuras de carbono como nanotubos de carbono (CNTs) (Xiong et al., 2022) o grafeno (Park et al., 2021), conocidas por su elevada conductividad eléctrica y mecánica; óxidos metálicos como TiO_2 (Katz et al., 2022), ZnO (Ponnamma et al., 2019), Al_2O_3 (Chen et al., 2025) o SiO_2 (Shi et al., 2023), los cuales pueden conferir propiedades antimicrobianas, estabilidad térmica o mejoras dieléctricas; nanocristales de celulosa, arcillas (montmorillonita) o zeolitas, que se emplean para mejorar la barrera al vapor o reforzar la resistencia estructural (Mamytbekov et al., 2024); y nanopartículas metálicas (Ag, Au, Cu), que suelen aportar funcionalidades ópticas, catalíticas o biocidas (Cutroneo et al., 2021; Díez-Pascual, 2019).

En cuanto a las matrices poliméricas, se han empleado gran variedad de polímeros como termoplásticos convencionales como polietileno (PE) (Montoya-Ospina et al., 2022), polipropileno (PP) (Mikhailov et al., 2024), poliésteres (PET) (Velmurugan et al., 2023), poliamidas (PA) (Kumar Maurya et al., 2023), o elastómeros como el PDMS y el EPDM (Moreno-Mateos et al., 2024). Estas matrices pueden ser tanto no conductoras como dieléctricas, dependiendo de su estructura y aplicación deseada. Las distintas propiedades fisicoquímicas del PDMS pueden revisarse en la sección **Anexo 13.1**.

Debido a sus dimensiones y propiedades superficiales, las nanoestructuras inducen procesos de interacción física y química con las cadenas poliméricas, modificando su organización molecular, movilidad y transferencia de cargas (Idumah et al., 2021). Con lo anterior, se evidencia la versatilidad de los nanocompuestos y establece un marco comparativo relevante antes de introducir metodologías específicas como la síntesis in-situ por sol-gel, la cual representa una estrategia emergente para mejorar la dispersión y funcionalidad de los nanoreforzantes dentro de la matriz polimérica.

2.4. Síntesis sol-gel *in-situ*

El proceso sol-gel es una técnica química de síntesis que consiste básicamente en la formación de redes moleculares de materiales inorgánicos (metales u óxidos metálicos). Este método parte de una solución que contiene un alcóxido (moléculas compuestas de grupos alquilo-oxígeno-metal) como precursor de las partículas, un solvente, agua y un catalizador, este último siendo una molécula que permite acelerar la reacción química pudiendo o no ser necesario, dependiendo del tipo de material a obtener (Schubert, 2015).

Por su parte, las técnicas de síntesis *in-situ* de nanopartículas se definen como la obtención de nanoestructuras dentro del medio o material en donde se busca que se incorporen, eliminando la necesidad de obtenerlas de manera separada para después ser agregadas. La síntesis por sol-gel es la técnica mejor estudiada hasta ahora para la producción *in-situ* de nanopartículas a sistemas poliméricos (nanocompuestos poliméricos) (Adnan et al., 2018). En este proceso las nanopartículas son obtenidas mientras se encuentran dispersas en el material polimérico, de modo que ambos sistemas (partícula y polímero) reaccionan en el mismo medio.

2.5. Estado del arte

La modificación de los materiales poliméricos a través de la adición de distintas estructuras a escala nanométrica ha sido tema de investigación desde hace varias décadas (Gomes Souza et al., 2024; Musa et al., 2025). En la actualidad numerosos trabajos investigan la adición de estas nanoestructuras para la modificación de las propiedades físicas y químicas de los polímeros, como la hidrofobicidad (Seyfi et al., 2020), conducción eléctrica (Sreejivungsa et al., 2024), conducción térmica (Guan et al., 2024), capacidad antimicrobiana (Hu et al., 2022) control de corrosión (Bairagi et al., 2024), propiedades mecánicas (Cordoba et al., 2023; Hongyun He et al., 2023) entre otras.

Las propiedades mecánicas de diferentes sistemas poliméricos, tales como la resistencia a la tensión, el módulo elástico y resistencia al impacto, al igual que algunas propiedades físicas tales como las propiedades de permeabilidad de gases se han estudiado ampliamente por el uso de estas nanopartículas como adiciones a los materiales poliméricos (Afolabi et al., 2024; Bay et al., 2020; Ha et al., 2021).

Velmurugan investigó el efecto de los rellenos de trihidrato de alúmina sobre las propiedades de resistencia a la tensión y dureza de compósitos de poliéster, donde obtuvo una mejor respuesta mecánica a la tracción y una mayor dureza a medida que se incrementaba la concentración del refuerzo en el compósito (Velmurugan et al., 2023).

También en el área de investigación de polímeros aislantes se han desarrollado trabajos que buscan aumentar estas capacidades aislamiento eléctrico que presentan los polímeros a través de la adición de nanoestructuras como algunos óxidos de silicio (Ahmed et al., 2025) y titanio (Ameer Ali et al., 2021) o mejora de transferencia de calor (Li et al., 2025).

A través de la síntesis *in-situ* por sol-gel de nanopartículas se ha logrado la obtención de distintas formas de hilos (Rahnamol et al., 2020), hojas (Xu Zhang et al., 2022), y por supuesto, nanopartículas (Mariani et al., 2021; Pandey et al., 2020), resultando en nanocompósitos que presentan mejoras en las propiedades hidrofóbicas (Chen et al., 2022), antimicrobianas (Selvarajan et al., 2020) ópticas y mecánicas (Gomes Souza et al., 2024).

La adición de nanoestructuras a estructuras poliméricas ha resultado ser una herramienta efectiva para modificar las propiedades físicas de estos materiales, siendo el objetivo de esta investigación la implementación de un método de síntesis *in-situ* y el uso de partículas porosas para modificar las propiedades físicas y químicas de recubrimientos poliméricos para su mejora en su comportamiento mecánico.

III. JUSTIFICACIÓN

La creciente demanda global de materiales poliméricos, cuyo mercado está proyectado a alcanzar \$993 mil millones en 2033, responde a sus propiedades de bajo peso, flexibilidad y resistencia. (PS Market Research, 2024). Entre ellos, el PDMS destaca en sectores eléctricos y de recubrimientos aislantes en cableado y aisladores de alta tensión por su estabilidad térmica, hidrofobicidad, resistencia a la radiación, propiedades dieléctricas y comportamiento elástico, alcanzando un mercado de \$5.12 mil millones en 2024 (Market Research Intellect, 2025).

Ante su limitada resistencia mecánica, los reforzantes particulados han sido ampliamente utilizadas por su capacidad para mejorar propiedades mecánicas y térmicas de las matrices poliméricas (Gomes Souza et al., 2024). Particularmente, el uso de nanopartículas ha buscado ofrecer una alta área superficial que potencia la transferencia de cargas y mejora la interacción con la matriz, desarrollándose gran variedad de métodos físicos y químicos para la formación de estos nanocompositos (Gobena et al., 2024).

La síntesis *in-situ* de estos materiales compositos representa una estrategia prometedora, ya que busca una dispersión más homogénea de los reforzantes, reduciendo la aglomeración e incrementando el área interfacial (Movchan et al., 2021). La combinación de PDMS con nanopartículas porosas de SiO₂ sintetizadas *in-situ* ofrece una alternativa con potencial para desarrollar recubrimientos aislantes que mantengan sus propiedades dieléctricas y térmicas, pero con una resistencia mecánica significativamente mejorada. Esta aproximación resulta especialmente relevante en el diseño de materiales avanzados para aplicaciones en la industria eléctrica.

IV. DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA

En la industria eléctrica, la fatiga mecánica generada por ciclos repetidos de puesta en marcha, desbalances y golpes directos sobre cableado y equipo de aislamiento

continúan siendo una causa principal de fallos de aislamiento en instalaciones y centrales eléctricas. De acuerdo con de la aseguradora Hartford Steam Boiler (2023), aunque el arco eléctrico es la principal causa de pérdidas, las fallas de origen mecánico son un factor clave y persistente en la degradación que lleva a las averías eléctricas en instalaciones y equipos de alta tensión (Greboyes, 2023).

Esta fatiga provoca una disminución progresiva de la resistividad eléctrica de los recubrimientos, lo que conlleva un aumento de las corrientes de fuga y una mayor probabilidad de formación de arcos eléctricos. Estos fenómenos comprometen la seguridad operativa de personas e instalaciones, e implican elevados costos derivados de interrupciones no programadas en los procesos (Monemi et al., 2024; Qiao et al., 2022).

Actualmente, los recubrimientos aislantes a base de polisiloxanos, como el PDMS, presentan una resistencia a la tensión que varía entre 0.9 y 7.7 MPa, dependiendo de su formulación y aplicación específica, con comportamientos desde elástico hasta rígido (Li et al., 2023). No obstante, su desempeño frente a cargas cíclicas o esfuerzos prolongados puede ser limitado. La incorporación de nanopartículas reforzantes representa una estrategia viable para mejorar esta respuesta mecánica.

Particularmente, la incorporación *in-situ* de nanopartículas porosas de SiO₂ en una matriz de PDMS tiene el potencial de mejorar significativamente la transferencia de cargas, la integridad estructural y la homogeneidad del refuerzo. La porosidad superficial de estas partículas y su integración directa durante la formación del polímero permiten incrementar el área interfacial efectiva y la adhesión mecánica, reduciendo defectos estructurales que puedan actuar como puntos de fallo (Harito et al., 2019). Esta estrategia ofrece una alternativa atractiva para el diseño de recubrimientos aislantes de alto desempeño, con propiedades mecánicas mejoradas sin comprometer la funcionalidad dieléctrica del sistema polimérico (Omanovi et al., 2019).

V. FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

5.1. Clasificación de los polímeros

La amplia diversidad de configuraciones químicas y espaciales que caracterizan a los polímeros permite su clasificación bajo distintos criterios: (i) el método de síntesis empleado, (ii) la disposición estructural de sus macromoléculas, (iii) su peso molecular o (iv) la familia química a la que pertenecen. Una de las aproximaciones más comunes para diferenciarlos consiste en identificar si la macromolécula exhibe una estructura lineal o ramificada. Un polímero lineal se encuentra formado de cadenas moleculares en forma de fibras o largos hilos que se organizan en estructuras de ovillos, mientras que en un polímero ramificado existen cadenas primarias y cadenas secundarias más pequeñas, que nacen de las cadenas principales (Callister et al., 2014). Un diagrama simplificado de esta clasificación se aprecia en la **Figura 1**.

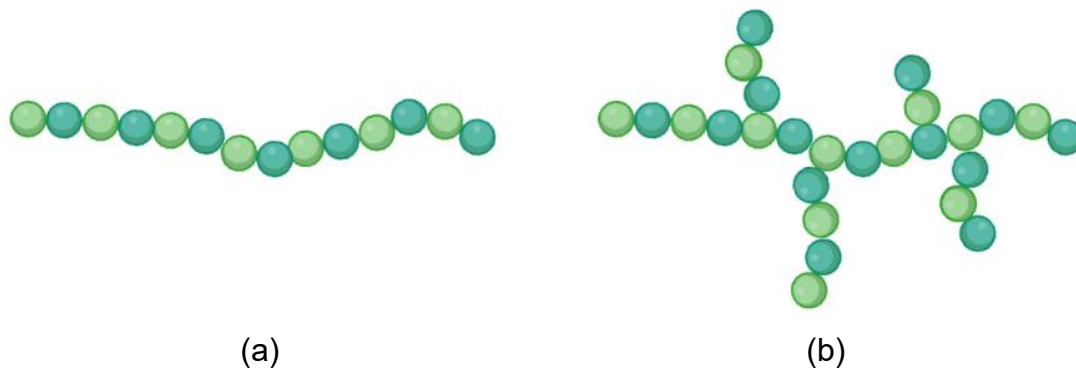


Figura 1. Clasificación de polímeros (a) lineales y (b) ramificados.

Otra estrategia de clasificación de los polímeros, estrechamente vinculada con el enfoque de este trabajo, se basa en distinguirlos de acuerdo con su respuesta térmica y mecánica.. A partir de esta consideración, se obtienen tres categorías principales: los polímeros termoplásticos, termoestables y elastómeros, como se muestran en la **Figura 2** (Callister et al., 2014)

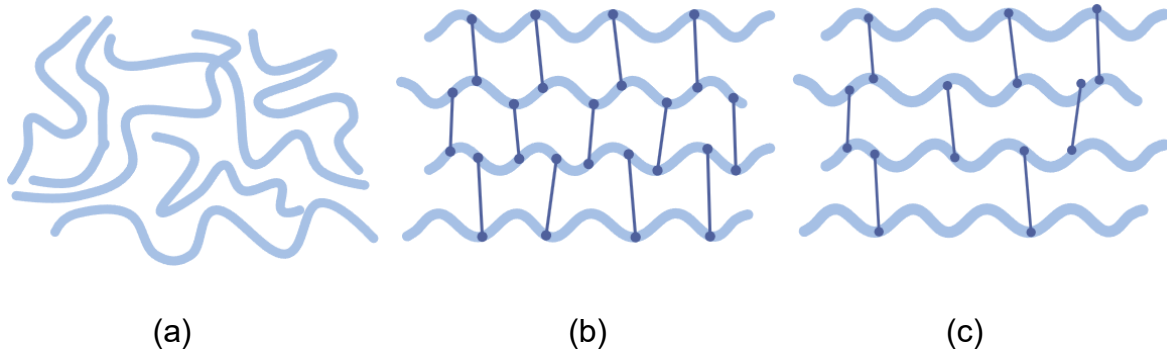


Figura 2. Esquema representativo de la organización espacial característica de los polímeros: (a) termoplásticos, (b) termoestables y (c) elastómeros.

- *Polímeros Termoplásticos*

Los polímeros termoplásticos corresponden son macromoléculas que, al ser sometidas a un aumento de temperatura, exhiben un comportamiento dúctil y plástico; posteriormente, al enfriarse, generan un material sólido con propiedades elásticas que adopta la forma del molde que los contiene. Aunque en principio pueden reprocesarse mediante ciclos térmicos, durante el proceso de calentamiento repetido puede ocurrir la ruptura de cadenas poliméricas, formación de radicales libres y su posterior recombinación, lo que conduce a fenómenos de entrecruzamiento no deseado e incluso oxidación de las cadenas (Shackelford, 2014). Estos materiales pueden tener o no cadenas ramificadas, las cuales se encuentran entrelazadas, logrando formar sistemas cristalinos o amorfos, según su naturaleza química y condiciones de procesamiento (Larson, 2015).

En las cadenas primarias de estos polímeros se establecen interacciones de Van der Waals entre los átomos que las conforman; dichas fuerzas son considerablemente más débiles en comparación con los enlaces covalentes que constituyen el esqueleto principal. Debido a esta característica, en los polímeros termoplásticos las cadenas principales se pueden deslizar entre ellas mediante la aplicación de esfuerzos de tensión, y provocar que el material se ablande y funda al calentarse (Askeland, 2017; Shackelford, 2014).

- *Polímeros Termoestables*

Los polímeros termoestables se caracterizan por estar conformados por extensas cadenas macromoleculares, lineales o ramificadas, que se encuentran fuertemente interconectadas mediante enlaces cruzados, dando lugar a redes tridimensionales. Esta disposición puede compararse con un conjunto de hilos entretejidos en múltiples puntos, semejante a una red de pescador. Como consecuencia de esta arquitectura, dichos materiales suelen presentar una mayor resistencia en comparación con los termoplásticos, aunque con una mayor fragilidad. Este tipo de polímeros no se funden al calentarse, sino que empiezan a degradarse; su estructura química es modificada por el calor y se producen materiales entrelazados que no pueden volver a reblandecerse, esto les dificulta ser reprocesados una vez realizadas las reacciones de entrecruzamiento (Askeland, 2017; Shackelford, 2014).

- *Elastómeros*

Conocidos comercialmente como hules o cauchos, estos materiales permiten una deformación elástica de hasta 1000% de sus dimensiones originales, presentando en sus cadenas poliméricas una forma en espiral que se puede estirar de manera reversible al aplicársele una fuerza mecánica (Askeland, 2017).

Lo que permite que estos materiales presenten dicho comportamiento tan particular, es resultado de tres características principales (González et al., 2017):

- Las cadenas macromoleculares presentan una conformación tipo ovillo estadístico, lo que confiere al elastómero una estructura amorfa y altos pesos moleculares.
- Los enlaces moleculares poseen libertad relativa de rotación y extensión, lo cual favorece la respuesta elástica frente a la aplicación de una fuerza externa.
- La temperatura de transición vítrea se encuentra por debajo de la temperatura ambiente, condición que les otorga un carácter viscoelástico, combinando propiedades características de sólidos y fluidos.

Las propiedades elastoméricas únicas de este material facilitan una multitud de tecnologías para producir artículos tan diversos como neumáticos, cintas transportadoras, sistemas antisísmicos, juntas, amortiguadores, cojinetes, mangueras, apoyos de puentes, perfiles, recubrimientos de cables eléctricos, recubrimientos aislantes y productos biosanitarios (catéteres, guantes, lentillas, tapones) (González et al., 2017).

La capacidad de aislamiento frente al medio ambiente que poseen ciertos elastómeros ha posibilitado su uso, durante más de cinco décadas, en diversas industrias dedicadas a la distribución de energía y a los servicios eléctricos. En particular, han sido utilizados en la industria eléctrica como recubrimientos dieléctricos debido a su rápida respuesta aislante, alta eficiencia y poca pérdida de viscosidad, lo cual les permite ser operados a altas corrientes eléctricas y frecuencias (Ali AlMaadeed et al., 2020; Perez Bravo et al., 2024).

5.2. Proceso de Reticulación (entrecruzamiento).

Adicionado a los métodos de síntesis de polímeros, la reticulación es un proceso químico en polímeros posterior e independiente a las reacciones de formación de estos; con este proceso el material adquiere una forma sólida irreversible, siendo comúnmente la reacción química que se lleva a cabo antes de la utilización de los elastómeros (Braun et al., 2013).

Un claro ejemplo de los polímeros resultantes de este proceso de reticulación son las resinas poliéster y epóxicas, ampliamente utilizadas como matrices en materiales compósitos. Estas se suministran generalmente como líquidos viscosos, compuestos por monómeros insaturados y cadenas poliméricas principales parcialmente reaccionadas. Al añadir un iniciador (como peróxidos) y, en algunos casos, un catalizador (que favorece la descomposición del iniciador en radicales), se desencadena una reacción de polimerización por apertura de enlaces, similar a la polimerización por adición, donde los radicales libres se combinan con los enlaces insaturados de las cadenas principales, formando una red tridimensional

termoestable (Shackelford, 2014). Estas resinas tienen un uso extensivo más allá de materiales de bajo costo como pinturas, adhesivos o aditivos; también son fundamentales en sectores como la construcción (paneles estructurales, recubrimientos protectores), automotriz (componentes ligeros de carrocería), aeroespacial y náutico (cascos y estructuras de embarcaciones) y electrónica (encapsulados, laminados) debido a su excelente resistencia mecánica, térmica y química (Thomas et al., 2023).

Un ejemplo de los polímeros generados mediante este proceso son las resinas utilizadas en compósitos de bajo costo, tales como pinturas, adhesivos o aditivos. Estas suelen presentarse en forma de un líquido viscoso constituido por una mezcla de los monómeros iniciales junto con largas cadenas poliméricas principales insaturadas. Al añadir a una resina un iniciador (comúnmente peróxido), y en ocasiones un catalizador (el cual provoca la descomposición del iniciador en radicales después de una reacción redox) se inicia la polimerización por la apertura de enlaces, similar a algunos procesos de la polimerización (polimerización por adición), donde ocasionalmente se cruzan con los enlaces insaturados de las cadenas principales, resultando finalmente en una malla tridimensional termoestable

Las reacciones de reticulación dan como resultado enlaces covalentes entre las macromoléculas individuales; por lo que la reticulación química de los polímeros también es muy importante industrialmente porque tiene un gran efecto en las propiedades de estos materiales (Ceylan et al., 2023; Z. Wang et al., 2014b) Debido al proceso de reticulación, la temperatura de transición vítrea aumenta, producto de la disminución de la movilidad de las cadenas poliméricas y al aumento de la masa molar durante este periodo. Del mismo modo, la resistencia del material aumenta debido al incremento en la masa molar. La solubilidad de las macromoléculas disminuye cuando se completa la reticulación, lo que permite obtener un material completamente insoluble (Rajawasam et al., 2024).

Durante el proceso de reticulación, la viscosidad de la mezcla reaccionante experimenta un incremento significativo, consecuencia del crecimiento y la

ramificación progresiva de las macromoléculas. La viscosidad y el módulo elástico están estrechamente relacionados con el proceso de reticulación, por lo que es posible seguir el desarrollo del módulo elástico en función de distintos parámetros durante la síntesis, como el tiempo de reacción, grado de reticulación y arquitectura de la red (Grushevenko et al., 2023; Sandhu et al., 2021).

En los elastómeros, este proceso suele llevarse a cabo mediante reacciones de tipo radicalario, a través de las cuales se generan enlaces cruzados distribuidos aleatoriamente a lo largo de la cadena polimérica lineal. La **Figura 3** presenta un esquema del mecanismo de reticulación para el polímero sintético PDMS (Ali AlMaadeed et al., 2020; Ladegaard et al., 2008).

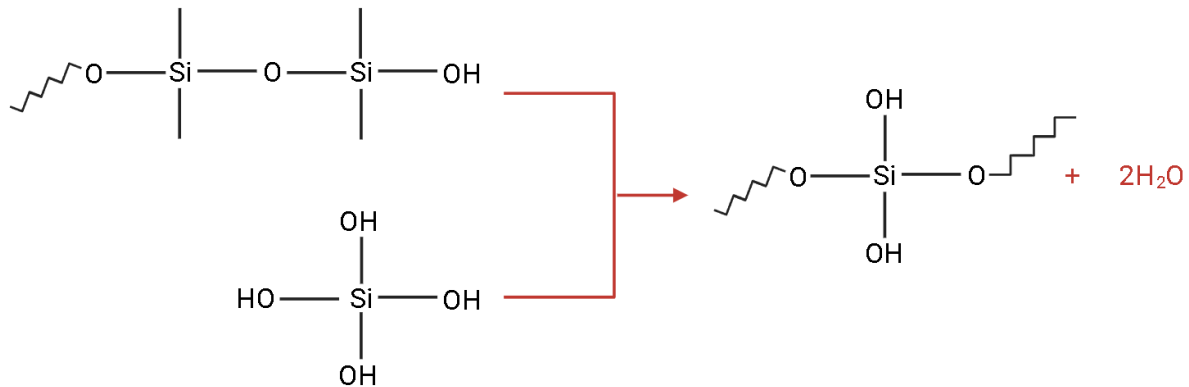


Figura 3. Mecanismo de reacción en sistemas de polímeros de silicio tipo PDMS con cadenas terminales reactivas.

Los sistemas de reticulación para elastómeros consisten generalmente en un agente reticulante con tres o más grupos reactivos por cadena, lo que permite la formación de interconexiones entre las cadenas poliméricas principales, un polímero con un grupo reactivo posicionado en ambos extremos (Figura 3), y la posibilidad de utilizar un catalizador, siendo comúnmente sales metálicas como compuestos organometálicos (ácido cloroplatínico) (Wang et al., 2017a), compuestos de estaño (dibutil dilaurato) (Cordoba et al., 2023) y aminas. En el caso particular de los polímeros de siloxano, además de los sistemas de curado por adición (hidrosililación), también existen mecanismos de entrecruzamiento que se llevan a cabo por reacciones de condensación, típicamente entre grupos silanol (–

Si-OH) y grupos alcoxi (-Si-OR), generando enlaces siloxano (-Si-O-Si-) y liberando subproductos como agua o alcohol (Ciubotaru et al., 2022). Estos sistemas de condensación suelen requerir condiciones controladas de humedad o temperatura, y pueden ser catalizados por compuestos de estaño o titanio. La elección del tipo de reticulación (adición o condensación) depende de la aplicación deseada, tiempos de trabajo, condiciones ambientales y propiedades finales del elastómero (Wang et al., 2017b). Así mismo, las propiedades del elastómero resultante se pueden modificar añadiendo solventes volátiles o no volátiles, extensores de cadena, resinas u otros polímeros que interactúen química o físicamente con la red (Gobena et al., 2024).

5.3. Elastómeros de silicio

Los elastómeros de silicona son polímeros inorgánicos que presentan un alto grado de flexibilidad a bajas temperaturas (hasta -90°C) y son estables hasta temperaturas de 250°C, son resistentes a la degradación ambiental y a aceites lubricantes; nombrados propiamente como poliorganosiloxanos o siloxanos (**Figura 4**). Una de las propiedades más importantes que presentan es su capacidad de reticulación a temperatura ambiente (industrialmente denominado vulcanización), por esta razón, adquieren la denominación de polímeros RTV (*Room Temperature Vulcanized*) (Callister et al., 2014).

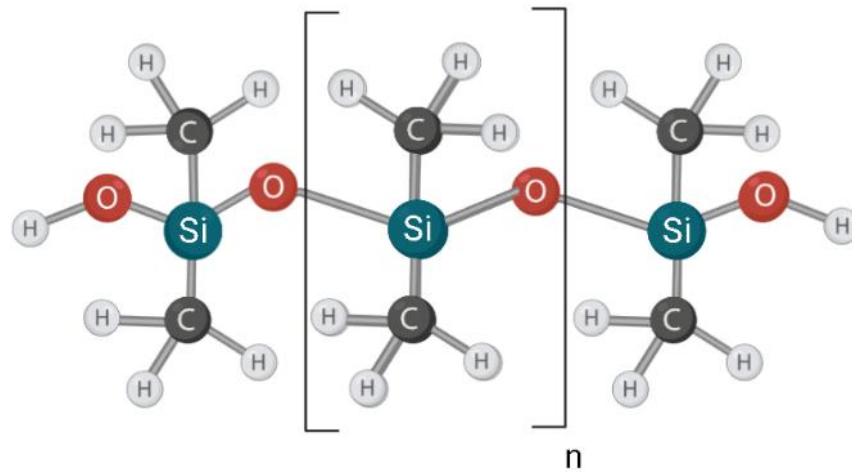


Figura 4. Esquema representativo de la estructura base del polímero inorgánico polidimetilsiloxano (PDMS).

En los últimos años, numerosos trabajos de investigación se han desarrollado alrededor del diseño y evaluación de compósitos con base en estos polímeros de silicio con nanoestructuras de diferentes morfologías y naturaleza química (Ariati et al., 2021; Ye et al., 2023). Prueba de lo anterior, se encuentra en trabajos de investigación donde se buscan mejorar las propiedades conductoras eléctricas de estos materiales poliméricos mediante la adición de nanoestructuras reforzantes como nanotubos de carbono (Aly et al., 2022), nanopartículas metálicas a fibras poliméricas (Ichim et al., 2024), óxidos metálicos (Guzel Kaya et al., 2022) y partículas magnéticas (Lu et al., 2021) enfocándose en aplicaciones en circuitos electrónicos y ópticos. Otros enfoques buscan ampliar la versatilidad de estas matrices poliméricas a través de la adquisición de propiedades anticorrosivas (Ysiwata, 2018) o capacidades antimicrobianas (Pandey et al., 2020). Del mismo modo, las propiedades mecánicas de diferentes sistemas poliméricos, tales como la resistencia ténsil, el módulo elástico y la dureza (Guediche et al., 2021; Gupta et al., 2021; Khan et al., 2018; Kherroub et al., 2020) al igual que algunas propiedades físicas tales como las propiedades de barrera y membranas de separación, se ven ampliamente modificadas por el uso de óxidos metálicos nanoestructurados como zeolitas (Zhang et al., 2022).

En el área de polímeros aislantes, se han desarrollado trabajos que buscan aumentar estas capacidades de aislamiento eléctrico de los materiales *RTV* a través de la adición de nanoestructuras como algunos óxidos de silicio (Ahmed et al., 2025; Cordoba et al., 2023) y titanio (Madidi et al., 2018) o mejorar la transferencia de calor (Ma et al., 2025), sin que haya un notorio enfoque en la mejora de propiedades mecánicas; caso contrario que se encuentra en polímeros orgánicos, donde diversas investigaciones buscan la mejora de estas, como el caso del polimetilmetacrilato (Elbakyan et al., 2024) y PP (Seshweni et al., 2023). No obstante, un campo creciente de estudio ha demostrado el alto potencial de los compósitos de silicona reforzados con estructuras de carbono como nanotubos de carbono (CNTs), grafeno y nanofibras (Li et al., 2018), desarrollando materiales compósitos para aplicaciones donde se requiere, conductividad eléctrica, sensibilidad táctil o respuesta piezorresistiva (Hou et al., 2024) en polímeros flexibles y resistentes mecánicamente. Este tipo de materiales representa una convergencia entre el soporte estructural, la respuesta sensorial y la funcionalización electrónica, expandiendo significativamente el rango de aplicaciones de los compósitos *RTV* más allá del ámbito dieléctrico tradicional.

5.4. Síntesis *in-situ* de nanocompósitos

Los materiales compósitos antes mencionados, pueden ser divididos en dos clases, esto en función de su naturaleza y fuerza de las interacciones con la matriz del material. La Clase I se compone únicamente por los compósitos que presentan enlaces débiles (Van der Waals o puentes de hidrógeno) entre la fase polimérica y el refuerzo; en la Clase II se encuentran compósitos que poseen enlaces químicos fuertes presentes en esta interfase, como lo pueden ser enlaces covalentes (Guo et al., 2014; Movchan et al., 2021). Estas interacciones están directamente relacionadas con el tamaño, forma, distribución de tamaño y dispersión de los refuerzos nanométricos.

Al utilizar materiales a nanoescala como reforzantes de matrices poliméricas, se presenta la tendencia a aglomerarse para minimizar la alta energía superficial que

presentan estas nanopartículas. La aglomeración de las nanopartículas reduce el área interfacial y por ende las interacciones presentes entre el polímero y el compósito, reduciéndose los beneficios potenciales de usar reforzantes a nanoescala. En algunos casos, la aglomeración puede resultar en el deterioro de las propiedades del material como defectos en el sistema (Ashraf et al., 2018; Zare, 2016).

En los métodos estándar *ex-situ*, como lo es el método de arriba hacia abajo (*top to bottom*), las nanopartículas se sintetizan previamente y luego se mezclan con el polímero (mezcla o intercalación) o el monómero correspondiente; por lo que cualquier aglomerado que se forma durante la síntesis de estas nanopartículas es difícil de romper durante esta mezcla debido a la viscosidad del polímero. La falta de homogeneidad en estos nanocompuestos puede llegar a deteriorar las propiedades del material (Adnan et al., 2018).

Por el contrario, la técnica *in-situ*, que presenta un enfoque de abajo hacia arriba (*bottom-top*), permitiendo lograr una mejor dispersión de nanoreforzantes en la matriz polimérica, utilizando métodos como el sol-gel (Latoui et al., 2024; K. Park et al., 2018), microemulsión (Hu et al., 2017) o síntesis hidrotermal/solvotérmica (Zhao et al., 2023). Estos métodos involucran la mezcla de precursores con un solvente no reactivo y el monómero o polímero, donde la reacción de los precursores inicia la síntesis de las partículas ya sea antes o durante la polimerización. En la **Figura 5** se muestra un esquema representativo del contraste entre estos dos métodos de síntesis *ex-situ* e *in-situ*.

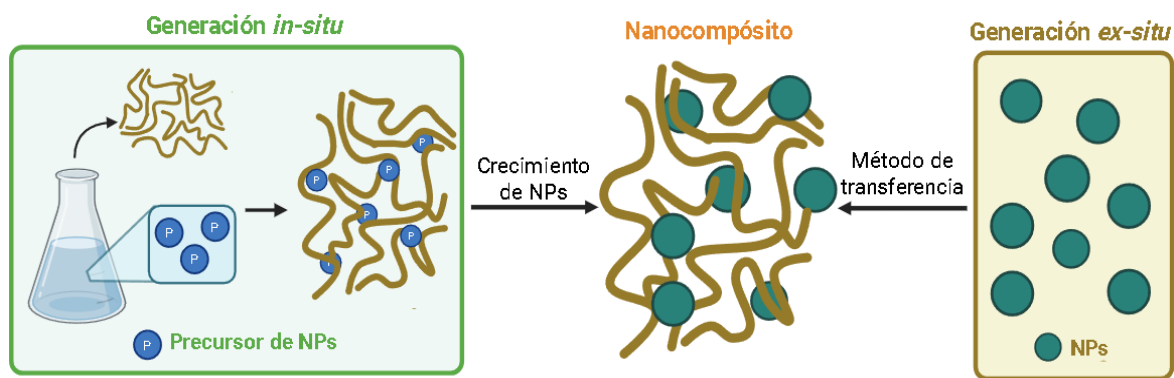


Figura 5. Esquema de diferencias entre procesos de síntesis de nanocompuestos *ex-situ* e *in-situ*.

El enfoque del método *bottom-top* para la preparación de nanocompósitos, permite un mayor control sobre la estructura y las propiedades del nanocompósito al incorporar la generación de partículas, la modificación de la superficie y la integración en la matriz polimérica en un solo proceso. Dado que las nanopartículas generan núcleos y crecen dentro de la matriz polimérica, el efecto pasivante de los grupos funcionales de la cadena polimérica en las nanopartículas puede controlar el tamaño de las partículas y reducir su aglomeración. Sin embargo, una limitación de este enfoque es que los precursores sin reaccionar o los subproductos de las reacciones *in-situ* pueden alterar las propiedades del compósito (Adnan et al., 2018).

5.5. Síntesis sol-gel de nanopartículas SiO₂

Las reacciones sol-gel se han utilizado ampliamente en la preparación de materiales inorgánicos (vidrios y cerámicas), y es una de las rutas más comunes para preparar sistemas híbridos amorfos *in-situ* a bajas temperaturas (Mariani et al., 2021; Pandey et al., 2020).

El proceso sol-gel consta de dos pasos: (i) la hidrólisis de un precursor molecular (alcóxido metálico), (ii) y una reacción de policondensación para formar la red inorgánica, como se muestra en la **Figura 6**. Ambas reacciones también pueden ocurrir simultáneamente una vez que se ha iniciado la hidrólisis.

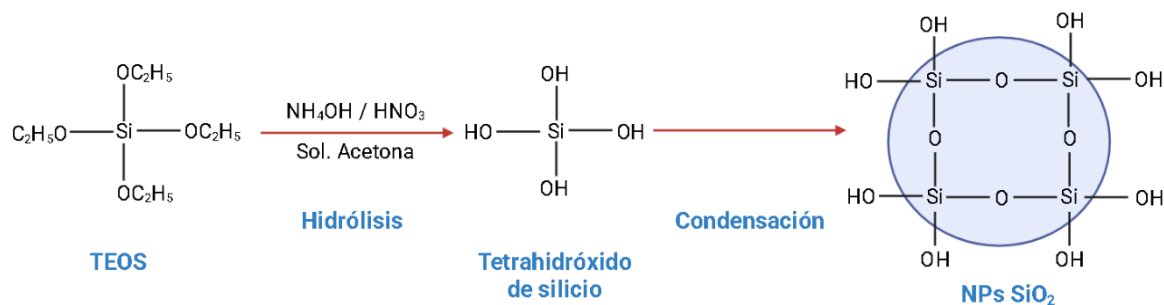
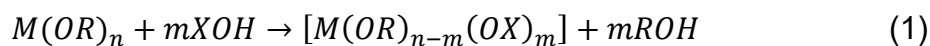


Figura 6. Reacción de hidrólisis y condensación de TEOS para la obtención de nanopartículas de SiO₂ a través del método sol-gel.

Las reacciones durante el proceso sol-gel se pueden resumir mediante la ecuación (1), donde M representa un metal, R un grupo alquilo, X representa al hidrógeno durante la hidrólisis y al metal durante la condensación (Levy et al., 2015).



El solvente utilizado es un parámetro importante para controlar la solubilidad del polímero y prevenir la separación de fases líquido-líquido. Los disolventes de uso común incluyen alcoholes, tetrahidrofurano y N,N-dimetilformamida (Adnan et al., 2018). La cinética de las reacciones de hidrólisis y condensación también se ve afectada por la temperatura, la proporción de agua a alcóxido metálico, el tipo de solvente, etc. (Bokov et al., 2021; Levy et al., 2015).

Para la síntesis de SiO₂, los alcóxidos de silicio utilizados normalmente como precursores (ejemplo: tetraetilortosilicato, TEOS), presentan poca reactividad debido a su baja electrofilia y requieren un catalizador para aumentar la velocidad de la reacción de hidrólisis (Adnan et al., 2018). La catálisis ácida promueve la reacción de hidrólisis, lo que resulta en la formación de estructuras abiertas con una baja dimensión fractal; mientras tanto, la catálisis básica promueve la reacción de condensación, lo que lleva a estructuras de partículas coloidales (Levy et al., 2015). La **Figura 7** muestra cómo el pH afecta el comportamiento de polimerización de los alcóxidos de silicio.

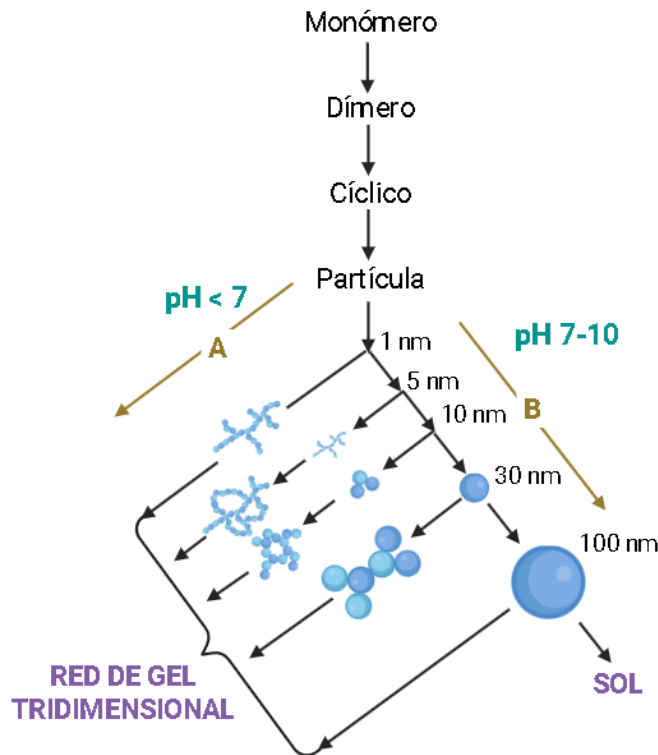


Figura 7. Comportamiento de sílice en solución acuosa de precursores de alcóxidos de silicio en soluciones básicas y ácidas con y sin sales floclulantes.

A partir de lo anterior, es claro que los procesos de reacción para la catálisis ácida o básica son muy diferentes. Aunado a esto, las velocidades de reacción de hidrólisis y condensación de los alcóxidos de silicio tienen diferente dependencia del pH de la solución, como se observa en la **Figura 8**. La velocidad de reacción mínima para la hidrólisis es a pH 7 y para la condensación, alrededor de pH 4.5. Este último corresponde al punto de carga cero (PZC) de la sílice. A pH < 5, se favorece la hidrólisis y la condensación es el paso determinante. Se forma simultáneamente una gran cantidad de monómeros o pequeños oligómeros con grupos Si-OH reactivos. Por el contrario, la hidrólisis es el paso que determina la velocidad a pH > 5, y las especies hidrolizadas se consumen inmediatamente debido a la condensación más rápida (Levy et al., 2015).

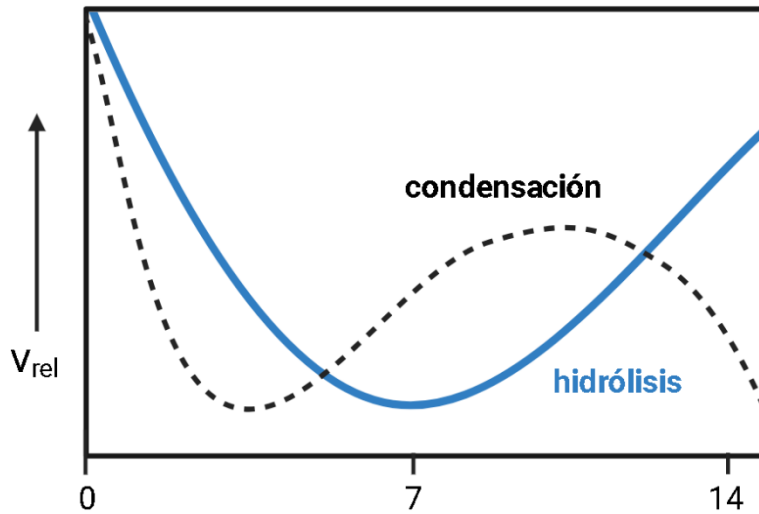


Figura 8. Dependencia relativa de las tasas de las reacciones de hidrólisis y condensación de $\text{Si}(\text{OR})_4$ ante distintos pH.

El método de síntesis por sol-gel es de particular interés en la formación *in-situ* de una red inorgánica en una matriz polimérica, como se mencionó anteriormente, mediante la adición de un huésped polimérico por una solución que contenga los precursores del gel, seguido de la iniciación de las reacciones sol-gel (Adnan et al., 2018; Latoui et al., 2024).

5.6. Variables de síntesis en polímeros

El rendimiento de los productos poliméricos está determinado por propiedades del producto tales como resistencia a la tracción, tenacidad y resistencia a los rayos UV e intemperie, que normalmente no se pueden medir durante el proceso de síntesis. Estas propiedades físicas y químicas surgen de la arquitectura molecular y/o macroscópica de las características del polímero las cuales se determinan durante la síntesis de este (Gomes Souza et al., 2024).

De las principales estrategias empleadas para lograr variaciones significativas en las propiedades físicas y químicas de los materiales poliméricos consiste en inducir cambios morfológicos en el sistema, esto a través de las condiciones de síntesis utilizadas, en las cuales pueden manipularse factores como el sistema de iniciación

(concentración y tipo de iniciador), el empleo de agentes de transferencia de cadena, la cinética de reacción (temperatura, presión, flujo), la concentración y tipo de polímero empleado (Gobena et al., 2024).

Como las reacciones de polimerización suelen ser exotérmicas, el control de temperatura puede utilizarse indirectamente para influir en las propiedades del polímero, ya que la temperatura tiene un fuerte efecto sobre las propiedades de este. La presencia o ausencia de calor durante la reacción limita la rapidez con que la ésta puede llevarse a cabo debido a que la mayoría de los monómeros y polímeros son pobres conductores de calor. Las temperaturas altas de reacción producen a menudo polímeros de bajo peso molecular. Debido a esto, una temperatura variable amplía la distribución de pesos moleculares, del mismo modo que una elevación en la temperatura aumenta la rapidez de la reacción y la rapidez de generación de calor (Calheiros et al., 2014).

La velocidad de agitación promueve no sólo la homogeneización de fases, también siendo capaz de modificar la estructura morfológica mediante un aumento o disminución de esta. En lo que se refiere a la velocidad de agitación, demostraron que, a mayores velocidades de corte durante el intervalo de conversión siguiente a la formación de fases, menor es el tamaño de partícula obtenido (Costa et al., 2020).

En el caso de los nanocompuestos poliméricos, la incorporación de refuerzos nanométricos introduce una serie de consideraciones adicionales durante la síntesis. La presencia de nanopartículas puede interferir en la cinética de polimerización, afectar la movilidad de las cadenas y alterar la morfología del sistema (Adnan et al., 2018). Una decisión clave es el momento de adición del refuerzo: este puede incorporarse durante la polimerización (*in-situ*), lo que favorece una mejor dispersión y adhesión interfacial; o bien después de la polimerización (*ex-situ*), lo cual puede requerir procesos adicionales para lograr una dispersión efectiva (Kamal et al., 2022; Movchan et al., 2021)

Además, para mejorar la compatibilidad entre la matriz y las nanopartículas, se recurre puede recurrir al uso de agentes de acoplamiento o modificadores

superficiales, como silanos funcionalizados, que promueven enlaces covalentes o interacciones específicas en la interfase (Lee et al., 2024). Estos compuestos permiten adaptar la química superficial del refuerzo a la naturaleza del polímero, optimizando la transferencia de esfuerzos y reduciendo la aglomeración de partículas (He et al., 2023). Otras variables importantes incluyen el tipo de medio dispersante, el pH, la viscosidad del sistema, la energía de agitación, así como la secuencia de incorporación de los componentes, ya que todos estos factores influyen directamente en la estabilidad, homogeneidad y propiedades finales del nanocompuesto (Zhu et al., 2021)

5.7. Modificación de las propiedades mecánicas de nanocompuestos

Una vez comprendida la conformación química y estructural de los polímeros, y considerando que la incorporación de nanoestructuras ha permitido modificar significativamente diversas propiedades de estos materiales, resulta esencial analizar cómo dichas estructuras, con naturalezas químicas y físicas distintas, influyen en las interacciones dentro de la red polimérica. A partir de este análisis es posible identificar los factores que determinan la variación en las propiedades mecánicas de los nanocompuestos.

5.7.a. Matriz polimérica

Los polímeros constituyen los elementos fundamentales que determinan las propiedades mecánicas de un nanocompuesto. Estas cadenas pueden presentar una organización semicristalina o amorfa, cuya cristalinidad y morfología pueden ser modificadas por la incorporación de nanoestructuras. Dentro de la matriz polimérica, las nanopartículas pueden interactuar de distintas formas dependiendo de su escala y factor de forma. En el caso de cadenas lineales amorfas, la interacción polímero–nanopartícula está gobernada por contribuciones entrópicas y entálpicas, semejantes a las que ocurren entre dos componentes poliméricos. En estos sistemas, la interacción entálpica entre los dos polímeros y la entrópica de los segmentos del polímero definen la energía de la unión (Nicolais et al., 2013).

No obstante, dependiendo de la naturaleza química del refuerzo y de la matriz, pueden establecerse una amplia gama de interacciones interfaciales: desde fuerzas físicas como fuerzas de Van der Waals, interacciones dipolo-dipolo y puentes de hidrógeno, hasta enlaces más fuertes como enlaces iónicos o incluso enlaces covalentes formados por funcionalización química superficial de las nanopartículas (Idumah et al., 2021). La naturaleza y fuerza de estas interacciones afectan directamente la transferencia de cargas mecánicas, la dispersión del refuerzo y, por ende, las propiedades finales del nanocompósito.

Además de la interacción directa entre la matriz polimérica y los agentes de refuerzo, es indispensable considerar los términos energéticos asociados, entre ellos la contribución entrópica derivada de la interacción entre las cadenas poliméricas y las nanoestructuras. En este caso las cadenas cercanas a las nanopartículas son estiradas, disminuyendo la entropía conformacional de las cadenas, por lo que, para maximizar la entropía, las nanoestructuras pueden ser repelidas por las cadenas, siendo posible obtener regiones de baja densidad de segmentos de cadena alrededor de las partículas rígidas (Tjong, 2006).

En los procesos de polimerización *in-situ*, la incorporación de nanopartículas puede modificar de manera significativa las propiedades finales de la matriz polimérica. Un ejemplo claro se observa en la polimerización por radicales libres, donde la presencia de una interfase puede alterar tanto la tasa de transferencia de cadena como la de terminación. Estas variaciones en la polimerización local generan diferencias en las características moleculares del polímero en las proximidades de las nanopartículas respecto al resto del material. En contraste, cuando los componentes del nanocompósito se combinan después de la síntesis de las macromoléculas, la dispersión de las nanopartículas suele dificultarse, lo que favorece fenómenos de aglomeración, agregación o incluso fusión entre ellas (Zielińska et al., 2020). Estos procesos afectan el tamaño efectivo del reforzante, alterando así el efecto de la nanopartícula.

La incorporación de nanoestructuras en una red polimérica reticulada puede ejercer una influencia comparable a la observada en matrices poliméricas de tipo lineal. Las

nanopartículas pueden influir en el desarrollo de la estructura de la red local durante las reacciones de polimerización y reticulación, y el volumen excluido de las nanopartículas puede afectar la dinámica local de las cadenas entre reticulaciones (Li et al., 2021; Varol et al., 2017).

5.7.b. Disolventes

En la preparación de mezclas a partir de soluciones diluidas, interviene un tercer componente en el proceso: el disolvente. La presencia de este agente implica que la estructura final de los materiales no solo dependa de las interacciones polímero–nanopartícula, sino también de las interacciones polímero–disolvente y nanopartícula–disolvente. Adicionalmente, es necesario considerar las interacciones de cualquiera de estos componentes con el sustrato, así como la velocidad y dirección en que ocurre la evaporación del disolvente. El solvente residual también puede servir como plastificante en la matriz polimérica y tener un gran impacto en las propiedades termomecánicas del nanocompuesto (Cimatu et al., 2022).

5.7.c. Reforzantes Nanoestructurados

Se ha explorado una amplia gama de reforzantes a nanoescala en las últimas décadas en conjunción con nanocompuestos de polímeros, en este caso es importante centrarse en los tres atributos principales de los reforzantes a nanoescala que impactan el desarrollo de propiedades mecánicas: química, tamaño y forma (Díez-Pascual, 2019; Gobena et al., 2024).

La naturaleza química de los refuerzos a nanoescala incide de manera directa en dos propiedades fundamentales asociadas a la interacción polímero–nanopartícula. En primer lugar, determina la contribución entálpica de las nanoestructuras hacia las cadenas poliméricas. Dichas interacciones desempeñan un papel crucial en la eficiencia de la transferencia de cargas a través de la interfaz nanopartícula–polímero. Esta relación puede manifestarse mediante fuerzas de van der Waals

entre las cadenas y las nanoestructuras, o bien a través de interacciones específicas de mayor intensidad, como los enlaces covalentes. La fuerza de estas interacciones influye fuertemente en la morfología de un nanocompósito polimérico (He et al., 2023; Tamayo-Vegas et al., 2022)

Las interacciones entre partículas son importantes en fracciones de alta concentración en el compósito y en la resistencia de los agregados de los reforzantes. Dado que las nanoestructuras pueden segregarse en fases formando dominios enriquecidos en partículas y deficientes en polímero, dichos dominios, cuando las interacciones partícula–partícula son altamente atractivas, tienden a comportarse como una única estructura en lugar de actuar como entidades independientes a escala nanométrica. Por el contrario, si las atracciones entre partículas son débiles, los procesos de deformación relacionados con el agregado pueden desempeñar un papel importante en el almacenamiento y la pérdida de energía mecánica aplicada (Tamayo-Vegas et al., 2022).

Varios grupos de investigación han explorado el impacto de las propiedades mecánicas de los reforzantes a nanoescala sobre las propiedades mecánicas generales del nanocompósito, experimental y teóricamente (Bashir, 2021; Bay et al., 2020; Elbakyan et al., 2024; Gupta et al., 2021). En términos generales, se ha establecido que tanto el tamaño como la morfología de las nanoestructuras determinan dos aportaciones clave a las propiedades globales del nanocompósito: la relación superficie–volumen de las nanopartículas y las interacciones asociadas al volumen.

La elevada relación superficie–volumen característica de las nanoestructuras constituye el principal fundamento para el desarrollo de nanocompósitos poliméricos. En este contexto, la región interfacial desempeña un papel determinante al controlar la organización estructural a nivel molecular y al facilitar una transferencia eficiente de esfuerzos entre los distintos componentes del sistema. Por lo tanto, maximizar la cantidad de región interfacial maximiza el potencial de definir nuevas propiedades del material de modo que, la magnitud del

cambio o control de propiedad por la región interfacial está dictada por la cantidad total del área interfacial dentro de un nanocompósito (Bashir, 2021).

VI. HIPÓTESIS

La incorporación de nanopartículas porosas de SiO_2 dentro de la matriz de PDMS mediante un proceso de síntesis *in-situ* con control del pH del medio, favorecerá la interacción matriz-refuerzo, incrementará el área interfacial disponible y mejorará la distribución de las nanopartículas al reducir su aglomeración y permitir un mayor control sobre las reacciones simultáneas de hidrólisis-condensación y entrecruzamiento. Estas condiciones generarán una mejora significativa en las propiedades mecánicas del recubrimiento.

VII. OBJETIVOS

7.2. Objetivo General

Demostrar que la incorporación de nanopartículas porosas de SiO_2 mediante síntesis *in-situ* en una matriz polimérica de PDMS mejora significativamente sus propiedades mecánicas, al favorecer la interacción matriz-refuerzo y controlar simultáneamente las reacciones de hidrólisis-condensación y entrecruzamiento, sin afectar el desempeño hidrofóbico, dieléctrico ni la adherencia del recubrimiento.

7.3. Objetivos Específicos

1. Obtener nanopartículas porosas de sílice (SiO_2) mediante el método sol-gel, utilizando diferente pH.
2. Caracterizar las propiedades fisicoquímicas y superficiales de las nanopartículas de SiO_2 obtenidas.

3. Desarrollar compósitos PDMS–SiO₂ mediante un proceso de síntesis *in-situ*, modificando la concentración de reforzante y de agente entrecruzador.
4. Evaluar el comportamiento mecánico de los compositos PDMS–SiO₂.
5. Relacionar los cambios estructurales con las propiedades térmicas, químicas y de eficiencia de reticulación de los compositos.
6. Verificar la conservación de las propiedades hidrofóbicas superficial, la conductividad eléctrica y la adherencia de los nanocompósitos con mejor respuesta mecánica.
7. Determinar la estabilidad mecánica y química de los nanocompósitos seleccionados mediante pruebas de intemperismo.

VIII. METODOLOGÍA

8.1. Generalidades (Diseño de experimentos)

Previo a la selección de la metodología experimental, fue necesario establecer un diseño de experimentos que permitiera definir adecuadamente las variables independientes que intervienen en el estudio. Se definieron los grupos experimentales en función de las variables de entrada que han demostrado, en investigaciones anteriores, tener un mayor impacto sobre las propiedades de las nanopartículas y en las propiedades mecánicas del PDMS (Ward et al., 2012; Wypych, 2016).

Las variables independientes seleccionadas fueron las siguientes:

- Potencial de síntesis en el proceso sol-gel: El valor de pH del medio de reacción representa un parámetro crítico que influye en la morfología, tamaño, área superficial y porosidad de las nanopartículas generadas, afectando consecuentemente su interacción con la matriz polimérica (Levy

et al., 2015). En este estudio se emplearon dos condiciones de síntesis: un medio ácido (pH = 2) y un medio alcalino (pH = 10) (2 niveles).

- Concentración de nanoreforzante: Diversos estudios han evidenciado que el contenido de nanopartículas en una matriz polimérica puede modificar significativamente sus propiedades mecánicas y superficiales, en función de su concentración, dispersión y naturaleza química (Rangappa, 2022; Tamayo-Vegas et al., 2022). Por tanto, se evaluaron cuatro concentraciones en peso: 0%, 5%, 10% y 15% (4 niveles).
- Relación en peso matriz:entrecruzador (PDMS:TEOS): Esta relación condiciona directamente el grado de reticulación del polímero, lo que repercute en su comportamiento físico y químico del polímero (Wang et al., 2014a). Además, en presencia de refuerzos, esta interacción puede verse modificada por la interacción entre el polímero y los reforzantes durante la reticulación (Vaimakis-Tsogkas et al., 2019). Con base en ello, se analizaron tres relaciones de PDMS:TEOS: 5:1, 10:1 y 15:1 (3 niveles), a fin de determinar el efecto combinado del refuerzo y el entrecruzamiento.

Como resultado de este diseño de experimentos y los valores seleccionados de las variables independientes (**Tabla 1**) se construyó una matriz experimental con los 21 grupos de estudio y su respectiva nomenclatura (**Tabla 2**).

Tabla 1. Variables independientes y valores para el diseño de experimentos propuesto.

Variable Independiente	Valores	
Medio	ácido (a) y alcalino (b)	2
Reforzante	0%, 5%, 10% y 15%	4
PDMS:TEOS	15:1, 10:1 y 5:1	3
Grupos		= 21*

*Los grupos de control sin reforzante (0%SiO₂) son el mismo para los dos tipos de medio (a y b).

Tabla 2. Grupos de estudio del diseño de experimentos.

#	PDMS:TEOS	Reforzante	Medio	Grupo
1	15	0	-	15-0
2	15	5	a	15-5a
3	15	5	b	15-5b
4	15	10	a	15-10a
5	15	10	b	15-10b
6	15	15	a	15-15a
7	15	15	b	15-15b
8	10	0	-	10-0
9	10	5	a	10-5a
10	10	5	b	10-5b
11	10	10	a	10-10a
12	10	10	b	10-10b
13	10	15	a	10-15a
14	10	15	b	10-15b
15	5	0	a	5-0
16	5	5	a	5-5a
17	5	5	b	5-5b
18	5	10	a	5-10a
19	5	10	b	5-10b
20	5	15	a	5-15a
21	5	15	b	5-15b

8.2. Obtención de nanopartículas SiO₂ por método sol-gel en medio ácido y básico

Las nanopartículas SiO₂ fueron obtenidas mediante el método de síntesis sol-gel, siguiendo el procedimiento reportado por Stöber (Gorji et al., 2021) y adaptado con base en protocolos previamente establecidos (Rosales et al., 2018). Las síntesis se realizaron empleando un volumen total de reacción de 30 mL por proceso.

Previo al inicio del procedimiento, todo el material de vidrio empleado fue lavado con alcohol isopropílico y secado con papel absorbente, a fin de minimizar la presencia de contaminantes que pudieran interferir con el proceso de síntesis.

La solución inicial se preparó disolviendo 15.6 mL de acetona (C₃H₆O) en un vaso de precipitados, manteniéndose en agitación constante durante 15 min bajo

burbujeo continuo de nitrógeno (N_2) para eliminar el oxígeno disuelto. Posteriormente, se añadieron 11.3 mL de tetraetilortosilicato (TEOS, $SiC_8H_{20}O_4$) con el apoyo de una pipeta, manteniéndose la mezcla bajo agitación durante 20 min adicionales.

Dependiendo del medio de catálisis seleccionado (a y b), se incorporó el catalizador correspondiente: ácido nítrico (HNO_3 al 65–70%) para el medio ácido o hidróxido de amonio (NH_4OH al 30%) para el medio alcalino. La adición del catalizador se realizó en alícuotas de 20 μL para evitar la nucleación rápida y la posible aglomeración de partículas (Siwińska-Stefańska et al., 2015). La adición continuó hasta alcanzar un pH de 2 para el sistema ácido y de 10 para el sistema alcalino (Lazareva et al., 2017; Levy et al., 2015). Una vez alcanzado el valor de pH deseado, la mezcla se mantuvo bajo agitación durante 120 min para permitir la formación y crecimiento controlado de las nanopartículas.

Finalmente, la solución fue depositada en una caja Petri de vidrio y se dejó reposar durante 24 horas a temperatura ambiente para completar el proceso de gelificación y permitir la evaporación del disolvente residual.

En la **Figura 9** se presenta un esquema del procedimiento experimental de la síntesis de nanopartículas de SiO_2 , basado en el método sol-gel propuesto por Stöber (Topuz et al., 2015) y adaptado en la presente investigación (Cordoba et al., 2023).

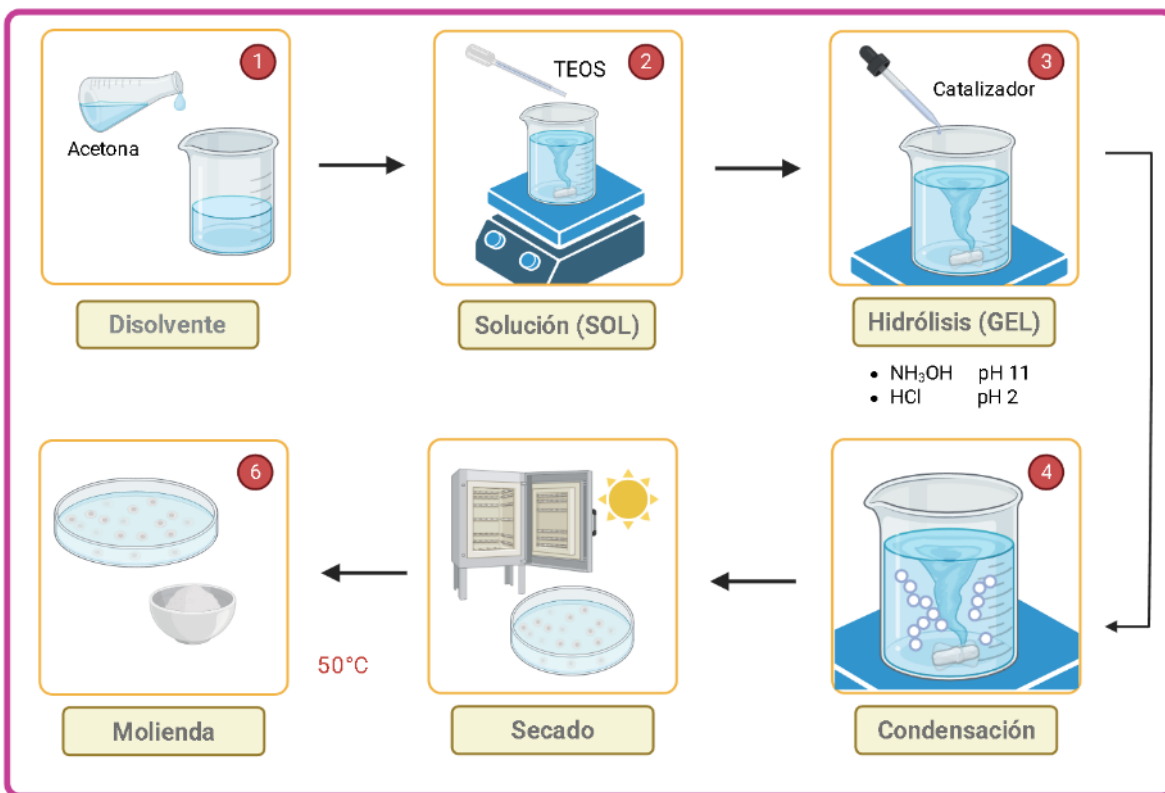


Figura 9. Esquema de síntesis de partículas de SiO₂ por método sol-gel.

8.3. Caracterización de las propiedades fisicoquímicas de nanopartículas SiO₂.

Las propiedades fisicoquímicas de las nanopartículas de SiO₂ obtenidas mediante síntesis sol-gel en medio ácido y alcalino (denominadas SiO₂-a y SiO₂-b, respectivamente) fueron caracterizadas utilizando distintas técnicas con el propósito de establecer las diferencias estructurales y composicionales derivadas del medio catalítico empleado durante la síntesis. Las muestras fueron secadas a temperatura ambiente y pulverizadas para su posterior caracterización.

Para la caracterización morfológica, las muestras fueron analizadas mediante técnicas de difracción de rayos X (DRX) en un difractómetro D8 Advance (Bruker, Karlsruhe, Baden, Alemania), equipado con un ánodo de cobre (20 kV, 20 mA, $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$), empleando un barrido angular en el intervalo de 10° a 80° (2 θ) con una velocidad de 10° por minuto. Los ensayos DRX se efectuaron en el Laboratorio Nacional de Nano y Biomateriales del Cinvestav-IPN. Se realizaron ensayos de microscopía electrónica de transmisión (TEM), utilizando un microscopio JEM

2000FX (JEOL USA; Peabody, MA, USA), operado a 15 kV en la Unidad de Microscopía del Instituto de Neurobiología, UNAM, campus Juriquilla. Adicionalmente, realizó microscopía electrónica de barrido (SEM) empleando un microscopio Hitachi UHR FE-SEM modelo SU8200, en el Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada (CFATA), UNAM Juriquilla.

Se realizó la determinación de área superficial y características de porosidad de las partículas a través del análisis de adsorción de nitrógeno (BET) mediante adsorción de nitrógeno a 77 K utilizando un analizador Belsorp Max (MicrotracBEL Corp), el cual operó bajo el principio de adsorción de gases. Estas técnicas permitieron determinar el tamaño promedio de partícula, el grado de cristalinidad, la distribución de tamaños, el nivel de aglomeración, el área superficial específica y la porosidad de las nanopartículas.

Adicionalmente, se emplearon análisis de dispersión dinámica de luz (DLS) y potencial Z mediante un equipo ZNANO modelo ZEN7000 (Malvern®). A través de ello, se evaluó el tamaño hidrodinámico y la estabilidad coloidal de las nanopartículas en solución, simulando así las condiciones de interacción en medio líquido con la matriz polimérica.

Las propiedades químicas se caracterizaron mediante espectroscopía Raman, espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS). Las mediciones Raman se realizaron en estado sólido empleando un espectrómetro Raman D2700M inVia (Renishaw; Wetzlar, Hesse, Alemania), equipado con un láser Nd:YAG con longitud de onda de 523 nm. El análisis FT-IR se llevó a cabo utilizando un espectrómetro Nicolet 8700 FT-IR (Thermo Scientific, WI, EE. UU.), acoplado a un equipo de reflexión total atenuada (ATR), operado en modo de absorbancia. Los análisis XPS se llevaron a cabo utilizando un analizador de superficies K-Alpha (Thermo Scientific; Madison, WI, USA), equipado con un detector multicanal y una fuente de rayos X $\mu\text{m-FG ON}$ (400 μm).

Estas técnicas permitieron identificar los grupos funcionales predominantes, la conformación química y la composición elemental de las partículas. La información obtenida facilitó la comparación entre ambos sistemas y permitió establecer las variaciones en el entorno químico de las nanopartículas en función del tipo de catalizador utilizado durante el proceso sol-gel.

8.4. Obtención de nanocompuestos PDMS-SiO₂

La síntesis de los nanocompuestos PDMS-SiO₂ se llevó a cabo mediante la integración del proceso sol-gel para la obtención de nanopartículas con el proceso de formación de la matriz polimérica reticulada de PDMS. Esta última se obtuvo a partir de la reacción entre polidimetilsiloxano hidroxiterminado (PDMS-OH) y el agente reticulador tetraetilortosilicato (TEOS) en un medio neutro a través del uso del catalizador dibutil dilaurato de estaño (DBTDL) (Cordoba et al., 2023; Cui et al., 2018).

El procedimiento se inició con la preparación de la solución base, mezclando PDMS y acetona en una proporción en peso de 0.7:1, empleando acetona como disolvente por su alta compatibilidad y difusividad con polisiloxanos (Cocchi et al., 2015). La mezcla se mantuvo bajo agitación mecánica constante hasta lograr la completa homogeneización del sistema. Los tiempos de agitación requeridos para esta etapa fueron establecidos mediante análisis reológicos de las distintas soluciones (**Sección 9.3.a**), definiéndose el tiempo para la integración del sistema.

Posteriormente, se procedió a la primera adición de TEOS con base en la concentración seleccionada de nanopartículas SiO₂ en el compuesto (0%, 5%, 10% y 15% en peso). Los valores de TEOS requeridos fueron determinados por medio del peso promedio experimental de las síntesis previas (**Sección 8.2**) (Cordoba et al., 2023).

Para iniciar el proceso de hidrólisis y formación del gel de sílice (SiO₂), el pH de la solución se ajustó mediante la adición del catalizador correspondiente: medio ácido o alcalino. Los catalizadores se añadieron en alícuotas de 20 µL hasta alcanzar un

pH de 2 y 10, respectivamente. Como se ha reportado previamente, la presencia de iones H^+ en catálisis ácida favorece la formación de nanopartículas porosas con tamaños alrededor de 20 nm, mientras que la catálisis alcalina con iones OH^- promueve el crecimiento de partículas de mayor tamaño, con menor porosidad (Levy et al., 2015).

La mezcla se mantuvo en agitación a temperatura ambiente durante 2 horas para permitir el desarrollo completo de las reacciones de hidrólisis y condensación del proceso sol-gel. Posteriormente, la solución fue neutralizada a un pH entre 6 y 7, a fin de disminuir la tasa de hidrólisis y condensación y reducir el crecimiento y generación de nuevas partículas SiO_2 (Schubert, 2015).

Se procedió a la segunda adición TEOS, para ser utilizado como agente entrecruzador de acuerdo con las relaciones en peso PDMS:TEOS seleccionadas como variable experimental (15:1, 10:1 y 5:1) (Cui et al., 2018; Fu et al., 2019). La mezcla se mantuvo bajo agitación mecánica hasta lograr su completa homogeneización (**Sección 9.3.a**).

Para eliminar burbujas de aire generadas durante la agitación, la mezcla fue sometida a un proceso de desgasificación en baño ultrasónico durante 20 minutos (Puggal et al., 2016). Posteriormente, se inició el proceso de reticulación mediante la incorporación del catalizador dibutil dilaurato de estaño (DBTDL) en una proporción en peso PDMS:DBTDL de 1:0.02. La mezcla se agitó durante 5 minutos adicionales antes de su vertido sobre el sustrato correspondiente.

La aplicación del compuesto se realizó sobre distintos tipos de sustratos según el análisis a realizar. El recubrimiento se aplicó con espesores de 0.5 a 1 mm sobre placas metálicas (ensayos de dureza), cerámicas (pruebas de adherencia y ángulo de contacto), o en moldes de dimensiones definidas para otras caracterizaciones: 1 × 1 cm (rendimiento de reticulación y caracterización térmica y química), 6.5 × 6.5 cm (ensayos de conductividad eléctrica), y 8 × 9 cm (probetas para ensayos de tensión y DMA).

Previo a la aplicación, los sustratos fueron lavados con agua y etanol, y posteriormente secados con un paño limpio para eliminar residuos de grasa o agentes contaminantes. Durante el curado, los sustratos se mantuvieron en posición completamente horizontal y cubiertos para evitar el depósito de partículas contaminantes. Finalmente, esta disposición se mantuvo por 24 horas de curado a temperatura ambiente (Konku-Asase et al., 2020).

8.5. Evaluación de propiedades mecánicas y químicas de los compositos PDMS–SiO₂.

8.5.a. Propiedades mecánicas de compositos PDMS-SiO₂

Las propiedades mecánicas de los compósitos PDMS–SiO₂ fueron evaluadas mediante ensayos de tracción, siguiendo los lineamientos establecidos en la norma ISO 527-1:2019 Plásticos – Determinación de propiedades de tracción (**Anexo 13.5**). Las pruebas se realizaron en una máquina universal de ensayos mecánicos, utilizando geometría tipo halterio (dog-bone), conforme al molde tipo 5B, recomendado para elastómeros reticulados (ISO 527-1, 2019).

La **Figura 10** presenta la geometría de las probetas utilizadas, mientras que la **Tabla 3** detalla las dimensiones estándar correspondientes a cada sección de la probeta. Para la realización del ensayo, las muestras se colocaron cuidadosamente en los agarres de la máquina de pruebas, garantizando una alineación adecuada para lograr una distribución uniforme del esfuerzo a lo largo de la sección transversal. La distancia entre los puntos de referencia fue registrada con precisión, evitando errores de paralaje. Los ensayos fueron realizados en una máquina de ensayos universal Shimadzu AGS-X con un contrapeso de 100N, una velocidad de separación de 30 mm/min y mordazas con superficie dentada

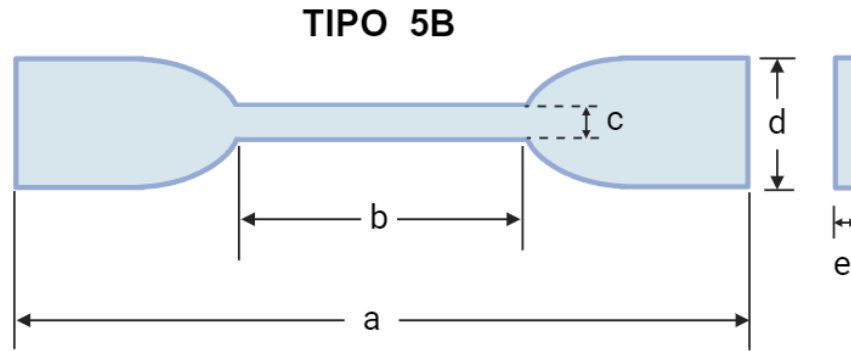


Figura 10. Probeta forma halterio tipo 5B seleccionada para pruebas de tensión mecánica en función a la norma ISO 527-1.

Tabla 3. Medidas estándar del molde halterio tipo 5B.

Medida	Dimensiones (mm)
a	< 35
b	10 ± 0.2
c	2 ± 0.1
d	6 ± 0.5
e	1

Durante el ensayo, se registró la fuerza aplicada y la elongación correspondiente, desde el inicio de la prueba hasta el punto de ruptura. Estos datos permitieron calcular parámetros clave del comportamiento mecánico de los materiales, tales como el módulo elástico, la tensión de fractura y la deformación máxima. La medición del alargamiento se realizó utilizando un extensómetro acoplado al sistema. En el momento de la ruptura, se registró el alargamiento final alcanzado por cada probeta.

Cada grupo experimental fue evaluado mediante cinco repeticiones, con el objetivo de asegurar la reproducibilidad de los resultados y permitir un análisis estadístico de las propiedades mecánicas en función de la concentración de refuerzo y las condiciones de síntesis.

8.5.b. *Propiedades químicas de composites PDMS-SiO₂.*

Las propiedades químicas de los composites PDMS-SiO₂ obtenidos mediante síntesis *in-situ* por el método sol-gel fueron caracterizadas empleando técnicas de espectroscopía Raman, espectroscopía infrarroja (FTIR) y espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS). El objetivo de estos análisis fue establecer las diferencias composicionales y estructurales resultantes de las distintas condiciones experimentales aplicadas durante la obtención de los materiales.

Las técnicas mencionadas permitieron identificar los grupos funcionales predominantes en los composites, así como determinar su conformación química superficial y composición elemental. Estos resultados facilitaron la comparación entre los distintos ambientes químicos presentes en los grupos de estudio, y permitieron correlacionar las variaciones observadas con las características estructurales y composicionales de las nanopartículas de SiO₂ sintetizadas bajo diferentes condiciones de pH.

8.6. Evaluación del comportamiento térmico, reticulación, conductividad y propiedades superficiales de los composites PDMS-SiO₂.

8.6.a. *Propiedades térmicas*

Las propiedades térmicas de los nanocomposites seleccionados por su mejor desempeño mecánico fueron evaluadas mediante análisis termogravimétrico (TGA), y análisis mecánico dinámico (DMA). El propósito de estos ensayos fue caracterizar los efectos de la incorporación de refuerzos nanométricos sobre los procesos de degradación térmica, el comportamiento viscoelástico y el flujo calorífico de los materiales, así como establecer su relación con las propiedades mecánicas previamente determinadas. Los análisis TGA fueron realizados utilizando un analizador termogravimétrico aplicando una rampa de calentamiento de 5 °C/min en un intervalo de temperatura de 30 a 700 °C. Los análisis DMA utilizando un analizador Perkin Elmer DMA 7 Dynamic Mechanical Analyzer con una rampa de calentamiento de 5 °C/min y un intervalo de temperatura de -130 °C a 80 °C.

La presencia de estructuras reforzantes y su grado de interacción con la matriz polimérica pueden inducir modificaciones significativas en los procesos térmicos de los polímeros, afectando parámetros como la temperatura de transición vítrea (T_g), la temperatura de fluencia y la temperatura de degradación (Gupta et al., 2021). La aplicación de estas técnicas permitió analizar las posibles variaciones térmicas como consecuencia del refuerzo progresivo con nanopartículas, así como identificar las diferencias atribuidas a la morfología y características fisicoquímicas de los reforzantes.

8.6.b. Rendimiento de reticulación

El proceso de reticulación en polímeros depende directamente de la relación entre la estructura y el tamaño de las cadenas que conforman la matriz polimérica (PDMS), así como de la cantidad de agente entrecruzador empleado, lo que influye en el grado de entrecruzamiento de los materiales poliméricos (Teixeira et al., 2021). Asimismo, la presencia y concentración de nanopartículas de SiO_2 generadas mediante síntesis in-situ también han demostrado incidir en este parámetro, debido a posibles interferencias o interacciones con el sistema polimérico (Bashir, 2021).

Como la relación PDMS:TEOS y la concentración de nanopartículas fueron definidas como variables independientes del diseño experimental, se procedió a evaluar el rendimiento de la reacción de reticulación de los compósitos seleccionados mediante un método gravimétrico (Cordoba et al., 2023). Esta técnica se basa en la pérdida de masa del polímero atribuida a la eliminación de precursores no reaccionados, fenómeno que guarda relación directa con la eficiencia del entrecruzamiento de la matriz y con la solubilidad de las cadenas poliméricas no reticuladas en distintos disolventes (Hirschl et al., 2013).

Se registró el peso inicial de cada muestra (P_i), la cual fue posteriormente sumergida en etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) durante 24 horas, asegurando su completa inmersión. El etanol fue seleccionado como disolvente por su capacidad de solubilizar eficientemente cadenas no reticuladas, siendo menos volátil que la acetona y más eficaz que el

agua para los fines del ensayo (Cocchi et al., 2015). Durante este periodo, las cadenas poliméricas libres fueron extraídas por la fase líquida, facilitando la remoción de compuestos no entrecruzados del recubrimiento (Salazar, 2019).

Finalizado el tiempo de inmersión, se retiraron las películas del disolvente, se eliminó el exceso superficial con papel absorbente y se registró el peso húmedo (P_h). Las muestras se colocaron en un horno a 60 °C durante 2 horas para asegurar la evaporación del disolvente remanente, registrando el peso seco final de cada recubrimiento (P_s) (Hirschl et al., 2013).

Con los pesos registrados, se calculó el porcentaje de absorción del disolvente (A), la pérdida de masa del recubrimiento (L_w), y el rendimiento de reticulación (X_y), utilizando las ecuaciones (2), (3) y (4):

$$A = \frac{P_h - P_i}{P_s} \quad (2)$$

$$L_w = \frac{P_i - P_s}{P_i} \quad (3)$$

$$X_y = \frac{P_s}{P_i} \quad (4)$$

8.6.c. Conductividad eléctrica

La baja conductividad eléctrica del PDMS constituye una propiedad crítica para su desempeño como recubrimiento aislante en aplicaciones eléctricas (Arshad et al., 2017). Este polímero presenta valores de resistividad que oscilan entre 10^7 y $10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$, dependiendo del tipo de aplicación. En el caso de recubrimientos aislantes, se reportan resistividades volumétricas cercanas a $10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ en ausencia de refuerzos (Wang et al., 2024).

Las mediciones de resistividad se realizaron mediante el método de voltaje inverso (Lee et al., 2020), utilizando un electrómetro Keithley 6517B acoplado a un módulo de alta resistividad modelo 8009. Las muestras analizadas tuvieron dimensiones de $6 \times 7 \text{ cm}$ y un espesor promedio de 0.7 mm. Se llevaron a cabo en un barrido de voltaje de -250 a 250 V y una corriente de 20 mA.

Se efectuaron 10 ciclos de medición por muestra, registrando el valor promedio de resistividad volumétrica obtenido en cada caso, así como su desviación estándar. Esta evaluación permitió confirmar si la incorporación de nanopartículas de SiO₂ afectó de manera significativa la propiedad dieléctrica del polímero.

8.6.d. Adhesión a superficies

La evaluación de la adhesión superficial de los compósitos PDMS-%SiO₂ sintetizados se realizó conforme a los lineamientos establecidos en la norma ASTM D3359-09: Método de prueba estándar para la medición de la adhesión mediante ensayo de cinta adhesiva, empleando el procedimiento de corte cruzado (*cross-cut tape test*) (D3359, 2017). La norma ASTM D3359 puede revisarse en la sección **Anexo 13.4**).

El procedimiento inició con la limpieza de la superficie del recubrimiento utilizando etanol, con el objetivo de eliminar impurezas sin comprometer la integridad del material. Se seleccionó un área libre de defectos y se aseguró sobre una base rígida. Este ensayo es aplicable a recubrimientos con espesores superiores a 125 μm, por lo que las muestras preparadas cumplieron con este requisito.

Una vez acondicionada la superficie, se realizaron dos incisiones en forma de cruz utilizando una navaja y una regla metálica. Cada corte tuvo una longitud de 40 mm, generando un ángulo de intersección de 30°. Las incisiones se efectuaron con un trazo firme y presión constante hasta alcanzar el sustrato. Posteriormente, se inspeccionaron visualmente las marcas mediante reflexión de luz para verificar que se hubiese penetrado completamente la película del compósito; en caso contrario, se repitió el procedimiento en otra área.

Para la prueba de adhesión, se utilizó cinta adhesiva semitransparente de 25 mm de ancho de la marca Scotch® modelo 610, de uso técnico general, que cumple con los requisitos de adhesión especificados por la norma. Se desecharon dos vueltas completas del rollo para eliminar bordes contaminados y se cortó un tramo de 75 mm de longitud. La cinta se aplicó centrada sobre el punto de intersección de los cortes, siguiendo la dirección de los ángulos menores. Se presionó suavemente con el dedo

y posteriormente se frotó con el extremo de borrador de un lápiz, garantizando un contacto uniforme entre la cinta y la superficie recubierta.

Transcurridos menos de 90 segundos desde su aplicación, la cinta fue retirada de manera rápida, doblándola sobre sí misma en un ángulo de 180°. El área marcada se examinó con para cuantificar el desprendimiento del recubrimiento y se documentó mediante registro fotográfico. La adhesión fue calificada de acuerdo con la escala de clasificación proporcionada en la **Tabla 4**. Clasificación de la adhesión del recubrimiento para la prueba de rayado.

Se reportaron el número de repeticiones, el valor promedio y el rango de los resultados obtenidos, así como el tipo de recubrimiento, tipo de sustrato y el procedimiento de preparación de las muestras.

Tabla 4. Clasificación de la adhesión del recubrimiento para la prueba de rayado (D3359, 2017).

A	Características
5A	No despegue o remoción.
4A	Huella del despegue o remoción a lo largo de las incisiones o en su intersección.
3A	Remoción dentada a lo largo de las incisiones por arriba de 1.6 mm de cada lado.
2A	Remoción dentada a lo largo de la mayoría de las incisiones por arriba de 3.2 mm de cada lado.
1A	Remoción de más del área de la X debajo de la cinta.
0A	Remoción más allá del área de la X.

8.6.e. Determinación de Hidrofobicidad por Ángulo de contacto

La propiedad de hidrofobicidad superficial de los nanocompuestos PDMS–SiO₂ fue evaluada mediante la técnica de medición del ángulo de contacto de una gota en aire. Se calculó el ángulo de contacto en aire formado en la superficie del material con una gota de agua de volumen promedio de 8.43 µl, realizando la medición por triplicado y 5 mediciones por gota través de un Goniómetro Ramé-hart modelo 250-U1.

El análisis de las imágenes se realizó con el software ImageJ®, a través de su complemento especializado para el trazado del perfil de la gota y el cálculo del ángulo de contacto (θ), definido como el ángulo entre la tangente al menisco y la superficie del recubrimiento (Chuah et al., 2015).

Antes de realizar la medición, los sustratos recubiertos fueron limpiados con etanol y enjuagados con agua destilada para eliminar cualquier impureza superficial. Posteriormente, se secaron a temperatura ambiente y se les aplicó una corriente de aire con el fin de garantizar una superficie completamente libre de humedad.

Las gotas de agua destilada fueron depositadas cuidadosamente sobre las películas de los nanocompuestos utilizando una micropipeta. Las fotografías se capturaron de forma horizontal a nivel de la superficie del recubrimiento, asegurando un adecuado contraste y alineación. El ángulo de contacto se midió en ambos extremos (izquierdo y derecho) de cada gota, calculándose el valor promedio para cada una. Se realizaron cinco repeticiones por cada grupo experimental, obteniendo así el valor promedio del ángulo de contacto junto con su desviación estándar.

8.7. Estabilidad de propiedades fisicoquímicas de PDMS-SiO₂.

Con el propósito de evaluar la estabilidad de las propiedades fisicoquímicas de los nanocompuestos PDMS-SiO₂ con mejor desempeño mecánico, se llevaron a cabo ensayos de intemperismo durante un periodo de seis meses. Durante este tiempo, los recubrimientos fueron expuestos de forma continua a las condiciones ambientales características de la zona de El Marqués, Querétaro, México (colocar las coordenadas de ubicación), incluyendo radiación solar directa, ciclos de lluvia, humedad ambiental y variaciones térmicas.

Finalizado el periodo de exposición, se procedió a la caracterización posterior al intemperismo de los materiales para analizar posibles cambios químicos y estructurales derivados de la degradación ambiental. Las propiedades químicas fueron evaluadas mediante espectroscopía Raman y espectroscopía infrarroja (FT-

IR), con el objetivo de detectar posibles alteraciones en la conformación molecular o en los grupos funcionales de la matriz polimérica y los refuerzos.

Asimismo, se evaluaron las propiedades físicas de los recubrimientos mediante mediciones del ángulo de contacto y ensayos mecánicos de tensión, utilizando los protocolos descritos en las secciones anteriores. Estas pruebas permitieron comparar los valores antes y después del envejecimiento ambiental, con el fin de identificar cambios en la hidrofobicidad superficial y la resistencia mecánica.

El análisis comparativo de las propiedades fisicoquímicas tras el periodo de intemperismo brindó información relevante sobre la influencia de los refuerzos de SiO₂ en la estabilidad a largo plazo del sistema polimérico. La retención de propiedades tras la exposición ambiental se consideró un indicador de un potencial incremento en la vida útil de los recubrimientos aislantes desarrollados.

IX. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

9.1. Obtención de nanopartículas SiO₂ por método sol-gel

Los geles obtenidos tras el proceso sol-gel se ilustran en la **Figura 11**, donde se aprecian diferencias cualitativas notables entre los sistemas sintetizados bajo condiciones ácidas y alcalinas.

Al inicio de la síntesis de las NPs se observó una solución completamente transparente, indicando a la mezcla homogénea de los precursores. Posterior a la adición del catalizador (NH₄OH O HNO₃), la aparición de turbidez en la solución evidenció los procesos de nucleación y formación de partículas de SiO₂, producto de las reacciones de hidrólisis y condensación del método sol-gel (Topuz et al., 2015). Finalizado el tiempo de reacción, la solución fue vertida en una caja de Petri para permitir la evaporación del disolvente y completar el proceso de condensación y formación del gel (Levy et al., 2015).

En el sistema ácido ($\text{SiO}_2\text{-a}$), se formó un gel sólido y transparente, mientras que el sistema alcalino ($\text{SiO}_2\text{-b}$) presentó una textura más heterogénea, caracterizada por la presencia de aglomerados de aspecto blanquecino.

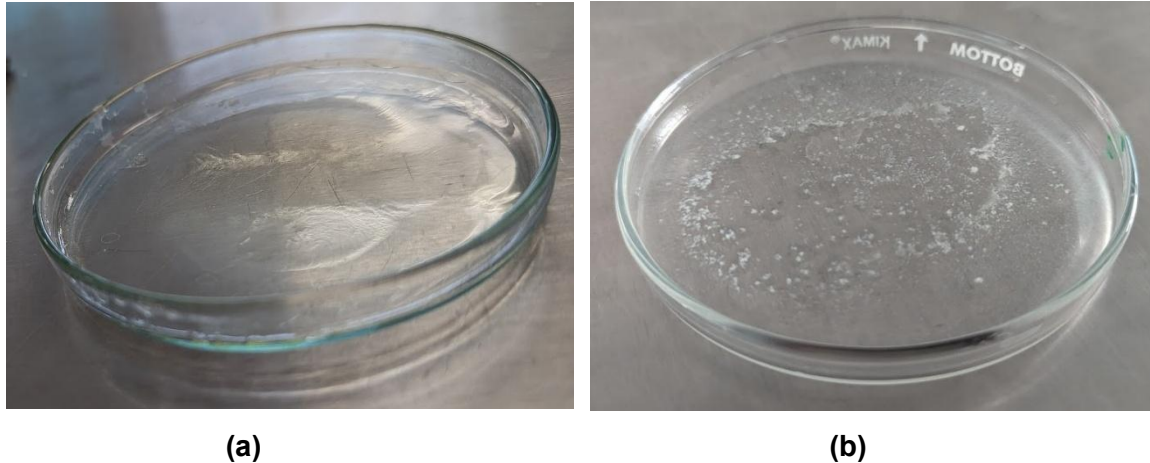


Figura 11. Geles obtenidos por síntesis sol gel en (a) medio ácido y (b) medio básico.

Estas diferencias visuales entre ambos sistemas constituyen una primera evidencia de la influencia del pH los mecanismos de formación de las nanopartículas sintetizadas, esta diferencia en los procesos de formación de los geles puede dar indicios de diferencias en el tamaño, homogeneidad y posible porosidad de las partículas generadas (Levy et al., 2015).

9.2. Propiedades fisicoquímicas de las nanopartículas

Posterior a la síntesis de nanopartículas en los dos medios seleccionados ($\text{SiO}_2\text{-a}$ y $\text{SiO}_2\text{-b}$), se procedió a la caracterización cuantitativa de las propiedades morfológicas y químicas de las nanopartículas sintetizadas, con el objetivo de diferenciar los sistemas obtenidos y comprender su potencial interacción dentro del sistema polimérico PDMS.

9.2.a. Microscopía electrónica de transmisión

La caracterización morfológica de las nanopartículas de sílice fue realizada mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM). Las imágenes

correspondientes a las nanopartículas sintetizadas en medio básico ($\text{SiO}_2\text{-b}$) y ácido ($\text{SiO}_2\text{-a}$) se presentan en las **Figuras 12** y **13**, respectivamente.

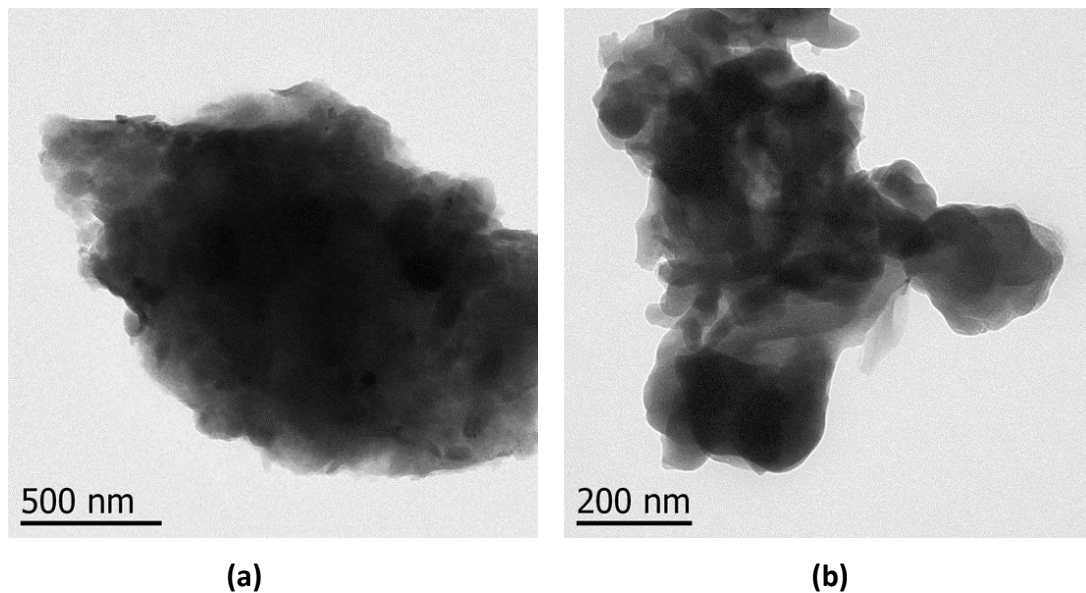


Figura 12. Imágenes TEM de partículas SiO_2 sintetizadas por método sol-gel con catálisis básica.

En las imágenes de $\text{SiO}_2\text{-b}$ (**Figura 12**) se observó la formación de grandes cúmulos de partículas, reflejando un fenómeno de aglomeración de estas partículas. Esta respuesta puede atribuirse a múltiples factores, tales como las condiciones de agitación durante la síntesis, la ruta de reacción, los disolventes empleados y la concentración de partículas en solución (Shrestha et al., 2020). No obstante, en las regiones periféricas de los agregados fue posible identificar partículas con una morfología esférica con tamaños similares.

Las micrografías de las nanopartículas de catálisis ácida ($\text{SiO}_2\text{-a}$) se muestran en la **Figura 13**. También se observó aglomeración de estas; sin embargo, este fue en menor grado en comparación con el sistema alcalino. Al comparar ambas micrografías, se identifica una clara diferencia en el tamaño de partícula, siendo menor en el sistema ácido.

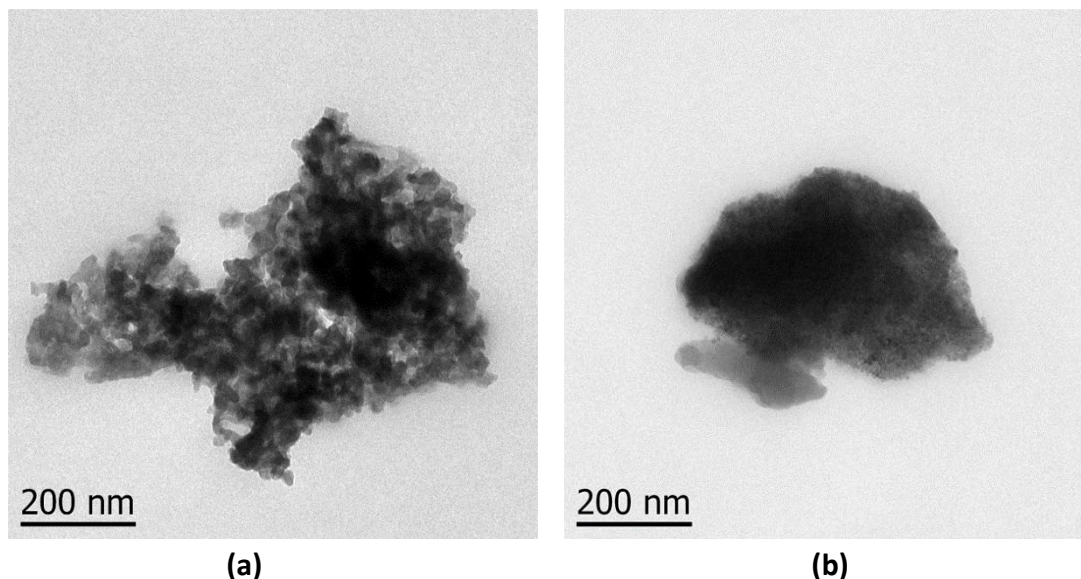


Figura 13. Imágenes TEM de partículas SiO_2 sintetizadas por método sol-gel con catálisis ácida.

El análisis estadístico del tamaño de partícula para el sistema SiO_2 -a se realizó utilizando el software ImageJ®, a partir de la medición individual de 30 nanopartículas seleccionadas aleatoriamente. El diámetro promedio obtenido fue de 20.2 ± 2.6 nm, valor que se encuentra en concordancia con los reportados para nanopartículas de sílice sintetizadas mediante el método sol-gel en condiciones ácidas (Dubey et al., 2015). En contraste, en el sistema SiO_2 -b no fue posible llevar a cabo un análisis estadístico del tamaño de partícula, debido al grado de aglomeración observado en las imágenes TEM. Esta aglomeración impidió la identificación precisa de partículas individuales.

9.2.b. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Con el objetivo de analizar con mayor precisión los clústeres formados, se llevaron a cabo análisis mediante microscopía electrónica de barrido de alta resolución (HRSEM). Las muestras fueron previamente recubiertas con oro para facilitar la conductividad eléctrica y analizadas a una distancia de trabajo de 3.4 mm, operando a un voltaje de aceleración de 1 kV.

En la **Figura 14** se presentan las micrográficas correspondientes a las nanopartículas sintetizadas en medio alcalino ($\text{SiO}_2\text{-b}$). A partir de las imágenes obtenidas, se confirmó la presencia de partículas esféricas observadas previamente mediante TEM, las cuales se encuentran agrupadas en clústeres con tamaños superiores a $1\ \mu\text{m}$. Las imágenes SEM permitieron una visualización más definida de la morfología superficial y la distribución espacial de las partículas en los aglomerados. A partir de estas, se estimó un diámetro promedio de partícula de $43.8 \pm 6.6\ \text{nm}$.

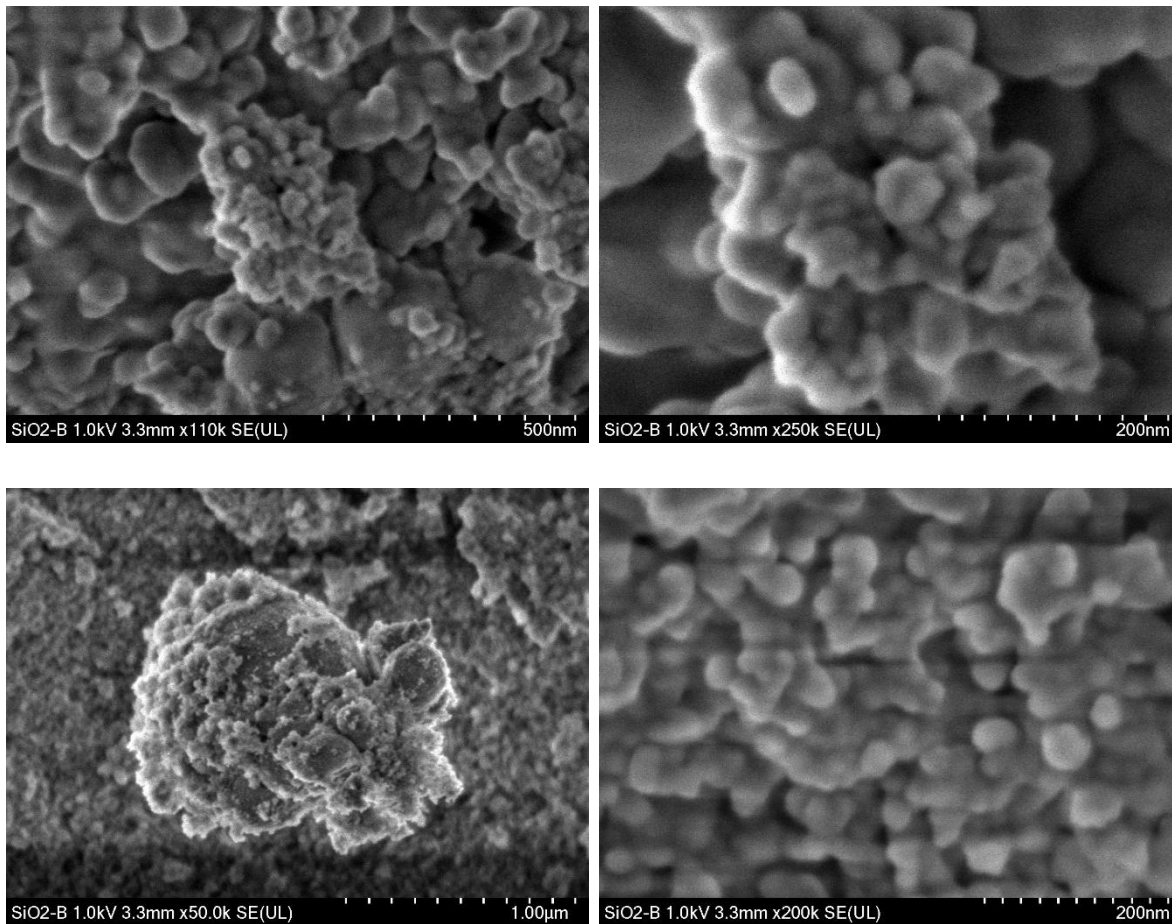


Figura 14. Imágenes SEM de partículas $\text{SiO}_2\text{-b}$ sintetizadas por método sol-gel.

En la **Figura 15** se muestran los resultados correspondientes a las nanopartículas obtenidas en medio ácido ($\text{SiO}_2\text{-a}$). En contraste con el sistema alcalino, se observó la formación de clústeres de menor tamaño, con dimensiones comprendidas entre

150 y 200 nm. A diferencia de las micrografías TEM, en las imágenes SEM no fue posible distinguir partículas individuales, debido a la compactación de los aglomerados.

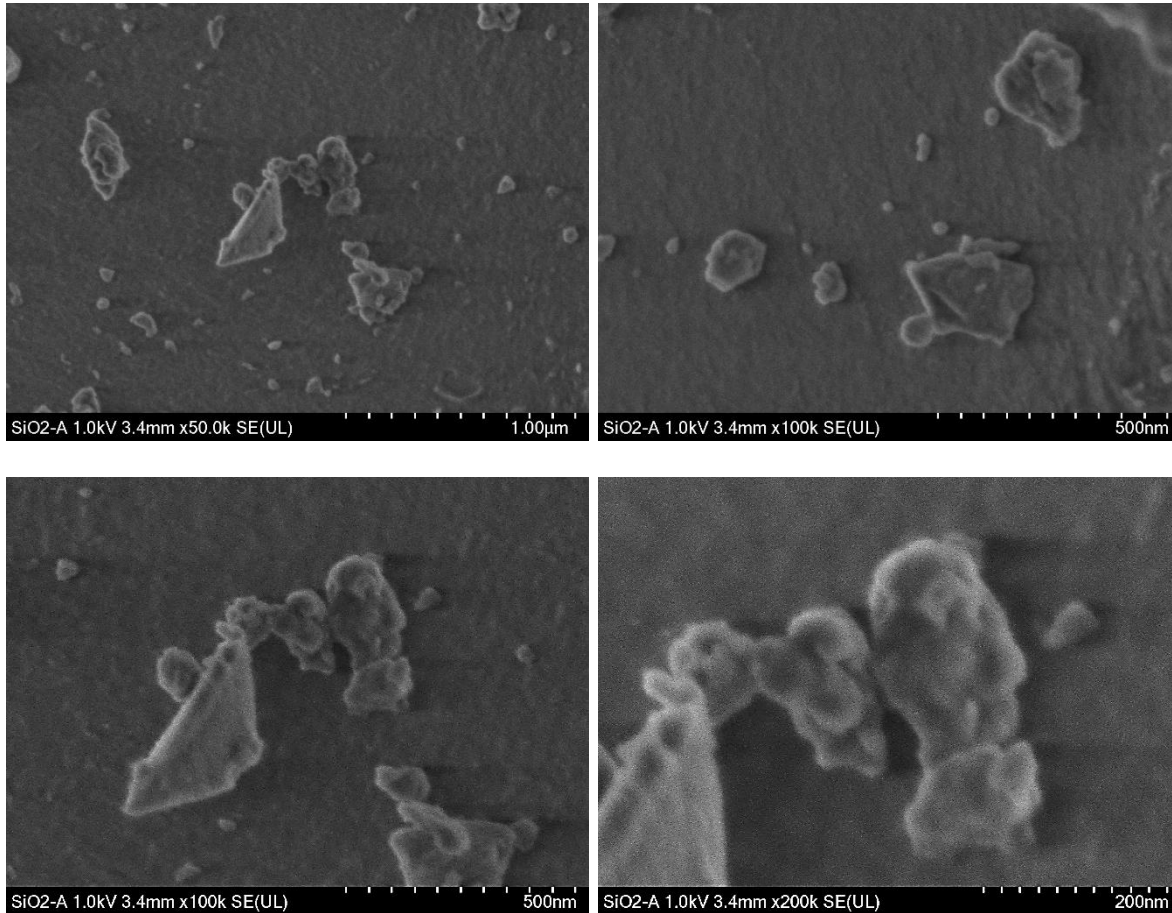


Figura 15. Imágenes SEM de partículas SiO₂-a sintetizadas por método sol-gel.

La comparación entre ambos sistemas a través de las técnicas SEM y TEM permite establecer diferencias claras en el tamaño promedio de partícula y el grado de aglomeración. En ambos casos se identificaron aglomerados de nanopartículas, con tamaños de clúster aproximados de 0.2 μm para SiO₂-a y 1 μm para SiO₂-b. El análisis conjunto de SEM y TEM permitió tener un estimado del diámetro promedio de partícula de 20 nm para SiO₂-a y 44 nm para SiO₂-b, reflejando un incremento

de aproximadamente 2.2 veces en el tamaño de las partículas sintetizadas bajo condiciones alcalinas.

Aunque la presencia de aglomeración en las partículas dificultó la realización de un análisis estadístico detallado del tamaño individual, las diferencias morfológicas observadas entre ambos sistemas pudieron atribuirse a las distintas rutas de reacción que tienen lugar durante el proceso sol-gel, determinadas principalmente por las condiciones de pH del medio. Esta interpretación concuerda con lo previamente reportado en la literatura (Schubert, 2015).

Los procesos sol-gel que se llevan a cabo en ambos medios (ácido y alcalino) presentan diferencias clave a medida que avanzan las reacciones de hidrólisis y condensación. Los grupos funcionales unidos al precursor TEOS experimentan un proceso de sustitución, pasando de $\equiv\text{Si-O-CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ a $\equiv\text{Si-OH}$ y posteriormente a $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$, lo cual implica una disminución progresiva en la densidad electrónica del sistema. En medios ácidos, los iones H^+ interactúan preferentemente con especies de mayor densidad electrónica ($\equiv\text{Si-O-CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$), promoviendo una mayor tasa de hidrólisis y favoreciendo la nucleación y formación de nuevas partículas. Por el contrario, en medios alcalinos, los iones OH^- reaccionan preferentemente con especies de baja densidad electrónica ($\equiv\text{Si-OH}$ o $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$), interactuando con las moléculas de TEOS ya sustituido, promoviendo la reacción de condensación, es decir, el crecimiento de las partículas ya formadas (Levy et al., 2015).

Este comportamiento esperado se reflejó en los análisis morfológicos obtenidos mediante TEM y SEM. Las partículas sintetizadas bajo catálisis ácida ($\text{SiO}_2\text{-a}$) presentaron diámetros promedio menores y un menor grado de aglomeración, en comparación con las obtenidas bajo catálisis alcalina ($\text{SiO}_2\text{-b}$). En el sistema $\text{SiO}_2\text{-a}$, la hidrólisis dominante condujo a la generación de una mayor cantidad de núcleos y, por ende, a partículas de menor tamaño. En cambio, en el sistema $\text{SiO}_2\text{-b}$, el predominio de la condensación promovió el crecimiento de estructuras más grandes, resultado de una menor nucleación y mayor diámetro de partículas SiO_2 .

9.2.c. Difracción de rayos X (DRX)

La caracterización morfológica de los sistemas SiO_2 se complementó mediante análisis de difracción de rayos X. En la **Figura 16** se muestra el difractograma obtenido para ambos sistemas (SiO_2 -a y SiO_2 -b). Los resultados revelaron patrones de difracción típicos de materiales amorfos, observándose una banda ancha característica de materiales de sílice. Ambos sistemas presentaron una reflexión de Bragg entre 20° y 30° (2θ), con máximos de intensidad localizados en 22.84° para SiO_2 -a y 22.52° para SiO_2 -b.

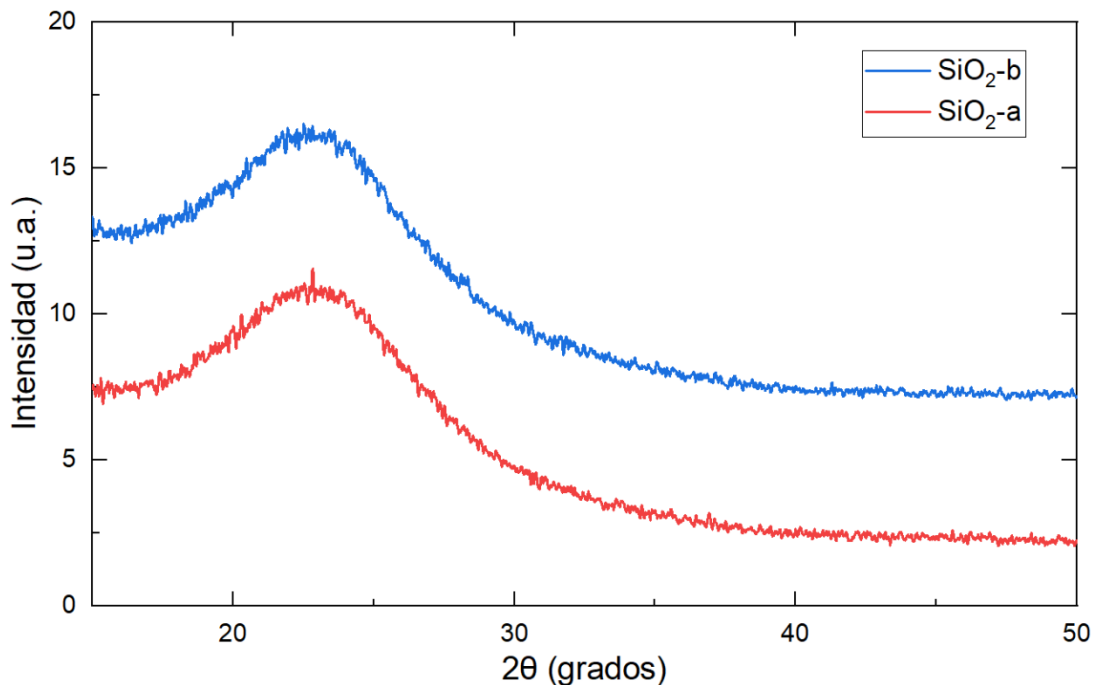


Figura 16. Difractograma de rayos X de nanopartículas SiO_2 sintetizadas mediante catálisis ácida (SiO_2 -a) y básica (SiO_2 -b).

A pesar de las diferencias en las condiciones de síntesis, ambos materiales conservaron una estructura amorfa, lo cual es característico del método sol-gel. Este método favorece el crecimiento de estructuras no cristalinas al realizarse en condiciones de temperatura y presión ambiente (Bhatt et al., 2021).

La similitud en la estructura amorfa, contrastada con las diferencias morfológicas y de aglomeración observadas previamente, evidencia la influencia directa del pH del medio de síntesis sobre las rutas de formación y propiedades de partículas SiO_2 .

Estas diferencias morfológicas, ha demostrado tener un impacto directo en la interacción matriz-polímero, influenciado por el área superficial disponible de las nanopartículas y la química superficial (Huibin He et al., 2023).

9.2.d. Análisis de porosidad B.E.T.

Además de las propiedades morfológicas como el tamaño o grado de aglomeración de los sistemas nanoparticulados, la porosidad que presentan los sistemas de refuerzo SiO₂ tiene un papel esencial en el área superficial de las partículas al interactuar con las cadenas poliméricas del material compuesto PDMS.

A través de análisis BET se permitió la determinación de área superficial específica, volumen de poro total y distribución de tamaño de poro. Los resultados obtenidos para los sistemas SiO₂-a y SiO₂-b se resumen en la **Tabla 5**.

Tabla 5. Parámetros B.E.T. de nanopartículas SiO₂ sintetizadas por sol-gel en medio ácido (SiO₂-a) y alcalino (SiO₂-b).

Parámetro	SiO ₂ -a	SiO ₂ -b
Área superficial	352.80 m ² /g	227.71 m ² /g
Volumen total de poro	0.18 cm ³ /g	0.89 cm ³ /g
Diámetro medio de poro	2.05 nm	15.57 nm
Volumen de monocapa	81.06 cm ³ (STP)/g	52.32 cm ³ (STP)/g
Constante BET	-81.96 *	2645.40

*Valor anómalo posiblemente asociado a un error experimental, se considerará como cercano a 0.

De manera general, las propiedades observadas entre ambos sistemas indican una clara diferencia en la estructura porosa. Las partículas SiO₂-a presentaron una mayor área superficial en comparación con los reforzantes SiO₂-b (+55%). Esta mayor área superficial se encuentra relacionada con una mayor densidad de sitios activos disponibles durante la adsorción (Estrada-Flores et al., 2020), que se ha demostrado puede atribuir una mayor capacidad de interacción con las cadenas poliméricas durante la formación de compósitos (He et al., 2023). Esta diferencia superficial se reafirmó con la medición del volumen de monocapa (V_m), el cual

también es mayor en el sistema ácido ($81.06 \text{ cm}^3 \text{ STP/g}$). Este volumen indica la cantidad de gas necesario para cubrir completamente la superficie de la partícula con una monocapa de moléculas de adsorbato, por lo que entre mayor sea este valor, mayor área de adsorción se tendrá (Tien, 2019). Este resultado refleja una superficie más activa y con mayor capacidad de adsorción que el sistema alcalino ($\text{SiO}_2\text{-b}$).

Esta mayor área superficial de interacción concuerda con lo observado en las microscopías SEM y TEM, donde se mostró un tamaño de partícula menor para las NPs $\text{SiO}_2\text{-a}$, correspondiendo a una mayor área superficial (He et al., 2023).

Por el contrario, el sistema alcalino mostró un volumen total de poro considerablemente mayor ($0.89 \text{ cm}^3/\text{g}$) en comparación con el sistema ácido ($0.18 \text{ cm}^3/\text{g}$), así como un diámetro medio de poro mayor. El mayor volumen total de poros en el sistema puede relacionarse con la presencia de una estructura con poros abiertos y de mayor tamaño para las partículas $\text{SiO}_2\text{-b}$ como se ha demostrado en la literatura (Han et al., 2024). Esta diferencia entre los reforzantes es de suma importancia ya que la porosidad presenta una relación directa con la facilidad de transporte de moléculas a través de los sistemas (Ren et al., 2023), teniendo implicaciones en la interacción y movimiento de cadenas poliméricas largas como las del PDMS, cuyo radio de giro puede alcanzar hasta decenas de nanómetros (Agasty et al., 2020).

A pesar del mayor volumen total de poro, las partículas $\text{SiO}_2\text{-b}$ presentan una menor área superficial en comparación con $\text{SiO}_2\text{-a}$. Esta menor área superficial puede relacionarse con el mayor grado de aglomeración observado en la microscopía TEM con partículas de mayor tamaño y aglomeradas, limitando el área superficial disponible para las partículas $\text{SiO}_2\text{-b}$ (Sosnin et al., 2021).

Otra diferencia notable entre los refuerzos es el valor de la constante BET (CCC). Este parámetro describe la energía de adsorción del gas en la primera capa respecto a las capas subsecuentes. Un valor alto de CCC indica que la interacción en la primera capa de adsorción es fuerte, sugiriendo que el material tiene una alta

afinidad superficial y potencialmente una buena capacidad para adsorber otras moléculas (Tien, 2019).

Las partículas SiO₂-b presentan un valor considerablemente alto (2645.4), indicando una fuerte interacción gas-sólido con N₂. Por el contrario, el valor negativo registrado en el sistema SiO₂-a (-81.96) sugiere un posible error experimental o una desviación en el ajuste isotérmico, por lo que se considera como un valor muy cercano a 0. Este valor indica muy poca afinidad con el gas adsorbente, reflejando una baja porosidad activa (Naderi, 2015).

Estos resultados complementan los análisis estructurales previamente discutidos, destacando las diferencias morfológicas que juegan un papel fundamental en la interacción con la matriz PDMS y por consiguiente en las propiedades mecánicas y térmicas de los compósitos finales.

9.2.e. Espectroscopía Raman y FT-IR

Se procedió al análisis de las características químicas mediante espectroscopía Raman y espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) de las nanopartículas de SiO₂ sintetizadas.

En la **Figura 17a** se presentan los espectros Raman obtenidos para los sistemas SiO₂-a y SiO₂-b. Con base en literatura, se identificaron seis modos vibracionales activos en Raman, característicos de las estructuras de sílice. La señal en 380 cm⁻¹ (modo R) corresponde a la flexión del enlace Si-O-Si, mientras que el modo D₁ en 484 cm⁻¹ se relaciona con la relajación de anillos de cuatro miembros Si-O. El pico en 802 cm⁻¹ se atribuye a la vibración de la rama óptica de la red de sílice, y el presente a 876 cm⁻¹ se asocia con el modo de contracción del enlace Si-O-Si en la red. Finalmente, la señal en 976 cm⁻¹ está relacionada con las vibraciones del grupo silanol (Si-OH) presente en la superficie de las partículas, y la banda a 1041 cm⁻¹ corresponde al estiramiento de la red de enlaces Si-O-Si (Aguilar et al., 2009; Mark, 1999).

Al comparar los espectros Raman de ambos sistemas, no se evidenció la aparición de nuevos modos vibracionales; sin embargo, se observaron diferencias notables en la intensidad relativa de las señales normalizadas. Las partículas obtenidas en medio ácido ($\text{SiO}_2\text{-a}$) exhibieron intensidades superiores en cinco de los modos vibracionales identificados. Este comportamiento se atribuyó al menor tamaño promedio de partícula observado en las micrografías, lo cual conlleva una mayor área superficial específica. Un incremento en el área superficial expuesta incrementa la probabilidad de interacción entre la radiación incidente y la red molecular, favoreciendo la excitación de los modos vibracionales y, en consecuencia, un aumento en la intensidad de las señales espectrales (Alessi et al., 2013)

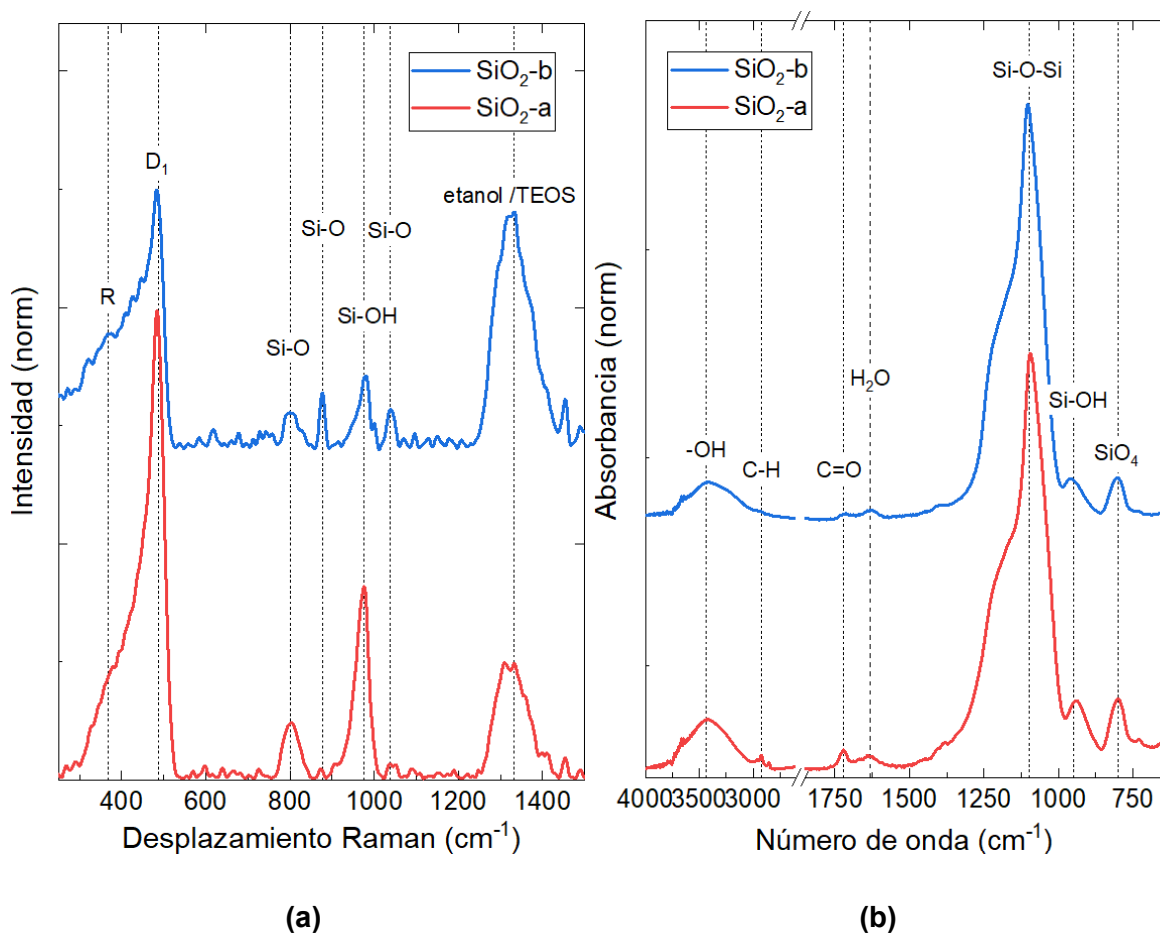


Figura 17. Espectros (a) Raman y (b) FTIR de nanopartículas de SiO_2 obtenidas mediante el método sol-gel con catálisis ácida ($\text{SiO}_2\text{-a}$) y alcalina ($\text{SiO}_2\text{-b}$).

Además de los seis modos vibracionales previamente descritos, se identificó una señal adicional alrededor de los 1300 cm^{-1} . Esta banda se ha asociado en la literatura a la presencia de moléculas remanentes de tetraetilortosilicato (TEOS) y alcoholes como el etanol (Rubio et al., 1998), siendo este último uno de los principales subproductos generados durante la reacción de condensación sol-gel a partir de TEOS (Levy et al., 2015). Para las partículas $\text{SiO}_2\text{-b}$ fue observada una mayor intensidad de este modo vibracional, indicando una mayor concentración residual de etanol o TEOS en dicho sistema.

El modo vibracional localizado en 876 cm^{-1} , correspondiente a las vibraciones de contracción de los enlaces Si–O–Si, presentó una intensidad relativa superior en las partículas $\text{SiO}_2\text{-b}$ en comparación con el sistema $\text{SiO}_2\text{-a}$, comportamiento opuesto al observado en los demás modos vibracionales característicos del material. En esta misma región se encuentra el modo de balanceo (*rocking*) del grupo metilo (CH_3), presente en moléculas como el etanol y el tetraetilortosilicato (TEOS) (Wang et al., 2005). La mayor intensidad registrada en este modo para las partículas sintetizadas en medio alcalino refuerza la hipótesis de una mayor concentración de estos compuestos residuales, concordando también con la señal observada en 1300 cm^{-1} .

En el espectro FT-IR mostrado en la **Figura 17b**, ambos sistemas exhibieron las bandas características de las estructuras de sílice. Se identificaron señales a 800 cm^{-1} asociadas al estiramiento simétrico de enlaces Si-O-Si; entre 1041 y 1250 cm^{-1} correspondientes al estiramiento asimétrico de redes de sílice cíclicas y lineales; y en la región de $976\text{--}959\text{ cm}^{-1}$ relacionados a los modos de estiramiento del grupo silanol (Si–OH) (Sonawane et al., 2025).

Adicional a estos modos de vibración, se registró una banda entre 3700 y 3000 cm^{-1} , característica del estiramiento de grupos hidroxilo (-OH), los cuales están presentes tanto en la superficie de las nanopartículas obtenidas por sol-gel como en los precursores (TEOS) y subproductos de la reacción, tales como el agua y el etanol (Levy et al., 2015). Las bandas observadas en las regiones de $1620\text{--}1650\text{ cm}^{-1}$ y

1722–1750 cm^{-1} se atribuyen, respectivamente, a la vibración de las moléculas de agua físicamente adsorbidas (Lu et al., 2004) y a los modos de estiramiento de grupos carbonilo (C=O) presentes en la acetona residual (Hudson et al., 2018). En ambos casos, el sistema SiO_2 -a mostró una mayor intensidad relativa de estas señales, lo cual puede estar relacionado con una mayor adsorción debido a su mayor área superficial.

Finalmente, la señal en la región de 2950–2850 cm^{-1} fue atribuida al estiramiento asimétrico de enlaces C–H, los cuales son característicos de remanentes de TEOS, etanol y acetona. Esta asignación resulta consistente con las observaciones realizadas en los espectros Raman (Lazareva et al., 2017).

9.2.f. Espectroscopía Fotoelectrónica de Rayos X

Con el objetivo de identificar las especies atómicas presentes en los sistemas nanoparticulados y establecer las relaciones atómicas entre sus componentes, se realizaron análisis de espectroscopía de fotoelectrones de rayos X (XPS). La **Figura 18** muestra los espectros de barrido amplio obtenidos para ambas nanopartículas (SiO_2 -a y SiO_2 -b). En estos análisis se identificaron las especies químicas Si, C y O, así como de sus respectivas especies de enlace mediante procesos de deconvolución, el cálculo de porcentajes atómicos y las relaciones atómicas entre las especies encontradas. Los resultados del análisis y del proceso de deconvolución de los orbitales $\text{Si}2p$ y $\text{C}1s$ se presentan en la **Tabla 6**.

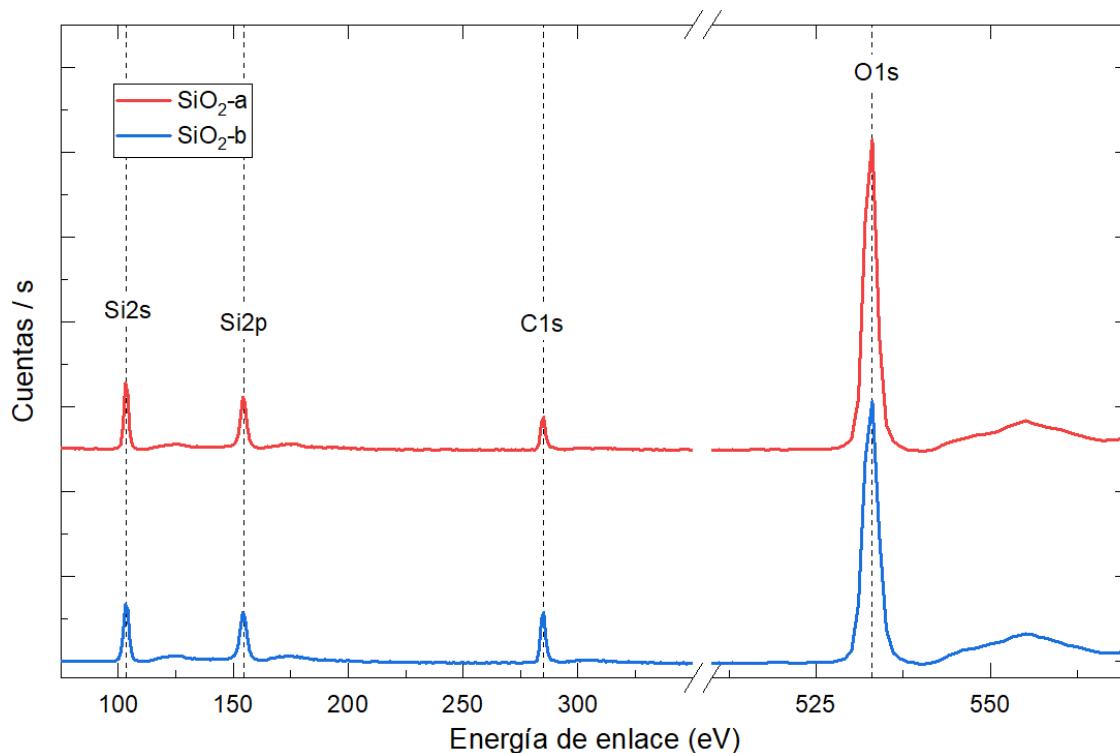


Figura 18. Espectro XPS de nanopartículas de SiO₂ obtenidas con método sol-gel con catálisis ácida (SiO₂-a) y alcalina (SiO₂-b).

Tabla 6. Especies químicas identificadas por XPS de las partículas SiO₂ y resultados de proceso de convolución de orbitales Si2p y C1s.

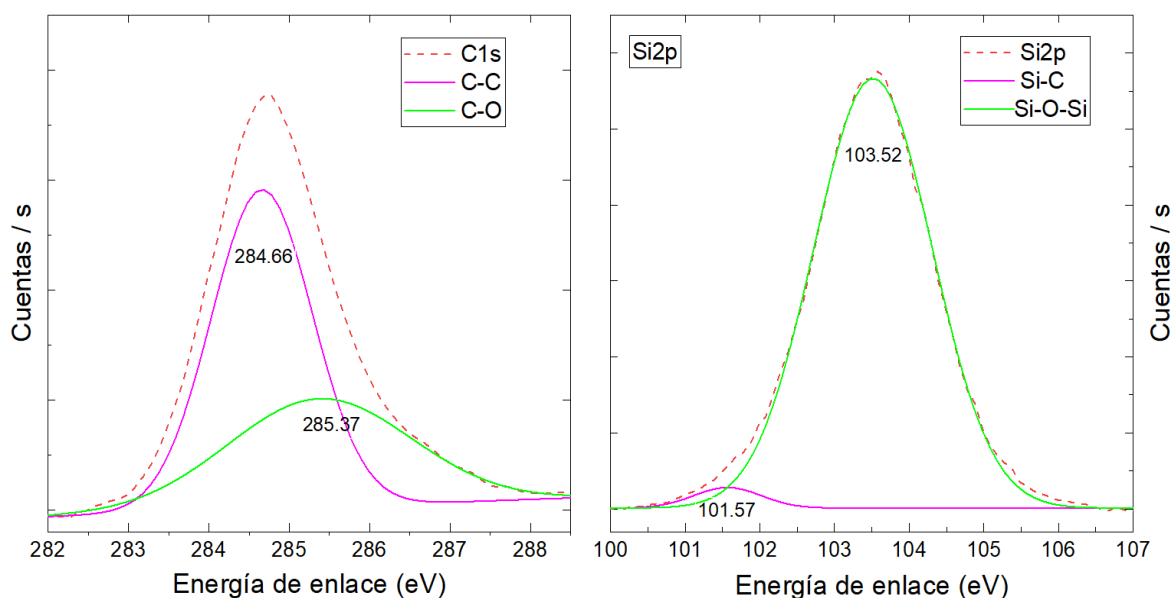
Especies	Energía de enlace (eV)	Intensidad (CPS)	FWHM (eV)	Área (CPS*eV)	Área (Norm)	[C] Atómica. (%)	Relación atómica *
SiO ₂ -a	Si2p	101.57	1359.45	1.06	1,507.74	0.027	1
		103.52	28287.24	1.86	54,919.59	0.973	
	C1s	284.66	14530.61	1.48	22,874.40	0.619	0.6
		285.37	4922.10	2.68	14,052.02	0.381	
O1s	532.85	135,607.75	1.71	259,798.74	1	48.97%	1.54
SiO ₂ -b	Si2p	102.18	1919.39	2.54	5,097.19	0.086	1
		103.66	23610.95	2.21	54,497.88	0.914	
	C1s	284.73	18567.63	1.78	35,174.67	0.635	0.76
		285.34	6675.72	2.84	20,190.43	0.365	
	O1s	532.93	111,300.88	2.08	256,032.04	1	44.87%

* La relación atómica entre especies químicas se realizó utilizando el elemento Si como base de cálculo.

Los espectros de barrido amplio confirmaron la presencia de señales correspondientes a los orbitales de Si y O, atribuibles a la estructura de la sílice (SiO_2), como se ha reportado previamente (Roy et al., 2021), con relaciones atómicas O/Si de 1.54 para SiO_2 -a y de 1.44 para SiO_2 -b. Adicionalmente, se detectaron señales de carbono (C1s), con una mayor proporción en el sistema SiO_2 -b, atribuibles a los residuos de precursores (TEOS, acetona) y subproductos como el etanol (Levy et al., 2015), consistente con lo visto en los análisis previos.

La **Figura 19** presenta los espectros de alta resolución y los procesos de deconvolución correspondientes a los orbitales C1s y Si2p, encontrándose también las señales correspondientes a Si2s A 150 kV. Para el Si2p, se identificaron dos componentes principales en 101.57 eV (C-Si) y 103.52 eV (Si-O-Si) para SiO_2 -a, y en 102.18 eV (C-Si) y 103.66 eV (Si-O-Si) para SiO_2 -b. La presencia del enlace C-Si se asocia al precursor TEOS, mientras que el enlace Si-O-Si corresponde a la red característica de la sílice (Roy et al., 2021).

Referente al análisis de C1s, se identificaron dos componentes principales localizados en 284.66–284.73 eV (C-C) y 285.34–285.37 eV (C-O) para SiO_2 -a y SiO_2 -b respectivamente. Estos enlaces son atribuibles a la presencia de los subproductos y precursores antes mencionados (Levy et al., 2015; Moulder et al., 1992).



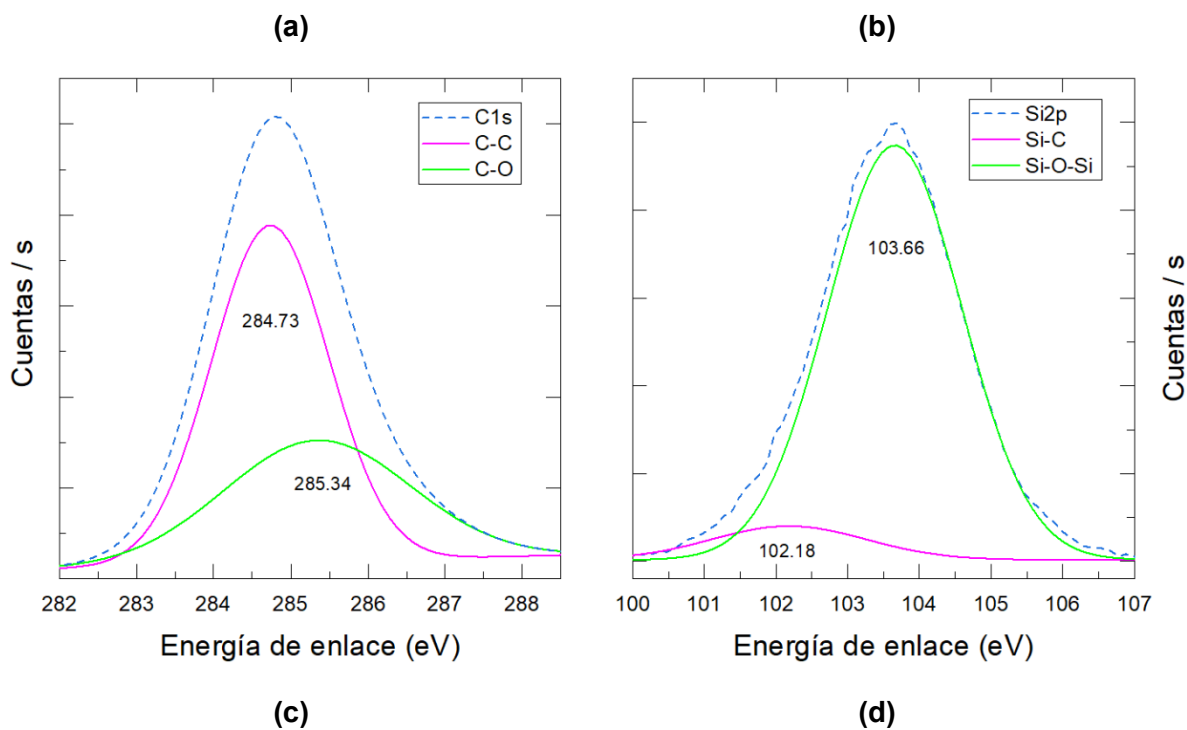


Figura 19. Deconvolución de los espectros de alta resolución de C1s y Si2p en nanopartículas de SiO₂.

9.2.g. Potencial Zeta y Dispersión dinámica de luz (DLS).

Debido a las condiciones del método de síntesis *in-situ*, no solo fue relevante caracterizar las propiedades de los sistemas nanoparticulados en estado sólido, sino también evaluar su comportamiento en un medio de dispersión. Con este propósito, se llevaron a cabo análisis de potencial Zeta y dispersión dinámica de luz (DLS). Las mediciones permitieron estimar el tamaño hidrodinámico y el potencial Z de los sistemas SiO₂-a y SiO₂-b en etanol como medio dispersante, realizando cinco mediciones por muestra.

El etanol fue seleccionado como medio de dispersión debido a su pH neutro (7.0–7.3), baja volatilidad y la presencia de grupos metilo (-CH₃) e hidroxilo (-OH), los cuales se encuentran en el ambiente químico generado durante las reacciones de hidrólisis y condensación del método sol-gel (Rahman et al., 2012). Además, dichos grupos funcionales también forman parte de la estructura química de la matriz

polimérica PDMS (Mark, 1999; Sosnin et al., 2021), lo que convierte al etanol en un solvente representativo del medio de dispersión utilizado durante la síntesis *in-situ*.

En la **Tabla 7** se presentan los resultados obtenidos para los sistemas SiO₂-a y SiO₂-b, donde se destacan diferencias significativas en la movilidad electroforética, el potencial Zeta y el tamaño de partícula en solución, lo que refleja un comportamiento coloidal distinto en función del tipo de catálisis empleado durante la síntesis.

Tabla 7. Resultados de potencial Z y tamaño de partícula de NPs SiO₂ en etanol.

	Movilidad ($\mu\text{m}^*\text{cm}/\text{Vs}$)	Potencial Z (mV)	Diámetro de partícula (nm)
SiO ₂ -a	-0.075 ± 0.012	-3.69 ± 0.57	148.03 ± 33.21
SiO ₂ -b	-0.127 ± 0.021	-6.28 ± 1.05	234.45 ± 22.06

La movilidad electroforética, asociada con la velocidad de desplazamiento de las partículas en un campo eléctrico, se encontró en -0.075 y $-0.1279 \mu\text{m}\cdot\text{cm}/\text{V}\cdot\text{s}$ para SiO₂-a y SiO₂-b, respectivamente. A pesar de presentar un mayor tamaño, las partículas sintetizadas en medio alcalino exhibieron una mayor movilidad. El signo negativo en ambas mediciones indicó una carga superficial negativa, atribuida a la presencia de grupos hidroxilo (-OH) en la superficie de las partículas, reflejo de su superficie hidroxilada (-OH) (Ibrahim et al., 2023).

Se ha demostrado que variaciones en la movilidad pueden estar relacionadas con propiedades como el tamaño de partícula, la porosidad, los grupos funcionales superficiales y el grado de aglomeración (Serrano-Lotina et al., 2023). Con ello, es posible asociar esta menor movilidad de los sistemas de medio ácido (SiO₂-a) a la presencia de una mayor área superficial resultado del grado de porosidad y tamaño de partícula evidenciados en los resultados anteriores.

El potencial Zeta reflejó la estabilidad coloidal de las suspensiones en etanol, con valores de -3.69 mV para SiO₂-a y -6.28 mV para SiO₂-b. El sistema sintetizado en medio alcalino mostró un potencial más negativo, lo que sugiere una mayor repulsión electrostática entre partículas y, en consecuencia, una mayor estabilidad

en suspensión. Esta característica refuerza la mayor movilidad registrada para SiO₂-b, ya que una mayor carga superficial (positiva o negativa) se refleja en una mayor movilidad de las partículas en el medio (Pochapski et al., 2021).

A través del cálculo del tamaño hidrodinámico se obtuvieron diámetros de 148.03 nm para SiO₂-a y 234.45 nm para SiO₂-b. Estos valores fueron considerablemente mayores a los reportados mediante microscopía electrónica, debido a la formación de capas de adsorción. Estas capas se conforman por las moléculas del medio (etanol), las cuales son adsorbidas sobre la superficie de las nanopartículas, lo que incrementa su tamaño aparente durante la medición (Serrano-Lotina et al., 2023).

Los resultados indicaron que la diferencia de tamaño entre ambos sistemas persistió e incluso incrementó en medio de etanol, posiblemente como resultado de la aglomeración y la adsorción molecular. No obstante, el sistema alcalino (SiO₂-b) se mantuvo como el de mayor tamaño, mayor estabilidad coloidal y mayor movilidad. Esta respuesta puede asociarse con una menor proporción de grupos reactivos (-OH) en su superficie, lo que reduce la interacción con las moléculas del medio y favorece su desplazamiento (Ibrahim et al., 2023).

El conocimiento de este comportamiento de las partículas en un medio interactuante permite tener un acercamiento más directo a la estructura, carga y morfología que podrían presentar estos sistemas al encontrarse en solución durante el proceso de síntesis *in-situ*.

9.2.h. Resumen de propiedades fisicoquímicas de NPs SiO₂-a y SiO₂-b

En la **Tabla 8** se resumen las principales propiedades fisicoquímicas de las nanopartículas SiO₂ sintetizadas por el método sol-gel obtenidas en las secciones anteriores. Esta recopilación permite contrastar las diferencias estructurales, químicas y superficiales entre ambos sistemas de refuerzo que se utilizarán en la matriz polimérica PDMS.

Tabla 8. Resumen de propiedades fisicoquímicas de NPs SiO₂-a y SiO₂-b.

Propiedad fisicoquímica	Técnica	SiO ₂ -a	SiO ₂ -b
Tamaño de partícula	SEM/TEM	20 nm	44 nm
Tamaño de aglomerados	SEM	0.2 µm	1 µm
Cristalinidad	XRD	amorfo	amorfo
Área superficial	BET	352.8 m ² /g	227.71 m ² /g
Volumen de monocapa	BET	81.05 cm ³ (STP)/g	52.32 cm ³ (STP)/g
Volumen de poros	BET	0.18 cm ³ /g	0.89 cm ³ /g
Diámetro de poros	BET	2.05 nm	15.57 nm
Composición	Raman/FTIR/ XPS	SiO ₂ , TEOS, acetona, etanol	SiO ₂ , TEOS, acetona, etanol (mayor [C]).
[C] atómica	XPS	Si = 31.82% C = 19.21% O = 48.97%	Si = 31.15% C = 23.98% O = 44.87%
Relación atómica	XPS	C/Si = 0.6 O/Si = 1.54	C/Si = 0.76 O/Si = 1.44
Tamaño de partícula en etanol	DLS	148 nm	235 nm
Potencial Zeta	Potencial Z	- 3.67 mV	- 6.28 mV

A partir de los resultados obtenidos, se observa que las nanopartículas sintetizadas en medio ácido (SiO₂-a) presentan menores tamaños de partícula y aglomerado, tanto en estado sólido como en suspensión, lo cual se refleja en una mayor área superficial y un mayor volumen de monocapa. Estas características indican una mayor densidad de sitios activos sobre la superficie del material, lo que podría sugerir un mayor potencial de interacción con las cadenas poliméricas de PDMS durante la síntesis *in-situ* (Kovalchuk et al., 2019).

Por otro lado, las nanopartículas en medio alcalino (SiO₂-b) exhiben un mayor volumen y diámetro de poro, lo cual podría favorecer procesos de difusión y permitir

el paso de las cadenas de PDMS, en su red porosa (Ren et al., 2023). Asimismo, se registró una mayor estabilidad en solución (potencial zeta más negativo) y una mayor concentración de especies residuales de síntesis (TEOS, etanol, acetona), lo que podría influir directamente en procesos como la reacción de reticulación del compuesto final (Abu Bakar et al., 2024).

La diferenciación y análisis de estas propiedades fisicoquímicas es fundamental para comprender los mecanismos de refuerzo y los efectos sobre las propiedades finales de los composites. Parámetros como el tamaño de partícula, la porosidad, la composición química superficial y la estabilidad coloidal son determinantes en el comportamiento térmico, mecánico y superficial del compuesto final, y permiten establecer relaciones directas entre las características del reforzante y el desempeño del material (Ha et al., 2021; Wypych, 2016).

9.3. Desarrollo de nanocompuestos PDMS-SiO₂

9.3.a. Determinación de tiempos de agitación

Como parte fundamental en el desarrollo de la metodología para la síntesis de los nanocompuestos PDMS-%SiO₂, se realizaron ensayos reológicos con el propósito de determinar los tiempos de agitación necesario para asegurar una distribución homogénea de los componentes del sistema (disolvente, matriz polimérica y agente de reticulación). Las mediciones se realizaron utilizando un reómetro Brookfield DV3T con geometría de cilindros concéntricos, empleando el husillo número 27 (Spindle #27). Se utilizaron volúmenes de 8 mL por muestra, velocidad de giro de 60 RPM en un intervalo de temperatura controlado entre 28 y 33 °C, con lapsos de análisis de 5 minutos por intervalo.

En mezclas líquidas, la viscosidad puede verse afectada por una distribución inadecuada de los componentes, ya sea por una miscibilidad limitada o por una integración insuficiente de fases, lo cual genera heterogeneidades que impactan directamente en el desempeño del material final (Viswanath, 2006). Considerando la alta viscosidad del PDMS (2933 cPs), fue esencial determinar las condiciones de agitación que permitieran alcanzar una mezcla uniforme.

Inicialmente, se efectuaron ensayos reológicos sobre la solución PDMS-acetona empleando la relación indicada en la metodología. En la **Figura 20** se presentan las imágenes correspondientes a tres periodos de agitación: 0, 30 y 60 minutos.

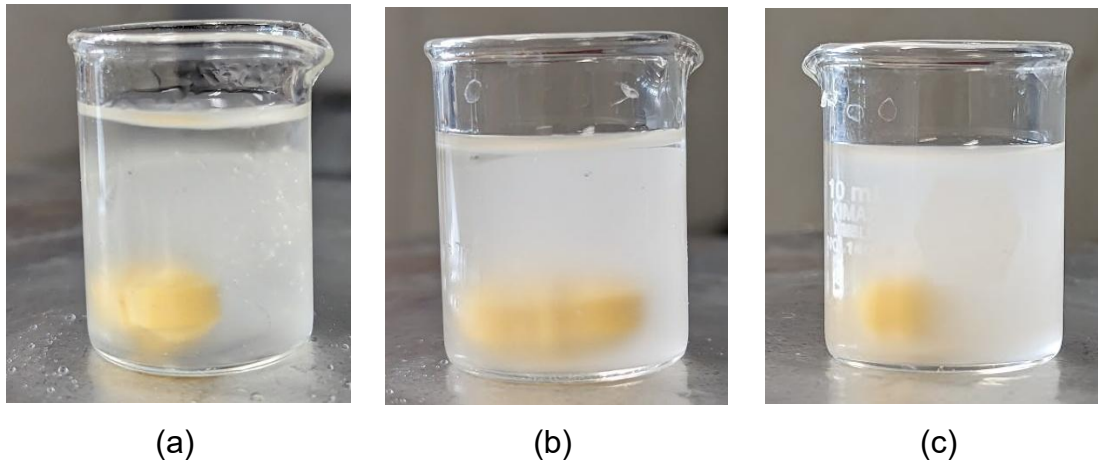


Figura 20. Formación de fases y homogeneización de la solución PDMS-acetona durante periodos de agitación de (a) 0 min, (b) 30 min y (c) 60 min.

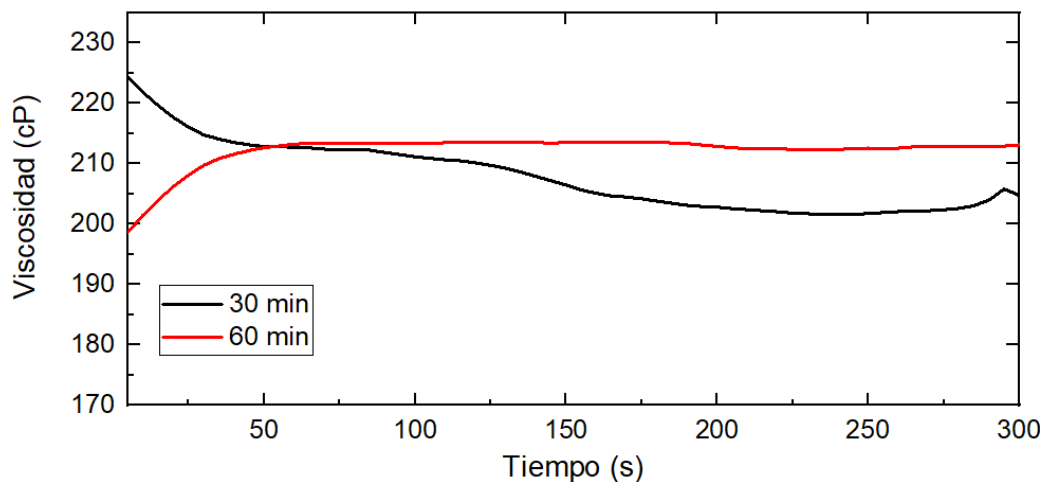


Figura 21. Ensayos de viscosidad en el tiempo para soluciones PDMS-acetona a 30 y 60 min.

Durante la etapa inicial de mezcla entre acetona y PDMS (**Figura 20a**), se observó la formación de dos fases claramente diferenciadas: una fase inferior compuesta por PDMS y una fase superior correspondiente a la acetona, lo que evidenció una falta de miscibilidad inmediata entre ambos componentes. A los 30 minutos de

agitación (**Figura 20b**), aunque se aprecia una mayor integración, aún persiste la presencia de fases en la parte superior de la mezcla, sugiriendo que la solución no ha alcanzado la homogeneidad. Finalmente, tras 60 minutos de agitación continua (**Figura 20c**), se obtiene una solución visualmente homogénea, lo cual sugiere una distribución más uniforme del polímero en el medio disolvente (Rueda et al., 2017).

La **Figura 21** muestra los resultados de los análisis de viscosidad obtenidos durante 5 minutos de medición para las soluciones agitadas por 30 y 60 minutos. En ambos casos, se identificó un periodo inicial de adaptación del sistema a las condiciones de flujo, caracterizado por un cambio progresivo en la viscosidad durante los primeros 50 segundos de medición (Herman F., 2014). Posterior a este periodo inicial de cedencia, la viscosidad se estabilizó y mostró menores fluctuaciones.

Los ensayos reológicos realizados a los 30 minutos de agitación mostraron una viscosidad promedio de la solución de 202.1 ± 15.4 cPs, con una tendencia decreciente y un comportamiento oscilatorio a lo largo del análisis. Esta inestabilidad en la viscosidad, junto con la persistencia visual de dos fases, indica que la solución aún no ha alcanzado una dispersión adecuada de sus componentes (Rueda et al., 2017).

En contraste, los análisis efectuados tras 60 minutos de agitación mostraron una mayor estabilidad reológica durante el intervalo de medición. La viscosidad obtenida fue de 212.4 ± 2.7 cPs, valor comparable al registrado a los 30 minutos, pero con una variación significativamente menor. Esta reducción en la dispersión sugiere una integración más homogénea de los componentes, condición que se busca para favorecer un crecimiento uniforme de las nanopartículas durante el proceso sol-gel, y que podría contribuir a minimizar fenómenos de aglomeración en suspensión (Demir et al., 2022).

Una vez establecido el tiempo de agitación en 60 minutos, se procedió a evaluar el comportamiento reológico las soluciones PDMS-TEOS correspondientes a las distintas relaciones en peso seleccionadas (15:1, 10:1 y 5:1). En la **Figura 22** se

presentan los resultados obtenidos, los cuales permitieron determinar la viscosidad resultante de cada solución y el comportamiento de esta durante 5 min.

Se observa que, a medida que incrementa la proporción de entrecruzante (TEOS), la viscosidad de la solución disminuye progresivamente. Este comportamiento se atribuye al aumento en la fracción en peso de TEOS, el cual posee una viscosidad significativamente menor (~ 0.8 cPs) en comparación con la matriz PDMS (Gelest, 2024). Este efecto genera una reducción en la viscosidad de la solución, tal como ha sido reportado previamente en mezclas poliméricas (Rueda et al., 2017).

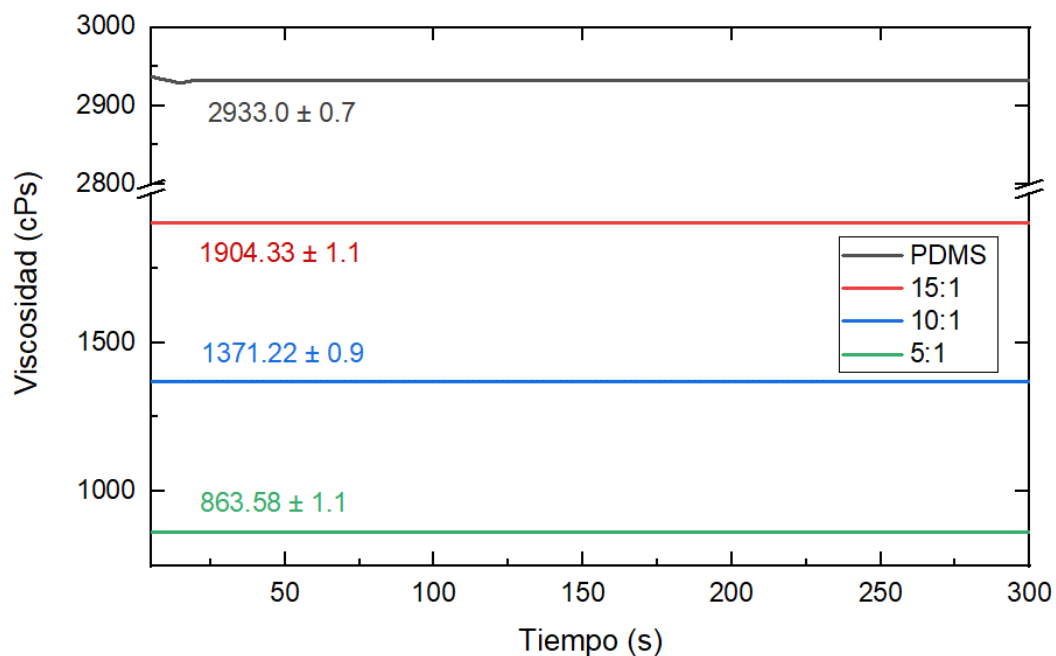


Figura 22. Ensayos de viscosidad en el tiempo para soluciones de PDMS solo y PDMS-TEOS con relaciones en peso 15:1, 10:1 y 5:1.

Adicionalmente, se analizó la relación entre la viscosidad de la mezcla PDMS:TEOS y la concentración en peso del agente de entrecruzamiento, con el objetivo de determinar el comportamiento reológico del sistema. La **Figura 23** muestra la viscosidad de la solución en función de la concentración de TEOS, así como el ajuste polinomial realizado. El modelo de ajuste mostrado fue de segundo orden, definido por la ecuación (5).

$$\eta = 5.34x^2 - 214.29x + 2939.78 \quad (5)$$

donde η representa la viscosidad de la mezcla (cPs) y x corresponde a la fracción másica de TEOS.

Los coeficientes indican que la viscosidad disminuye inicialmente con la incorporación de pequeñas cantidades de TEOS (término lineal negativo), pero aumenta nuevamente con mayores concentraciones (término cuadrático positivo), lo cual puede explicarse por fenómenos de entrecruzamiento o formación de redes tridimensionales (Kol et al., 2021). Este modelo presentó un coeficiente de determinación $R^2 = 0.997$, lo que indica un excelente ajuste a los datos experimentales.

En mezclas no interactivas de dos polímeros, se ha relacionado con una dependencia logarítmica de la viscosidad a partir del modelo $\ln(\eta_{mezcla}) = x_1 \ln(\eta_1) + x_2 \ln(\eta_2)$ donde x_1 y x_2 son las fracciones másicas de los componentes 1 (PDMS) y 2 (TEOS), respectivamente, y η_1 y η_2 son sus viscosidades puras (Song et al., 2003). En contraste, la relación cuadrática obtenida sugiere la existencia de interacciones entre los componentes del sistema (Dobrynin et al., 2023). Estas interacciones se han relacionado con procesos iniciales de entrecruzamiento o reacciones de hidrólisis del TEOS, los cuales impactan directamente en el incremento de la viscosidad de la solución (Hernández et al., 2017).

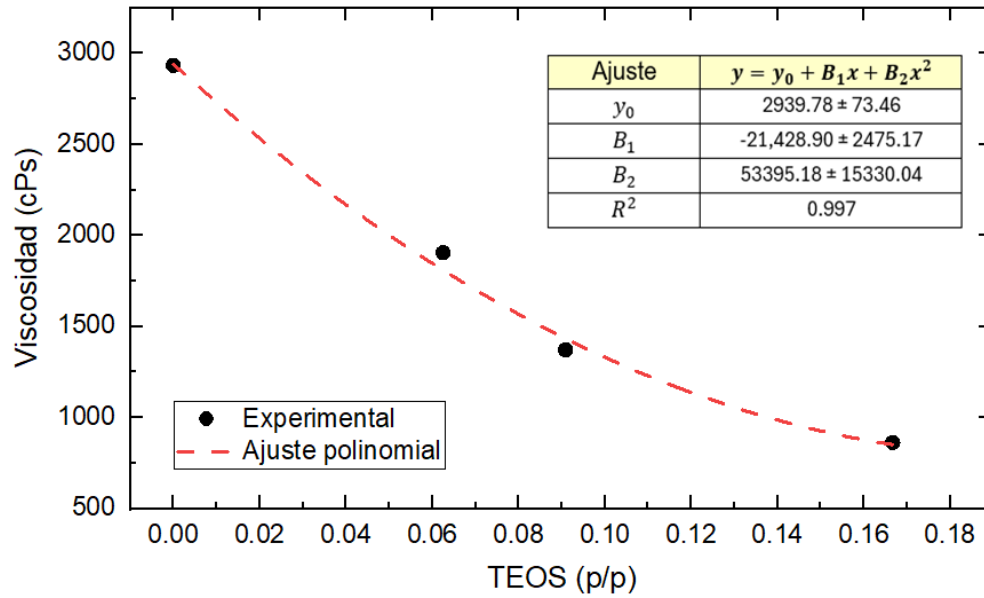


Figura 23. Ajuste polinomial de viscosidad promedio a mezclas PDMS:TEOS en función a la concentración de TEOS.

En conjunto, estos resultados permitieron definir el tiempo de agitación requerido para lograr mezclas homogéneas, condición esencial para la correcta síntesis de los nanocompuestos. Asimismo, se evidencian que, aún en ausencia de catalizadores, la solución PDMS:TEOS manifiesta un grado de interacción inicial entre sus componentes, lo cual será importante tomar en cuenta para procesos posteriores durante la formación de los composites.

9.3.b. Síntesis de compósitos PDMS-%SiO₂.

Una vez definidas las condiciones de agitación, se procedió con la síntesis de los diferentes grupos experimentales de compósitos PDMS-%SiO₂ mediante el método sol-gel, conforme a la metodología descrita en la sección 8.4. En la **Figura 24** se presentan imágenes representativas del proceso de síntesis, las cuales ilustran la evolución del sistema y las propiedades cualitativas durante cada etapa.

En la **Figura 24a** se observa la mezcla inicial de PDMS y acetona, la cual presentó turbidez y separación de fases entre ambos componentes. Esta mezcla fue

sometida a agitación mecánica durante 60 minutos, conforme a los resultados de la **Sección 9.3.a**, con el objetivo de lograr una distribución homogénea.

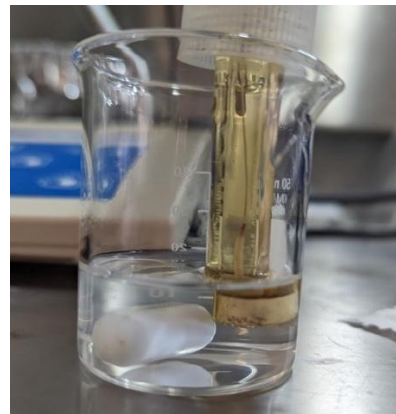
Posteriormente, en la **Figura 24b**, se muestra la etapa de reacción sol-gel después de la adición del precursor TEOS y el ajuste del pH del sistema (ácido o alcalino). Durante esta fase se observó la formación de burbujas y partículas finas suspendidas, indicativas del proceso de nucleación y crecimiento de nanopartículas de SiO_2 *in-situ* (Levy et al., 2015). La **Figura 24c** presenta la solución posterior al proceso de neutralización, en ella se aprecia una tonalidad ligeramente blanquecina, sin presencia de fases separadas o agregados visibles.



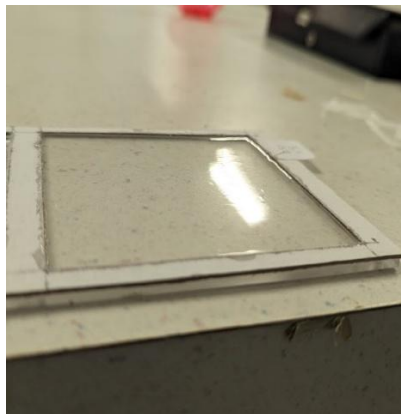
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 24. Proceso de síntesis de compósitos PDMS-%SiO₂: (a) homogeneización de acetona y PDMS, (b) proceso sol-gel, (c) solución neutralizada y (d) compósito reticulado

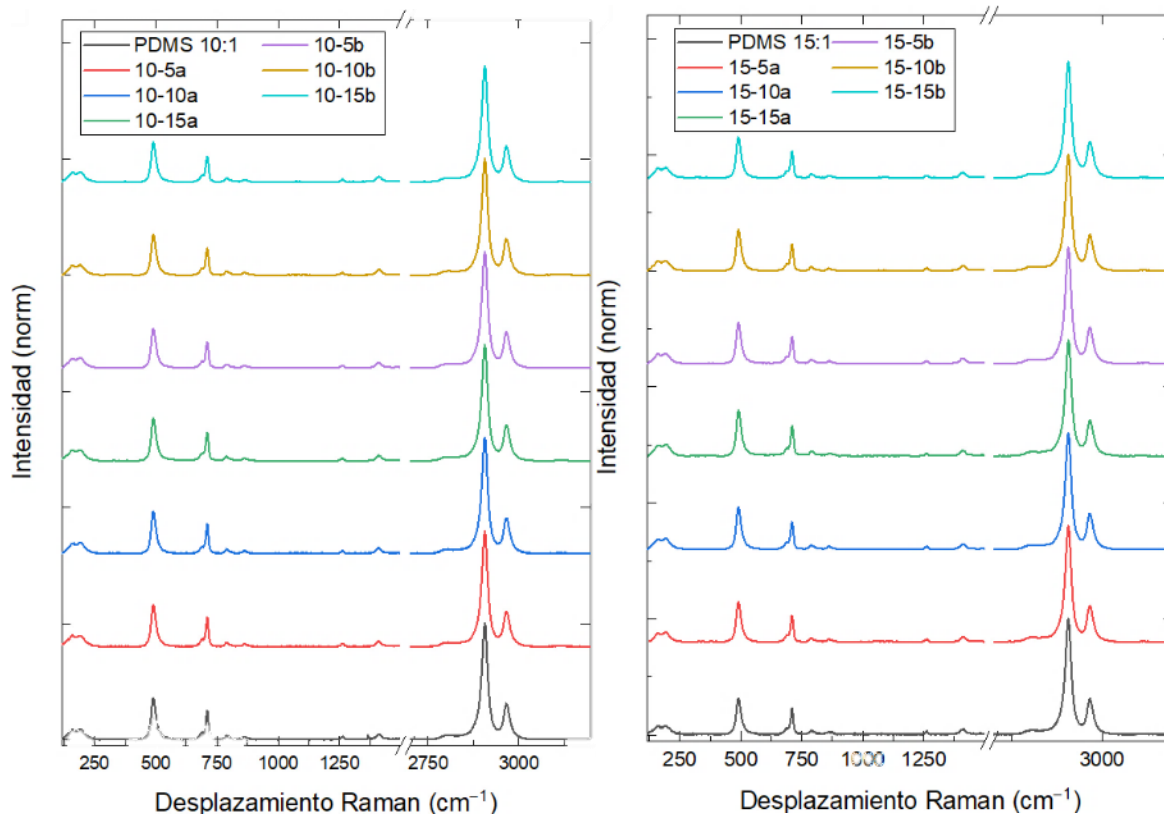
Finalmente, en la **Figura 24d** se muestra el material compósito ya reticulado, vertido en moldes para la obtención de probetas utilizadas en los ensayos mecánicos, el cual se dejó curar durante una semana. A partir de estas placas de prueba se obtuvieron las muestras correspondientes para cada una de las caracterizaciones fisicoquímicas y ensayos descritos en las siguientes secciones.

9.4. Propiedades fisicoquímicas de los nanocompósitos

Con el objetivo de evaluar los efectos de las variables de síntesis sobre la estructura química y superficial de los compósitos PDMS-%SiO₂ desarrollados, se llevó a cabo la caracterización fisicoquímica de los distintos grupos de estudio. Las técnicas empleadas incluyeron espectroscopía Raman, espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR) y espectroscopía de fotoelectrones emitidos por rayos X (XPS), utilizando los mismos equipos, parámetros instrumentales y condiciones experimentales descritos previamente en la **Sección 9.2**, correspondiente a la caracterización de las nanopartículas SiO₂.

9.4.a. Espectroscopía Raman y FT-IR de compósitos

Con el objetivo de identificar las propiedades químicas y el entorno molecular de los compósitos sintetizados, se realizaron análisis de espectroscopía Raman y FT-IR. Estos ensayos permitieron determinar los modos vibracionales característicos de los sistemas e identificar variaciones en sus intensidades relativas, reflejando posibles cambios en el entorno y los componentes del sistema. Los espectros Raman obtenidos se muestran en la **Figura 25**.



(a)

(b)

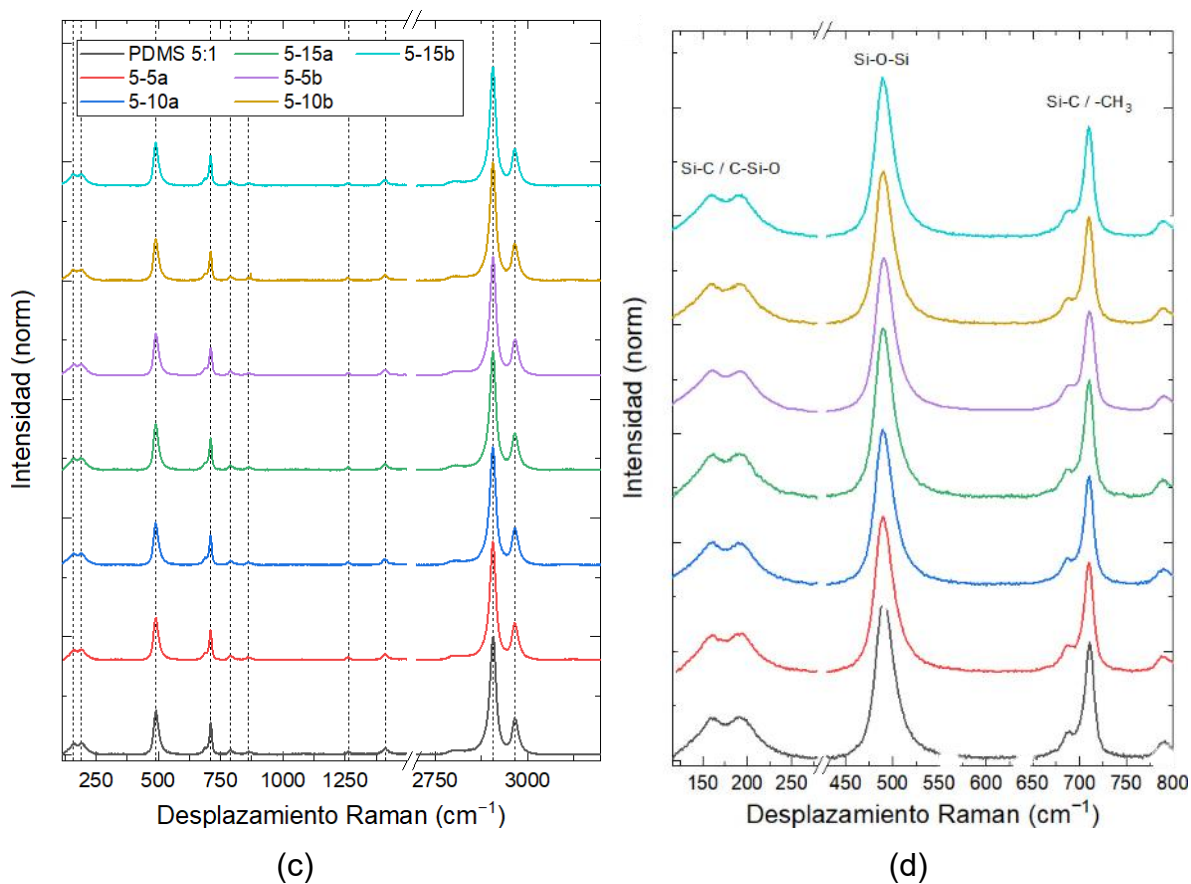


Figura 25. Espectros Raman de compósitos PDMS-%SiO₂ con distintas relaciones PDMS:TEOS: (a) 15:1, (b) 10:1 y (c) 5:1. (d) Ampliación de espectro Raman de grupos 5:1 en región 150-800 cm⁻¹.

La **Tabla 6** presenta los modos vibracionales identificados mediante espectroscopía Raman para los compósitos reforzados con partículas SiO₂ obtenidas bajo condiciones ácidas (a) y alcalinas (b), en las concentraciones seleccionadas (0% 5%, 10% y 15%). Se reporta la intensidad relativa de los modos vibracionales en relación con los grupos sin reforzante (15-0, 10-0 y 5-0), así como las variaciones energéticas observadas tras la incorporación de los refuerzos nanoestructurados.

Tabla 9. Modos vibracionales Raman para compósitos PDMS-%SiO₂ y variación en intensidades según el tipo y concentración de nanopartículas SiO₂ (Hudson et al., 2018).

PDMS 15:1		
Modo vibracional	a	b

		Desp. Raman (cm ⁻¹)	0% (Norm)	5%	10%	15%	5%	10%	15%
1	Torsión Si-C	157.40	0.075	1.66%	15.05%	22.79%	9.89%	11.56%	10.66%
2	Deflexión C-Si-C y C-Si-O	192.63	0.078	5.22%	14.96%	24.07%	9.44%	11.54%	12.32%
3	Estiramiento Si-O-Si	489.29	0.315	8.57%	12.73%	20.52%	10.85%	10.87%	10.18%
4	Estiramiento Si-C	689.19	0.062	-6.23%	-0.55%	15.36%	-0.52%	-5.67%	-5.42%
5	Estiramiento simétrico Si-C Oscilación CH ₃	709.69	0.232	-2.45%	0.52%	11.44%	-0.35%	-0.87%	-1.28%
6	Estiramiento Si-C Oscilación CH ₃	788.66	0.038	-11.45%	-5.78%	16.30%	-8.77%	-14.81%	-7.58%
7	Estiramiento asimétrico CH ₃	861.97	0.029	-19.45%	-24.79%	-3.16%	-26.19%	-30.09%	-33.75%
8	Flexión simétrica Si-CH ₃	1262.66	0.027	-18.41%	-18.05%	5.35%	-20.48%	-17.07%	-22.68%
9	Flexión simétrica CH ₃	1410.73	0.05	-11.46%	-8.39%	2.10%	-6.95%	-4.50%	-4.90%
10	Estiramiento simétrico CH ₃	2805.73	1	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%
11	Estiramiento asimétrico CH ₃	2965.55	0.309	1.02%	-0.27%	1.29%	0.86%	0.70%	2.21%

PDMS 10:1

Modo vibracional	Desp. Raman (cm ⁻¹)	0% (Norm)	a			b			
			5%	10%	15%	5%	10%	15%	
1	Torsión Si-C	158.70	0.089	10.49%	3.61%	6.68%	-7.15%	-5.83%	-4.21%
2	Deflexión C-Si-C y C-Si-O	192.63	0.092	4.82%	7.44%	2.78%	-5.11%	-3.93%	-3.82%
3	Estiramiento Si-O-Si	490.54	0.36	0.85%	1.74%	2.15%	-5.51%	-2.98%	-4.54%
4	Estiramiento Si-C	687.98	0.063	2.67%	1.84%	2.82%	-7.86%	-6.05%	-6.14%
5	Estiramiento simétrico Si-C Oscilación CH ₃	710.89	0.252	0.12%	2.64%	-2.48%	-11.94%	-9.53%	-12.48%
6	Estiramiento Si-C Oscilación CH ₃	791.04	0.035	7.32%	18.21%	10.76%	-7.61%	-0.43%	2.20%
7	Estiramiento asimétrico CH ₃	864.32	0.025	0.81%	13.67%	3.35%	-8.93%	-9.13%	-4.39%
8	Flexión simétrica Si-CH ₃	1262.66	0.027	-5.66%	4.56%	-21.92%	-15.65%	-24.98%	-15.94%
9	Flexión simétrica CH ₃	1412.88	0.05	-1.01%	5.61%	-5.93%	-5.47%	-7.43%	-3.61%
10	Estiramiento simétrico CH ₃	2906.33	1	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%
11	Estiramiento asimétrico CH ₃	2965.55	0.311	-1.82%	-0.29%	-0.33%	-0.36%	0.49%	0.08%

PDMS 5:1

Modo vibracional	Desp. Raman (cm ⁻¹)	0% (Norm)	a			b			
			5%	10%	15%	5%	10%	15%	
1	Torsión Si-C	160.01	0.097	-12.43%	4.69%	6.42%	-2.03%	-2.11%	1.69%
2	Deflexión C-Si-C y C-Si-O	191.33	0.1	-10.55%	0.28%	4.83%	-6.90%	-5.89%	-0.85%
3	Estiramiento Si-O-Si	491.78	0.373	-3.89%	-3.55%	4.92%	-5.31%	-5.55%	-1.36%
4	Estiramiento Si-C	689.19	0.067	-4.59%	-4.90%	0.98%	-8.15%	-6.55%	-5.46%
5	Estiramiento simétrico Si-C Oscilación CH ₃	710.89	0.271	-6.82%	-7.87%	1.02%	-16.78%	-9.40%	-6.32%
6	Estiramiento Si-C Oscilación CH ₃	791.04	0.045	-18.12%	-13.81%	-0.22%	-24.81%	-18.59%	-16.84%
7	Estiramiento asimétrico CH ₃	861.97	0.03	-19.22%	-18.80%	0.49%	-34.65%	-23.14%	-15.60%
8	Flexión simétrica Si-CH ₃	1265.97	0.03	-26.69%	-7.55%	-6.38%	-32.01%	-20.28%	-18.35%
9	Flexión simétrica CH ₃	1411.80	0.058	-16.67%	-16.06%	-3.87%	-23.19%	-15.18%	-16.39%
10	Estiramiento simétrico CH ₃	2907.15	1	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%

11	Estiramiento asimétrico CH ₃	2966.36	0.311	-0.43%	0.67%	0.54%	-1.04%	0.80%	-0.06%
----	---	---------	-------	--------	-------	-------	--------	-------	--------

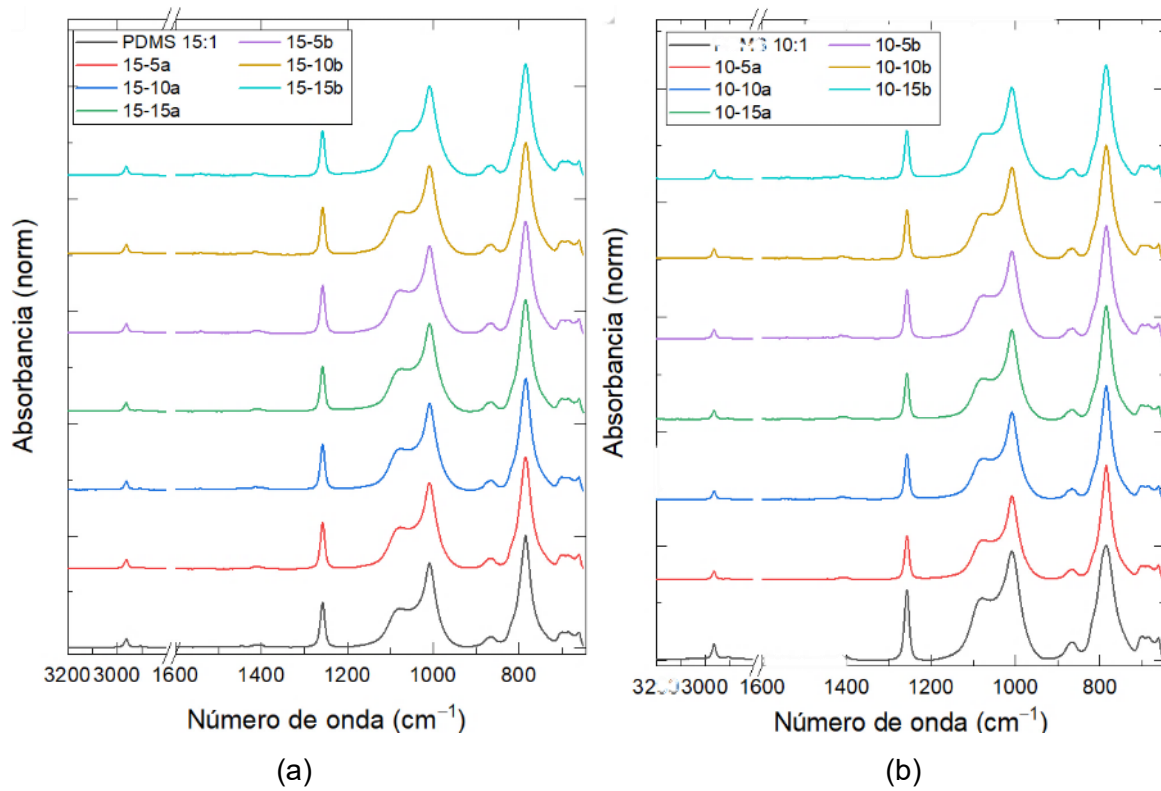
Para todos los compósitos analizados, se detectaron los modos vibracionales característicos del polímero PDMS, sin evidencias de modificación en los desplazamientos Raman ni aparición de nuevos modos vibracionales o de las señales de menor intensidad de los reforzantes (Hudson et al., 2018), lo que sugiere que no ocurren modificaciones sustanciales en el entorno químico de la red polimérica. No obstante, se identificaron cambios en las intensidades relativas de las señales, con disminuciones de hasta un 35% y aumentos de hasta un 24% respecto al sistema sin refuerzo.

Los resultados muestran una correlación entre la proporción PDMS:TEOS y la intensidad relativa de los modos vibracionales, especialmente en la región de 150–800 cm⁻¹ (**Figura 25d**), donde se encuentran los modos característicos más intensos de la red Si–O–Si presentes en las nanopartículas de sílice (**Figura 17a**). A bajas concentraciones de refuerzo, se evidenció una disminución en la intensidad relativa de los modos activos en esta zona, mientras que a concentraciones mayores se observó un incremento gradual. Este incremento puede atribuirse a una mayor contribución de estos modos vibracionales debido a la presencia de los reforzantes SiO₂ (Aguiar et al., 2009).

Asimismo, el modo vibracional observado a 2965 cm⁻¹ mostró un aumento proporcional con la concentración de reforzantes. Este comportamiento puede atribuirse a la presencia de especies residuales como TEOS y etanol generadas durante las etapas de hidrólisis-condensación del método sol-gel y del proceso de entrecruzamiento que se identificaron en la sección (Chen et al., 2019).

En la **Figura 26** se presentan los espectros FT-IR obtenidos para los nanocompósitos PDMS-%SiO₂. Esta técnica permitió identificar los modos vibracionales característicos del polímero entrecruzado PDMS, los cuales se compararon con los reportados en la literatura (Hamouni et al., 2019). La **Tabla 7** reporta los valores de número de onda observados, así como los enlaces y especies

atómicas correspondientes a los modos de vibración identificados en los compósitos.



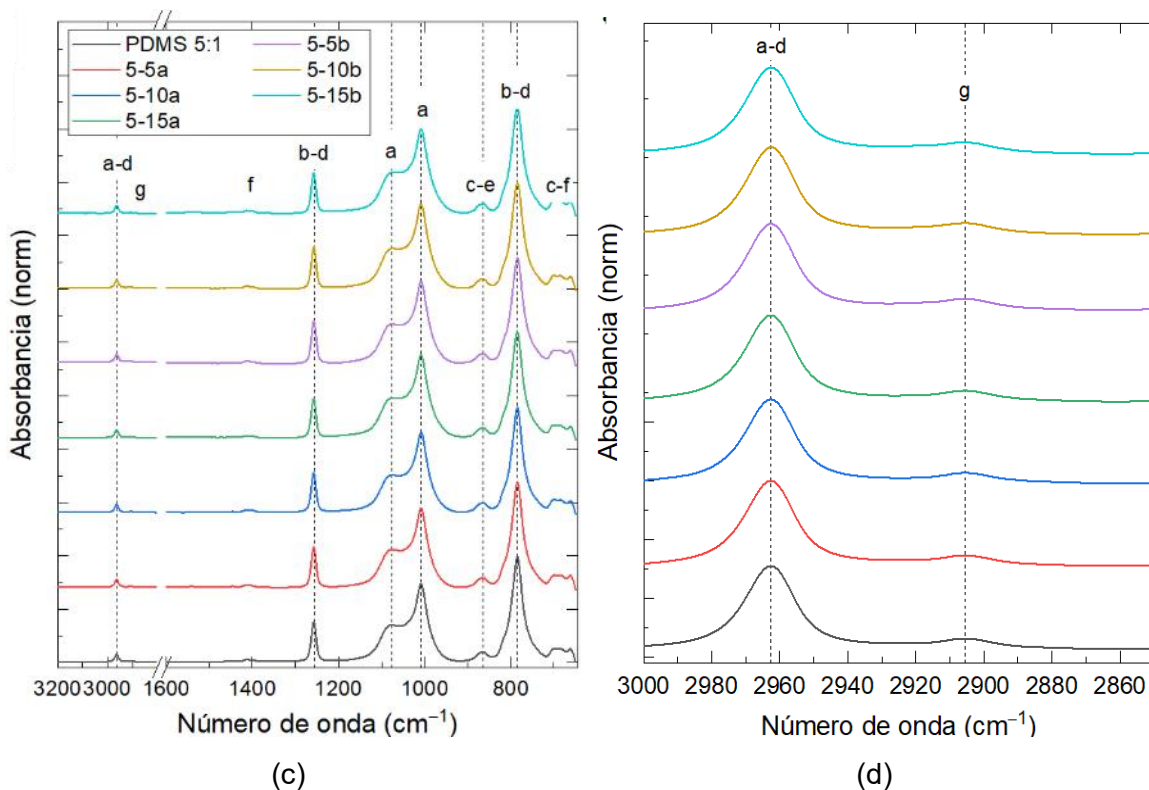


Figura 26. Espectros FT-IR de compósitos PDMS-%SiO₂ con distintas relaciones PDMS:TEOS: (a) 15:1, (b) 10:1 y (c) 5:1. (d) Enfoque de espectro de grupos 5:1 en región 3000-2850 cm⁻¹.

Tabla 10. Modos vibracionales de compósitos activos en FT-IR e intensidades relativas entre grupos de estudio PDMS-%SiO₂ (Mark, 1999).

PDMS 15:1									
N. de onda (cm ⁻¹)	Modo de Vibración	0%	a			b			
			5%	10%	15%	5%	10%	15%	
f	660.5	Si-CH ₃	0.14	-5.97%	-13.31%	-15.51%	-6.13%	-7.39%	-3.58%
c	684.61	Si-(CH ₃) ₃	0.14	-9.92%	-15.95%	-16.54%	-13.98%	-12.65%	-5.63%
c	699.55	Si-(CH ₃) ₃	0.14	-9.39%	-14.22%	-14.77%	-14.40%	-13.11%	-4.44%
b-d	784.4	Si(CH ₃) ₂ -O-Si(CH ₃) ₂ -Si-(CH ₃) ₃	1	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%
c-e	864.44	Si-(CH ₃) ₃ / Si-OH	0.1	-2.91%	-9.36%	-10.64%	-8.84%	-8.16%	-2.86%
a	1008.11	Si-(CH ₃) _n	0.76	2.33%	2.86%	4.52%	3.36%	5.09%	6.64%
a	1077.53	Si-(CH ₃) _n	0.35	5.84%	6.04%	9.21%	8.91%	8.90%	14.60%
b-d	1257.36	Si(CH ₃) ₂ -O-Si(CH ₃) ₂ -Si-(CH ₃) ₃	0.41	2.64%	1.42%	0.21%	5.77%	4.60%	0.03%
f	1412.12	Si-CH ₃	0.03	-11.68%	18.42%	-0.16%	-7.53%	-0.13%	-7.23%

g	2905.72	C-H	0.02	19.77%	19.94%	15.16%	21.14%	38.46%	26.67%
a,d	2962.61	Si(CH ₃) _n / Si-(CH ₃) ₃	0.08	3.52%	2.91%	3.15%	7.21%	10.57%	6.78%

PDMS 10:1

N. de onda (cm ⁻¹)	Modo de Vibración	0%	a			b			
			5%	10%	15%	5%	10%	15%	
f	660.5	Si-CH ₃	0.13	3.30%	-1.93%	-2.04%	14.20%	9.34%	0.18%
c	684.61	Si-(CH ₃) ₃	0.13	-3.72%	-5.46%	-2.15%	4.32%	-0.76%	-3.27%
c	699.55	Si-(CH ₃) ₃	0.13	-4.19%	-4.39%	-1.32%	2.21%	-1.33%	-3.40%
b-d	784.89	Si(CH ₃) ₂ -O-Si(CH ₃) ₂ -Si-(CH ₃) ₃	1	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%
c-e	864.44	Si-(CH ₃) ₃ / Si-OH	0.1	-3.36%	-0.27%	-6.30%	3.40%	3.23%	-1.29%
a	1008.11	Si-(CH ₃) _n	0.81	-8.03%	-4.26%	-2.26%	-3.50%	0.60%	0.62%
a	1077.05	Si(CH ₃) ₂ -O-Si(CH ₃) ₂ -Si-(CH ₃) ₃	0.37	-5.24%	-1.53%	-1.61%	5.56%	10.05%	10.24%
b-d	1257.36	Si(CH ₃) ₂ -O-Si(CH ₃) ₂ -Si-(CH ₃) ₃	0.43	-9.49%	-6.03%	-5.15%	1.88%	1.91%	0.67%
f	1412.6	Si-(CH ₃) ₂	0.03	-12.53%	4.92%	1.33%	34.26%	11.54%	25.17%
g	2905.72	C-H	0.02	-10.22%	-5.54%	-1.88%	26.84%	49.80%	19.59%
a,d	2962.125	Si(CH ₃) _n / Si-(CH ₃) ₃	0.08	-9.16%	-5.96%	-3.00%	5.50%	12.44%	5.35%

PDMS 5:1

N. de onda (cm ⁻¹)	Modo de Vibración	0%	a			b			
			5%	10%	15%	5%	10%	15%	
f	660.5	Si-CH ₃	0.13	-8.61%	-10.32%	-14.05%	-1.20%	-8.64%	-7.90%
c	685.09	Si-(CH ₃) ₃	0.13	-9.93%	-6.73%	-7.98%	-5.34%	-5.77%	-5.15%
c	699.55	Si-(CH ₃) ₃	0.13	-9.22%	-4.16%	-5.11%	-5.03%	-4.01%	-4.00%
b-d	784.4	Si(CH ₃) ₂ -O-Si(CH ₃) ₂ -Si-(CH ₃) ₃	1	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%
c-e	864.44	Si-(CH ₃) ₃ / Si-OH	0.1	-6.99%	-3.89%	0.87%	-4.18%	-4.98%	-1.71%
a	1008.11	Si-(CH ₃) _n	0.74	1.52%	2.59%	5.93%	4.57%	7.73%	8.11%
a	1077.05	Si-(CH ₃) _n	0.35	1.38%	0.99%	7.03%	4.53%	7.50%	10.79%
b-d	1257.36	Si(CH ₃) ₂ -O-Si(CH ₃) ₂ -Si-(CH ₃) ₃	0.4	0.16%	-1.37%	-1.94%	4.09%	2.58%	1.95%
f	1412.12	Si-CH ₃	0.03	-8.22%	1.21%	-9.22%	-13.18%	-10.33%	17.51%
g	2905.24	C-H	0.02	5.83%	8.11%	7.29%	59.76%	24.65%	17.05%
a,d	2962.61	Si(CH ₃) _n / Si-(CH ₃) ₃	0.08	3.15%	2.38%	4.47%	14.40%	8.26%	5.90%

El análisis de estos resultados reveló que la adición de nanopartículas de SiO₂ nuevamente no generó desplazamientos significativos en los números de onda de los modos vibracionales identificados (< 0.7%), lo cual sugiere, similar a los espectros Raman, que no hay cambio en la energía de vibración de las distintas especies químicas dentro de los compósitos. Este comportamiento refleja que se conserva un entorno químico similar alrededor de las cadenas poliméricas a pesar

de la presencia de reforzantes SiO_2 . Lo anterior potencialmente debido a que se mantiene un entorno químico similar alrededor de los grupos constitutivos de Si-O-Si tanto para los reforzantes como la matriz PDMS (Krishna et al., 2022).

Por el contrario, se observaron variaciones considerables en las intensidades relativas de los modos vibracionales, con cambios que oscilaron entre -14% y $+59\%$ en comparación con los sistemas PDMS sin reforzantes. En particular, se evidenció un incremento progresivo de la intensidad en la región de 1300 a 900 cm^{-1} , atribuida a las vibraciones de estiramiento y flexión de los enlaces Si-O-Si presentes en la estructura de las nanopartículas SiO_2 (Sonawane et al., 2025). Este cambio se intensificó en los compositos con mayor concentración de refuerzo, lo cual concuerda con la progresiva incorporación de SiO_2 en el sistema.

Adicionalmente, se observó un aumento significativo en la intensidad de los modos vibracionales en el rango de 3000 a 2800 cm^{-1} . Este aumento, identificado para el modo 2962 cm^{-1} (estiramiento asimétrico de grupos $-\text{CH}_3$), podría atribuirse a un incremento en los grupos $-\text{OH}$. Estos grupos se encuentran presentes en la superficie de las partículas de SiO_2 y en algunos subproductos de las reacciones sol-gel y de reticulación como TEOS y etanol (Levy et al., 2015).

Los resultados de las espectroscopias Raman y FT-IR confirmaron que el grado de reticulación y la presencia de partículas reforzantes SiO_2 (a o b) no alteraron la energía vibracional del PDMS reticulado, de forma similar a las observaciones para los compósitos PDMS- SiO_2 sintetizados *ex-situ* (Cordoba et al., 2023). Este comportamiento se puede atribuir a las similitudes estructurales entre las nanopartículas y el PDMS (enlaces Si-O, Si-OH), y al hecho de que TEOS experimenta un proceso químico análogo a la formación de nanopartículas durante la reticulación (Hernández et al., 2017; Levy et al., 2015).

A medida que aumentó la concentración de SiO_2 en los compósitos, se evidenció un incremento progresivo en la intensidad relativa de regiones espectrales específicas. En los espectros Raman, esta intensificación se localizó entre 150 y 700 cm^{-1} , mientras que en los espectros FT-IR abarcó el intervalo de 900 a 1400

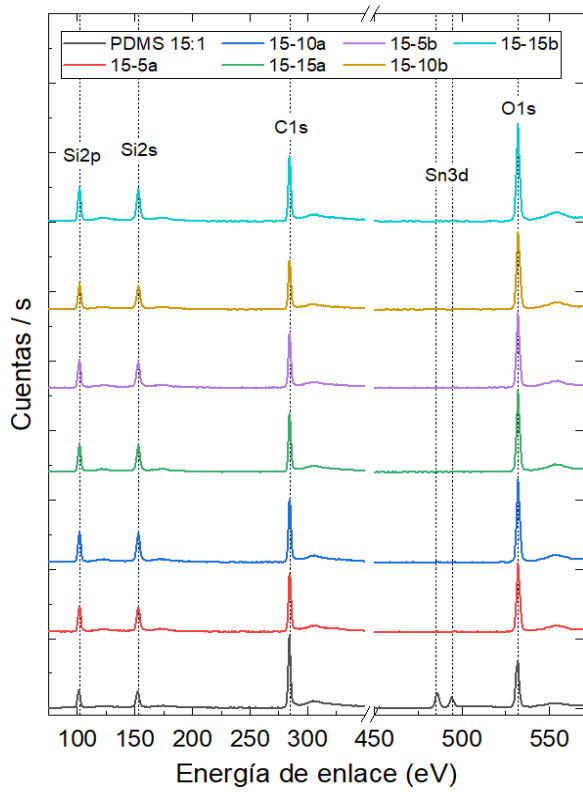
cm^{-1} , siendo ambas regiones características de los modos vibracionales de nanopartículas SiO_2 . En el caso del espectro Raman, los modos vibracionales R y D_1 ($300\text{--}500\text{ cm}^{-1}$), asociados al modo de relajación tipo *breathing* de los anillos de cuatro miembros en la red de sílice, fueron los más intensificados con la adición de refuerzos (Barker et al., 2022). Por su parte, en el espectro FT-IR, los incrementos se observaron en la región correspondiente al modo de estiramiento asimétrico de las unidades estructurales SiO_4 ($1300\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$), propio de las redes tridimensionales de SiO_2 (Sonawane et al., 2025).

Este incremento en la señal puede estar asociado con la mayor concentración de especies de sílice en el sistema, lo que conduce a una mayor absorción y dispersión de la radiación incidente. Este fenómeno potencialmente provoca una modificación de las intensidades relativas de los modos vibracionales en comparación con el polímero sin reforzante (Cassetta et al., 2025).

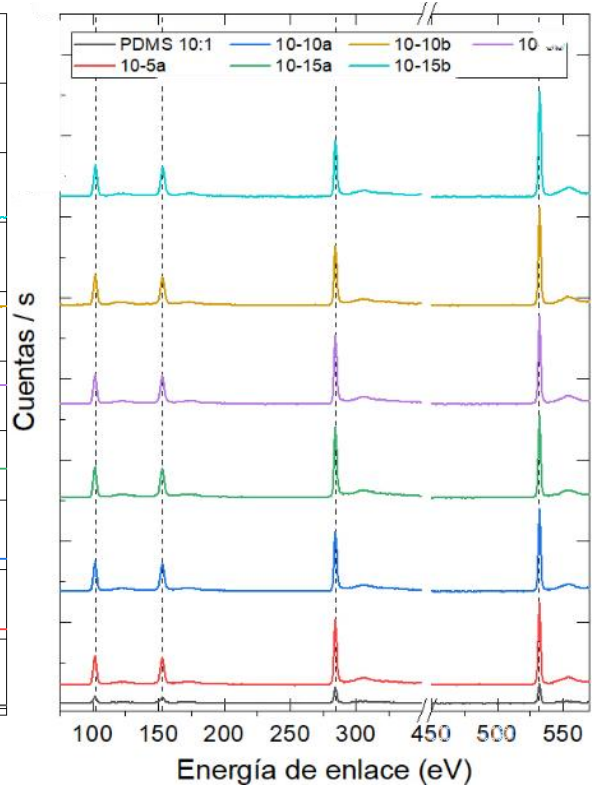
9.4.b. Espectroscopia fotoelectrónica de rayos-X (XPS)

Además de identificar los enlaces y grupos funcionales presentes en los compósitos, resultó fundamental determinar las especies químicas individuales y las relaciones atómicas correspondientes dentro de cada grupo de estudio. Para ello, se realizaron análisis de espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS), cuyos espectros de barrido amplio se presentan en la **Figura 27**.

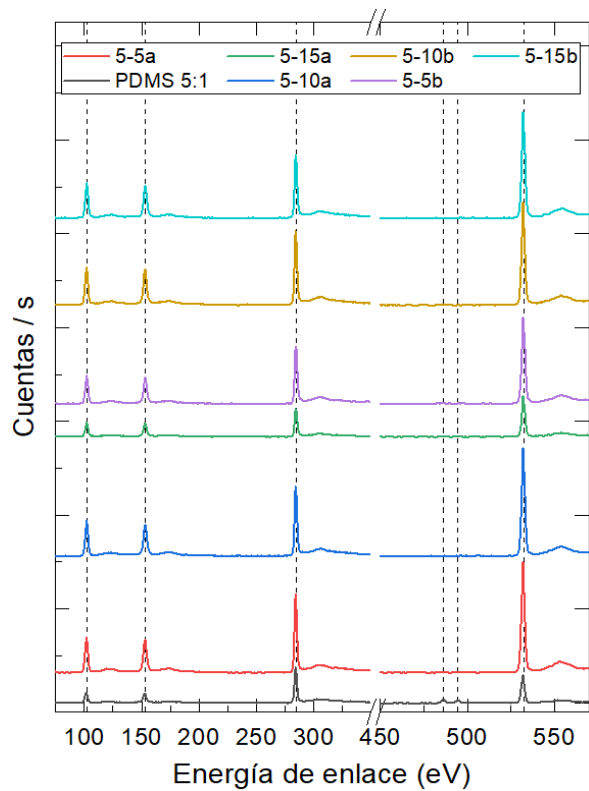
Los análisis XPS permitieron confirmar la presencia de las especies químicas esperadas de Si, O y C en todos los compósitos, en concordancia con la composición química del PDMS y las nanopartículas de SiO_2 (Hong et al., 2024). Adicionalmente, se identificaron trazas de estaño (Sn 3d), atribuibles a residuos del catalizador DBTDL empleado durante la reticulación del polímero (Hernández et al., 2017). La **Tabla 8** muestra los valores de área bajo la curva (tras deconvolución), concentraciones atómicas y relaciones molares entre las especies Si, C y O presentes en cada compósito.



(a)



(b)



(c)

Figura 27. Espectros XPS de compósitos PDMS-%SiO₂ con distintas relaciones PDMS:TEOS: (a) 15:1, (b) 10:1 y (c) 5:1.

A través de los procesos de deconvolución (**Anexos 13.2**), la especie Si mostró dos componentes que integran la señal principal, con energías de enlace de 100.68 ± 0.13 eV y 102.30 ± 0.08 eV. Estas señales son atribuibles a los enlaces Si–O–Si y Si–C, respectivamente (Ferrara et al., 2008; Xuefeng Zhang et al., 2023). Es importante destacar que estas señales no corresponden a los componentes del desdoblamiento espín-orbital del pico Si2p, el cual tiene una diferencia aproximada de 0.6 e entre las señales Si2p_{3/2} y Si2p_{1/2}., difiriendo con la diferencia de energía de enlace observada (Beamson et al., 1992). Estos resultados son consistentes con los modos vibracionales previamente observados por FTIR y Raman, reafirmando la presencia de grupos funcionales tanto del polímero PDMS como del refuerzo SiO₂.

Los enlaces Si–C se asocian principalmente con los grupos metilo (-CH₃) distribuidos a lo largo de la cadena del PDMS, mientras que los enlaces Si–O–Si

corresponden tanto a la estructura principal del polímero como a las redes siloxano de las nanopartículas. A pesar de mantener los mismos componentes, la relación de proporción entre ambas señales fue cambiando entre los grupos, indicando diferencias en la composición de estas especies dentro material conforme aumentó la concentración de refuerzo, lo anterior en concordancia con las espectroscopias Raman y FT-IR.

Respecto a la especie C, se identificaron dos componentes con energía de enlace de 284.68 ± 0.04 eV y 285.34 ± 0.05 eV, asociadas a los enlaces C-Si y C-H/C-C, respectivamente (Hong et al., 2024). De estos componentes, la señal C-C no pertenece a los grupos principales que conforman los compósitos, atribuyendo esa señal a la presencia de residuos de precursores (TEOS y etanol) no eliminados completamente durante el proceso sol-gel como se identificó en los resultados previos (Sonnenfeld et al., 2001).

Tabla 11. Resultados XPS de especies químicas presentes en compósitos PDMS-%SiO₂ y proceso de deconvolución para especies de Si y C.

Especies	15:1					10:1					5:1					
	Energía de enlace (eV)	Área (CPS*eV)	Área (N)	[C] (%)	Relación atómica*	Energía de enlace (eV)	Área (CPS*eV)	Área (N)	[C] (%)	Relación atómica*	Energía de enlace (eV)	Área (CPS*eV)	Área (N)	[C] (%)	Relación atómica*	
0%	Si2p	100.66	8229.91	0.19	20.21%	1	100.39	329.17	0.07	25.95%	1	100.71	928.48	0.08	20.94%	1
		102.12	35922.96	0.81			102.25	4408.81	0.93			102.2	6030.24	0.92		
	C1s	283.78	42091.72	0.27	61.82%	3.059	283.15	657.33	0.06	52.68%	2.03	283.5	18560.86	13.4	59.33%	2.833
		284.98	112418.83	0.73			284.79	10319.33	0.94			284.83	119971.03	86.6		
	O1s	529.08	106054.23	1	17.06%	0.844	532.37	11236.48	0.82	21.37%	0.824	532.37	16195.07	0.83	17.30%	0.826
Sn3d	482.38	50075.61	1	0.91%	0.045	-	-	-	-	-	486.17	19964.75	1.16	24.30%	1.16	
5a	Si2p	100.84	13418.41	0.22	25.54%	1	100.68	9038.24	0.15	25.62%	1	100.57	8355.49	0.08	25.19%	1
		102.3	48861.13	0.78			102.3	49283.79	0.85			102.22	52577.57	0.92		
	C1s	283.39	13828.33	0.09	53.62%	2.099	283.35	12046.9	0.09	52.19%	2.037	283.5	18576.17	13.41	52.75%	2.094
		284.78	131790.71	0.91			284.77	118566.48	0.91			284.83	119956.16	86.59		
O1s	526	152715.54	1	20.84%	0.816	532.4	148934.83	0.87	22.19%	0.866	532.41	158280.22	0.88	22.06%	0.876	
10a	Si2p	100.78	11229.16	0.16	26.34%	1	100.73	7079.97	0.12	26.46%	1	100.57	8355.49	0.08	25.99%	1
		102.32	60969.9	0.84			102.28	52505.68	0.88			102.22	52577.57	0.92		
	C1s	283.47	14780.85	0.09	52.11%	1.978	283.42	9949.09	0.08	51.21%	1.935	283.5	13657.94	10.7	50.60%	1.947
		284.83	143052.16	0.91			284.77	116978.52	0.92			284.8	113936.51	89.3		
O1s	526	175305.35	1	21.55%	0.818	532.42	148456.83	0.84	22.33%	0.844	532.5	161871.71	0.9	23.41%	0.901	
15a	Si2p	100.75	9536.94	0.14	26.40%	1	100.83	11474.71	0.18	25.78%	1	100.73	1456.09	0.07	25.58%	1
		102.36	59791.79	0.86			102.35	51260.25	0.82			102.23	10696.51	0.93		
	C1s	283.47	12359.82	0.08	51.30%	1.943	283.51	16769.45	0.12	53.47%	2.074	283.46	2596.39	9.56	51.86%	2.027
		284.84	133768.13	0.92			284.84	128095.72	0.88			284.81	24556.04	90.44		
O1s	526	170697.23	1	22.30%	0.845	532.45	150201.29	0.8	20.75%	0.805	532.52	31657.35	0.88	22.55%	0.882	

5b	Si2p	100.92	14696.63	0.22	27.37%	1	100.61	8900.28	0.15	25.07%	1	100.59	3605.89	0.04	24.15%	1
		102.4	51393.55	0.78			102.26	51972.14	0.85			102.36	41467.13	0.96		
	C1s	283.45	17127.24	0.13	50.46%	1.844	283.37	15383.71	0.11	53.09%	2.118	283.18	3806.93	3.66	51.91%	2.149
		284.81	119319.86	0.87			284.76	126702.54	0.89			284.8	100322.67	96.34		
O1s	526.08	158313.86	1	22.17%	0.81	532.36	158707.76	0.87	21.83%	0.871	532.47	134749.28	0.99	23.94%	0.991	
10b	Si2p	100.54	4616.74	0.08	26.08%	1	100.59	5938.89	0.09	26.89%	1	100.86	10592.09	0.09	27.22%	1
		102.31	56610.91	0.92			102.35	57705.79	0.91			102.37	55842.61	0.91		
	C1s	283.48	13088.25	0.1	50.40%	1.933	283.35	12088.14	0.09	48.70%	1.811	283.51	14633.87	10.87	50.57%	1.858
		284.83	115775.55	0.9			284.77	115583.89	0.91			284.85	120000.53	89.13		
O1s	526	163780.62	1	23.52%	0.902	532.41	173925.7	0.91	24.41%	0.908	532.45	159336.9	0.82	22.21%	0.816	
15b	Si2p	100.8	13591.69	0.17	27.19%	1	100.51	3232.76	0.05	27.17%	1	100.64	6206.52	0.06	27.44%	1
		102.38	67485.2	0.83			102.43	62273.85	0.95			102.35	55393.02	0.94		
	C1s	283.48	19562.28	0.12	49.84%	1.833	283.44	10248.61	0.08	46.61%	1.715	283.48	11413.69	9.84	48.15%	1.755
		284.86	144223.2	0.88			284.84	113486	0.92			284.79	104542.07	90.16		
O1s	526.08	203118.13	1	22.98%	0.845	532.54	188714.81	0.97	26.22%	0.965	532.45	163418.89	0.89	24.41%	0.89	

La proporción atómica O/Si mostró una disminución progresiva al aumentar la concentración de reforzante SiO₂, pasando de valores cercanos a 1.54 en los compósitos sin partículas a 1.44 en los compósitos con 15% de SiO₂-b. Este comportamiento puede ser indicativo de una mayor concentración de enlaces Si-O-Si en los sistemas reforzados por la incorporación de estructuras siloxano provenientes de los reforzantes (Krishna et al., 2022; Malecha et al., 2010).

Al comparar la relación atómica C/Si entre los distintos compósitos, se observó que el grupo con menor grado de reticulación (15-0) presentó la mayor proporción de carbono, con una relación C/Si de 3.06. Esta relación disminuyó de forma progresiva en los grupos con mayor proporción de reticulante, llegando hasta valores de 1.7 (10-15b y 5-15b). De manera análoga, la relación O/Si en los compósitos sin reforzante se mantuvo dentro del intervalo 0.82–0.84, mientras que los materiales reforzados con nanopartículas de sílice mostraron un incremento gradual con la concentración, llegando a relaciones de hasta 0.99 (5-5b).

A pesar de identificarse las mismas especies químicas en todos los compósitos, las relaciones atómicas entre los componentes se modificaron significativamente entre los grupos de estudio, de manera similar a los resultados pasados.

Se observó la reducción en la relación atómica C/Si al aumentar la concentración de partículas de SiO₂. Esta tendencia sugiere que la disminución no se debe a una menor abundancia de especies de carbono, sino a un aumento de Si y O provenientes de las partículas sol-gel. Esta hipótesis está respaldada por el aumento del área de la señal C1s en los compósitos en comparación con el PDMS, lo que representa una mayor concentración atómica para la técnica XPS (Krishna et al., 2022).

El proceso de deconvolución reveló también la ausencia de especies C-O, lo que sugiere una clara distinción de las partículas de SiO₂ sintetizadas. Esto implica que no hay residuos detectables de precursores o subproductos, como TEOS o etanol, en la superficie de análisis XPS (Post et al., 2018). Estas especies pudieran haber interactuado durante las reacciones de reticulación del polímero, ya que estudios previos han demostrado la viabilidad de relaciones PDMS:TEOS de hasta 2:1 (Levy et al., 2015).

La relación atómica O/Si registrada en los nanocompuestos (0.84–0.99) mostró un incremento progresivo conforme aumentó la concentración de nanopartículas de SiO₂, evidenciando una modificación en las proporciones relativas de estas especies dentro del sistema. Este comportamiento puede atribuirse al mayor contenido de refuerzo inorgánico, cuyas nanopartículas presentan relaciones O/Si superiores, entre 1.45 y 1.54 (**Figura 18**), lo que evidencia nuevamente la presencia del material reforzante dentro de los composites (Krishna et al., 2022).

La relación atómica O/Si que mostraron los compósitos (0.84-0.99) mostró un aumento progresivo con la concentración de reforzantes SiO₂, reflejando nuevamente un cambio en las proporciones de especies atómicas dentro de los sistemas. El incremento de esta relación atómica puede relacionarse con el aumento de concentración de reforzantes, los cuales presentaron una relación atómica O/Si entre 1.45 y 1.54 (**Tabla 6**) (Krishna et al., 2022).

Los resultados obtenidos muestran que los composites con mayor concentración de reforzantes SiO₂ (15%), en particular los de medio alcalino (SiO₂-b) presentaron un incremento más pronunciado en la intensidad relativa de los modos vibracionales característicos del PDMS; así como la disminución más significativa en la relación atómica Si/C. Estos respaldan de manera clara la incorporación efectiva y diferenciación entre los medios de síntesis para la obtención de las nanopartículas de SiO₂ dentro de la matriz polimérica PDMS.

9.5. Comportamiento mecánico de nanocompuestos

Una vez identificados los cambios en el entorno químico y en la composición elemental de los distintos compósitos PDMS-%SiO₂, se evaluaron sus propiedades mecánicas. Esta etapa tuvo como objetivo analizar las modificaciones en el desempeño mecánico de los materiales como resultado de las variables de síntesis seleccionadas. A partir de los resultados obtenidos en estos ensayos, se

seleccionaron los grupos de estudio con mejor desempeño para su posterior análisis superficial y eléctrico.

9.5.a. Ensayos de Tensión Mecánica

Para realizar los ensayos mecánicos de tensión a los nanocompuestos de estudio (21 grupos), se cortaron probetas tipo 5B (ISO 527-1, 2019) de las placas de síntesis mostradas en la **Figura 24d**. Las probetas obtenidas se muestran en la **Figura 28a**, realizando 5 repeticiones por grupo de estudio utilizando mordazas dentadas (**Figura 28b**)

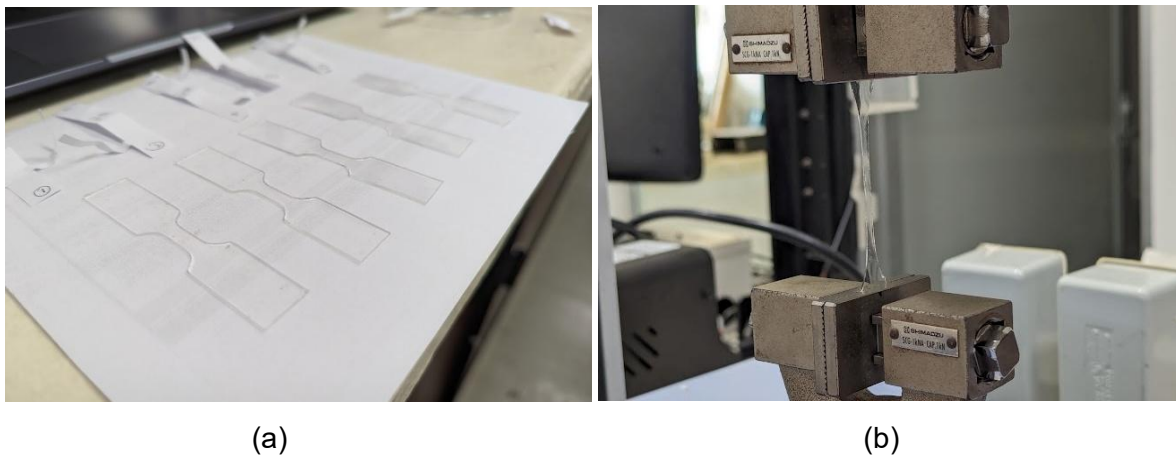


Figura 28. (a) Probetas tipo halterio (5B) para ensayos mecánicos de tensión, (b) Ensayo de tensión a probetas en máquina de ensayos universal.

Se evaluó la respuesta de deformación mecánica de los composites bajo condiciones de carga uniaxial, registrando sus respectivos perfiles esfuerzo–deformación. En la **Figura 29** se presentan de manera representativa los perfiles obtenidos durante los ensayos de tracción de una probeta para cada uno de los grupos de estudio.

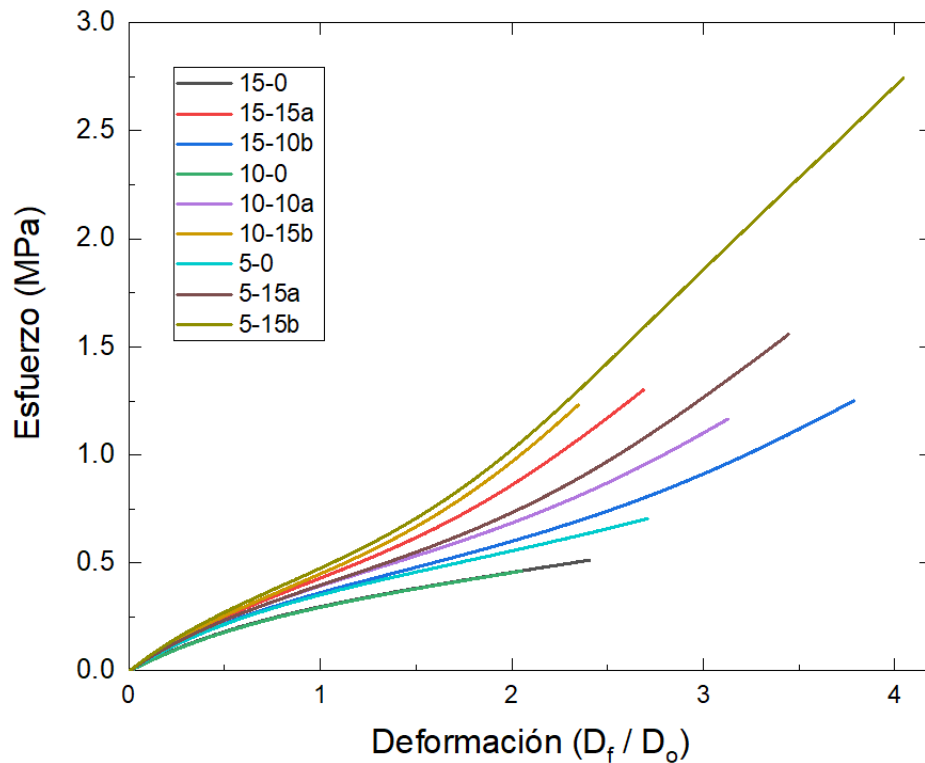


Figura 29. Curva esfuerzo-deformación de compósitos PDMS-%SiO₂ con mejores respuestas mecánicas.

Se identificó una clara diferencia entre los materiales reforzados con nanopartículas de SiO₂ y aquellos sin refuerzo (15-0, 10-0 y 5-0). Los polímeros sin partículas presentaron curvas esfuerzo-deformación similares entre sí, caracterizadas por dos regiones de fluencia: una inicial (0–0.4 MPa) correspondiente al régimen elástico del polímero, y una posterior (> 0.4 MPa) asociada al inicio del comportamiento plástico. Este comportamiento es característico de matrices elastoméricas como silicones y polietilenos, en las cuales la primera representa la deformación reversible, mientras que la segunda puede reflejar una segunda deformación elástica o la deformación permanente (Brown et al., 2009).

Por el contrario, los compósitos reforzados con nanopartículas de SiO₂ exhibieron una tercera etapa de deformación, cuya aparición se identificó en la región de deformación superior a los 1.5 MPa. Este incremento de la resistencia a la deformación plástica ha sido previamente reportado en materiales compósitos

reforzados con partículas inorgánicas, en los cuales las nanopartículas actúan como puntos de anclaje que modifican la movilidad de las cadenas poliméricas como consecuencia de la interacción entre la matriz y las partículas reforzantes (Cordoba et al., 2023; Katz et al., 2022).

A partir de comportamiento mecánico y las curvas de esfuerzo-deformación de los compósitos, se calculó el módulo elástico, deformación y esfuerzo máximos de fractura de cada grupo de estudio.

En la **Figura 30** se presentan los valores de módulo elástico obtenidos para los diferentes compósitos, agrupados según las tres relaciones estudiadas de PDMS:TEOS (15:1, 10:1 y 5:1). Asimismo, en la **Tabla 12** se registraron los valores promedio y las desviaciones estándar correspondientes a cada grupo experimental, con el fin de evaluar el efecto de las distintas variables de síntesis en el módulo elástico de los compósitos.

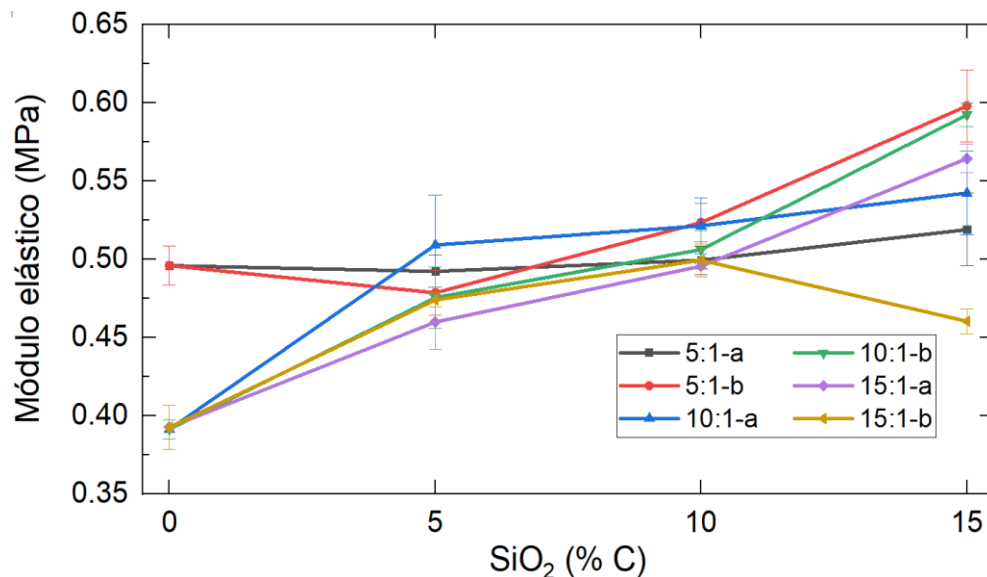


Figura 30. Módulo elástico promedio de compósitos PDMS-%SiO₂ y variación resultante de probetas.

Tabla 12. Valores de módulo elástico de compósitos PDMS-%SiO₂ promedio y variación resultante de probetas.

Módulo elástico (MPa)						
SiO ₂ [C]	15:1		10:1		5:1	
	a	b	a	b	a	b
0	0.393 ± 0.014	0.393 ± 0.014	0.391 ± 0.006	0.391 ± 0.006	0.496 ± 0.013	0.496 ± 0.013
5	0.460 ± 0.018	0.474 ± 0.004	0.509 ± 0.032	0.476 ± 0.020	0.492 ± 0.010	0.479 ± 0.014
10	0.496 ± 0.001	0.499 ± 0.010	0.522 ± 0.018	0.506 ± 0.012	0.499 ± 0.009	0.524 ± 0.012
15	0.564 ± 0.009	0.460 ± 0.008	0.542 ± 0.027	0.592 ± 0.008	0.519 ± 0.023	0.598 ± 0.023

Para los materiales sin reforzantes (15-0, 10-0 y 5-0), se observa que el módulo elástico permanece prácticamente constante ante las distintas relaciones con el agente entrecruzador, mostrando un incremento de 0.393 a 0.496 MPa (incremento del 26.2%) únicamente en el grupo con mayor proporción de agente reticulador (5-0). Este comportamiento ha sido previamente asociado con el incremento del grado de reticulación del polímero, ya que una mayor cantidad de TEOS promueve la formación de un mayor número de enlaces cruzados en la red tridimensional del PDMS, restringiendo la movilidad de las cadenas poliméricas y aumentando así la rigidez del material (Seghir et al., 2015).

En el caso de los compósitos reforzados con SiO₂, los valores más altos de módulo elástico se registraron en los grupos 5-15b y 10-15b, con valores de 0.598 ± 0.023 MPa y 0.592 ± 0.008 MPa, respectivamente. Estos valores representan un incremento del 19.4% y 20.5% respecto a al grupo 5-0, y un aumento del 51.4% y 52.9% comparado con los grupos 15-0 y 10-0, que presentaron módulos menores (0.393 y 0.391 MPa, respectivamente). Este incremento en el módulo elástico puede atribuirse a la interacción física entre las partículas de SiO₂ y la matriz polimérica antes mencionada debido a una modificación el movimiento interno de las cadenas poliméricas por la presencia de las partículas reforzantes (Alasfar et al., 2022).

El módulo elástico se define como la relación entre un esfuerzo aplicado y la deformación elástica resultante en un material sometido a una carga externa (Askeland, 2017). A medida que incrementa la concentración de agente reticulador,

se eleva el número de puntos de entrecruzamiento en la red del polímero, lo que conlleva a una mayor restricción en el movimiento de las cadenas. Al encontrarse mayores puntos de reticulación por una mayor concentración de TEOS, el material presentará una mayor resistencia a la deformación, por ende, un mayor módulo elástico (Seghir et al., 2015).

Además de esta relación, se observó una tendencia de incremento del módulo elástico con la incorporación de nanopartículas SiO_2 para la mayoría de los compósitos, indicando una mayor resistencia mecánica en la región elástica. No obstante, en los grupos 5-a y 15-b se evidenció un comportamiento de estabilización o incluso disminución del módulo elástico al llegar a los compósitos con mayores concentraciones de reforzante (15%). Este fenómeno ha sido asociado previamente a procesos de aglomeración y formación de zonas heterogéneas de nanopartículas. Estos fenómenos dependen de parámetros como el tamaño de partícula, la naturaleza de la interacción reforzante-matriz y el grado de entrecruzamiento del sistema polimérico (Bareiro Ferreira et al., 2017; Cordoba et al., 2023).

En la **Figura 31** se presenta la deformación máxima alcanzada por los distintos compósitos antes del punto de fractura, evaluando este grado de deformación en función de la relación PDMS:TEOS (15:1, 10:1 y 5:1), el tipo de reforzante (SiO_2 -a y SiO_2 -b) y su concentración (0, 5, 10 y 15%) . La **Tabla 13** resume los valores cuantitativos obtenidos de deformación máxima (D_f/D_0), junto con las desviaciones estándar para cada grupo de estudio.

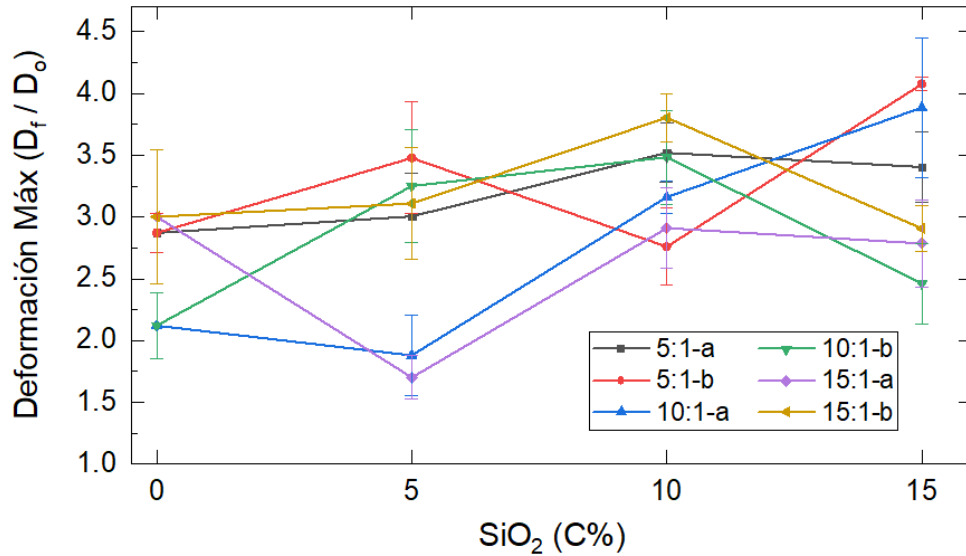


Figura 31. Deformación máxima promedio de los compósitos PDMS-%SiO₂ sintetizados en función a la concentración de reforzante.

Tabla 13. Valores de deformación máxima promedio de compósitos PDMS-%SiO₂ y variación resultante de probetas.

Deformación máxima (Df/Do)						
SiO ₂ [C]	15:1		10:1		5:1	
	a	b	a	b	a	b
0	3.002 ± 0.155	3.002 ± 0.155	2.120 ± 0.264	2.120 ± 0.264	2.871 ± 0.544	2.871 ± 0.544
5	1.702 ± 0.351	3.109 ± 0.451	1.880 ± 0.324	3.251 ± 0.459	3.004 ± 0.178	3.478 ± 0.453
10	2.910 ± 0.238	3.803 ± 0.312	3.161 ± 0.131	3.483 ± 0.381	3.520 ± 0.323	2.759 ± 0.192
15	2.785 ± 0.282	2.906 ± 0.052	3.884 ± 0.562	2.461 ± 0.326	3.404 ± 0.352	4.076 ± 0.186

La deformación máxima alcanzada por los compósitos no mostró una relación clara con la concentración de reforzantes, encontrándose diferentes respuestas y comportamientos a medida que incrementa la concentración de SiO₂. A diferencia del módulo elástico, esta propiedad se asocia a la capacidad del material para experimentar deformación plástica antes de la fractura, por lo que resulta susceptible a variaciones causadas por defectos de fabricación, tales como la presencia de burbujas, irregularidades en la geometría de corte, inclinación en los

extremos de la muestra o desalineación durante el montaje en las mordazas (Wypych, 2016).

Este efecto se refleja en el incremento considerable de la desviación estándar de todas las muestras, llegando a superponerse entre distintos grupos de estudio. Lo anterior impide asegurar que la diferencia encontrada o la tendencia que se muestra entre algunos grupos es estadísticamente significativa.

Dentro de los compositos sin refuerzo, el grupo PDMS 10-0 presenta la menor deformación antes de la fractura con una relación de 2.12 (deformación del 212% de las dimensiones iniciales). Por el contrario, los compósitos reforzados que presentan la mayor deformación son el 5-15b y 10-15a con una relación de 4.07 ± 0.19 y 3.884 ± 0.562 respectivamente, lo que representa un incremento del 42.0% y 83.2% al compararse con el control sin reforzantes correspondiente. No obstante, al considerar la variabilidad de los datos, se estima que los valores para el grupo 10-15a podrían oscilar entre 3.322 y 4.446, lo cual debe tenerse en cuenta al interpretar la magnitud del cambio observado.

La ausencia de una tendencia definida o de cambios estadísticamente significativos en la elongación máxima en función de la concentración de entrecruzante y de refuerzos nanoparticulados ha sido reportada previamente (Alasfar et al., 2022; Cordoba et al., 2023). Estos hallazgos sugieren que la incorporación de nanopartículas no altera de forma sustancial el comportamiento elastomérico del PDMS, permitiendo conservar su capacidad de deformación bajo carga sin comprometer sus propiedades de flexibilidad.

Finalmente, en la **Figura 32** se presenta el esfuerzo de fractura obtenido para los distintos compósitos, evaluando su comportamiento en función de la concentración

y el tipo de reforzante SiO₂ empleado. En la **Tabla 14** se presenta el esfuerzo de fractura y las desviaciones encontradas en cada grupo de estudio.

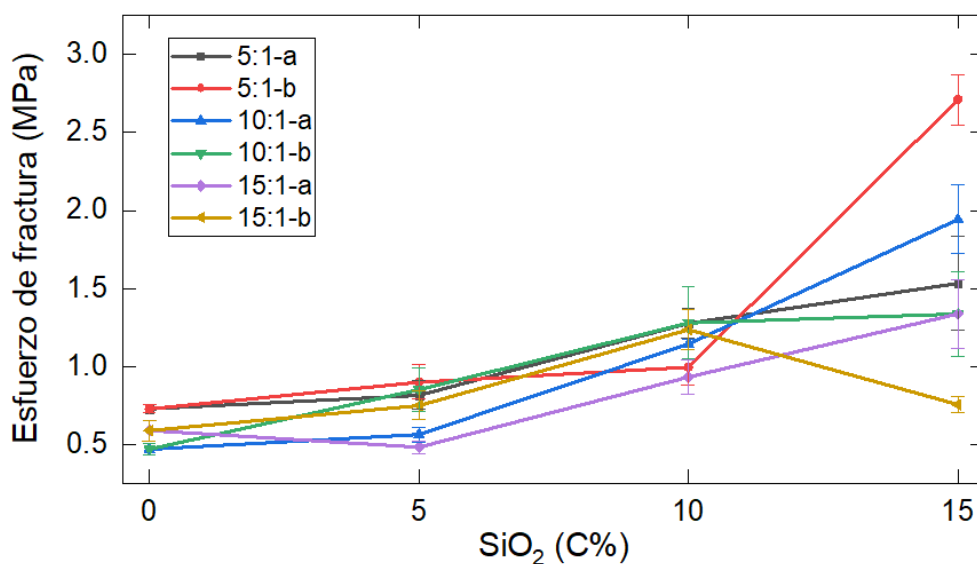


Figura 32. Esfuerzo de fractura promedio de los compósitos PDMS-%SiO₂ sintetizados en función a la concentración de reforzante SiO₂.

Tabla 14. Valores de deformación máxima promedio de compósitos PDMS-%SiO₂ y variación resultante de probetas.

Esfuerzo de fractura (MPa)						
SiO ₂ [C]	15:1		10:1		5:1	
	a	b	a	b	a	b
0	0.591 ± 0.067	0.591 ± 0.067	0.471 ± 0.038	0.471 ± 0.038	0.731 ± 0.025	0.731 ± 0.025
5	0.484 ± 0.041	0.752 ± 0.091	0.566 ± 0.047	0.854 ± 0.142	0.817 ± 0.0919	0.901 ± 0.110
10	0.934 ± 0.110	1.237 ± 0.128	1.145 ± 0.033	1.281 ± 0.234	1.278 ± 0.0950	0.998 ± 0.113
15	1.339 ± 0.218	0.757 ± 0.052	1.943 ± 0.219	1.338 ± 0.272	1.534 ± 0.299	2.711 ± 0.161

En los compósitos con bajas concentraciones de reforzante (5%), tanto en medio ácido como alcalino, los valores de esfuerzo de fractura se ubicaron en un rango de 0.484 a 0.901 MPa. Estos resultados son comparables con los obtenidos en los polímeros sin refuerzo, lo que sugiere que dicha concentración no es suficiente para generar una modificación significativa en el desempeño mecánico del material.

Al aumentar la concentración de SiO₂ a 10%, se observó una mejora significativa en la resistencia a la fractura, con esfuerzos máximos que oscilaron entre 0.934 y 1.281 MPa. Progresivamente, en las concentraciones más elevadas de reforzante (15%) se registraron los incrementos más destacados en esta propiedad, diferenciándose de los comportamientos registrados en los grupos con menor concentración de reforzante. En particular, los compósitos 5-15b y 10-15a presentaron los valores más altos de tensión de fractura para cada tipo de nanopartícula, con 2.711 ± 0.161 MPa y 1.943 ± 0.219 MPa, respectivamente. Estas cifras representan un aumento de 3.71 y 4.12 veces respecto a la tensión de fractura de los polímeros PDMS sin refuerzo.

Sin embargo, no todos los compósitos de esta concentración siguieron esta tendencia. El grupo 10-15a mostró una resistencia a la fractura que se mantuvo prácticamente constante con respecto a concentraciones inferiores, sin evidenciar una mejora significativa. Por su parte, el compósito 15-15b exhibió una disminución considerable en su esfuerzo de fractura, pasando de 1.237 ± 0.128 MPa a 0.757 ± 0.052 MPa, comportamiento que podría estar relacionado con fenómenos de aglomeración, restricciones en la movilidad de las cadenas poliméricas (Nanoth et al., 2023) o formación de zonas heterogéneas en la matriz (Tamayo-Vegas et al., 2022).

Otro aspecto relevante es el comportamiento de la desviación estándar en los valores de esfuerzo de fractura, el cual varía en función de la concentración de nanopartículas de SiO₂ incorporadas. Como se observa en la **Tabla 14**, los compósitos sin refuerzo presentan desviaciones estándar relativamente bajas, inferiores a 0.067 MPa. Sin embargo, esta desviación aumenta progresivamente con la concentración de reforzante, alcanzando valores de hasta 0.299 MPa en los grupos con mayor carga de partículas.

Este incremento puede atribuirse tanto a factores externos relacionados con el proceso de fabricación, irregularidades en el corte de las probetas, variaciones en el espesor, presencia de burbujas de aire o imperfecciones superficiales; como a factores intrínsecos del material resultado de la interacción matriz-reforzante.

Diversos estudios han asociado este comportamiento a limitaciones en la dispersión homogénea de los nanorefuerzos, a la aparición de zonas heterogéneas con diferente grado de rigidez, o incluso a un aumento de la fragilidad estructural como consecuencia del incremento en la dureza del material (Bareiro Ferreira et al., 2017; Cordoba et al., 2023; Nanoth et al., 2023).

Otra propiedad de gran relevancia que puede ser determinada a partir de los perfiles esfuerzo-deformación obtenidos durante los ensayos mecánicos es la energía almacenada de los materiales. Esta propiedad, comúnmente asociada a la tenacidad a la fractura, se calculó mediante la integración del área bajo la curva esfuerzo-deformación, obtenida experimentalmente para cada uno de los compósitos evaluados (Guizani et al., 2020). Dicha área representa la energía total que el material puede absorber antes de su fractura, incluyendo tanto la deformación elástica como la plástica. Este parámetro se relaciona con la capacidad del material para disipar energía, lo cual resulta crítico en aplicaciones donde se requiera resistencia al impacto o cargas contantes (Pereira et al., 2017). Los resultados se expresaron en J/cm^2 , permitiendo así una comparación directa entre los distintos compositos sintetizados.

En la **Figura 33** se presenta la energía almacenada por unidad de área (J/cm^2) durante los ensayos de tensión para los distintos compósitos, evaluando su comportamiento en función de la concentración y el tipo de reforzante de SiO_2 incorporado. En la **Tabla 15** se resumen los resultados obtenidos, incluyendo los valores promedios y sus respectivas desviaciones estándar para cada grupo de estudio.

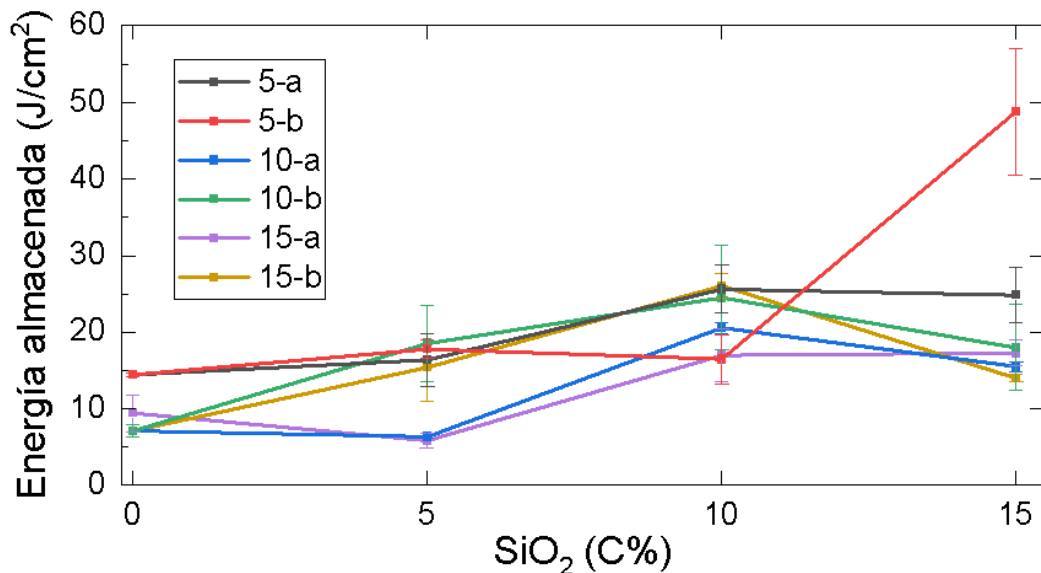


Figura 33. Energía almacenada promedio (J/cm^2) de los compósitos PDMS-% SiO_2 sintetizados en función a la concentración de reforzante SiO_2 .

Tabla 15. Energía almacenada durante ensayo de tensión de compósitos PDMS-% SiO_2 y variación resultante de probetas.

Energía almacenada (J/cm^2)						
SiO ₂ [C]	15:1		10:1		5:1	
	a	b	a	b	a	b
0	9.42 ± 2.38	9.42 ± 2.38	7.11 ± 0.80	7.11 ± 0.80	14.44 ± 0.24	14.44 ± 0.24
5	5.85 ± 0.98	15.40 ± 4.39	6.33 ± 0.19	18.53 ± 4.97	16.37 ± 3.41	17.77 ± 1.25
10	16.98 ± 3.38	26.05 ± 1.63	20.55 ± 0.72	24.49 ± 6.85	25.60 ± 3.11	16.48 ± 3.21
15	17.28 ± 1.68	13.99 ± 0.51	39.15 ± 5.37	17.98 ± 5.60	24.83 ± 3.61	48.79 ± 8.27

Los resultados revelan una tendencia general de disminución en la energía almacenada por unidad de área conforme al llegar a las máximas concentraciones de reforzante SiO_2 . Esta tendencia sugiere una reducción en la capacidad del material para almacenar energía antes de fracturarse, probablemente relacionada con un aumento en la rigidez y una disminución en la deformación plástica debido a una mayor concentración de partículas que podrían inducir fragilidad o generar

zonas de concentración de esfuerzo (Makepeace et al., 2018; Quagliato et al., 2022).

Sin embargo, esta tendencia no se observó en todos los sistemas. En los compósitos con una relación PDMS:TEOS de 5:1, tanto con reforzantes SiO₂-a como SiO₂-b, se evidenció un comportamiento distinto. En el grupo 5-15a la energía almacenada se mantuvo prácticamente constante en comparación con concentraciones inferiores, mientras que en el grupo 5-15b se observó un incremento significativo de esta propiedad.

De manera consistente con el comportamiento observado en otras propiedades mecánicas, el compósito 5-15b exhibió la mayor capacidad de almacenamiento de energía por unidad de área entre todos los grupos evaluados, alcanzando un valor de 48.79 ± 8.27 J/cm², lo que representa un incremento de 3.38 veces con respecto al grupo control sin refuerzo (5-0). Para los compósitos reforzados con partículas en medio ácido, el sistema 10-15a mostró el mayor valor registrado, con una energía almacenada de 39.15 ± 5.37 J/cm², correspondiente a un aumento de 5.5 veces en comparación con su grupo control 10-0. Cabe destacar que para los grupos 5-a no se observaron diferencias significativas con el incremento de concentraciones de reforzante (5-10a y 5-15a), lo cual sugiere que, en este caso, la incorporación de mayores concentraciones de SiO₂-a no genera un incremento significativo en la energía almacenada.

A partir de los resultados de energía almacenada, se evidenció una variación en el comportamiento mecánico de ciertos grupos de estudio respecto a las tendencias observadas en otras propiedades como el esfuerzo de fractura. Si bien los compósitos 10-15a, 10-15b y 15-15a presentaron incrementos significativos en la tensión máxima antes de la fractura, la energía acumulada durante la deformación fue menor en comparación con sus respectivos grupos con 10% de reforzante. Este comportamiento puede atribuirse a una pérdida parcial de las propiedades elastoméricas del polímero matriz, causada por un incremento en la rigidez estructural por una elevada concentración de partículas reforzantes (Makepeace et

al., 2018). Esta hipótesis es respaldada por los resultados de deformación máxima (**Figura 31**), donde se observa que, al aumentar la concentración de nanopartículas de SiO₂ del 10% al 15%, se produce una reducción en la elongación antes de la fractura, lo que limita la capacidad del material para absorber energía mecánica durante el proceso de tensión.

A partir de estos resultados se observa que, a pesar de presentar un incremento en la tensión de fractura de los composites, la reducción en la elongación máxima provoca que la energía que pueden almacenar hasta su ruptura sea menor, potencialmente provocando que el material pueda ceder ante cargas continuas o esfuerzos prolongados si superan el límite de energía que los composites pueden almacenar (Lee et al., 2024).

A partir de los resultados obtenidos, se observa que, a pesar del incremento en la tensión de fractura de ciertos compósitos, la reducción simultánea en la elongación máxima limita significativamente la cantidad de energía que estos materiales pueden almacenar antes de su falla (Lee et al., 2024). Esta disminución en la capacidad de absorción energética potencialmente indica que, bajo condiciones de cargas cíclicas o esfuerzos prolongados, los compósitos podrían ceder prematuramente al alcanzar el máximo de la energía almacenada durante de deformación, comprometiendo su desempeño estructural en aplicaciones donde se requiera resistencia tanto a esfuerzos puntuales como a esfuerzos sostenidos (Chandran, 2016).

9.6. Evaluación de propiedades térmicas y superficiales de nanocompósitos

Una vez completados los ensayos de tensión, se identificaron los compósitos con mayor desempeño mecánico, determinados a partir del incremento en las propiedades de resistencia a la fractura y deformación máxima en comparación con los grupos control de PDMS sin reforzantes (15-0, 10-0 y 5-0). Los compósitos seleccionados como representativos del mejor comportamiento para cada tipo de

nanopartícula reforzante (SiO_2 -a y SiO_2 -b) fueron los sistemas 10-15a y 5-15b, respectivamente.

En comparación con otros compósitos de PDMS reportados en la literatura, los sistemas reforzados con SiO_2 desarrollados en este estudio mostraron propiedades mecánicas competitivas. Por ejemplo, compósitos de PDMS reforzados con nanopartículas de TiO_2 han reportado resistencias a la tensión en el rango de 1.6 a 2.8 MPa, con contenidos de carga entre 2.5 y 15% en peso, aunque con una capacidad de elongación limitada (Katz et al., 2022). De manera similar, compósitos de PDMS mejorados con nanotubos de carbono (CNT) han alcanzado resistencias a la tensión entre 0.5 y 1.7 MPa para concentraciones del 2 al 10% en peso, manteniendo en gran medida el comportamiento de elongación original del PDMS (Du et al., 2020). En contraste, los compósitos reforzados con SiO_2 sintetizados mostraron resistencias a la tensión en el rango de 2.3–2.6 MPa (**Tabla 14**), comparables a los compósitos basados en TiO_2 , pero superando notablemente las capacidades de deformación reportadas para los compósitos con CNT, todo ello sin comprometer propiedades esenciales como la hidrofobicidad y el aislamiento eléctrico.

A partir de esta selección, se procedió a la evaluación térmica de estos compósitos con el objetivo de analizar los posibles cambios estructurales y transiciones térmicas que permitan comprender las mejoras observadas en el comportamiento mecánico. Esta caracterización permite establecer una relación entre la organización interna de la red polimérica y el desempeño de los grupos de estudio.

Adicionalmente, se consideró esencial verificar que la incorporación de nanopartículas de SiO_2 no compromete otras propiedades críticas para su aplicación como recubrimientos aislantes eléctricos, tales como la hidrofobicidad superficial, la adherencia y la resistividad eléctrica. Mantener estas propiedades resulta necesario para garantizar la funcionalidad del recubrimiento durante su aplicación (Arshad et al., 2017).

9.6.a. Comportamiento térmico (TGA y DMA)

El análisis de las propiedades térmicas de los compósitos seleccionados proporciona una visión más profunda sobre la interacción molecular y la conformación estructural inducida por las variables independientes seleccionadas. En particular, se busca comprender cómo el tipo de nanopartícula (SiO_2 -a y SiO_2 -b), su concentración (0%, 5%, 10% y 15%) y la proporción de agente reticulador TEOS (15:1, 10:1 y 5:1) influyen en la movilidad de las cadenas poliméricas, así como en los eventos térmicos asociados a las transiciones y los procesos de degradación.

Con el propósito de evaluar los cambios progresivos en el comportamiento térmico de los compósitos elegidos (10-15a y 5-15b), se llevaron a cabo análisis termogravimétrico (TGA) y análisis dinámico-mecánicos (DMA) sobre los grupos 10-a y 5-b con las distintas concentraciones de reforzante. Estas técnicas permitieron identificar distintos procesos térmicos, determinar la estabilidad térmica de los materiales y establecer una correlación directa con la estructura interna y las condiciones de síntesis empleadas y el desempeño mecánico observado entre los grupos.

9.6.a.i. Análisis Termogravimétrico (TGA)

Los análisis termogravimétricos (TGA) permitieron evaluar la estabilidad térmica de los compósitos, identificando tanto el porcentaje de pérdida de masa como la tasa de degradación en función del incremento de temperatura. A partir de estos resultados, fue posible asociar los eventos térmicos observados con procesos físicos y químicos relevantes, tales como transiciones térmicas, pérdida de volátiles, degradación de la matriz y descomposición de los enlaces poliméricos (Gupta et al., 2021).

En la **Figura 34a** se presentan los perfiles de pérdida de masa obtenidos para los diferentes subgrupos de estudio, mientras que la **Figura 34b** muestra la derivada de la pérdida de peso respecto a la temperatura. Este análisis permitió identificar y

comparar las temperaturas características de volatilización o degradación de los componentes que integran los compositos.

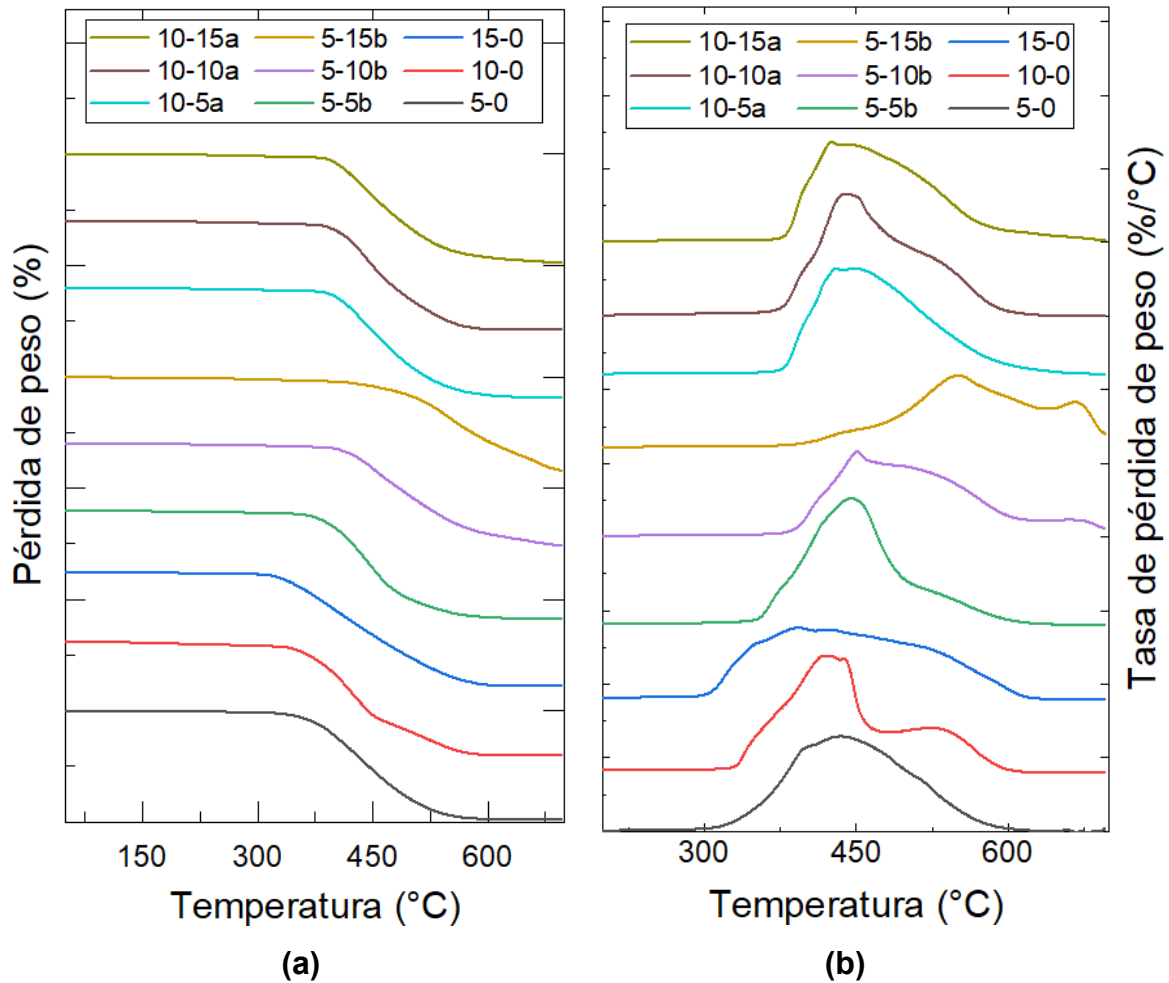


Figura 34. Termograma del compósitos PDMS-%SiO₂: (a) Porcentaje de pérdida de peso y (b) Tasa de pérdida de peso (%/°C).

Se estimó el inicio del proceso principal de degradación térmica de los compósitos mediante un modelo de ajuste lineal, el cual permitió identificar la temperatura correspondiente al punto en el que la masa relativa del sistema comienza a descender ($y = 100\%$). Este enfoque facilita la comparación cuantitativa entre los distintos grupos de estudio, al establecer un criterio uniforme para determinar el inicio de la degradación térmica (Liao et al., 2022).

En la **Tabla 16** se presentan los resultados obtenidos a partir de esta aproximación, incluyendo: la temperatura estimada de inicio de degradación, la temperatura correspondiente a la tasa máxima de pérdida de masa, así como el porcentaje de masa residual al final del ensayo (700 °C).

Tabla 16. Resultados de ensayos termogravimétricos de compósitos PDMS-%SiO₂

Compósito	Intersección (100 °C)	Tasa máx. de pérdida de peso		Peso final 700°C (%)
		T (°C)	Tasa (% / °C)	
15-0	327	392	0.48	0
10-0	351	419	0.79	0
10-5a	391	447	0.72	1.173
10-10a	395	437	0.83	2.259
10-15a	393	425	0.68	2.941
5-0	358	435	0.65	2.267
5-5b	377	445	0.86	2.852
5-10b	405	451	0.58	8.347
5-15b	447	550	0.5	16.16

A partir de los resultados obtenidos, se identificaron variaciones significativas en los procesos térmicos de los distintos compósitos. En el caso de los grupos control (15-0, 10-0 y 5-0), se observó un incremento progresivo en la temperatura de inicio de degradación conforme aumenta la proporción de TEOS en los polímeros. La temperatura de degradación inicial se incrementa de 327 °C a 358 °C al pasar de una relación PDMS:TEOS de 15:1 a 5:1. Este comportamiento ha sido ampliamente asociado con el grado de reticulación de las matrices poliméricas, donde a mayor concentración del agente reticulante, mayor es el número de enlaces cruzados que restringen la movilidad de las cadenas (Bashir, 2021; Vera-Graziano et al., 1995).

Como consecuencia, se requiere una mayor cantidad de energía térmica para inducir el movimiento molecular necesario que desencadene la descomposición del material, lo que se traduce en un corrimiento del proceso de degradación hacia temperaturas más elevada. Este cambio de temperatura de degradación establece un indicador indirecto del aumento en la densidad de reticulación dentro de la red tridimensional del polímero (Bardelli et al., 2021)

El desplazamiento en la temperatura del proceso de degradación principal debido a la incorporación de nanopartículas de SiO_2 ha sido asociado con las interacciones que estas generan dentro de la red polimérica reticulada (Gupta et al., 2021). Al incrementarse la temperatura del sistema, la cadena principal del polímero adquiere mayor energía vibracional, lo cual se manifiesta como un aumento progresivo de la temperatura del material (Bardelli et al., 2021). Diversos estudios han demostrado que, en compósitos poliméricos, las nanopartículas actúan como centros de alta densidad energética similar a defectos puntuales que interfieren con el movimiento libre de las cadenas, dificultando así su reorganización y deslizamiento (Dai et al., 2019).

Esta restricción del movimiento molecular es producida tanto por interacciones físicas, como las fuerzas de Van der Waals entre los grupos funcionales de las partículas y los segmentos del polímero, como por posibles interacciones químicas secundarias que favorecen la formación de enlaces transitorios o permanentes entre fases (Krishna et al., 2022). En consecuencia, se requiere una mayor cantidad de energía para superar estas restricciones estructurales, lo que se traduce en un incremento en la temperatura necesaria para alcanzar procesos térmicos críticos como la ruptura de enlaces o la degradación del sistema (Gupta et al., 2021).

Esta restricción inducida por las nanopartículas al movimiento de las cadenas también se refleja en el incremento observado en las propiedades mecánicas de resistencia a la tracción de los compósitos. Al limitarse la libertad de desplazamiento de las cadenas dentro de la matriz polimérica, es necesario aplicar una mayor cantidad de esfuerzo (energía mecánica) para inducir el deslizamiento molecular que da lugar a la deformación elástica o plástica del material (Cruz-Cruz et al., 2022). Este efecto se manifestó en el aumento progresivo del módulo elástico y de la tensión de fractura, conforme se incrementa la concentración de nanopartículas de SiO_2 . Estos resultados térmicos y mecánicos refuerzan la hipótesis de que las nanopartículas desempeñan un papel clave en la mejora estructural y funcional de los materiales compósitos.

En la **Tabla 16** se presenta también el porcentaje de masa remanente al finalizar el proceso de calentamiento a 700 °C. Esta temperatura fue especialmente seleccionada dado que la degradación térmica del PDMS ocurre en el intervalo de 300–700 °C (Deshpande et al., 2002), por lo que se buscó asegurar la descomposición completa del polímero al término del análisis termogravimétrico.

Para las composites reforzados (subgrupos 10-a y 5-b) se observó un incremento progresivo en el porcentaje de masa residual conforme aumenta la concentración de nanopartículas de refuerzo. En el caso del grupo 10-a, el material sin reforzante (10-0) presenta una masa remanente del 0%, mientras que en el compuesto 10-15a se alcanza un 2.9%. Esta tendencia sugiere una contribución significativa de las nanopartículas de SiO₂ al residuo sólido del sistema, potencialmente asociado a su mayor estabilidad térmica y a la resistencia térmica de los refuerzos SiO₂ a la degradación en el intervalo evaluado (>800°C) (Meky et al., 2024).

Identificadas las características generales del proceso de degradación, se realizó un análisis de deconvolución a las tasas de pérdida de peso de la **Figura 34b** de los distintos grupos de estudio (**Anexo 13.3**) A partir del análisis, se identificaron diferencias significativas en la cantidad y proporción de procesos térmicos que componen la degradación principal de los compósitos. En el caso del polímero control con menor grado de reticulación (15-0), se detectó únicamente un evento de degradación predominante, lo que sugiere una estructura con un bajo grado de reticulación (Kim et al., 2011). En contraste, tanto los grupos control con mayor grado de reticulación (10-0 y 5-0), como aquellos reforzados con nanopartículas de SiO₂, exhibieron dos eventos de degradación principales. Este comportamiento indica la presencia de zonas estructuralmente diferenciadas dentro de la matriz, las cuales podrían asociarse a regiones con mayor densidad de reticulación o a zonas con partículas de refuerzo (Ariati et al., 2021).

La aparición de múltiples procesos térmicos y los cambios en su temperatura de aparición indican la interacción entre la matriz polimérica y los reforzantes sólidos, modificando el entorno químico y dinámico de las cadenas poliméricas, así como

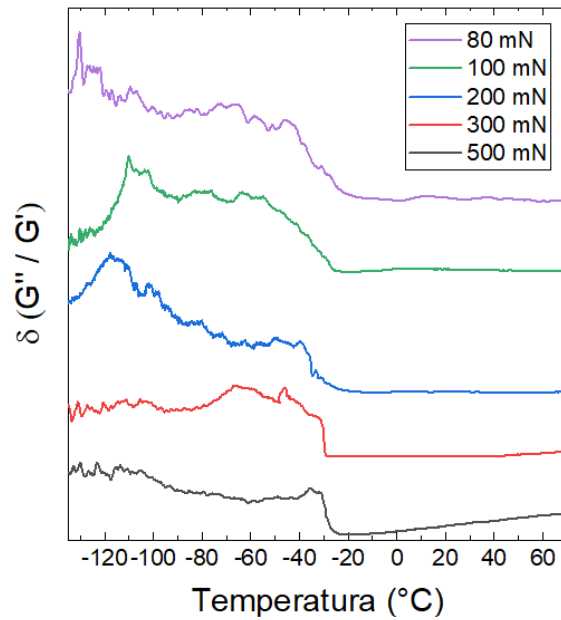
formando zonas con distinta dinámica a lo largo del material (Bashir, 2021; Gupta et al., 2021).

Es relevante señalar que, en los compósitos 5-10b y 5-15b, el proceso de degradación no se completa dentro del intervalo térmico analizado, extendiéndose incluso más allá de los 700 °C. Este comportamiento se encuentra en concordancia con los valores elevados de masa residual observados al final del análisis termogravimétrico, lo cual sugiere la presencia de zonas dentro del material con mayor resistencia térmica. Dichas regiones podrían estar asociadas a zonas con un mayor grado de reticulación de las cadenas poliméricas (Montoya-Ospina et al., 2022) o a interacciones físicas o químicas entre la matriz y los refuerzos de SiO₂ dentro de la red polimérica (Khan et al., 2017), las cuales dificultan la degradación completa del sistema bajo las condiciones establecidas sin reforzantes.

9.6.a.ii. Análisis Dinámico Mecánico (DMA)

El comportamiento térmico-mecánico de los compósitos fue analizado a través del análisis DMA con el objetivo de evaluar el efecto de los reforzantes nanoparticulados SiO₂ sobre los distintos procesos energéticos y las transiciones térmicas dentro de la matriz de PDMS.

Para seleccionar la fuerza estática y dinámica a aplicar a los compósitos poliméricos, se realizaron rampas de fuerza de 80, 100, 200 300 y 500 mN con objetivo de seleccionar las condiciones para los distintos compósitos de estudio y sus propiedades mecánicas, obteniendo los resultados mostrados en la **Figura 35a**. A través de estos resultados se seleccionó la fuerza estática a 300 mN y una fuerza dinámica de 250 mN.



(a)



(b)

Figura 35. (a) Rampas de fuerza estática aplicada a probetas 5-15b Porcentaje de pérdida de peso y (b) Mordazas para ensayo DMA.

Seleccionadas estas condiciones, en la **Figura 36** se presenta el comportamiento del factor de disipación ($\tan \delta = G''/G'$) en función de la temperatura, lo cual permite identificar los cambios en la respuesta viscoelástica de los materiales. Este parámetro refleja la relación entre el módulo de pérdida (G''), asociado al comportamiento viscoso del material fluido, y el módulo de almacenamiento (G'), vinculado con su respuesta de sólido elástico (Saba et al., 2016). Las variaciones observadas en el comportamiento viscoelástico se relacionan con procesos de transición energética dentro de la estructura interna del material, tales como reorganizaciones moleculares o modificaciones en el arreglo y movilidad de las cadenas poliméricas, siendo uno de los eventos más relevantes la temperatura de transición vítrea (T_g) (Mahlin et al., 2009).

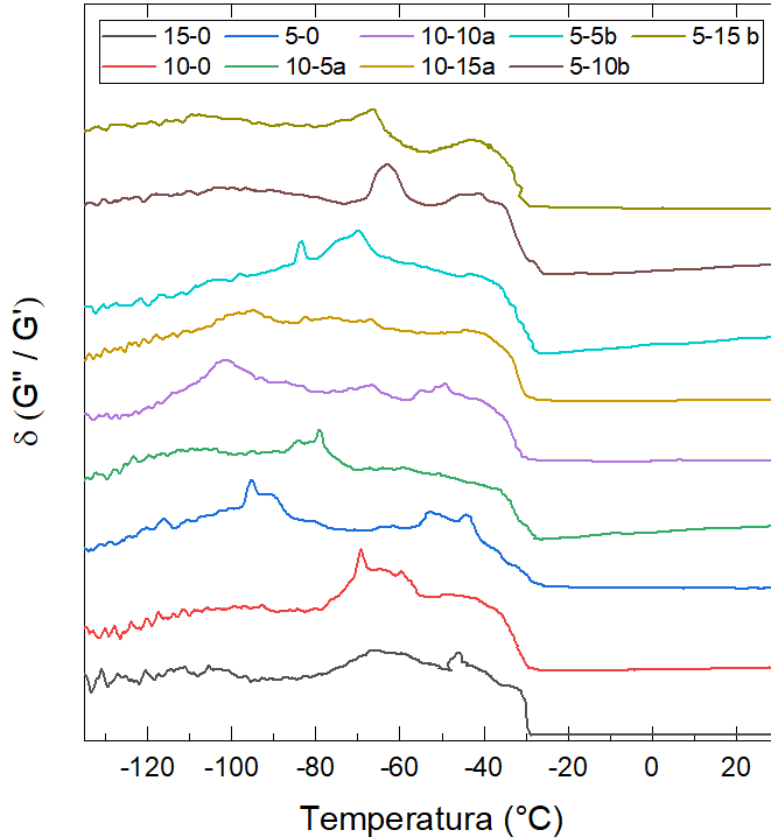


Figura 36. Estimación de fuerza estática y dinámica a utilizar para compósitos PDMS-%SiO₂ en análisis DMA.

A partir de estos ensayos, se identificaron en la **Tabla 17** la temperatura de transición vítrea (T_g), así como los valores del módulo de almacenamiento (G'), módulo de pérdida (G'') y el factor de disipación ($\tan \delta = G''/G'$) determinados a 30 °C para cada uno de los composites de estudio.

Tabla 17. Resultados de análisis dinámico-mecánico para los composites PDMS-%SiO₂ seleccionados.

	G'' (MPa)	G' (MPa)	Tan δ	T _g (°C) ¹
15-0	0.035	0.97	0.036	-66.79
15-5a	0.013	1.508	0.008	-70.14
15-10a	0.058	1.08	0.053	-60.72
15-15a	0.086	1.521	0.057	-59.74
15-5b	0.062	1.014	0.061	-59.81
15-10b	0.063	1.16	0.054	-59.88

15-15b	0.014	1.267	0.011	-72.72
10-0	0.064	1.097	0.059	-69.31
10-5a	0.064	1.191	0.053	-79.25
10-10a	0.063	1.103	0.057	-66.6
10-15a	0.062	1.161	0.054	-67
	0.064	1.059	0.06	-61.36
10-10b	0.071	1.101	0.057	-61.15
10-15b	0.071	1.301	0.053	-61.05
5-0	0.058	0.972	0.06	-61.77
5-5a	0.06	1.035	0.058	-65.21
5-10a	0.068	1.081	0.063	-64.31
5-15a	0.076	1.174	0.064	-60.27
5-5b	0.06	1.246	0.048	-63.34
5-10b	0.097	1.267	0.077	-62.34
5-15b	0.077	1.398	0.055	-52.54

En todos los grupos de compósitos evaluados se observó un comportamiento viscoelástico característico de la matriz polimérica de PDMS, con una mayor contribución del módulo de almacenamiento (G'), reflejando el predominio del comportamiento sólido-elástico tras el proceso de reticulación (Shi et al., 2020). Se registró un incremento progresivo en el módulo de almacenamiento con la incorporación de nanopartículas de SiO_2 , siendo más notable en los compósitos con mayores concentraciones de refuerzo: 15-15a, 10-15b y 5-15b.

La temperatura de transición vítrea (T_g) de los compósitos se vio modificada en función del grado de reticulación y la concentración del refuerzo, presentando los compósitos 15-15a, 10-15b y 5-15b los valores más altos de T_g . En particular, el compósito 5-15b mostró el aumento más significativo en la temperatura de transición (-52.54°C), lo que representa un incremento de más de 9°C en comparación con el polímero control 5-0 (-61.77°C). Este comportamiento puede asociarse a un mayor grado de reticulación e interacción entre el refuerzo y la matriz, lo que restringe la movilidad segmentaria de las cadenas poliméricas y, por ende, desplaza la T_g hacia temperaturas más elevadas (Bashir, 2021; Tamayo-Vegas et al., 2022).

De manera similar a los ensayos mecánicos, durante los análisis térmicos (DMA y TGA), el incremento de la temperatura eleva la energía vibracional de las moléculas, lo que incrementa progresivamente su movilidad hasta provocar la ruptura de los enlaces de reticulación, seguida por la degradación de la cadena principal del polímero (Camino et al., 2001). Este cambio en las transiciones térmicas es indicador de un cambio en la estabilidad térmica del material dentro el rango de temperaturas seleccionadas, evidenciada por el aumento en la temperatura de inicio de degradación en los sistemas reforzados. Dichas mejoras en las propiedades físicas contrastan con los cambios relativamente menores observados en la estructura química de los compósitos, como ha sido reportado en estudios previos (Cordoba et al., 2024).

9.6.b. Rendimiento de reticulación

El rendimiento de la reacción de reticulación de los compósitos poliméricos con mejor desempeño mecánico fue estimado mediante análisis gravimétricos basados en la pérdida de masa (Vera-Graziano et al., 1995). El objetivo fue evaluar si las variables independientes seleccionadas producen un cambio significativo en la eficiencia del proceso de entrecruzamiento del PDMS: tipo de reforzante (SiO_2 -a o SiO_2 -b), relación PDMS:TEOS y concentración de reforzante. Para este propósito, se realizaron ensayos comparativos en los grupos control (15-0, 10-0 y 5-0) y en los compósitos seleccionados (10-15a y 5-15b).

Cada análisis fue realizado por triplicado, utilizando muestras secas con peso inicial (P_i), las cuales fueron sumergidas en etanol para extraer las fracciones no reticuladas. Posteriormente, se registró el peso hinchado (P_h) y el peso final tras la evaporación del disolvente (P_g). Con base en los datos obtenidos, y empleando las ecuaciones (2), (3) y (4), se calcularon los parámetros de porcentaje de absorción de disolvente ($A\%$), la pérdida de peso del recubrimiento (L_w) y el rendimiento de reticulación (X_y), que representa la proporción del polímero efectivamente reticulado

tras eliminar las cadenas no entrecruzadas. Los resultados sobre la eficiencia del proceso de reticulación se resumen en la **Tabla 18**.

Tabla 18. Porcentaje de absorción, pérdida de peso y rendimiento de reticulación de los compósitos PDMS-%SiO₂ a través de las pruebas gravimétricas.

Grupo	A (%)	L_w (%)	X_y (%)
15-0	3.65 ± 0.55	3.59 ± 1.04	96.41 ± 1.04
10-0	2.15 ± 0.81	1.71 ± 0.86	98.29 ± 0.86
5-0	2.23 ± 0.90	1.78 ± 0.97	98.22 ± 0.97
10-15a	1.12 ± 0.80	3.49 ± 0.34	96.51 ± 0.34
5-15b	0.98 ± 0.75	3.28 ± 0.64	96.72 ± 0.64

La absorción de disolvente (A %) entre los distintos compósitos presentó variaciones en función de la relación PDMS:TEOS, disminuyendo progresivamente desde 3.65% hasta 2.24%. Esta reducción en la capacidad de absorción ha sido previamente relacionada con la concentración del agente reticulador en sistemas elastoméricos (Bardelli et al., 2021). A mayor proporción de TEOS, se incrementa el grado de entrecruzamiento de la matriz polimérica, lo cual da lugar a una red tridimensional más compacta y con menor volumen libre entre cadenas. Esta menor disponibilidad de espacio intramolecular dificulta el ingreso y difusión de moléculas pequeñas como las del disolvente, reduciendo su absorción (Rajawasam et al., 2024).

En el caso de los compósitos reforzados 10-15a y 5-15b, se observó una absorción aún menor, alcanzando valores de 1.12% y 0.98% respectivamente. Este comportamiento sigue la misma tendencia y puede entenderse en el mismo sentido por la inclusión de nanopartículas de SiO₂ en la matriz de PDMS. La presencia de estos reforzantes contribuye a ocupar el espacio libre entre cadenas, restringiendo aún más la movilidad de las cadenas poliméricas e impidiendo el acceso de moléculas del disolvente al interior de la red polimérica (Nazarov et al., 2023). Estos

resultados sugieren la formación de una estructura interna más densa y con menor permeabilidad a medida que los materiales incrementan el grado de reticulación y contienen reforzantes (Sato et al., 2024; Stafie et al., 2005).

El rendimiento de reticulación X_y , complementario a la pérdida de peso L_w , de los diferentes compósitos mostró porcentajes muy cercanos entre los distintos grupos, encontrándose todos dentro de 96.4% al 98.3%. A pesar de ello, con el incremento de concentración de entrecruzador TEOS en los grupos control, se observa la tendencia a incrementar el rendimiento de reticulación. Lo anterior pudiera deberse a la presencia de algunas cadenas poliméricas sin reticular, las cuales pudieran eliminarse en presencia del disolvente etanol debido a una menor concentración de agente reticulante (Vera-Graziano et al., 1995).

En cuanto a los compósitos reforzados 10-15a y 5-15b, el rendimiento de reticulación fue de 96.5% y 96.7% respectivamente. Si bien estas cifras no representan una diferencia estadísticamente significativa respecto a los grupos control, sí reflejan una ligera tendencia decreciente. Este comportamiento podría estar relacionado con la presencia de subproductos derivados de las reacciones de hidrólisis y condensación ocurridas durante la síntesis de las nanopartículas de SiO_2 , los cuales pueden permanecer superficialmente en la matriz y ser eliminados durante la etapa de secado (Levy et al., 2015).

9.6.c. Hidrofobicidad superficial

Para estimar si los compósitos sintetizados mantienen sus propiedades hidrofóbicas, se realizaron ensayos de ángulo de contacto a los grupos control sin reforzantes y a los que presentaron la mejor respuesta mecánica (10-15 y 5-15).

En la **Figura 36** se muestran imágenes representativas de los ensayos realizados. Así mismo, en la **Tabla 19** se muestran los resultados obtenidos de ángulo de contacto para los compósitos; se registra el ángulo de contacto medido y la desviación estándar de las repeticiones realizadas.

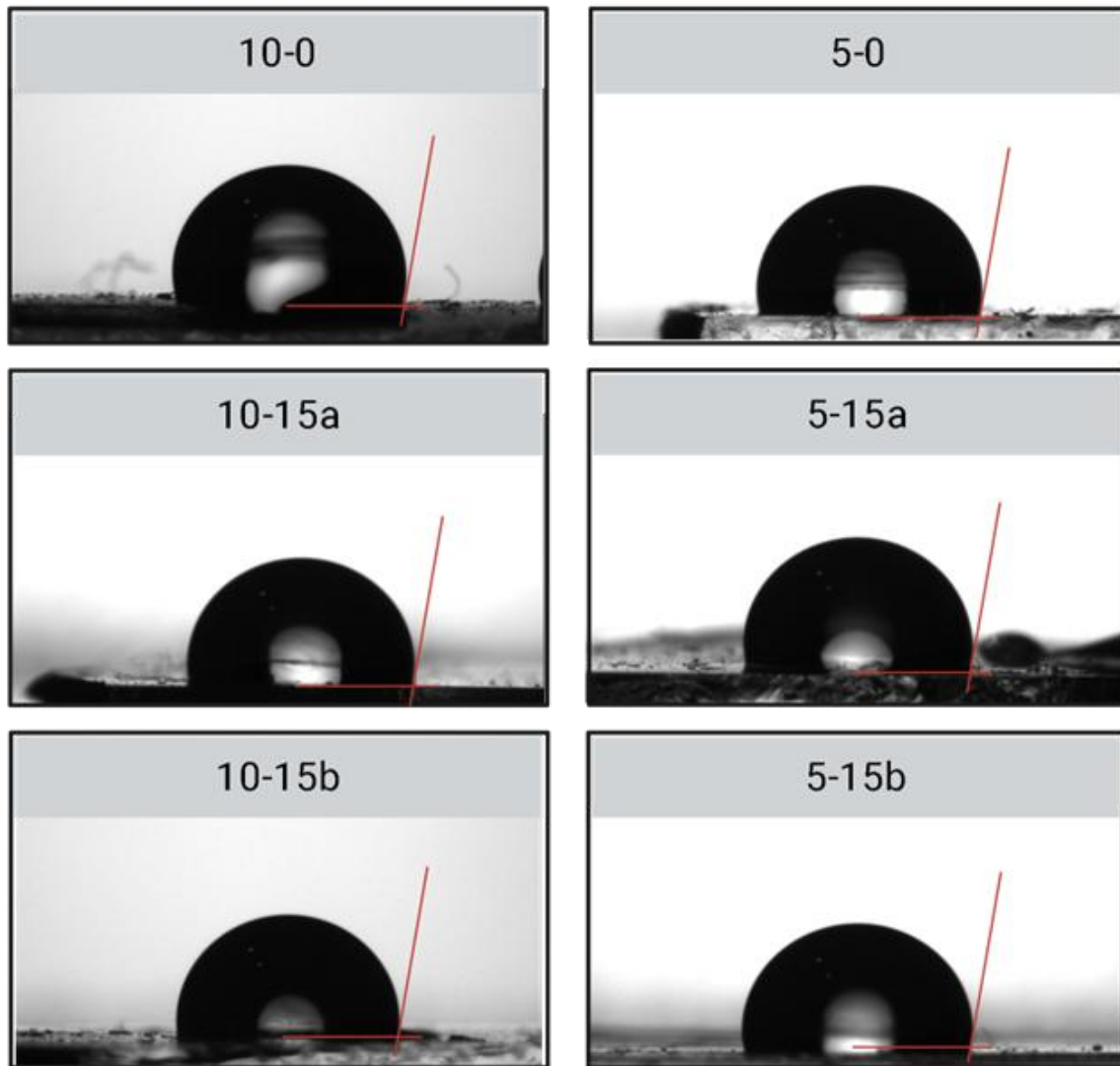


Figura 37. Imágenes de pruebas de hidrofobicidad de nanocompuestos PDMS-%SiO₂.

Tabla 19. Resultados de ángulo de contacto en gota de agua en aire para compósitos PDMS-%SiO₂.

Grupo	Ángulo de contacto (°)
15-0	102.4 ± 2.2

10-0	99.1 ± 1.6
5-0	99.7 ± 5.0
10-15a	99.3 ± 2.3
10-15b	97.3 ± 2.9
5-15a	97.7 ± 3.1
5-15b	98.1 ± 3.8

Los resultados obtenidos muestran que todos los compósitos exhibieron ángulos de contacto superiores a 95°, manteniendo su carácter hidrofóbico. Estos valores se encuentran dentro del rango reportado para el PDMS, el cual oscila entre 95° y 113°, en función del tipo de agente entrecruzante y el grado de reticulación alcanzado (Ariati et al., 2021; Li et al., 2023).

Es posible establecer que no hay un cambio (incremento o decremento) significativo en el ángulo de contacto mostrado por los distintos compósitos en comparación con los materiales control sin reforzante (15-0, 10-1 y 5-0). Este comportamiento se explica por la particularidad que ha demostrado el PDMS para formar una capa superficial al depositarse sobre distintas superficies (Sosnin et al., 2021); proceso que genera una superficie de recubrimiento con mayor cantidad el polímero que de los demás componentes como reforzantes SiO₂, permitiendo mantener el comportamiento hidrofóbico característico de los polisiloxanos.

Este comportamiento permite determinar que la incorporación de nanopartículas de SiO₂ como reforzantes no compromete la hidrofobicidad inherente del PDMS, propiedad esencial para su desempeño como recubrimientos aislantes en aplicaciones exteriores.

9.6.d. Conductividad eléctrica

Además de sus propiedades hidrofóbicas, la conservación del comportamiento aislante eléctrico de los recubrimientos compósitos de PDMS es esencial para su aplicación en intemperie en la industria eléctrica. Por esta razón, se evaluó la

resistividad volumétrica de los compósitos que presentaron el mejor desempeño mecánico, (10-15a y 5-15b) junto con los materiales control (15-0, 10-0 y 5-0).

En la **Tabla 20** se presentan los valores obtenidos de resistividad volumétrica para los compósitos analizados. Los resultados mostraron que todos los compósitos evaluados presentan valores de resistividad del orden de 10^{11} Ω/cm , sin diferencias estadísticamente significativas entre ellos.

Tabla 20. Resultados de resistividad volumétrica para compósitos PDMS-%SiO₂.

Grupo	Resistividad (10^{11} Ω/cm)
15-0	3.6 ± 0.6
10-0	3.1 ± 0.8
5-0	2.5 ± 0.9
10-15a	2.6 ± 0.6
5-15b	2.4 ± 0.6

La estabilidad de la resistividad volumétrica en los compósitos reforzados se relaciona con la naturaleza aislante de las estructuras a base de silicio (PDMS y nanopartículas de SiO₂), lo que permite mantener altos valores de resistividad eléctrica ($\sim 10^{11}$ Ω/cm) (Teixeira et al., 2021). Estos valores confirman que la adición de nanopartículas de SiO₂, incluso a concentraciones de hasta 15% en peso, no altera significativamente las propiedades de resistividad eléctrica del polisiloxano (Shivashankar et al., 2021).

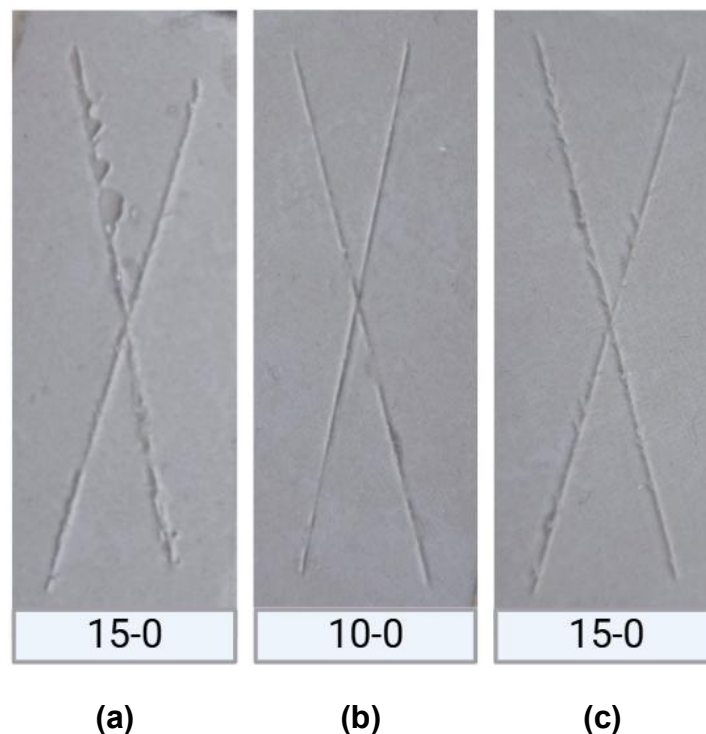
9.6.e. Adhesión a superficie

Además de verificar que la hidrofobicidad y baja conductividad de los compósitos se conserva tras la incorporación de nanopartículas de refuerzo, fue necesario evaluar si las variables experimentales seleccionadas afectan las propiedades de adherencia de los materiales sintetizados sobre sustratos cerámicos asemejando la superficie de algunos aisladores en la industria eléctrica (Syafiq et al., 2019). Para ello, se analizó la adhesión de los recubrimientos mediante el método de corte en cruz con cinta adhesiva, de acuerdo con la norma ASTM D3359: Método de prueba

estándar para la medición de la adhesión mediante ensayo con cinta adhesiva (D3359, 2017).

Como sustrato se empleó una baldosa cerámica, la cual fue previamente lavada y acondicionada conforme a los lineamientos establecidos en la normativa ASTM. Sobre esta superficie se delimitaron áreas de aplicación de 15 cm^2 ($5 \times 3 \text{ cm}$), donde se depositaron, por triplicado, los polímeros control (15-0, 10-0 y 5-0) y los compósitos con mejor desempeño mecánico (10-15a y 5-15b), con un espesor promedio de recubrimiento de 0.5 mm.

Posteriormente, se llevaron a cabo los ensayos de adherencia siguiendo el protocolo del método de corte en cruz. En la **Figura 37** se presentan imágenes representativas de los resultados obtenidos para cada grupo. Los valores de adherencia determinados experimentalmente se resumen en la **Tabla 21**, donde se categorizó el grado de desprendimiento de cada recubrimiento según los criterios de evaluación de la norma ASTM D3359-09, detallados previamente en la **Tabla 3** (escala de 0A a 5A).



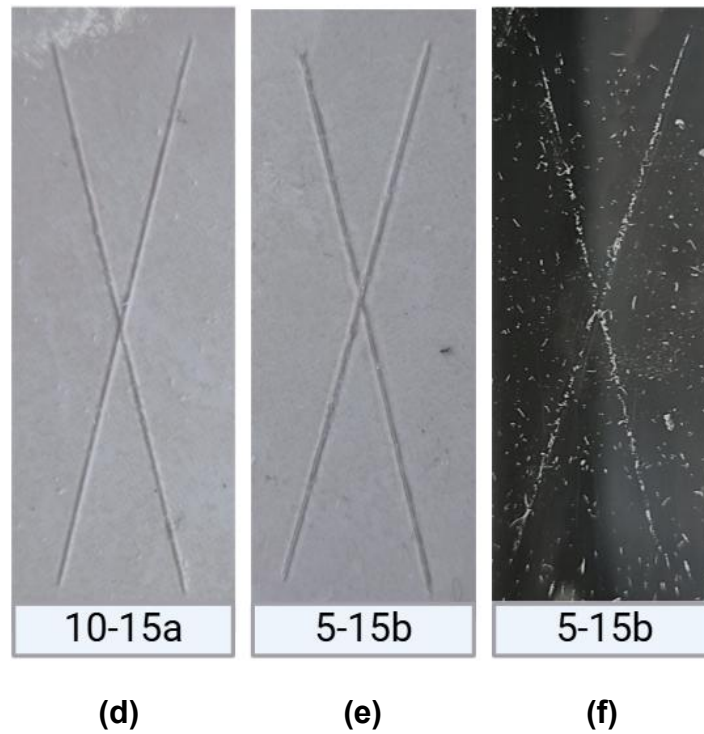


Figura 38. Marcas de ensayos de adherencia a superficies con base en la norma ASTM D3359: (a) 15-0, (b) 10-0, (c) 5-0, (d) 10-15^a, (e) 5,15b y (d) negativo en cinta de 5-15b.

Tabla 21. Clasificación de los compósitos en ensayos de adherencia a superficies con base en la norma ASTM D3359.

Grupo	Adherencia (ASTM D3359)	Clasificación
15-0	A3	A3
	A4	
	A3	
10-0	A3	A4
	A4	
	A4	
5-0	A3	A4
	A4	
	A4	
10-15a	A4	A4
	A4	
	A4	
5-15b	A4	A4
	A4	

Como se observa en los resultados, todos los grupos analizados, con excepción del grupo 15-0, obtuvieron una clasificación de A4, correspondiente únicamente a la formación de marcas de corte sin desprendimiento apreciable del recubrimiento. Esta clasificación es indicador cualitativo de una buena adherencia a la superficie, sugiriendo que dicha propiedad se conserva independientemente de la proporción del agente entrecruzante (10:1 o 5:1) o de la incorporación de los distintos tipos de refuerzo nanoparticulado ($\text{SiO}_2\text{-a}$ y $\text{SiO}_2\text{-b}$) aún para los sistemas más reticulados y con mayores concentraciones de reforzante (Vlassov et al., 2018).

En contraste, el polímero 15-0 presentó desprendimiento del recubrimiento a lo largo de las incisiones superiores a 1.6 mm, lo que corresponde a una clasificación 3A, inferior a la obtenida por los demás compósitos. Esta disminución en la adhesión puede estar asociada con el bajo grado de reticulación de la matriz polimérica. Diversos estudios han demostrado que una menor reticulación genera mayor heterogeneidad estructural, lo que se traduce en zonas de distinta rigidez dentro del recubrimiento. Estas regiones menos entrecruzadas son más susceptibles a sufrir deformaciones localizadas, facilitando así el desprendimiento del material en condiciones de estrés superficial (Megone et al., 2018).

A partir de los resultados obtenidos es posible apreciar que la adherencia de los distintos compósitos evaluados no presenta un cambio perceptible o un comportamiento que indique que la presencia de las nanopartículas en la matriz polimérica provoque un cambio en esta propiedad, esto bajo los parámetros que indica la norma ASTM.

9.7. Estabilidad fisicoquímica de los compositos en intemperie

Finalmente, con el objetivo de determinar el desempeño y la estabilidad a largo plazo de los nuevos materiales desarrollados, se sometieron a condiciones de

intemperismo los grupos control y los compósitos PDMS-%SiO₂ que previamente demostraron el mejor comportamiento mecánico (10-15a y 5-15b). Las muestras fueron expuestas a condiciones ambientales reales durante un periodo de seis meses (periodo), con el propósito de simular el envejecimiento natural de los recubrimientos y analizar posibles alteraciones en sus propiedades fisicoquímicas.

Posterior a este periodo de exposición, se realizaron nuevamente evaluaciones caracterizaciones químicas a través de espectroscopía Raman y espectroscopía infrarroja (FTIR), y físicas a través de mediciones del ángulo de contacto y ensayos mecánicos de tensión. Estas pruebas permitieron comparar los resultados entre los distintos grupos de estudio y con los obtenidos en los materiales recién sintetizados, con el fin de identificar cambios o alteraciones en las propiedades fisicoquímicas de los compósitos provocadas por la exposición al ambiente (Zhang et al., 2024).

9.7.a. Estabilidad química

Con el objetivo de evaluar la estabilidad química de los compósitos sintetizados tras su exposición prolongada en condiciones de intemperie, se realizaron análisis espectroscópicos mediante espectroscopía Raman y FTIR. En la **Figura 38** se presentan los espectros representativos obtenidos para los compósitos seleccionados, correspondientes a Raman (a) y FTIR (b), en los que se identificaron los modos vibracionales activos para cada técnica espectroscópica de los sistemas.

Para el análisis cuantitativo, se evaluaron los cambios relativos en las señales espectrales antes y después del proceso de exposición ambiental. En la **Tabla 22** se detallan los resultados obtenidos mediante espectroscopía infrarroja, incluyendo el número de onda asignado a cada modo vibracional, la intensidad normalizada de cada señal y el cambio de intensidad en relación con el material no expuesto. De manera análoga, en la **Tabla 23** se reportan los resultados obtenidos mediante espectroscopía Raman, registrando los desplazamientos característicos, intensidades relativas y sus variaciones posteriores el periodo de exposición.

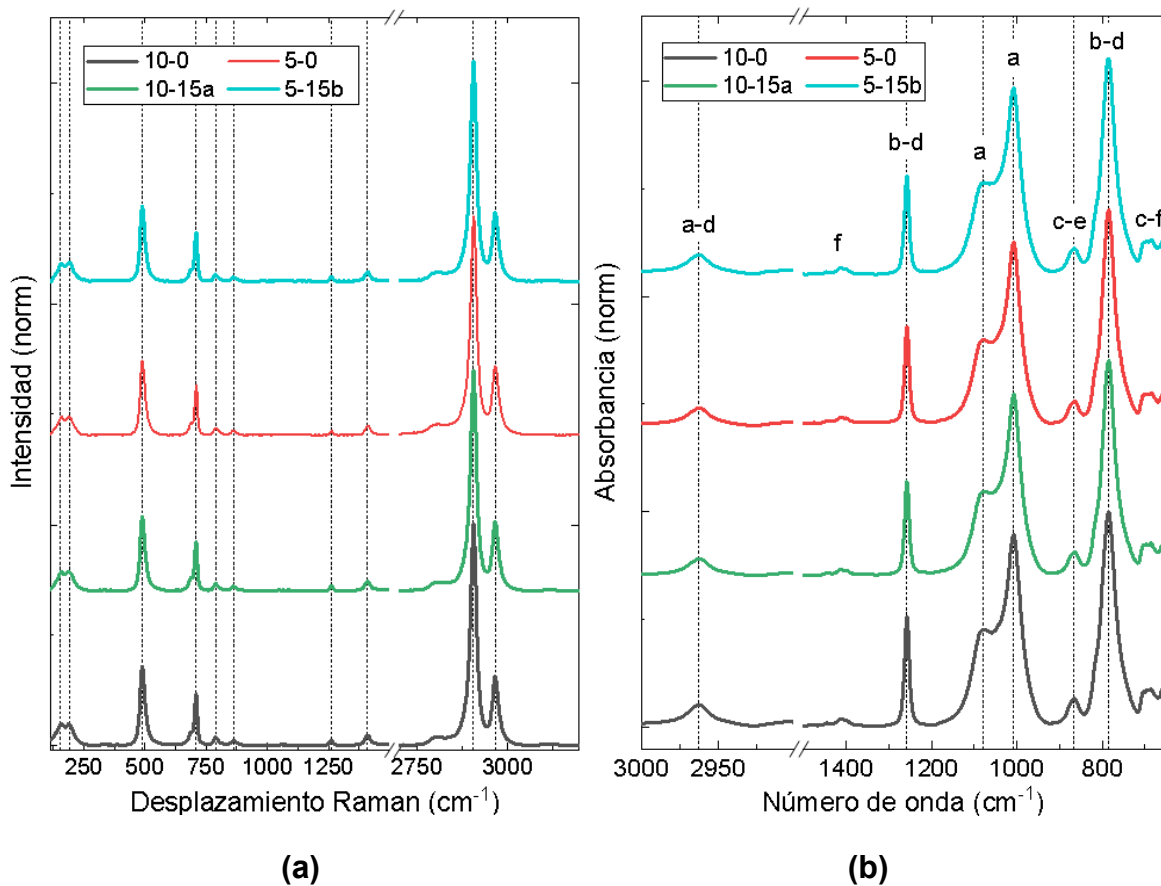


Figura 39. Espectros (a) Raman y (b) FT-IR de compósitos PDMS-%SiO₂ seleccionados posterior al proceso de intemperismo.

Tabla 22. Modos vibracionales de compósitos activos en FTIR e intensidades normalizadas posterior al proceso de intemperismo.

Modo vibracional	10-0			
	N. de onda (cm-1)	Intensidad (N)	Cambio Int (N)	
f	Si-CH ₃	660.02	0.06	-54.8%
c	Si-(CH ₃) ₃	684.83	0.18	29.3%
b-d	Si(CH ₃) ₂ -O-Si(CH ₃) ₂ - Si-(CH ₃) ₃	785.50	1.00	0.0%
c-e	Si-(CH ₃) ₃ / Si-OH	863.68	0.12	17.9%
a	Si-(CH ₃) _n	1006.31	0.83	3.1%
a	Si-(CH ₃) _n	1072.64	0.49	33.7%
b-d	Si(CH ₃) ₂ -O-Si(CH ₃) ₂ - Si-(CH ₃) ₃	1257.53	0.52	20.7%
f	Si-CH ₃	1410.46	0.03	3.2%

a,d	SI(CH ₃) _n / Si-(CH ₃) ₃	2963.01	0.09	13.6%
Modo vibracional		10-15b		
		N. de onda (cm-1)	Intensidad (N)	Cambio Int (N)
f	Si-CH ₃	660.02	0.05	-59.2%
c	Si-(CH ₃) ₃	685.134	0.15	20.1%
b-d	Si(CH ₃) ₂ -O-Si(CH ₃) ₂ - Si-(CH ₃) ₃	784.98	1.00	0.0%
c-e	Si-(CH ₃) ₃ / Si-OH	867.65	0.07	-20.0%
a	Si-(CH ₃) _n	1006.18	0.85	8.1%
a	Si-(CH ₃) _n	1070.29	0.48	30.9%
b-d	Si(CH ₃) ₂ -O-Si(CH ₃) ₂ - Si-(CH ₃) ₃	1257.51	0.49	20.5%
f	Si-CH ₃	1408.15	0.03	-13.0%
a,d	SI(CH ₃) _n / Si-(CH ₃) ₃	2962.58	0.08	0.0%
Modo vibracional		5-0		
		N. de onda (cm-1)	Intensidad (N)	Cambio Int (N)
f	Si-CH ₃	661.49	0.05	-63.9%
c	Si-(CH ₃) ₃	685.14	0.14	6.3%
b-d	Si(CH ₃) ₂ -O-Si(CH ₃) ₂ - Si-(CH ₃) ₃	785.14	1.00	0.0%
c-e	Si-(CH ₃) ₃ / Si-OH	867.57	0.08	-22.5%
a	Si-(CH ₃) _n	1006.33	0.85	14.7%
a	Si-(CH ₃) _n	1070.59	0.48	34.8%
b-d	Si(CH ₃) ₂ -O-Si(CH ₃) ₂ - Si-(CH ₃) ₃	1257.54	0.50	26.8%
f	Si-CH ₃	1407.21	0.03	-4.1%
a,d	SI(CH ₃) _n / Si-(CH ₃) ₃	2962.76	0.08	3.1%
Modo vibracional		5-15b		
		N. de onda (cm-1)	Intensidad (N)	Cambio Int (N)
f	Si-CH ₃	661.49	0.05	-60.8%
c	Si-(CH ₃) ₃	684.74	0.15	17.0%
b-d	Si(CH ₃) ₂ -O-Si(CH ₃) ₂ - Si-(CH ₃) ₃	785.14	1.00	0.0%
c-e	Si-(CH ₃) ₃ / Si-OH	867.57	0.08	-21.2%
a	Si-(CH ₃) _n	1006.33	0.85	6.1%
a	Si-(CH ₃) _n	1070.59	0.48	21.6%
b-d	Si(CH ₃) ₂ -O-Si(CH ₃) ₂ - Si-(CH ₃) ₃	1257.54	0.50	24.4%
f	Si-CH ₃	1407.21	0.03	-18.4%
a,d	SI(CH ₃) _n / Si-(CH ₃) ₃	2962.76	0.08	-2.6%

Tabla 23. Modos vibracionales de compósitos activos en Raman e intensidades normalizadas posterior al proceso de intemperismo.

		10-0		
	Modo vibracional	Desp. Raman (cm-1)	Intensidad (N)	Cambio Int (N)
1	Torsión Si-C	154.52	0.08	-7.2%
2	Deflexión C-Si-C y C-Si-O	195.27	0.08	-16.4%
3	Estiramiento Si-O-Si	490.57	0.37	1.8%
4	Estiramiento Si-C	689.68	0.06	-3.6%
5	Estiramiento simétrico Si-C Oscilación CH ₃	709.55	0.24	-5.5%
6	Estiramiento Si-C Oscilación CH ₃	790.77	0.03	-6.8%
7	Estiramiento asimétrico CH ₃	862.92	0.02	-19.9%
8	Flexión simétrica Si-CH ₃	1261.45	0.02	-19.3%
9	Flexión simétrica CH ₃	1410.48	0.04	-11.5%
10	Estiramiento simétrico CH ₃	2906.22	1.00	0.0%
11	Estiramiento asimétrico CH ₃	2965.87	0.29	-6.0%
		10-15a		
	Modo vibracional	Desp. Raman (cm-1)	Intensidad (N)	Cambio Int (N)
1	Torsión Si-C	151.73	0.069	-27.1%
2	Deflexión C-Si-C y C-Si-O	190.96	0.092	-2.2%
3	Estiramiento Si-O-Si	490.71	0.372	1.1%
4	Estiramiento Si-C	697.48	0.070	8.1%
5	Estiramiento simétrico Si-C Oscilación CH ₃	709.52	0.208	-15.1%
6	Estiramiento Si-C Oscilación CH ₃	791.01	0.034	-14.3%
7	Estiramiento asimétrico CH ₃	863.17	0.020	-20.9%
8	Flexión simétrica Si-CH ₃	1261.57	0.025	12.1%
9	Flexión simétrica CH ₃	1410.62	0.049	3.7%
10	Estiramiento simétrico CH ₃	2905.82	1.000	0.0%
11	Estiramiento asimétrico CH ₃	2967.03	0.284	-8.3%
		5-0		
	Modo vibracional	Desp. Raman (cm-1)	Intensidad (N)	Cambio Int (N)
1	Torsión Si-C	155.58	0.08	-20.2%
2	Deflexión C-Si-C y C-Si-O	194.37	0.09	-13.6%
3	Estiramiento Si-O-Si	491.38	0.38	2.1%
4	Estiramiento Si-C	698.07	0.07	2.8%
5	Estiramiento simétrico Si-C Oscilación CH ₃	710.24	0.22	-19.7%

6	Estiramiento Si-C Oscilación CH ₃	792.07	0.03	-24.0%
7	Estiramiento asimétrico CH ₃	863.01	0.02	-24.4%
8	Flexión simétrica Si-CH ₃	1263.12	0.02	-25.7%
9	Flexión simétrica CH ₃	1411.80	0.05	-15.4%
10	Estiramiento simétrico CH ₃	2906.31	1.00	0.0%
11	Estiramiento asimétrico CH ₃	2967.27	0.28	-8.6%

		5-15b		
	Modo vibracional	Desp. Raman (cm-1)	Intensidad (N)	Cambio Int (N)
1	Torsión Si-C	152.16	0.07	-30.8%
2	Deflexión C-Si-C y C-Si-O	191.38	0.09	-6.4%
3	Estiramiento Si-O-Si	490.64	0.38	3.7%
4	Estiramiento Si-C	689.24	0.06	-1.1%
5	Estiramiento simétrico Si-C Oscilación CH ₃	709.55	0.25	-1.3%
6	Estiramiento Si-C Oscilación CH ₃	791.63	0.04	-8.6%
7	Estiramiento asimétrico CH ₃	862.66	0.02	-16.0%
8	Flexión simétrica Si-CH ₃	1262.08	0.02	-12.5%
9	Flexión simétrica CH ₃	1410.42	0.05	-6.0%
10	Estiramiento simétrico CH ₃	2905.83	1.00	0.0%
11	Estiramiento asimétrico CH ₃	2967.05	0.29	-6.9%

A partir de los resultados obtenidos mediante espectroscopía FT-IR, se identificaron diferencias entre los grupos control y los compósitos reforzados, particularmente en relación con la energía vibracional (número de onda) y la intensidad relativa de cada señal encontrada. De forma consistente con los análisis previos al proceso de intemperismo, la incorporación de nanopartículas de SiO₂ y la variación en la concentración del agente reticulador TEOS no indujeron desplazamientos significativos en la energía (número de onda) de los modos vibracionales activos. Este comportamiento sugiere que, tras la exposición prolongada a condiciones ambientales, no se generaron modificaciones relevantes en el entorno químico local de los enlaces característicos del sistema, lo que indica que se mantuvieron las propiedades químicas posterior al periodo de envejecimiento ambiental (Miranda et al., 2021).

En los grupos de estudio sometidos al proceso de intemperismo, se observó un incremento generalizado en la intensidad relativa de ciertos modos vibracionales. Este efecto fue particularmente evidente en las bandas ubicadas en 684 cm^{-1} y en la región comprendida entre 1070 y 1257 cm^{-1} , correspondientes a vibraciones asociadas con los grupos $\text{Si}-(\text{CH}_3)_n$. En todos los compósitos analizados, se registraron aumentos de intensidad de hasta un 35% en estos modos. Un incremento en la intensidad relativa sin desplazamientos en el número de onda sugiere la presencia de cambios estructurales dentro del compósito, pero sin una alteración en las especies químicas involucradas (Cassetta et al., 2025).. Estudios previos han demostrado que una mayor densidad de enlaces puede reflejarse un aumento en la intensidad de sus modos vibracionales característicos, incluso sin que haya la formación de mayor cantidad de enlaces (Zhang et al., 2024).

Estos cambios en la intensidad de algunos modos de vibración en los compósitos tras el intemperismo se han atribuido a procesos de post-reticulación favorecidos por la presencia de grupos silanol en la superficie de los reforzantes (Si-OH) y la radiación ultravioleta. Estos factores pueden inducir la hidrólisis y posterior condensación de $-\text{Si-OH}$ presentes tanto en la matriz polimérica como en la superficie de los reforzantes, generando un mayor número de enlaces siloxano ($-\text{O-Si-O-}$) y, en consecuencia, intensificando las bandas características de estos enlaces (Yang, 2020).

Contrario al comportamiento previamente descrito, el modo vibracional ubicado en 867 cm^{-1} presentó una disminución de intensidad en todos los compósitos tras el proceso de intemperismo. Este comportamiento particular puede atribuirse a que dicha señal está asociada en parte con la vibración del enlace Si-OH (grupos silanol) (Hernández et al., 2017). Estos grupos funcionales se localizan en los extremos de las cadenas del PDMS y en los sustituyentes del agente reticulador TEOS, participando en las reacciones que generan al entrecruzamiento de la matriz polimérica. A medida que avanza el proceso de reticulación, estos grupos Si-OH son consumidos, generando etanol como subproducto, el cual se evapora posteriormente (Levy et al., 2015). Por lo tanto, la disminución de estos grupos

funcionales durante la exposición al ambiente se refleja en la reducción de la intensidad correspondiente en los espectros FTIR.

Del mismo modo que con los espectros FTIR, en la **Tabla 24** se realizó el análisis de los modos vibracionales activos en Raman para los distintos composites, comparándolos con los materiales antes y después del periodo de intemperismo. Al comparar los cambios de intensidad de los modos vibracionales, se observan disminución de las intensidades de hasta el 26%, en el rango de desplazamiento Raman de 792-1411 cm^{-1} . Los modos presentes en este rango del espectro presentan las mayores tasas de disminución de intensidad. A pesar de ser modos vibracionales con una baja intensidad relativa (<5%) todos forman parte de las señales de grupos metilos ($\text{Si}-(\text{CH}_3)_n$) pertenecientes a los grupos sustituyentes a lo largo de la cadena polimérica PDMS (Hudson et al., 2018).

Por el contrario, en la mayoría de los compósitos evaluados tras el periodo de intemperismo, se observó un incremento en la intensidad relativa de los modos vibracionales localizados en 191 y 490 cm^{-1} . Estos modos, que presentan intensidades relativas de hasta un 37 % respecto al pico más intenso del espectro Raman, corresponden a vibraciones asociadas a los grupos Si-O-Si y C-Si-O presentes en la red principal de los compósitos PDMS-% SiO_2 (Aguiar et al., 2009). Similar a los espectros FTIR, la variación observada en estos modos vibracionales activos en Raman puede atribuirse a incrementos en la concentración de dichos enlaces, derivados del aumento en el grado de reticulación.

La aparente disminución de ciertos modos vibracionales observada en los espectros no implica necesariamente una reducción en la densidad de enlaces correspondientes. Este comportamiento puede atribuirse al incremento relativo en la intensidad de los modos vibracionales más importantes, como los localizados en 2905 y 490 cm^{-1} . Dicho incremento puede estar asociado a un mayor grado de reticulación en la matriz polimérica, lo cual favorece la formación de una red más densa de enlaces Si- CH_3 y Si-O-Si. Este aumento en la densidad de enlaces reticulados intensifica sus respectivas señales, lo que a su vez provoca una

disminución relativa en la intensidad de otros modos vibracionales con menor presencia en el espectro, sin que ello implique una pérdida estructural en dichos grupos funcionales (Zou et al., 2010).

El incremento en la intensidad relativa de los modos vibracionales Si-CH₃ en espectroscopía FTIR, junto con su disminución en los espectros Raman tras el proceso de intemperismo, sugiere que, si bien no se produjo una modificación química directa de estos grupos funcionales, sí ocurrieron alteraciones en la densidad local y en el entorno estructural de la red polimérica (Trabucco et al., 2023). Este comportamiento ha sido previamente reportado en otros sistemas poliméricos, donde el envejecimiento induce procesos de reticulación secundaria posteriores a la síntesis, sin generar transformaciones químicas significativas (Yang, 2020). Sin embargo, no puede descartarse la presencia de procesos oxidativos superficiales, ya que en condiciones de exposición ambiental como bajo radiación UV y presencia de humedad, se ha documentado fractura superficial de este polímero debido a procesos oxidativos formación de capas enriquecidas en sílice debido a la oxidación de las cadenas de PDMS, fenómeno también observado en tratamientos con plasma (Fateh-Alavi et al., 2001; Song et al., 2023).

9.7.b. Estabilidad física y superficial

Una vez identificados los potenciales cambios químicos y estructurales mediante espectroscopía FTIR y Raman, se procedió a la evaluación de las propiedades mecánicas y superficiales de los compósitos expuestos al proceso de intemperismo. El objetivo de esta etapa fue determinar si el envejecimiento ambiental afecta el desempeño de los materiales, particularmente en términos de su comportamiento mecánica y sus características hidrofóbicas. Para ello, se analizaron los compósitos seleccionados mediante ensayos de tracción uniaxial y mediciones de ángulo de contacto, comparando los resultados obtenidos tras seis meses de exposición con los valores registrados previamente.

En la **Tabla 24** se muestran los resultados obtenidos de las pruebas de hidrofobicidad realizadas a los compósitos que pasaron por el proceso de intemperismo. Antes de realizar la prueba, se realizó limpieza superficial de los recubrimientos, con el objetivo de eliminar el polvo adherido en los materiales. Esta propiedad fue evaluada a través de la medición del ángulo de contacto en agua con las mismas condiciones utilizadas en la **Sección.9.6.c** y comparada con los valores iniciales de los compósitos.

Tabla 24. Resultados de ángulo de contacto en gota de agua en aire para compósitos PDMS-%SiO₂ que fueron expuestos a intemperismo.

Grupo	Ángulo de contacto (°)		
	Intemperismo	Original	Cambio
10-0	103.7 ± 2.8	99.1 ± 1.6	+ 4.6%
10-15a	103.1 ± 2.7	99.3 ± 2.3	+ 3.8%
5-0	104.2 ± 2.1	99.7 ± 5.0	+ 4.5%
5-15b	100.2 ± 2.4	98.1 ± 3.8	+ 2.1%

Como se aprecia en los resultados, se observó una tendencia general al incremento del ángulo de contacto superficial tras el proceso de intemperismo, tanto en los grupos control como en los compósitos reforzados con nanopartículas de SiO₂. Estos cambios, aunque ligeros, pueden atribuirse a factores superficiales como la presencia de partículas remanentes que incrementan la rugosidad (Du et al., 2022) y a la rigidización superficial del recubrimiento, fenómeno para el cual se ha reportado una relación directa entre el ángulo de contacto y la dureza superficial (Tyagi et al., 2021). Si bien este incremento se presentó en todos los casos, no resultó estadísticamente significativo, por lo que debe interpretarse únicamente como una tendencia.

Como se aprecia en los resultados obtenidos, se identificó una tendencia general al incremento del ángulo de contacto superficial tras el proceso de intemperismo, tanto en los grupos control como en los compósitos reforzados con nanopartículas de SiO_2 . Estos ligeros cambios pueden ser debidos a factores superficiales como la presencia de partículas remanentes de que incrementan la rugosidad superficial (Du et al., 2022), así como rigidización superficial del recubrimiento, habiéndose observado relación en el ángulo de contacto de recubrimientos productos de cambios en su dureza superficial (Tyagi et al., 2021)

Aunque los valores registrados muestran un incremento en todos los casos, este fenómeno no representó un cambio estadísticamente significativo, por lo que debe considerarse como una tendencia.

Aunque los cambios observados en el ángulo de contacto no resultaron estadísticamente significativos, la tendencia general a incrementar tras el proceso de intemperismo puede estar relacionado con los cambios estructurales identificados mediante las caracterizaciones espectroscópicas, particularmente el incremento en el grado de reticulación. Este comportamiento ha sido previamente relacionado con una mayor densidad de enlaces dentro de la matriz polimérica, lo cual conlleva una reducción en los espacios libres y una disminución en la movilidad de las cadenas de PDMS (Li et al., 2025). Como consecuencia, potencialmente se limita la reorganización superficial de grupos polares y se dificulta la penetración de las moléculas de agua. Este cambio en la configuración estructural más densa favorece la preservación de las propiedades hidrofóbicas del material tras su exposición en condiciones ambientales.

De igual forma, al comparar los grupos control con los compósitos reforzados, no se identificaron diferencias significativas en los valores de ángulo de contacto. Este comportamiento es consistente con lo observado en los materiales antes del proceso de intemperismo, indicando que la incorporación de nanoreforzantes de SiO_2 no genera una modificación significativa en esta propiedad superficial. Estos resultados sugieren que, aun después de la exposición ambiental, se preserva la

formación de una capa superficial de PDMS, fenómeno previamente reportado para este tipo de polímeros (Sosnin et al., 2021).

Finalmente, se realizaron ensayos de tracción uniaxial sobre los compósitos que fueron expuestos al proceso de intemperismo, con el objetivo de evaluar la estabilidad de sus propiedades mecánicas. Las pruebas se llevaron a cabo bajo las mismas condiciones experimentales descritas en la **Sección 9.5**. En la **Figura 39** se presentan los perfiles esfuerzo-deformación representativos para las probetas de cada grupo de estudio.

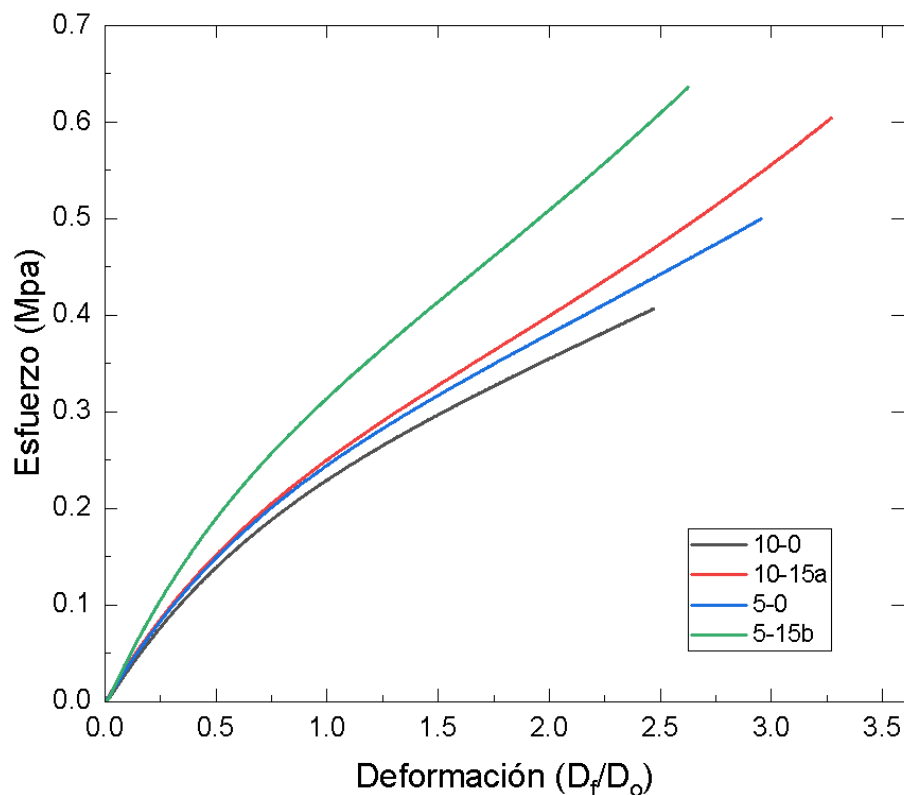


Figura 40. Perfiles esfuerzo-deformación de compósitos PDMS-%SiO₂ seleccionados posterior al proceso de intemperismo.

A partir del análisis de los perfiles de esfuerzo-deformación, se observa que los polímeros control con diferente grado de reticulación (10-0 y 5-0) mantienen un comportamiento mecánico similar antes y después del proceso de intemperismo. En ambos casos se distinguen dos regiones principales: una inicial (0–0.25 MPa), correspondiente al régimen elástico del polímero, y una segunda (>0.25 MPa),

asociada al inicio del comportamiento plástico (Brown et al., 2009). Aunque se registra una reducción en los valores de esfuerzo y deformación en los que ocurren estas transiciones, la forma general del perfil mecánico se conserva.

Por el contrario, los compósitos reforzados con nanopartículas de SiO₂ muestran una modificación notable en la forma de los perfiles de esfuerzo-deformación tras el proceso de intemperismo. En estos materiales se evidencia la desaparición de la tercera etapa de fluencia, cambiando desde un comportamiento mecánico típicamente elastomérico hacia una respuesta más similar a la de polímeros termoestables (Saba et al., 2018). Esta transformación puede indicar una reorganización estructural provocada por el envejecimiento ambiental, posiblemente asociada a un incremento en el grado de reticulación, como ha sido reportado previamente en sistemas poliméricos expuestos a procesos de intemperismo (Cordoba et al., 2023; Katz et al., 2022).

Este cambio en el comportamiento mecánico, de un polímero elastomérico hacia un termoestable, se ha relacionado directamente con un incremento en el grado de reticulación del sistema (Keya et al., 2025). Un mayor grado de reticulación en las cadenas de PDMS restringe significativamente la movilidad y el deslizamiento relativo entre cadenas, lo cual limita la capacidad del material para deformarse plásticamente bajo esfuerzos de tracción. Como consecuencia, los procesos de fluencia característicos de materiales elastoméricos tienden a desaparecer, dando lugar a una respuesta más rígida y frágil (Tejani, 2023). Este cambio estructural es congruente con lo observado en los análisis espectroscópicos FTIR y Raman, donde se identificó un incremento en la densidad de enlaces y reorganización de la red polimérica.

En la **Tabla 25** se presenta un resumen de las propiedades mecánicas obtenidas para los compósitos analizados tras su exposición al proceso de intemperismo. Se reportan los valores correspondientes al módulo elástico, la deformación máxima, el esfuerzo de fractura y la energía almacenada para cada uno de los grupos de estudio, con el objetivo de identificar posibles modificaciones en el desempeño mecánico inducidas por el envejecimiento ambiental.

Tabla 25. Resultados de propiedades mecánicas de compósitos PDMS-%SiO₂ seleccionados posterior al proceso de intemperismo.

Grupo	Módulo Elástico (MPa)	Deformación máxima (D _f /D _o)	Esfuerzo de fractura (MPa)	Energía Alm. (J/cm ²)
10-0	0.301 ± 0.032	2.279 ± 0.308	0.400 ± 0.015	6.57 ± 1.21
10-15a	0.347 ± 0.061	3.101 ± 0.562	0.618 ± 0.059	12.963 ± 3.057
5-0	0.320 ± 0.013	2.840 ± 0.206	0.501 ± 0.027	10.081 ± 1.169
5-15b	0.374 ± 0.043	2.974 ± 0.499	0.661 ± 0.101	13.21 ± 3.768

En cuanto al módulo elástico, los valores obtenidos para los distintos compósitos tras el proceso de intemperismo oscilaron entre 0.301 y 0.374 MPa, un rango menor al que presentaron los compositos antes de la exposición ambiental. El valor más bajo se registró en el grupo control con menor grado de reticulación (10-0), mientras que el mayor correspondió al compósito reforzado con la mayor concentración de nanopartículas de SiO₂ sintetizadas en medio alcalino (10-15b). Este mismo orden se observó también en los polímeros no expuestos.

Posterior a la exposición ambiental, todos los compósitos mostraron una disminución significativa en el módulo elástico. El porcentaje de reducción fue particularmente similar en los sistemas más reticulados (5-0) y en los compósitos reforzados (10-15a y 5-15b), con una pérdida promedio del 35–37% respecto a sus valores originales. En contraste, el grupo 10-0 presentó la menor variación, con una disminución del 23%.

A diferencia del comportamiento observado para el módulo elástico, la deformación máxima de los compósitos posterior al proceso de intemperismo mostró una disminución significativa únicamente en los materiales reforzados con nanopartículas de SiO₂. En particular, los compósitos 10-15a y 5-15b registraron reducciones en su deformación máxima del 20% y 27%, respectivamente. Por el contrario, los grupos control sin refuerzo (10-0 y 5-0) mantuvieron valores similares a los iniciales, con deformaciones de 2.28 y 2.74, respectivamente, tras la

exposición ambiental, valores que indican que no hubo un cambio significativo en el valor de deformación.

No obstante, a pesar de esta reducción, los compósitos reforzados continuaron presentando las mayores capacidades de deformación. El grupo 10-15b alcanzó una deformación de 3.101 MPa, valor que, si bien representa la deformación más elevada entre los grupos evaluados, no mostró una diferencia estadísticamente significativa respecto a los grupos 5-15b y 5-0. Estos resultados sugieren que, aunque el proceso de intemperismo afecta parcialmente la deformación en compósitos reforzados, esta propiedad se conserva mayor frente a los materiales no reforzados (Cassetta et al., 2025).

El esfuerzo de fractura de los compósitos analizados mostró una variación significativa posterior al proceso de intemperismo, evidenciando una disminución generalizada de la tensión máxima alcanzada antes de la fractura para la mayoría de los grupos de estudio. Particularmente, los compósitos reforzados con nanopartículas de SiO_2 presentaron las reducciones más intensas en esta propiedad, con una disminución del 68% para el grupo 10-15a y del 76% para el grupo 5-15b. Estos resultados reflejan una pérdida considerable en el desempeño mecánico de los materiales reforzados, atribuible a modificaciones dentro de la estructura del compósito durante el envejecimiento ambiental, que afectan la capacidad estos materiales para resistir tensiones hasta su la fractura (Zhang et al., 2024).

De manera similar, los grupos control 10-0 y 5-0 también presentaron una disminución en el esfuerzo máximo de fractura posterior al proceso de intemperismo; sin embargo, la magnitud de esta reducción fue considerablemente menor en comparación con los compósitos reforzados, registrando disminuciones del 15% y 31%, respectivamente. Este comportamiento guarda concordancia con lo observado en el módulo elástico, en el cual todos los grupos de estudio experimentaron una disminución tras la exposición ambiental. No obstante, los resultados sugieren que la presencia de nanopartículas de SiO_2 aumentó esta pérdida de propiedades mecánicas con el tiempo (Tefera et al., 2024).

Finalmente, se estimó la energía almacenada por cada uno de los grupos de estudio mediante el cálculo del área bajo la curva en los perfiles esfuerzo-deformación obtenidos durante los ensayos mecánicos. Dado que esta propiedad depende directamente tanto del esfuerzo de fractura como de la deformación máxima, las reducciones observadas en estas variables para los compósitos reforzados se reflejan de manera proporcional en la energía almacenada. En consecuencia, se registraron disminuciones significativas de hasta un 67% para el grupo 10-15b y del 73% para el grupo 5-15b, evidenciando una pérdida notable en la capacidad de absorción de energía de estos materiales tras el proceso de intemperismo.

En el caso de los materiales control (10-0 y 5-0), también se observó una tendencia a la disminución de la energía almacenada durante los ensayos de tracción posterior al proceso de intemperismo. Sin embargo, este comportamiento no resultó ser estadísticamente significativo en comparación con los valores registrados antes del envejecimiento ambiental, lo que sugiere una mayor estabilidad mecánica en ausencia de refuerzos nanoparticulados.

De manera general, se puede observar que el proceso de intemperismo afecta de forma directa las propiedades mecánicas de los compósitos evaluados, generando una disminución significativa en su desempeño como consecuencia de la interacción con el ambiente durante el periodo de exposición de 6 meses. Este comportamiento coincide con lo reportado previamente para materiales a base de siloxanos en condiciones de intemperismo, en los cuales la exposición prolongada a factores ambientales, como la radiación ultravioleta y la humedad, promueven procesos de post-reticulación en la matriz polimérica (Zhang et al., 2024). Este cambio estructural deriva en un aumento de la rigidez del material y en una transición hacia un comportamiento termoestable, con una flexibilidad reducida en comparación con los sistemas elastoméricos iniciales (Seghir et al., 2015).

Este cambio en el comportamiento mecánico se puede asociar con un incremento en la densidad de enlaces de reticulación entre cadenas debido a procesos de post-reticulación, lo cual continua reduciendo la movilidad relativa de las cadenas poliméricas de siloxano (Si–O–Si) (Wang et al., 2021; Zhang et al., 2024). Como

resultado, al ser sometidos a esfuerzos de tracción, estos materiales presentan una capacidad limitada para redistribuir o disipar la energía mecánica mediante deformación, lo que conduce a una fractura temprana, caracterizada por menores valores de deformación máxima y energía almacenada antes de la ruptura (Meléndez-Zamudio et al., 2017). Esta hipótesis es coherente con los análisis estructurales obtenidos mediante espectroscopía FTIR y Raman, los cuales indican un incremento en el grado de reticulación posterior al proceso de envejecimiento ambiental.

Además de este comportamiento generalizado en los compósitos posterior a este proceso de reticulación, la presencia de reforzantes generó un cambio significativo en las propiedades mecánicas de los materiales durante el proceso de intemperismo en comparación con los polímeros control, presentando una reducción severa de estas propiedades más intensa. Este comportamiento es reflejo de un cambio en la interacción física y/o química que se tiene entre los refuerzos SiO_2 y las cadenas poliméricas de PDMS (Dorigato et al., 2013; Gupta et al., 2021).

Durante las secciones pasadas se determinó que la presencia de reforzantes provoca una modificación en la dinámica de movimiento de las cadenas poliméricas, participando como puntos de alta energía que a través de interacciones electrostáticas y ocupación de espacios libres cambian y dificultan el movimiento (vibración térmica y deslizamiento mecánico) de las cadenas Si-O-Si (Ariati et al., 2021; Cruz-Cruz et al., 2022).

Con el paso del tiempo durante el proceso de intemperismo, el evidente incremento del grado de reticulación dentro de los polímeros continúa cambiando la configuración interna de las redes (Zhang et al., 2024), que aunado con la presencia de reforzantes provoca el incremento progresivo de su rigidez debido a que las cadenas poliméricas pierden la capacidad de deslizarse (Wang et al., 2021; Zhang et al., 2024). Este cambio se ve reflejado con la pérdida progresiva de los valores de deformación y consecuentemente de los valores de tensión de fractura.

De este modo, si bien la propiedad de deformación no representaba inicialmente una limitante crítica en el desempeño mecánico de los compósitos, esta característica, estrechamente relacionada con la rigidez del material, adquiere una relevancia considerable al momento en que el comportamiento del polímero se desplaza de un régimen elastomérico hacia uno termoestable (Greenfeld et al., 2024). Bajo este nuevo comportamiento, la capacidad de deformación máxima se convierte en un factor determinante del rendimiento del material, limitando su desempeño y aplicación como recubrimiento aislante (Arshad et al., 2017).

Se determina que a pesar de que la propiedad de deformación no fue un valor que en un inicio limitó el desempeño mecánico de los compósitos, esta propiedad derivada de la rigidez de los materiales puede ser un factor de suma importancia cuando el material traslada su comportamiento de elastómero a termoestable (Seghir et al., 2015). Provocando que, aunque se tengan materiales con un perfil de resistencia a la tracción mayor, el desempeño mecánico se vea limitado por la deformación máxima soportada y por lo tanto se vea limitada su aplicación como recubrimiento.

Además de participar como secciones o puntos de alta energía, la superficie química de las partículas ha demostrado en trabajos anteriores y se ha corroborado con los resultados de las secciones anteriores que se compone de grupos silanol (Si-OH) (Cordoba et al., 2024; Levy et al., 2015). Estos grupos han demostrado la capacidad de interactuar tanto con otras partículas SiO_2 como con las cadenas terminales del PDMS hidroxiterminado a través tanto de la formación de puentes de hidrógeno como de enlaces Si-O-Si (Klonos et al., 2015). Esta potencial formación de enlaces no genera nuevas especies químicas, lo que provoca que no haya la aparición de nuevos modos vibracionales, sino un cambio en la intensidad de los modos presentes y su relación de intensidad.

Se identifica que los valores del comportamiento mecánico que en un inicio eran significativamente distintas (10-15a y 5-15b) para los composites con distinto reforzante terminaron por igualarse después del proceso de intemperismo. Obteniendo una tendencia aun mayor de tensión de fractura y almacenamiento de

energía por parte del grupo 5-15b, pero ya no siendo significativamente mejor. De este modo, las diferencias morfológicas y químicas que en un principio resultaron en compósitos con comportamientos distintos, posterior al proceso de exposición perdieron importancia en las propiedades finales del material.

La mayor pérdida de propiedades mecánicas observada en los compósitos reforzados puede atribuirse a múltiples factores estructurales y fisicoquímicos. En primer lugar, la presencia de subproductos volátiles identificados mediante espectroscopías, como etanol o acetona, tiende a disminuir durante el proceso de intemperismo debido a su progresiva evaporación desde la estructura interna de los compósitos reticulados (Ghasemi et al., 2022). Esta pérdida de compuestos residuales da lugar a la formación de vacíos o burbujas de aire en la matriz polimérica, lo cual compromete la integridad mecánica del material. Diversos estudios han reportado que la presencia de tales defectos estructurales en matrices elastoméricas actúa como puntos críticos de concentración de esfuerzos, promoviendo la iniciación y propagación de grietas, y, en consecuencia, reduciendo significativamente la resistencia a la tracción y la energía de fractura de los materiales (Hashemi et al., 2016).

Además de los subproductos evaporados, la presencia residual de TEOS posterior al proceso de síntesis de partículas y reticulación del material evidenciado en las espectroscopías también puede causar cambios dentro de la red polimérica PDMS. Al tener TEOS también el papel de agente reticulador, la presencia de este subproducto dentro de la estructura del compósito ha demostrado promover reacciones de post-reticulación posterior a la formación del elastómero conforme pasa el tiempo aun sin la presencia del catalizador (Ida et al., 2019; Tillet et al., 2011). Lo anterior genera que con el paso del tiempo incrementa gradualmente el grado de reticulación y la rigidez del material (Zhang et al., 2024).

X. CONCLUSIONES

- Se logró la síntesis y caracterización de nanopartículas de SiO_2 mediante el método sol-gel en medios ácido y alcalino, evidenciando diferencias sustanciales en sus propiedades morfológicas y químicas. Las partículas sintetizadas en medio alcalino mostraron mayor tamaño, porosidad específica y estabilidad coloidal (potencial Z), así como una mayor retención de subproductos derivados del método de síntesis.
- Se desarrollaron compósitos PDMS- $\%\text{SiO}_2$ mediante síntesis in-situ, modificando la concentración de nanopartículas, la relación de entrecruzamiento y el tipo de reforzante nanoparticulado. En todos los casos se obtuvieron sistemas homogéneos, sin separación de fases ni defectos macroscópicos, lo cual evidencia una adecuada dispersión del refuerzo dentro de la matriz polimérica.
- El análisis mecánico confirmó que las propiedades de tracción y elongación de los compósitos mejoraron significativamente en función de la concentración de nanopartículas, la proporción del agente entrecruzante y el tipo de refuerzo utilizado. Los mejores resultados se obtuvieron en las formulaciones 10-15a y 5-15b, que mostraron una mejora equilibrada entre resistencia mecánica y comportamiento elastomérico.
- Las nanopartículas sintetizadas en medio alcalino presentaron ventajas estructurales que favorecieron una mejor interacción matriz-refuerzo, tales como menor aglomeración, mayor área interfacial disponible y porosidad superficial. Estos atributos facilitaron una transferencia eficiente de cargas sin restringir el movimiento de las cadenas de PDMS, permitiendo conservar las propiedades elásticas del polímero.
- Las propiedades del PDMS de hidrofobicidad (ángulo de contacto $> 95^\circ$), la adherencia (clasificación A4) y la resistividad eléctrica ($\sim 10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$), se

conservaron en todos los compósitos, lo cual permite mantiene su potencial uso como recubrimiento aislante eléctrico.

- Las pruebas de intemperismo acelerado evidenciaron una disminución gradual de las propiedades mecánicas, atribuida a procesos de post-reticulación y oxidación inducidos por radiación UV y humedad. Esto provocó una densificación de la red polimérica por aumento de enlaces cruzados Si-O-Si y posibles nuevas uniones PDMS-SiO₂,

XI. PERSPECTIVAS

El desarrollo de recubrimientos basados en PDMS reforzados con nanopartículas porosas de SiO₂ sintetizadas in-situ ofrece una alternativa prometedora para aplicaciones como aislantes eléctricos, gracias a su combinación única de propiedades dieléctricas, hidrofobicidad, adherencia y resistencia mecánica, sin comprometer su comportamiento elastomérico.

El desempeño de estos recubrimientos compósitos puede compararse con algunos recubrimientos comerciales. En la **Tabla 26** se comparan las propiedades clave de los compuestos desarrollados con recubrimientos comerciales:

Tabla 26. Comparativa de propiedades mecánicas y de resistividad eléctrica de recubrimientos poliméricos comerciales y compositos PDMS-%SiO₂ desarrollados.

PROPIEDADES	ENDURANCE™ HFDB-4201	DOW CORNING 737	DOW CORNING 739	10-15a	5-15b
Matriz	- XLPE	PDMS	PDMS	PDMS	PDMS
Reticulador	-	Alcohol	Oxamina	Alcohol	Alcohol
Deformación	% 440	> 300	430	388	408
Tensión de fractura	MPa 0.75	1.55	1.79	1.94	2.71
Resistividad (vol)	Ω/cm 1x10 ^{15*}	6.1x10 ¹³	2.4x10 ¹³	2.6x10 ¹¹	2.4x10 ¹¹

Los resultados evidencian una mejora significativa en las propiedades mecánicas (tensión de fractura y deformación) en comparación con algunos materiales comerciales de matriz similar. Sin embargo, estos últimos presentan mayor resistividad eléctrica, atribuible a la incorporación de aditivos como cargas inertes como óxidos metálicos funcionalizados o carburos (Angalane et al., 2022). Futuros estudios podrían explorar la adición controlada de estos agentes para la búsqueda del equilibrio entre resistencia mecánica y desempeño dieléctrico.

A pesar de la mejora obtenida en las propiedades mecánicas, el endurecimiento progresivo del material y los procesos oxidativos durante el envejecimiento sugieren la necesidad de implementar estrategias que mitiguen estos efectos adversos, con el fin de preservar las propiedades mecánicas deseadas a lo largo del tiempo de vida de los recubrimientos. Entre las estrategias estudiadas se encuentra el uso de estabilizadores ultravioleta o los estabilizadores incorporados dentro del material o aplicados como recubrimiento superficial (Zhang et al., 2024).

Más allá de su uso como recubrimientos aislantes, la capacidad de modular las propiedades mecánicas de estos compósitos mediante el control de las variables de síntesis abre la posibilidad de adaptar el material para otras aplicaciones, como andamios para ingeniería de tejidos (Khan et al., 2023), recubrimientos autocurables (Guo et al., 2024) y dispositivos electrónicos flexibles (Shahid et al., 2025). La posibilidad de ajustar la concentración de refuerzo, el pH y el grado de entrecruzamiento durante la síntesis *in-situ* permite personalizar su desempeño para satisfacer requerimientos específicos en distintas líneas de investigación.

11.1 Perspectivas científicas

Desde el punto de vista científico, esta investigación ofrece una alternativa innovadora para la formación de compósitos poliméricos mediante síntesis *in-situ*, lo que abre la puerta al estudio detallado de las interacciones interfaciales en estos sistemas y plantea oportunidades claras para extender la metodología a otros polímeros o tipos de refuerzos.

A partir de los resultados obtenidos, será posible explorar estrategias de modificación superficial de los refuerzos con el objetivo de mitigar o evitar los procesos de rigidización del material, reduciendo así la formación excesiva de enlaces de reticulación (Rahman et al., 2025). Asimismo, se podrán diseñar estudios enfocados en evaluar la respuesta de los recubrimientos bajo cargas dinámicas, simulando condiciones reales de operación como ciclos de arranque, vibraciones o esfuerzos constantes a lo largo del tiempo.

Finalmente, la identificación de las variables de síntesis con mayor influencia en las propiedades mecánicas permite sentar las bases para el desarrollo de modelos predictivos, capaces de adaptar las propiedades mecánicas y superficiales de estos compósitos a los requerimientos específicos de distintas aplicaciones.

11.2 Perspectiva ambiental

El enfoque de síntesis *in-situ* propuesto en esta investigación presenta ventajas relevantes desde el punto de vista ambiental. La mejora en la estabilidad y en el mantenimiento de las propiedades mecánicas de los recubrimientos aislantes frente a condiciones ambientales adversas y a fatiga mecánica busca prolongar el tiempo de vida de estos materiales, reduciendo no solo la pérdida de energía y el daño material causado por la formación de descargas, sino reduciendo la necesidad del reemplazo de estos. Esto se traduce en una menor generación de desechos y en un menor impacto ambiental a lo largo del ciclo de vida del producto.

En conjunto, estas perspectivas respaldan el desarrollo de recubrimientos de alto desempeño funcional, pero alineados con principios de sostenibilidad y buscando contribuir así a la mitigación del impacto ambiental en aplicaciones industriales.

XII. REFERENCIAS

- Abu Bakar, N. H., Wan Ismail, W. N., Mohd Yusop, H., & Mohd Zulkifli, N. F. (2024). Synthesis of a water-based TEOS-PDMS sol-gel coating for hydrophobic cotton and polyester fabrics. *New Journal of Chemistry*, 48(2), 933–950. doi: 10.1039/D3NJ03206J
- Adnan, M. M., Dalod, A. R. M., Balci, M. H., Glaum, J., & Einarsrud, M. A. (2018). In situ synthesis of hybrid inorganic-polymer nanocomposites. *Polymers*, 10(10). doi: 10.3390/polym10101129
- Afolabi, O. A., & Ndou, N. (2024). Synergy of Hybrid Fillers for Emerging Composite and Nanocomposite Materials—A Review. *Polymers*, 16(13), 1907. doi: 10.3390/polym16131907
- Agasty, A., Wisniewska, A., Kalwarczyk, T., Koynov, K., & Holyst, R. (2020). Scaling equation for viscosity of polydimethylsiloxane in ethyl acetate: From dilute to concentrated solutions. *Polymer*, 203, 122779. doi: 10.1016/j.polymer.2020.122779
- Aguiar, H., Serra, J., González, P., & León, B. (2009). Structural study of sol-gel silicate glasses by IR and Raman spectroscopies. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 355(8), 475–480. doi: 10.1016/j.jnoncrysol.2009.01.010
- Ahmed, Z., Nasrat, L. S., & Rihan, M. (2025). The effect of SiO₂ microparticle concentration on the electrical and thermal properties of silicone rubber for electrical insulation applications. *Electrical Engineering & Electromechanics*, 3, 84–89. doi: 10.20998/2074-272X.2025.3.12
- Alasfar, R. H., Ahzi, S., Barth, N., Kochkodan, V., Khraisheh, M., & Koç, M. (2022). A Review on the Modeling of the Elastic Modulus and Yield Stress of Polymers and Polymer Nanocomposites: Effect of Temperature, Loading Rate and Porosity. *Polymers*, 14(3), 360. doi: 10.3390/polym14030360
- Alessi, A., Agnello, S., Buscarino, G., & Gelardi, F. M. (2013). Raman and IR investigation of silica nanoparticles structure. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 362, 20–24. doi: 10.1016/j.jnoncrysol.2012.11.006
- Ali AlMaadeed, M., & Carignano, D. P. and M. A. (2020). Polymer Science and Innovative applications. In *Polymer Science and Innovative Applications* (pp. i–iii). Amsterdam, Netherlands: Elsevier. doi: 10.1016/B978-0-12-816808-0.00020-2
- Ameer Ali, A. A. B., Ahmad, H., Yap, H., & Bin Ismail, H. A. (2021). Investigation of Electrical Properties of TiO₂ Nanocomposite Based Polymer. *Journal of Physics: Conference Series*, 2120(1), 012031. doi: 10.1088/1742-6596/2120/1/012031
- Angalane, S. K., & Kasinathan, E. (2022). A review on polymeric insulation for high-voltage application under various stress conditions. *Polymer Composites*, 43(8), 4803–4834. doi: 10.1002/pc.26793
- Ariati, R., Sales, F., Souza, A., Lima, R. A., & Ribeiro, J. (2021). Polydimethylsiloxane Composites Characterization and Its Applications: A Review. *Polymers*, 13(23), 4258. doi: 10.3390/polym13234258
- Arshad, Momen, G., Farzaneh, M., & Nekahi, A. (2017). Properties and Applications of Superhydrophobic Coatings in High Voltage Outdoor Insulation: A Review. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, 3630–3646. doi: 10.1109/TDEI.2017.006725
- Ashraf, M. A., Peng, W., Zare, Y., & Rhee, K. Y. (2018). *Effects of Size and Aggregation / Agglomeration of Nanoparticles on the Interfacial / Interphase Properties and Tensile Strength of Polymer Nanocomposites*. Askeland, D. R. (2017). *Ciencia e ingeniería de materiales* (7ma edición). México D.F.: Cengage Learning.
- Bairagi, H., Vashishth, P., Ji, G., Shukla, S. K., Ebenso, E. E., & Mangla, B. (2024). Polymers and their composites for corrosion inhibition application: Development, advancement, and future scope—A critical review. *Corrosion Communications*, 15, 79–94. doi: 10.1016/j.corcom.2023.10.006
- Bardelli, T., Marano, C., & Briatico Vangosa, F. (2021). Polydimethylsiloxane crosslinking kinetics: A systematic study on Sylgard184 comparing rheological and thermal approaches. *Journal of Applied Polymer Science*, 138(39). doi: 10.1002/app.51013
- Bareiro Ferreira, O. J., Bendo Demétrio, K., & Loureiro dos Santos, L. A. (2017). Nanostructured hydroxyapatite/polydimethylsiloxane composites obtained by reactive synthesis. *Composites Part B: Engineering*, 121, 152–161. doi: 10.1016/j.compositesb.2017.05.009
- Barker, C. R., Lewns, F. K., Poologasundarampillai, G., & Ward, A. D. (2022). In Situ Sol-Gel Synthesis of Unique Silica Structures Using Airborne Assembly: Implications for In-Air Reactive Manufacturing. *ACS Applied Nano Materials*, 5(8), 11699–11706. doi: 10.1021/acsnm.2c02683
- Bashir, M. A. (2021). Use of Dynamic Mechanical Analysis (DMA) for Characterizing Interfacial Interactions in Filled Polymers. In *Solids* (Vol. 2, Issue 1, pp. 108–120). doi: 10.3390/solids2010006
- Bay, R. K., Zarybnicka, K., Jančář, J., & Crosby, A. J. (2020). Mechanical Properties of Ultrathin Polymer Nanocomposites. *ACS Applied Polymer Materials*, 2(6), 2220–2227. doi: 10.1021/acsapm.0c00201
- Beamson, G., & Briggs, D. (1992). *High Resolution XPS of Organic Polymers: The Scienta ESCA300 Database*. Chichester, England: Wiley.
- Bhatt, N., Mishra, A., & Goswami, R. (2021). Preparation of Silica Nano-Particles by Sol-Gel Method and Its Characterization. *Journal Of Graphic Era University*, 9(2), 215–230. doi: 10.13052/jgeu0975-1416.927
- Bokov, D., Turki Jalil, A., Chupradit, S., Suksatan, W., Javed Ansari, M., Shewael, I. H., Valiev, G. H., & Kianfar, E. (2021). Nanomaterial by Sol-Gel Method: Synthesis and Application. *Advances in Materials Science*

- and Engineering, 2021(1). doi: 10.1155/2021/5102014
- Braun, D., Cherdron, H., Rehahn, M., & Ritter, H. (2013). *Polymer Synthesis: Theory and Practice* (5th Edition). Springer. doi: 10.1007/978-3-642-28980-4
- Brown, D. A., Lee, E. W., Loh, C. T., & Kee, S. T. (2009). A New Wave in Treatment of Vascular Occlusive Disease: Biodegradable Stents—Clinical Experience and Scientific Principles. *Journal of Vascular and Interventional Radiology*, 20(3), 315–324. doi: 10.1016/j.jvir.2008.11.007
- Calheiros, F. C., Daronch, M., Rueggeberg, F. A., & Braga, R. R. (2014). Effect of temperature on composite polymerization stress and degree of conversion. *Dental Materials*, 30(6), 613–618. doi: 10.1016/j.dental.2014.02.024
- Callister, W. d., & Rethwisch, D. G. (2014). *Materials Science and Engineering: An Introduction*. In D. Sayre (Ed.), Wiley (9th ed.). Wiley.
- Camino, G., Lomakin, S. ., & Lazzari, M. (2001). Polydimethylsiloxane thermal degradation Part 1. Kinetic aspects. *Polymer*, 42(6), 2395–2402. doi: 10.1016/S0032-3861(00)00652-2
- Cassetta, M., Sorarù, G. D., Callone, E., Dirè, S., Abebe, A. M., Mariazzi, S., Brusa, R. S., Giarola, M., Daldosso, N., & Biesuz, M. (2025). From SiO_{1.5}CH₃ to vitreous SiO₂: A structural evolution study. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 648, 123327. doi: 10.1016/j.jnoncrsol.2024.123327
- Ceylan, G., Emik, S., Yalcinyuva, T., Sunbuloglu, E., Bozdog, E., & Unalan, F. (2023). The Effects of Cross-Linking Agents on the Mechanical Properties of Poly (Methyl Methacrylate) Resin. *Polymers*, 15(10), 2387. doi: 10.3390/polym15102387
- Chanda, M., & Roy, S. K. (2009). *Industrial Polymers, Speciality Polymers and their applications*. United States of America: CRC Press.
- Chandran, K. S. R. (2016). Mechanical fatigue of polymers: A new approach to characterize the S N behavior on the basis of macroscopic crack growth mechanism. *Polymer*, 91, 222–238. doi: 10.1016/j.polymer.2016.03.058
- Chen, C., Xue, Y., Li, Z., Wen, Y., Li, X., Wu, F., Li, X., Shi, D., Xue, Z., & Xie, X. (2019). Construction of 3D boron nitride nanosheets/silver networks in epoxy-based composites with high thermal conductivity via in-situ sintering of silver nanoparticles. *Chemical Engineering Journal*, 369, 1150–1160. doi: 10.1016/j.cej.2019.03.150
- Chen, M., Yang, X., Yong-kang, L., Zhi-hang, P., Jin, W., Ping, L., Xin-rui, S., & Yong-tao, Y. (2025). Polymer impregnation and pyrolysis process for the preparation of Al₂O₃/Al₂O₃ composites: A preliminary study. *Ceramics International*, 51(3), 3750–3758. doi: 10.1016/j.ceramint.2024.11.350
- Chen, Z., Su, X., Wu, W., Chen, S., Zhang, X., Wu, Y., Xie, H., & Li, K. (2022). Superhydrophobic PDMS@TiO₂ wood for photocatalytic degradation and rapid oil-water separation. *Surface and Coatings Technology*, 434, 128182. doi: 10.1016/j.surfcoat.2022.128182
- Chuah, Y. J., Koh, Y. T., Lim, K., Menon, N. V., Wu, Y., & Kang, Y. (2015). Simple surface engineering of polydimethylsiloxane with polydopamine for stabilized mesenchymal stem cell adhesion and multipotency. *Scientific Reports*, 5(1), 18162. doi: 10.1038/srep18162
- Cimatu, K. L. A., Ambagaspitiya, T. D., Premadasa, U. I., Adhikari, N. M., Kruse, A., Robertson, E., Guan, S., Rong, L., Advincula, R., & Bythell, B. J. (2022). Polymer-solvent interaction and conformational changes at a molecular level: Implication to solvent-assisted deformation and aggregation at the polymer surface. *Journal of Colloid and Interface Science*, 616, 221–233. doi: 10.1016/j.jcis.2022.02.006
- Ciobotaru, B.-I., Zaltariov, M.-F., Tugui, C., Stoleru, I.-E., Peptanariu, D., Stiubianu, G.-T., Vornicu, N., & Cazacu, M. (2022). Silicones with different crosslinking patterns: Assessment from the perspective of their suitability for biomaterials. *Surfaces and Interfaces*, 32, 102168. doi: 10.1016/j.surf.2022.102168
- Cocchi, G., De Angelis, M. G., & Doghieri, F. (2015). Solubility and diffusivity of liquids for food and pharmaceutical applications in crosslinked polydimethylsiloxane (PDMS) films: II. Experimental data on mixtures. *Journal of Membrane Science*, 492, 612–619. doi: 10.1016/j.memsci.2015.04.062
- Cordoba, A., Cauich-Rodríguez, J. V., Vargas-Coronado, R. F., Velázquez-Castillo, R., & Esquivel, K. (2024). A Novel In Situ Sol-Gel Synthesis Method for PDMS Composites Reinforced with Silica Nanoparticles. *Polymers*, 16(8), 1125. doi: 10.3390/polym16081125
- Cordoba, A., Rivera-Muñoz, E. M., Velázquez-Castillo, R., & Esquivel, K. (2023). PDMS/TiO₂ and PDMS/SiO₂ Nanocomposites: Mechanical Properties' Evaluation for Improved Insulating Coatings. *Nanomaterials*, 13(10), 1699. doi: 10.3390/nano13101699
- Costa, O., Cirillo, P., & Pinto, J. C. (2020). The effect of initiator concentration and agitation speed on the particle size of polystyrene produced by suspension polymerization. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*. doi: https://doi.org/10.1007/s43153-020-00057-z
- Cruz-Cruz, I., Ramírez-Herrera, C. A., Martínez-Romero, O., Castillo-Márquez, S. A., Jiménez-Cedeño, I. H., Olvera-Trejo, D., & Elías-Zúñiga, A. (2022). Influence of Epoxy Resin Curing Kinetics on the Mechanical Properties of Carbon Fiber Composites. *Polymers*, 14(6), 1100. doi: 10.3390/polym14061100
- Cui, X., Zhu, G., Pan, Y., Shao, Q., Zhao, C. (xinxin), Dong, M., Zhang, Y., & Guo, Z. (2018). Polydimethylsiloxane-titania nanocomposite coating: Fabrication and corrosion resistance. *Polymer*, 138, 203–210. doi: 10.1016/j.polymer.2018.01.063

- Cutroneo, M., Havranek, V., Mackova, A., Malinsky, P., Silipigni, L., Slepicka, P., Fajstavr, D., & Torrisi, L. (2021). Synthesis of Porous Polydimethylsiloxane Gold Nanoparticles Composites by a Single Step Laser Ablation Process. *International Journal of Molecular Sciences*, 22(22), 12155. doi: 10.3390/ijms222212155
- D3359, A. (2017). *Standard Test Methods for Rating Adhesion by Tape Test*. West Conshohocken, .
- Dai, X., Hou, C., Xu, Z., Yang, Y., Zhu, G., Chen, P., Huang, Z., & Yan, L.-T. (2019). Entropic Effects in Polymer Nanocomposites. *Entropy*, 21(2), 186. doi: 10.3390/e21020186
- Demir, E. C., Benkaddour, A., Aldrich, D. R., McDermott, M. T., Kim, C. II, & Ayranci, C. (2022). A predictive model towards understanding the effect of reinforcement agglomeration on the stiffness of nanocomposites. *Journal of Composite Materials*, 56(10), 1591–1604. doi: 10.1177/00219983221076639
- Deshpande, G., & Rezac, M. E. (2002). Kinetic aspects of the thermal degradation of poly(dimethyl siloxane) and poly(dimethyl diphenyl siloxane). *Polymer Degradation and Stability*, 76(1), 17–24. doi: 10.1016/S0141-3910(01)00261-0
- Díez-Pascual, A. M. (2019). Nanoparticle reinforced polymers. *Polymers*, 11(4). doi: 10.3390/polym11040625
- Dobrynin, A. V., Sayko, R., & Colby, R. H. (2023). Viscosity of Polymer Solutions and Molecular Weight Characterization. *ACS Macro Letters*, 12(6), 773–779. doi: 10.1021/acsmacrolett.3c00219
- Dorigato, A., Dzenis, Y., & Pegoretti, A. (2013). Filler aggregation as a reinforcement mechanism in polymer nanocomposites. In *Mechanics of Materials* (Vol. 61, Issue January). doi: 10.1016/j.mechmat.2013.02.004
- Du, J., Wang, L., Shi, Y., Zhang, F., Hu, S., Liu, P., Li, A., & Chen, J. (2020). Optimized CNT-PDMS Flexible Composite for Attachable Health-Care Device. *Sensors*, 20(16), 4523. doi: 10.3390/s20164523
- Du, Q., Zhou, P., Pan, Y., Qu, X., Liu, L., Yu, H., & Hou, J. (2022). Influence of hydrophobicity and roughness on the wetting and flow resistance of water droplets on solid surface: A many-body dissipative particle dynamics study. *Chemical Engineering Science*, 249, 117327. doi: 10.1016/j.ces.2021.117327
- Dubey, R. S., Rajesh, Y. B. R. D., & More, M. A. (2015). Synthesis and Characterization of SiO₂ Nanoparticles via Sol-gel Method for Industrial Applications. *Materials Today: Proceedings*, 2(4–5), 3575–3579. doi: 10.1016/j.matpr.2015.07.098
- Elbakyan, L., & Zaporotskova, I. (2024). Composite Nanomaterials Based on Polymethylmethacrylate Doped with Carbon Nanotubes and Nanoparticles: A Review. *Polymers*, 16(9), 1242. doi: 10.3390/polym16091242
- Estrada-Flores, S., Martínez-Luévanos, A., Perez-Berumen, C. M., García-Cerda, L. A., & Flores-Guía, T. E. (2020). Relationship between morphology, porosity, and the photocatalytic activity of TiO₂ obtained by sol-gel method assisted with ionic and nonionic surfactants. *Boletín de La Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 59(5), 209–218. doi: 10.1016/j.bsecv.2019.10.003
- Fateh-Alavi, K., Gällstedt, M., & Gedde, U. . (2001). The effect of antioxidants on the surface oxidation and surface cracking of crosslinked polydimethylsiloxane. *Polymer Degradation and Stability*, 74(1), 49–57. doi: 10.1016/S0141-3910(01)00098-2
- Ferrara, M. C., Mirengi, L., Mevoli, A., & Tapfer, L. (2008). Synthesis and characterization of sol-gel silica films doped with size-selected gold nanoparticles. *Nanotechnology*, 19(36), 365706. doi: 10.1088/0957-4484/19/36/365706
- Fu, S., Sun, Z., Huang, P., Li, Y., & Hu, N. (2019). Nano Materials Science Some basic aspects of polymer nanocomposites : A critical review. *Nano Materials Science*, 1–29. doi: 10.1016/j.nanoms.2019.02.006
- Gelest. (2024). *Tetraethoxysilane 98%*. Mitsubishi Chemical Group. Retrieved from <https://www.gelest.com/product/SIT7110.0/>
- Ghasemi, S. M., & Kholghi, A. (2022). Porous films prepared from poly (styrene-co-acrylonitrile)/dichloromethane system via evaporation induced phase separation: Structure - thermodynamic aspects. *Progress in Organic Coatings*, 168, 106885. doi: 10.1016/j.porgcoat.2022.106885
- Gobena, S. T., & Woldeyannes, A. D. (2024). A review of synthesis methods, and characterization techniques of polymer nanocomposites for diverse applications. *Discover Materials*, 4(1), 52. doi: 10.1007/s43939-024-00119-0
- Gomes Souza, F., Bhansali, S., Pal, K., Silveira Maranhão, F. da, Santos Oliveira, M., Valladão, V. S., Brandão e Silva, D. S., & Silva, G. B. (2024). A 30-Year Review on Nanocomposites: Comprehensive Bibliometric Insights into Microstructural, Electrical, and Mechanical Properties Assisted by Artificial Intelligence. *Materials*, 17(5), 1088. doi: 10.3390/ma17051088
- González, A., & Jiménez López, J. (2017). Materiales elastoméricos con memoria de forma. In Consejo Superior de Investigaciones Científicas. Universidad Complutense de Madrid.
- Gorji, B., Ghasri, M., Fazaeli, R., & Niksirat, N. (2021). Synthesis and Characterizations of Silica Nanoparticles by a New Sol-Gel Method. *Journal of Applied Chemical Research*, 6(3), 22–25.
- Greboyes, M. (2023). *Preventing Equipment Breakdown*. Electrical Construction & Maintenance. Retrieved from <https://www.ecmweb.com/maintenance-repair-operations/article/21268393/preventing-equipment-breakdown>
- Greenfeld, I., Shneider, M., Kaestner, A., & Wagner, H. D. (2024). Stiffness modeling of thermoset polymer fibers. *Journal of Polymer Science*, 62(12), 2780–2796. doi: 10.1002/pol.20240082
- Grushevenko, E., Rokhmanka, T., Sokolov, S., Basko, A., Borisov, I., Pochivalov, K., & Volkov, A. (2023).

- Influence of Type of Cross-Linking Agent on Structure and Transport Properties of Polydecylmethylsiloxane. *Polymers*, 15(22), 4436. doi: 10.3390/polym15224436
- Guan, J., Fan, W., Li, H., Mai, Z., Jing, Y., Chen, J., Zhang, M., Tang, B., Yang, Y., & Shen, X. (2024). Soft and stretchable protective substrates for wearable thermal managements: Polydimethylsiloxane (PDMS) composites containing paraffin microcapsules with silica nanoshells. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 690, 133809. doi: 10.1016/j.colsurfa.2024.133809
- Guediche, A., Compoin, F., Boscher, C., Stelian, C., & Piombini, H. (2021). Indentation hardness and scratch tests for thin layers manufactured by sol-gel process. *Thin Solid Films*, 724(March), 138618. doi: 10.1016/j.tsf.2021.138618
- Guizani, C., Nieminen, K., Rissanen, M., Larkiala, S., Hummel, M., & Sixta, H. (2020). New insights into the air gap conditioning effects during the dry-jet wet spinning of an ionic liquid-cellulose solution. *Cellulose*, 27(9), 4931–4948. doi: 10.1007/s10570-020-03115-8
- Guo, G., You, T., Yang, X., & Li, W. (2024). Ultraviolet-cured polyurea-polyurethane acrylate/polysiloxane hybrid anti-fouling coatings with superior mechanical properties, transparency, and durability. *Progress in Organic Coatings*, 197, 108832. doi: 10.1016/j.porgcoat.2024.108832
- Guo, Q., Ghadiri, R., Weigel, T., Aumann, A., Gurevich, E., Esen, C., Medenbach, O., Cheng, W., Chichkov, B., & Ostendorf, A. (2014). Comparison of in Situ and ex Situ Methods for Synthesis of Two-Photon Polymerization Polymer Nanocomposites. *Polymers*, 6(7), 2037–2050. doi: 10.3390/polym6072037
- Gupta, N. S., Lee, K., & Labouriau, A. (2021). Tuning Thermal and Mechanical Properties of Polydimethylsiloxane with Carbon Fibers. *Polymers*, 13(7), 1141. doi: 10.3390/polym13071141
- Guzel Kaya, G., & Deveci, H. (2022). Design and synthesis of metal oxide–polymer composites. In *Renewable Polymers and Polymer-Metal Oxide Composites* (pp. 101–128). Elsevier. doi: 10.1016/B978-0-323-85155-8.00005-4
- Ha, S., Choi, Y., Lee, W., Kim, Y., & Yoon, S.-H. (2021). Prediction of mechanical properties of graphite nanoflake/polydimethylsiloxane nanocomposites as affected by processing method. *Composites Part B: Engineering*, 224(July), 109186. doi: 10.1016/j.compositesb.2021.109186
- Hamouni, S., Arous, O., Abdessemed, D., Nezzal, G., & Van der Bruggen, B. (2019). Alcohol and Alkane Organic Extraction Using Pervaporation Process. *Macromolecular Symposia*, 386(1). doi: 10.1002/masy.201800247
- Han, Y., Zhang, L., & Yang, W. (2024). Synthesis of Mesoporous Silica Using the Sol–Gel Approach: Adjusting Architecture and Composition for Novel Applications. *Nanomaterials*, 14(11), 903. doi: 10.3390/nano14110903
- Harito, C., Bavykin, D. V., Yuliarto, B., Dipojono, H. K., & Walsh, F. C. (2019). Polymer nanocomposites having a high filler content: Synthesis, structures, properties, and applications. *Nanoscale*, 11(11), 4653–4682. doi: 10.1039/c9nr00117d
- Hashemi, S. A., & Mousavi, S. M. (2016). Effect of bubble based degradation on the physical properties of Single Wall Carbon Nanotube/Epoxy Resin composite and new approach in bubbles reduction. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 90, 457–469. doi: 10.1016/j.compositesa.2016.08.015
- He, Hongyun, Fan, G., Saba, F., Tan, Z., Su, Z., Xiong, D., & Li, Z. (2023). Enhanced distribution and mechanical properties of high content nanoparticles reinforced metal matrix composite prepared by flake dispersion. *Composites Part B: Engineering*, 252, 110514. doi: 10.1016/j.compositesb.2023.110514
- He, Huibin, Shen, X., & Nie, Z. (2023). Engineering interactions between nanoparticles using polymers. *Progress in Polymer Science*, 143, 101710. doi: 10.1016/j.progpolymsci.2023.101710
- Herman F., M. (Ed.). (2014). *Encyclopedia of Polymer Science and Technology* (4th Editio). Wiley. doi: 10.1002/0471440264.pst547
- Hernández, C. S., Hernández, M. S., Cerritos, R. C., Elorza, E., Mendoza-Miranda, J. M., & Navarro, R. (2017). DBTL as neutral catalyst on TEOS/PDMS anticorrosive coating. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 81(2), 405–412. doi: 10.1007/s10971-016-4198-6
- Hirschl, C., Biebl-Rydlo, M., Debiasio, M., Mühleisen, W., Neumaier, L., Scherf, W., Oreski, G., Eder, G., Chernev, B., Schwab, W., & Kraft, M. (2013). Determining the degree of crosslinking of ethylene vinyl acetate photovoltaic module encapsulants - A comparative study. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 116(June 2014), 203–218. doi: 10.1016/j.solmat.2013.04.022
- Hong, H., Zhang, J., Zhu, Y., Tse, S. D., Guo, H., Lai, Y., Xi, Y., He, L., Zhu, Z., Yin, K., & Sun, L. (2024). In Situ Polymer-Solution-Processed Graphene–PDMS Nanocomposites for Application in Intracranial Pressure Sensors. *Nanomaterials*, 14(5), 399. doi: 10.3390/nano14050399
- Hou, B., Yang, D., Ren, X., Yi, L., & Liu, X. (2024). A tactile oral pad based on carbon nanotubes for multimodal haptic interaction. *Nature Electronics*, 7(9), 777–787. doi: 10.1038/s41928-024-01234-9
- Hu, Y., Xu, Z., Hu, Y., Hu, L., Zi, Y., Wang, M., Feng, X., & Huang, W. (2022). Bismuth Quantum Dot (Bi QD)/Polydimethylsiloxane (PDMS) Nanocomposites with Self-Cleaning and Antibacterial Activity for Dental Applications. *Nanomaterials*, 12(21), 3911. doi: 10.3390/nano12213911
- Hu, Z., Nourafkan, E., Gao, H., & Wen, D. (2017). Microemulsions stabilized by in-situ synthesized nanoparticles for enhanced oil recovery. *Fuel*, 210, 272–281. doi: 10.1016/j.fuel.2017.08.004

- Hudson, R. L., Gerakines, P. A., & Ferrante, R. F. (2018). IR spectra and properties of solid acetone, an interstellar and cometary molecule. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 193, 33–39. doi: 10.1016/j.saa.2017.11.055
- Ibrahim, M. A., Jaafar, M. Z., Yusof, M. A. M., Shye, C. A., & Idris, A. K. (2023). Influence of size and surface charge on the adsorption behaviour of silicon dioxide nanoparticles on sand particles. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 674, 131943. doi: 10.1016/j.colsurfa.2023.131943
- Ichim, M., Muresan, E. I., & Codau, E. (2024). Natural-Fiber-Reinforced Polymer Composites for Furniture Applications. *Polymers*, 16(22), 3113. doi: 10.3390/polym16223113
- Ida, S., Katsurada, A., Tsujio, M., Nakamura, M., & Hirokawa, Y. (2019). Crosslinker-Based Regulation of Swelling Behavior of Poly(N-isopropylacrylamide) Gels in a Post-Polymerization Crosslinking System. *Gels*, 6(1), 2. doi: 10.3390/gels6010002
- Idumah, C. I., & Obele, C. M. (2021). Understanding interfacial influence on properties of polymer nanocomposites. *Surfaces and Interfaces*, 22, 100879. doi: 10.1016/j.surfin.2020.100879
- ISO 527-1, I. (2019). Determination of tensile properties. *International Standards Organization*.
- Jamil, H., Faizan, M., Adeel, M., Jesionowski, T., Boczkaj, G., & Balčiūnaitė, A. (2024). Recent Advances in Polymer Nanocomposites: Unveiling the Frontier of Shape Memory and Self-Healing Properties—A Comprehensive Review. *Molecules*, 29(6), 1267. doi: 10.3390/molecules29061267
- Kamal, A., Ashmawy, M., S, S., Algazzar, A. M., & Elsheikh, A. H. (2022). Fabrication techniques of polymeric nanocomposites: A comprehensive review. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science*, 236(9), 4843–4861. doi: 10.1177/09544062211055662
- Katz, S., Lachman, N., Hafif, N., Rosh, L., Pevzner, A., Lybman, A., Amitay-Rosen, T., Nir, I., & Rotter, H. (2022). Studying the Physical and Chemical Properties of Polydimethylsiloxane Matrix Reinforced by Nanostructured TiO₂ Supported on Mesoporous Silica. *Polymers*, 15(1), 81. doi: 10.3390/polym15010081
- Keya, K. N., Li, Z., Xu, L., & Xia, W. (2025). Exploring Cross-Link Density and Additive Effects on Mechanical and Morphological Behaviors of Cross-Linked Polymers. *Macromolecular Materials and Engineering*, 310(5). doi: 10.1002/mame.202400383
- Khan, H., Amin, M., Ahmad, A., Fitzgerald, J. J., Ferrar, W. T., Binga, T. D., Chladek, G., Mertas, A., Krawczyk, C., Stencel, R., Jabłońska-Stencel, E., Song, P., Peng, Z. J., Yue, Y. L., Zhang, H., Zhang, Z., Fan, Y. C., Alsawsari, F., Angamma, C., ... Tjong, S. C. (2018). Polydimethylsiloxane-titania nanocomposite coating: Fabrication and corrosion resistance. *Polymer*, 63(2), 546–553. doi: 10.1002/(SICI)1097-4628(19981121)70:8<1633::AID-APP22>3.0.CO;2-D
- Khan, H., Amin, M., Ali, M., Iqbal, M., & Yasin, M. (2017). Effect of micro/nano-SiO₂ on mechanical, thermal, and electrical properties of silicone rubber, epoxy, and EPDM composites for outdoor electrical insulations. *TURKISH JOURNAL OF ELECTRICAL ENGINEERING & COMPUTER SCIENCES*, 25(2), 1426–1435. doi: 10.3906/elk-1603-20
- Khan, I., Saeed, K., & Khan, I. (2019). Nanoparticles: Properties, applications and toxicities. *Arabian Journal of Chemistry*, 12(7), 908–931. doi: 10.1016/j.arabjc.2017.05.011
- Khan, M. U. A., Aslam, M. A., Bin Abdullah, M. F., Hasan, A., Shah, S. A., & Stojanović, G. M. (2023). Recent perspective of polymeric biomaterial in tissue engineering— a review. *Materials Today Chemistry*, 34, 101818. doi: 10.1016/j.mtchem.2023.101818
- Kherroub, D. E., & Boulaouche, T. (2020). Maghnite: novel inorganic reinforcement for single-step synthesis of PDMS nanocomposites with improved thermal, mechanical and textural properties. *Research on Chemical Intermediates*, 46(12), 5199–5217. doi: 10.1007/s11164-020-04257-x
- Kim, T. K., Kim, J. K., & Jeong, O. C. (2011). Measurement of nonlinear mechanical properties of PDMS elastomer. *Microelectronic Engineering*, 88(8), 1982–1985. doi: 10.1016/j.mee.2010.12.108
- Klonos, P., Sulym, I. Y., Borysenko, M. V., Gun'ko, V. M., Kriptou, S., Kyritsis, A., & Pissis, P. (2015). Interfacial interactions and complex segmental dynamics in systems based on silica-polydimethylsiloxane core-shell nanoparticles: Dielectric and thermal study. *Polymer*, 58, 9–21. doi: 10.1016/j.polymer.2014.12.037
- Kol, R., De Somer, T., D'hooge, D. R., Knappich, F., Ragaert, K., Achillas, D. S., & De Meester, S. (2021). State-Of-The-Art Quantification of Polymer Solution Viscosity for Plastic Waste Recycling. *ChemSusChem*, 14(19), 4071–4102. doi: 10.1002/cssc.202100876
- Konku-Asase, Y., Yaya, A., & Kan-Dapaah, K. (2020). Curing Temperature Effects on the Tensile Properties and Hardness of γ -Fe₂O₃ Reinforced PDMS Nanocomposites. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2020. doi: 10.1155/2020/6562373
- Kovalchuk, N. M., Johnson, D., Sobolev, V., Hilal, N., & Starov, V. (2019). Interactions between nanoparticles in nanosuspension. *Advances in Colloid and Interface Science*, 272, 102020. doi: 10.1016/j.cis.2019.102020
- Krishna, D. N. G., & Philip, J. (2022). Review on surface-characterization applications of X-ray photoelectron spectroscopy (XPS): Recent developments and challenges. *Applied Surface Science Advances*, 12, 100332. doi: 10.1016/j.apsadv.2022.100332
- Kumar Maurya, A., Kumar, S., Singh, M., & Manik, G. (2023). Polyamide fiber reinforced polymeric composites: A short review. *Materials Today: Proceedings*, 80, 98–103. doi: 10.1016/j.matpr.2022.10.171
- Ladegaard, A., & Sommer-Larsen, P. (2008). Physical and chemical properties of dielectric elastomers. In

- Section II: Materials (p. 10). Denmark: The Technical University of Denmark.
- Larson, E. (2015). *Thermoplastic Material Selection*. Elsevier. doi: 10.1016/C2013-0-18851-4
- Latoui, R., Bouzid, D., Dugas, P.-Y., Espinosa, E., & Boyron, O. (2024). In-situ sol-gel process for the formulation of Bis-GMA/TEGDMA/silica dental nanocomposite. *Polymer*, 313, 127731. doi: 10.1016/j.polymer.2024.127731
- Lazareva, S. V., Shikina, N. V., Tatarova, L. E., & Ismagilov, Z. R. (2017). Synthesis of high-purity silica nanoparticles by sol-gel method. *Eurasian Chemico-Technological Journal*, 19(4), 295–302. doi: 10.18321/ectj677
- Lee, H.-G., & Kim, J.-G. (2020). Volume and Surface Resistivity Measurement of Insulating Materials Using Guard-Ring Terminal Electrodes. *Energies*, 13(11), 2811. doi: 10.3390/en13112811
- Lee, H., Song, S.-I., & Jang, K.-S. (2024). The Role of Surface Treatment and Coupling Agents for Adhesion between Stainless Steel (SUS) and Polyamide (PA) of Heterojunction Bilayer Composites. *Polymers*, 16(7), 896. doi: 10.3390/polym16070896
- Lee, W., Yoo, T., Baek, K., Cho, M., Chung, H., Shin, H., & Seog Lee, Y. (2024). Strain rate effects on fracture toughness of polymer nanocomposites: A multiscale study. *Engineering Fracture Mechanics*, 298, 109924. doi: 10.1016/j.engfracmech.2024.109924
- Levy, D., & Zayat, M. (2015). *The Sol-gel Handbook: Synthesis, Characterization, and Applications*. Weinheim, Germany: Wiley-VCH.
- Li, M., Wang, Y., Ye, J., Guo, L., & Wang, H. (2025). Synthesis of Crosslinkable Alkali-Soluble Resins and Self-Crosslinking Polyacrylic Latexes. *Molecules*, 30(12), 2551. doi: 10.3390/molecules30122551
- Li, S., Zhang, J., He, J., Liu, W., Wang, Y., Huang, Z., Pang, H., & Chen, Y. (2023). Functional PDMS Elastomers: Bulk Composites, Surface Engineering, and Precision Fabrication. *Advanced Science*, 10(34). doi: 10.1002/advs.202304506
- Li, X., Li, Z., Shen, J., Zheng, Z., & Liu, J. (2021). Role of a nanoparticle network in polymer mechanical reinforcement: insights from molecular dynamics simulations. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 23(38), 21797–21807. doi: 10.1039/D1CP03153H
- Li, Y., Huang, X., Zeng, L., Li, R., Tian, H., Fu, X., Wang, Y., & Zhong, W. H. (2018). A review of the electrical and mechanical properties of carbon nanofiller-reinforced polymer composites. *Journal of Materials Science 2018 54:2*, 54(2), 1036–1076. doi: 10.1007/S10853-018-3006-9
- Li, Z., Sun, Y., Hu, F., Liu, D., Zhang, X., Ren, J., Guo, H., Shalash, M., He, M., Hou, H., El-Bahy, S. M., Pan, D., El-Bahy, Z. M., & Guo, Z. (2025). An overview of polymer-based thermally conductive functional materials. *Journal of Materials Science & Technology*, 218, 191–210. doi: 10.1016/j.jmst.2024.07.053
- Liao, Y., Li, R., Shen, C., Gong, B., Yin, F., & Wang, L. (2022). A Service Life Prediction Method of Stranded Carbon Fiber Composite Core Conductor for Overhead Transmission Lines. *Polymers*, 14(20), 4431. doi: 10.3390/polym14204431
- Llinàs, M., & David, S.-G. (2014). Nanopartículas de sílice: preparación y aplicaciones en biomedicina. *Afinidad. Journal of Chemical Engineering Theoretical and Applied Chemistry*, 71(565 SE-Articles). Retrieved from <https://raco.cat/index.php/afinidad/article/view/276498>
- Lu, Q., Choi, K., Nam, J.-D., & Choi, H. J. (2021). Magnetic Polymer Composite Particles: Design and Magnetorheology. *Polymers*, 13(4), 512. doi: 10.3390/polym13040512
- Lu, Y.-K., & Yan, X.-P. (2004). An Imprinted Organic-Inorganic Hybrid Sorbent for Selective Separation of Cadmium from Aqueous Solution. *Analytical Chemistry*, 76(2), 453–457. doi: 10.1021/ac0347718
- Ma, X., Zhang, H., Guo, Y., He, M., Guo, H., Liu, Z., Jing, X., Zheng, X., Liu, Y., Bai, S., Shi, X., Wang, J., & Gu, J. (2025). Enhancing thermal conductivity in polysiloxane composites through synergistic design of liquid crystals and boron nitride nanosheets. *Journal of Materials Science & Technology*, 231, 54–61. doi: 10.1016/j.jmst.2025.01.004
- Madidi, F., Momen, G., & Farzaneh, M. (2018). *Dielectric Properties of TiO₂ / Silicone Rubber Micro- and Nanocomposites*. 2018.
- Mahlin, D., Wood, J., Hawkins, N., Mahey, J., & Royall, P. G. (2009). A novel powder sample holder for the determination of glass transition temperatures by DMA. *International Journal of Pharmaceutics*, 371(1–2), 120–125. doi: 10.1016/j.ijpharm.2008.12.039
- Makepeace, D. K., Locatelli, P., Lindsay, C., Adams, J. M., & Keddie, J. L. (2018). Colloidal polymer composites: Are nano-fillers always better for improving mechanical properties? *Journal of Colloid and Interface Science*, 523, 45–55. doi: 10.1016/j.jcis.2018.03.067
- Malecha, K., Gancarz, I., & Tylus, W. (2010). Argon plasma-assisted PDMS–LTCC bonding technique for microsystem applications. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 20(11), 115006. doi: 10.1088/0960-1317/20/11/115006
- Mamytbekov, G. K., Zheltov, D. A., Milts, O. S., & Nurtazin, Y. R. (2024). Polymer–Zeolite Composites: Synthesis, Characterization and Application. *Colloids and Interfaces*, 8(1), 8. doi: 10.3390/colloids8010008
- Mariani, S., La Mattina, A. A., Paghi, A., Strambini, L., & Barillaro, G. (2021). Maskless Preparation of Spatially-Resolved Plasmonic Nanoparticles on Polydimethylsiloxane via In Situ Fluoride-Assisted Synthesis. *Advanced Functional Materials*, 31(26), 2100774. doi: 10.1002/adfm.202100774

- Mark, J. E. (1999). *Polymer Data Book* (1st ed.). United States of America: University of Cincinnati.
- Mark, J. E. (2007). *Physical Properties of Polymers Handbook* (James E. Mark (Ed.)). New York, NY: Springer New York. doi: 10.1007/978-0-387-69002-5
- Market Research Intellect. (2025). *Polysiloxane Market Insights - Product, Application & Regional Analysis with Forecast 2026–2033*.
- Megone, W., Roohpour, N., & Gautrot, J. E. (2018). Impact of surface adhesion and sample heterogeneity on the multiscale mechanical characterisation of soft biomaterials. *Scientific Reports*, 8(1), 6780. doi: 10.1038/s41598-018-24671-x
- Meky, N., Salama, E., Soliman, M. F., Naeem, S. G., Ossman, M., & Elsayed, M. (2024). Synthesis of Nano-silica Oxide for Heavy Metal Decontamination from Aqueous Solutions. *Water, Air, & Soil Pollution*, 235(2), 154. doi: 10.1007/s11270-024-06944-6
- Meléndez-Zamudio, M., Villegas, A., González-Calderón, J. A., Meléndrez, R., Meléndez-Lira, M., & Cervantes, J. (2017). Study of a Polydimethylsiloxane (PDMS) Elastomer Generated by γ Irradiation: Correlation Between Properties (Thermal and Mechanical) and Structure (Crosslink Density Value). *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 27(3), 622–632. doi: 10.1007/s10904-017-0503-2
- Mikhailov, M. M., Goronchko, V. A., Yuryev, S. A., Lapin, A. N., & Fedosov, D. S. (2024). Optical properties of nanocomposites based on polypropylene modified by nanoparticles of oxide compounds. *Results in Optics*, 16, 100696. doi: 10.1016/j.rio.2024.100696
- Miranda, I., Souza, A., Sousa, P., Ribeiro, J., Castanheira, E. M. S., Lima, R., & Minas, G. (2021). Properties and Applications of PDMS for Biomedical Engineering: A Review. *Journal of Functional Biomaterials*, 13(1), 2. doi: 10.3390/jfb13010002
- Monemi, M., Shahrtash, S. M., & Kalantar, M. (2024). Failure type and failure level detection of insulators according to monitored leakage current. *Heliyon*, 10(14), e34143. doi: 10.1016/j.heliyon.2024.e34143
- Montoya-Ospina, M. C., Verhoogt, H., Ordner, M., Tan, X., & Osswald, T. A. (2022). Effect of cross-linking on the mechanical properties, degree of crystallinity and thermal stability of polyethylene vitrimers. *Polymer Engineering & Science*, 62(12), 4203–4213. doi: 10.1002/pen.26178
- Moreno-Mateos, M. A., & Steinmann, P. (2024). Crosslinking degree variations enable programming and controlling soft fracture via sideways cracking. *Npj Computational Materials*, 10(1), 282. doi: 10.1038/s41524-024-01489-y
- Moulder, J. F., Strickle, W. F., & Sobol, P. E. (1992). *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy* (1rsts ed). Minnesita: Perkin-Elmer Corporation.
- Movchan, O. V., & Chornoivanenko, K. O. (2021). In situ Composites: A Review. *Uspehi Fiziki Metallov*, 22(1), 58–77. doi: 10.15407/ufm.22.01.058
- Muhamud, A. M., & Gupta, N. K. (2022). Nanostructured SiO₂ material: synthesis advances and applications in rubber reinforcement. *RSC Advances*, 12(29), 18524–18546. doi: 10.1039/D2RA02747J
- Musa, A. A., Bello, A., Adams, S. M., Onwualu, A. P., Anye, V. C., Bello, K. A., & Obianyo, I. I. (2025). Nano-Enhanced Polymer Composite Materials: A Review of Current Advancements and Challenges. *Polymers*, 17(7), 893. doi: 10.3390/polym17070893
- Naderi, M. (2015). Surface Area: Brunauer–Emmett–Teller (BET). In *Progress in Filtration and Separation* (pp. 585–608). Elsevier. doi: 10.1016/B978-0-12-384746-1.00014-8
- Nanoth, R., Jayanarayanan, K., Sarath Kumar, P., Balachandran, M., & Pegoretti, A. (2023). Static and dynamic mechanical properties of hybrid polymer composites: A comprehensive review of experimental, micromechanical and simulation approaches. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 174, 107741. doi: 10.1016/j.compositesa.2023.107741
- Nazarov, V. G., Dedov, A. V., Chernousova, N. V., & Zakharova, V. A. (2023). Water Permeability of Composite Material with Fibrous Filler. *Fibre Chemistry*, 55(4), 251–255. doi: 10.1007/s10692-023-10472-0
- Nicolais, L., & Carotenuto, G. (2013). *Nanocomposites: In Situ Synthesis of Polymer-Embedded Nanostructures*. United States: Wiley.
- Omanovi, E., Badnjevi, A., Kazlagi, A., & Hajlovac, M. (2019). *Nanocomposites : a brief review*.
- Pandey, K., Bindra, H. S., Paul, D., & Nayak, R. (2020). Smart multi-tasking PDMS Nanocomposite sponges for microbial and oil contamination removal from water. *Journal of Polymer Research*, 27(7), 1–11. doi: 10.1007/s10965-020-02109-1
- Park, J., Ha, H., Yoon, H. W., Noh, J., Park, H. B., Paul, D. R., Ellison, C. J., & Freeman, B. D. (2021). Gas sorption and diffusion in poly(dimethylsiloxane) (PDMS)/graphene oxide (GO) nanocomposite membranes. *Polymer*, 212, 123185. doi: 10.1016/j.polymer.2020.123185
- Park, K., Woo, M. A., Lim, J. A., Kim, Y. R., Choi, S. W., & Lim, M. C. (2018). In situ synthesis of directional gold nanoparticle arrays along ridge cracks of PDMS wrinkles. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 558, 186–191. doi: 10.1016/j.colsurfa.2018.08.075
- Pereira, A. C., Monteiro, S. N., Assis, F. S. de, Margem, F. M., Luz, F. S. da, & Braga, F. de O. (2017). Charpy impact tenacity of epoxy matrix composites reinforced with aligned jute fibers. *Journal of Materials Research and Technology*, 6(4), 312–316. doi: 10.1016/j.jmrt.2017.08.004
- Perez Bravo, J. J., Gerbehaye, C., Raquez, J.-M., & Mincheva, R. (2024). Recent Advances in Solid-State

- Modification for Thermoplastic Polymers: A Comprehensive Review. *Molecules*, 29(3), 667. doi: 10.3390/molecules29030667
- Pochapski, D. J., Carvalho dos Santos, C., Leite, G. W., Pulcinelli, S. H., & Santilli, C. V. (2021). Zeta Potential and Colloidal Stability Predictions for Inorganic Nanoparticle Dispersions: Effects of Experimental Conditions and Electrokinetic Models on the Interpretation of Results. *Langmuir*, 37(45), 13379–13389. doi: 10.1021/acs.langmuir.1c02056
- Ponnamma, D., Cabibihan, J.-J., Rajan, M., Pethaiah, S. S., Deshmukh, K., Gogoi, J. P., Pasha, S. K. K., Ahamed, M. B., Krishnegowda, J., Chandrashekar, B. N., Polu, A. R., & Cheng, C. (2019). Synthesis, optimization and applications of ZnO/polymer nanocomposites. *Materials Science and Engineering: C*, 98, 1210–1240. doi: 10.1016/j.msec.2019.01.081
- Post, P., Wurlitzer, L., Maus-Friedrichs, W., & Weber, A. (2018). Characterization and Applications of Nanoparticles Modified in-Flight with Silica or Silica-Organic Coatings. *Nanomaterials*, 8(7), 530. doi: 10.3390/nano8070530
- PS Market Research. (2024). *Polymer Market Research Report*. Delhi, India. Retrieved from <https://www.psmarketresearch.com/market-analysis/polymer-market>
- Puggal, S., Dhall, N., Singh, N., & Litt, M. S. (2016). *A Review on Polymer Nanocomposites: Synthesis, Characterization and Mechanical Properties*. January. doi: 10.17485/ijst/2016/v9i4/81100
- Qiao, X., Ming, Y., Xu, K., Yi, N., & Sundararajan, R. (2022). Aging of Polymeric Insulators under Various Conditions and Environments: Another Look. *Energies*, 15(23), 8809. doi: 10.3390/en15238809
- Quagliato, L., Yeon Kim, S., & Ryu, S. C. (2022). Quasi-ductile to brittle transitional behavior and material properties gradient for additively manufactured SLA acrylate. *Materials Letters*, 329, 133121. doi: 10.1016/j.matlet.2022.133121
- Rahman, I. A., & Padavettan, V. (2012). Synthesis of Silica nanoparticles by Sol-Gel: Size-dependent properties, surface modification, and applications in silica-polymer nanocomposites a review. *Journal of Nanomaterials*, 2012. doi: 10.1155/2012/132424
- Rahman, M. M., Khan, K. H., Parvez, M. M. H., Irizarry, N., & Uddin, M. N. (2025). Polymer Nanocomposites with Optimized Nanoparticle Dispersion and Enhanced Functionalities for Industrial Applications. *Processes*, 13(4), 994. doi: 10.3390/pr13040994
- Rahnamol, A., & Gopalakrishnan, J. (2020). Improved dielectric and dynamic mechanical properties of epoxy/polyaniline nanorod/ in situ reduced graphene oxide hybrid nanocomposites. *Polymer Composites*, 41(8), 2998–3013. doi: 10.1002/pc.25592
- Rajawasam, C. W. H., Dodo, O. J., Weerasinghe, M. A. S. N., Raji, I. O., Wanasinghe, S. V., Konkolewicz, D., & De Alwis Watuthantrige, N. (2024). Educational series: characterizing crosslinked polymer networks. *Polymer Chemistry*, 15(4), 219–247. doi: 10.1039/D3PY00914A
- Rangappa, S. M. (2022). *Nanoparticle-Based Polymer Composites*. Elsevier. doi: 10.1016/C2020-0-01662-2
- Ren, T., Wang, C.-Y., Huang, R., Deng, C., Xu, Y., Majumder, A., Ra, J., Shen, K., Vohs, J. M., de Pablo, J. J., Gorte, R. J., & Lee, D. (2023). Understanding polymer-porous solid interactions based on small gas molecule adsorption behavior. *Chemical Engineering Journal*, 473, 145220. doi: 10.1016/j.cej.2023.145220
- Ríos, E. A., Vega-Baudrit, J. R., Villegas, J. G., & Sánchez, J. A. (2020). Silicon nanostructures in biomedicine and biotechnology. *Momento*, 60(60), 18–40. doi: 10.15446/mo.n60.78272
- Rosales, A., Maury-Ramírez, A., Gutiérrez, R. M. De, Guzmán, C., & Esquivel, K. (2018). SiO₂@TiO₂ coating: Synthesis, physical characterization and photocatalytic evaluation. *Coatings*, 8(4), 1–13. doi: 10.3390/coatings8040120
- Roy, T., Wanchoo, S. K., & Pal, K. (2021). Synergetic proton-conducting effect of sulfonated PEEK-MO₂-CNT membranes for PEMFC applications. *Ionics*, 27(11), 4859–4873. doi: 10.1007/s11581-021-04259-8
- Rubio, F., Rubio, J., & Oteo, J. L. (1998). A FT-IR Study of the Hydrolysis of Tetraethylorthosilicate (TEOS). *Spectroscopy Letters*, 31(1), 199–219. doi: 10.1080/00387019808006772
- Rueda, M. M., Auscher, M.-C., Fulchiron, R., Périé, T., Martin, G., Sonntag, P., & Cassagnau, P. (2017). Rheology and applications of highly filled polymers: A review of current understanding. *Progress in Polymer Science*, 66, 22–53. doi: 10.1016/j.progpolymsci.2016.12.007
- Saba, N., & Jawaid, M. (2018). A review on thermomechanical properties of polymers and fibers reinforced polymer composites. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 67, 1–11. doi: 10.1016/j.jiec.2018.06.018
- Saba, N., Jawaid, M., Alothman, O. Y., & Paridah, M. T. (2016). A review on dynamic mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites. *Construction and Building Materials*, 106, 149–159. doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.12.075
- Salazar, C. (2019). *Desarrollo de un material compuesto con base en los polímeros polidimetilsiloxano y politetrafluoruro de etileno para su uso en recubrimientos de prótesis humana*. Latacunga.
- Sandhu, K. S., Siroha, A. K., Punia, S., Sangwan, L., Nehra, M., & Purewal, S. S. (2021). Effect of degree of cross linking on physicochemical, rheological and morphological properties of Sorghum starch. *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, 2, 100073. doi: 10.1016/j.carpta.2021.100073

- Sato, Y., Hayami, R., Yamamoto, K., & Gunji, T. (2024). Preparation and properties of PDMS elastomer cross-linked with hydrolyzate of tetraethoxysilane, hexaethoxydisiloxane, and octaethoxytrisiloxane: influence of cross-linker structure. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 109(1), 22–31. doi: 10.1007/s10971-023-06247-y
- Schubert, U. (2015). Part One Sol – Gel Chemistry and Methods. *The Sol-Gel Handbook: Synthesis, Characterization and Applications*, 1–28.
- Seghir, R., & Arscott, S. (2015). Extended PDMS stiffness range for flexible systems. *Sensors and Actuators, A: Physical*, 230, 33–39. doi: 10.1016/j.sna.2015.04.011
- Selvarajan, V., Obuobi, S., & Ee, P. L. R. (2020). Silica Nanoparticles—A Versatile Tool for the Treatment of Bacterial Infections. *Frontiers in Chemistry*, 8(July), 1–16. doi: 10.3389/fchem.2020.00602
- Serrano-Lotina, A., Portela, R., Baeza, P., Alcolea-Rodriguez, V., Villarreal, M., & Ávila, P. (2023). Zeta potential as a tool for functional materials development. *Catalysis Today*, 423, 113862. doi: 10.1016/j.cattod.2022.08.004
- Seshweni, M. H. E., Makhatha, M. E., Bothoko, O. J., Obadele, B. A., Vijayan, V., Chiniwar, D. S., Kumar, P., & H. M., V. (2023). Evaluation of Mechanical and Thermal Properties of Polypropylene-Based Nanocomposites Reinforced with Silica Nanofillers via Melt Processing Followed by Injection Molding. *Journal of Composites Science*, 7(12), 520. doi: 10.3390/jcs7120520
- Seyfi, J., Goodarzi, V., Wurm, F. R., Shojaei, S., Jafari-nodoushan, M., Najmoddin, N., Ali, H., Hadi, M., & Uzun, L. (2020). Progress in Organic Coatings Developing antibacterial superhydrophobic coatings based on polydimethylsiloxane / silver phosphate nanocomposites : Assessment of surface morphology , roughness and chemistry. *Progress in Organic Coatings*, 149(August), 105944. doi: 10.1016/j.porgcoat.2020.105944
- Shackelford, J. F. (2014). Introduction to Materials Science for Engineers. In <http://web.utk.edu/~prack/mse201/Chapter%205%20Diffusion%20.pdf> (Eighth edi). London: Pearson. Retrieved from <http://web.utk.edu/~prack/mse201/Chapter 5 Diffusion .pdf>
- Shahid, M. A., Rahman, M. M., Hossain, M. T., Hossain, I., Sheikh, M. S., Rahman, M. S., Uddin, N., Donne, S. W., & Hoque, M. I. U. (2025). Advances in Conductive Polymer-Based Flexible Electronics for Multifunctional Applications. *Journal of Composites Science*, 9(1), 42. doi: 10.3390/jcs9010042
- Sheraz, M., Sun, X.-F., Siddiqui, A., Hu, S., & Song, Z. (2025). Research Advances in Natural Polymers for Environmental Remediation. *Polymers*, 17(5), 559. doi: 10.3390/polym17050559
- Shi, L., Zhang, L., Yang, Y., Zhang, H., Yao, R., Yuan, C., & Cheng, S. (2023). In Situ Nano-SiO₂ Electrospun Polyethylene-Oxide-Based Nano-Fiber Composite Solid Polymer Electrolyte for High-Performance Lithium-Ion Batteries. *Nanomaterials*, 13(7), 1294. doi: 10.3390/nano13071294
- Shi, Y., Hu, M., Xing, Y., & Li, Y. (2020). Temperature-dependent thermal and mechanical properties of flexible functional PDMS/paraffin composites. *Materials & Design*, 185, 108219. doi: 10.1016/j.matdes.2019.108219
- Shivashankar, H., Kevin, A. M., Manohar, S. B. S., & Kulkarni, S. M. (2021). Investigation on dielectric properties of PDMS based nanocomposites. *Physica B: Condensed Matter*, 602, 412357. doi: 10.1016/j.physb.2020.412357
- Shrestha, S., Wang, B., & Dutta, P. (2020). Nanoparticle processing: Understanding and controlling aggregation. *Advances in Colloid and Interface Science*, 279, 102162. doi: 10.1016/j.cis.2020.102162
- Siwińska-Stefańska, K., Zdzarta, J., Paukszta, D., & Jesionowski, T. (2015). The influence of addition of a catalyst and chelating agent on the properties of titanium dioxide synthesized via the sol–gel method. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 75(2), 264–278. doi: 10.1007/s10971-015-3696-2
- Sonawane, L. D., Mandawade, A. S., Gite, A. B., Shinde, S. D., Patil, G. E., Nikam, L. K., Goswami, V. H., Bhise, R. B., Sarawade, P. B., & Shinde, M. S. (2025). Sol–gel synthesis of silicon oxide (SiO₂) nanoparticles: exploring gas sensing and photocatalytic applications. *Journal of Materials Science: Materials in Engineering*, 20(1), 8. doi: 10.1186/s40712-025-00209-8
- Song, H., Rodriguez, N. A., Oakdale, J. S., Duoss, E. B., Crawford, R. H., & Seepersad, C. C. (2023). Aging of UV curable PDMS developed for large-scale, high viscosity stereolithography. *Polymer Degradation and Stability*, 207, 110227. doi: 10.1016/j.polymdegradstab.2022.110227
- Song, Y., Mathias, P. M., Tremblay, D., & Chen, C.-C. (2003). Liquid Viscosity Model for Polymer Solutions and Mixtures. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 42(11), 2415–2422. doi: 10.1021/ie030023x
- Sonnenfeld, A., Tun, T. M., & Zajíčková, L. (2001). Deposition Process Based on Organosilicon Precursors in Dielectric Barrier Discharges at Atmospheric Pressure—A Comparison. *Plasmas and Polymers*, 6(4), 237–266. doi: 10.1023/A:1014414016164
- Sosnin, I. M., Vlassov, S., & Dorogin, L. M. (2021). Application of polydimethylsiloxane in photocatalyst composite materials: A review. *Reactive and Functional Polymers*, 158, 104781. doi: 10.1016/j.reactfunctpolym.2020.104781
- Sreejivungsa, K., & Thongbai, P. (2024). Enhanced dielectric properties of PVDF polymer nanocomposites: A study on gold–decorated, surface–modified multiwalled carbon nanotubes. *Heliyon*, 10(4), e26693. doi: 10.1016/j.heliyon.2024.e26693
- Stafie, N., Stamatialis, D. F., & Wessling, M. (2005). Effect of PDMS cross-linking degree on the permeation

- performance of PAN/PDMS composite nanofiltration membranes. *Separation and Purification Technology*, 45(3), 220–231. doi: 10.1016/j.seppur.2005.04.001
- Syafiq, A., Vengadaesvaran, B., Rahim, N. A., Pandey, A. K., Bushroa, A. R., Ramesh, K., & Ramesh, S. (2019). Transparent self-cleaning coating of modified polydimethylsiloxane (PDMS) for real outdoor application. *Progress in Organic Coatings*, 131(February), 232–239. doi: 10.1016/j.porgcoat.2019.02.020
- Tamayo-Vegas, S., Muhsan, A., Liu, C., Tarfaoui, M., & Lafdi, K. (2022). The Effect of Agglomeration on the Electrical and Mechanical Properties of Polymer Matrix Nanocomposites Reinforced with Carbon Nanotubes. *Polymers*, 14(9), 1842. doi: 10.3390/polym14091842
- Tcherdyntsev, V. V. (2021). Reinforced Polymer Composites. *Polymers*, 13(4), 564. doi: 10.3390/polym13040564
- Tefera, G., Bright, G., & Adali, S. (2024). Influence of Long-Term Moisture Exposure and Temperature on the Mechanical Properties of Hybrid FRP Composite Specimens. *Journal of Composites Science*, 8(8), 312. doi: 10.3390/jcs8080312
- Teixeira, I., Castro, I., Carvalho, V., Rodrigues, C., Souza, A., Lima, R., Teixeira, S., & Ribeiro, J. (2021). Polydimethylsiloxane mechanical properties: A systematic review. *AIMS Materials Science*, 8(6), 952–973. doi: 10.3934/matserci.2021058
- Tejani, J. G. (2023). The Influence of Crosslinking Agents on the Properties of Thermoplastic Elastomers. *Silicon Valley Tech Review*, 2(1), 1–12.
- Thomas, S., & Chirayil, C. J. (2023). *Applications of Unsaturated Polyester Resins*. Elsevier. doi: 10.1016/C2021-0-01852-6
- Tien, C. (2019). *Introduction to Adsorption Basics, Analysis, and Applications*. Elsevier. doi: 10.1016/C2018-0-00297-2
- Tillet, G., Boutevin, B., & Ameduri, B. (2011). Chemical reactions of polymer crosslinking and post-crosslinking at room and medium temperature. *Progress in Polymer Science*, 36(2), 191–217. doi: 10.1016/j.progpolymsci.2010.08.003
- Tjong, S. C. (2006). Structural and mechanical properties of polymer nanocomposites. *Materials Science and Engineering R: Reports*, 53(3–4), 73–197. doi: 10.1016/j.mser.2006.06.001
- Topuz, B., Şimşek, D., & Çiftçioğlu, M. (2015). Preparation of monodisperse silica spheres and determination of their densification behaviour. *Ceramics International*, 41(1), 43–52. doi: 10.1016/j.ceramint.2014.07.112
- Trabucco, L., Heath, S., Shaw, J., McFadden, S., Wang, X., & Ye, J. Y. (2023). Characterizing Conformational Change of a Thermoresponsive Polymeric Nanoparticle with Raman Spectroscopy. *Sensors*, 23(12), 5713. doi: 10.3390/s23125713
- Tyagi, R., Das, A. K., & Mandal, A. (2021). Formation of superhydrophobic surface with enhanced hardness and wear resistance by electrical discharge coating process. *Tribology International*, 157, 106897. doi: 10.1016/j.triboint.2021.106897
- Vaimakis-Tsogkas, D. T., Bekas, D. G., Giannakopoulou, T., Todorova, N., Paipetis, A. S., & Barkoula, N. M. (2019). Effect of TiO₂ addition/coating on the performance of polydimethylsiloxane-based silicone elastomers for outdoor applications. *Materials Chemistry and Physics*, 223, 366–373. doi: 10.1016/j.matchemphys.2018.11.011
- Varol, H. S., Meng, F., Hosseinkhani, B., Malm, C., Bonn, D., Bonn, M., Zaccone, A., & Parekh, S. H. (2017). Nanoparticle amount, and not size, determines chain alignment and nonlinear hardening in polymer nanocomposites. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 114(16). doi: 10.1073/pnas.1617069114
- Velmurugan, G., Siva Shankar, V., Nagaraj, M., Abarna, M., Rupa, B., & Raheena, S. K. (2023). Investigate the effectiveness of aluminium trihydrate on the mechanical properties of hemp/polyester based hybrid composites. *Materials Today: Proceedings*, 72, 2322–2328. doi: 10.1016/j.matpr.2022.09.399
- Vera-Graziano, R., Hernandez-Sanchez, F., & Cauch-Rodriguez, J. V. (1995). Study of crosslinking density in polydimethylsiloxane networks by DSC. *Journal of Applied Polymer Science*, 55(9), 1317–1327. doi: 10.1002/app.1995.070550905
- Viswanath, D. S. (2006). *Viscosity of Liquids*. Springer.
- Vlassov, S., Oras, S., Antsov, M., Sosnin, I., Polyakov, B., Šutka, A., Krauchanka, M. Y., & Dorogin, L. M. (2018). Adhesion and mechanical properties of PDMS-based materials probed with AFM: A review. *Reviews on Advanced Materials Science*, 56(1), 62–78. doi: 10.1515/rams-2018-0038
- Wang, D., Klein, J., & Mejía, E. (2017a). Catalytic Systems for the Cross-Linking of Organosilicon Polymers. *Chemistry - An Asian Journal*, 12(11), 1180–1197. doi: 10.1002/asia.201700304
- Wang, D., Klein, J., & Mejía, E. (2017b). Catalytic Systems for the Cross-Linking of Organosilicon Polymers. *Chemistry - An Asian Journal*, 12(11), 1180–1197. doi: 10.1002/asia.201700304
- Wang, T.-Y., Mao, J., Zhang, B., Zhang, G.-X., & Dang, Z.-M. (2024). Polymeric insulating materials characteristics for high-voltage applications. *Nature Reviews Electrical Engineering*, 1(8), 516–528. doi: 10.1038/s44287-024-00070-5
- Wang, W., Gu, B., & Liang, L. (2005). Effect of Surfactants on the Formation, Morphology, and Surface Property of Synthesized SiO₂ Nanoparticles. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 25(5), 593–601. doi:

10.1081/DIS-200027309

- Wang, Y., Cai, Y., Zhang, H., Zhou, J., Zhou, S., Chen, Y., Liang, M., & Zou, H. (2021). Mechanical and thermal degradation behavior of high-performance PDMS elastomer based on epoxy/silicone hybrid network. *Polymer*, 236, 124299. doi: 10.1016/j.polymer.2021.124299
- Wang, Z., Volinsky, A. A., & Gallant, N. D. (2014a). Crosslinking effect on polydimethylsiloxane elastic modulus measured by custom-built compression instrument. *Journal of Applied Polymer Science*, 131(22), 1–4. doi: 10.1002/app.41050
- Wang, Z., Volinsky, A. A., & Gallant, N. D. (2014b). Crosslinking effect on polydimethylsiloxane elastic modulus measured by custom-built compression instrument. *Journal of Applied Polymer Science*, 131(22). doi: 10.1002/app.41050
- Ward, I. M., & Tomlins, P. E. (2012). *Mechanical Properties of Solid Polymers* (3rd ed.). Chichester, West Sussex: John Wiley & Sons, Ltd. doi: 10.1002/9781118704203
- Wypych, G. (2016). The Effect of Fillers on the Mechanical Properties of Filled Materials. *Handbook of Fillers*, 467–531. doi: 10.1016/b978-1-895198-91-1.50010-5
- Xiong, G., Zhang, Z., & Qi, Y. (2022). Preparation of g-C₃N₄/TNTs/CNTs Photocatalytic Composite Powder and Its Enhancement of Antifouling Performance of Polydimethylsiloxane Coatings. *Nanomaterials*, 12(14), 2442. doi: 10.3390/nano12142442
- Yang, R. (2020). Polymer degradation and stability. In *Polymer Science and Nanotechnology* (pp. 125–148). Elsevier. doi: 10.1016/B978-0-12-816806-6.00007-8
- Ye, J., Jin, H., Zu, Z., Yu, B., Xiang, H., & Zhang, M. (2023). Dynamic crosslinked silicones and their composites: A review. *Engineered Science*. doi: 10.30919/es8d815
- Ysiwata, A. P. (2018). Desarrollo de recubrimientos anticorrosivos a base de una resina arílica con grafeno, nitruro de boro y óxido de titanio para su aplicación en ambientes marinos [Centro de Investigación en Química Aplicada]. In *Centro de Investigación en Química Aplicada*. doi: 10.1017/CBO9781107415324.004
- Zare, Y. (2016). Study of nanoparticles aggregation/agglomeration in polymer particulate nanocomposites by mechanical properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 84, 158–164. doi: 10.1016/j.compositesa.2016.01.020
- Zhang, H., Cheng, X., Liu, C., Liu, Z., Liu, L., Feng, C., Ju, J., & Yao, X. (2024). Ultraviolet-blocking polymers and composites: recent advances and future perspectives. *Journal of Materials Chemistry A*, 12(47), 32638–32664. doi: 10.1039/D4TA06335J
- Zhang, Xu, Liu, F., Xu, L., Xu, Z., Shen, C., Zhang, G., Meng, Q., & Gao, C. (2022). Heterostructured ZIF-8/lamellar talc composites incorporated polydimethylsiloxane membrane with enhanced separation performance for butanol recovery. *Journal of Membrane Science*, 650, 120433. doi: 10.1016/j.memsci.2022.120433
- Zhang, Xuefeng, Li, D., You, F., Li, G., Zhou, C., Cheng, D., Pan, Y., Wang, J., & Ma, J. (2023). Improved thermal stability and flame retardancy levels of cotton fabrics treated by GEL/AMP layer-by-layer assembly and silica gel composite coatings. *Cellulose*, 30(10), 6695–6718. doi: 10.1007/s10570-023-05278-6
- Zhang, Y., Adam, C., Rehnstrom, H., & Contera, S. (2024). Temporal evolution of mechanical properties in PDMS: A comparative study of elastic modulus and relaxation time for storage in air and aqueous environment. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 160, 106779. doi: 10.1016/j.jmbbm.2024.106779
- Zhao, Y., Shen, G., Wang, Y., Hao, X., & Li, H. (2023). Methyl-Trimethoxy-Siloxane-Modified Mg-Al-Layered Hydroxide Filler for Thermal-Insulation Coatings. *Materials*, 16(12), 4464. doi: 10.3390/ma16124464
- Zhu, J., Abeykoon, C., & Karim, N. (2021). Investigation into the effects of fillers in polymer processing. *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture*, 4(3), 370–382. doi: 10.1016/j.ijlmm.2021.04.003
- Zielińska, A., Carreiró, F., Oliveira, A. M., Neves, A., Pires, B., Venkatesh, D. N., Durazzo, A., Lucarini, M., Eder, P., Silva, A. M., Santini, A., & Souto, E. B. (2020). Polymeric Nanoparticles: Production, Characterization, Toxicology and Ecotoxicology. *Molecules*, 25(16), 3731. doi: 10.3390/molecules25163731
- Zou, Y., Armstrong, S. R., & Jessop, J. L. P. (2010). Quantitative analysis of adhesive resin in the hybrid layer using Raman spectroscopy. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 94A(1), 288–297. doi: 10.1002/jbm.a.32692