



Universidad Autónoma de Querétaro  
Facultad de Ingeniería  
Ingeniería en Nanotecnología

**“Evaluación de propiedades anticorrosivas del nanocompuesto  
PDMS/TiO<sub>2</sub> para su potencial aplicación en superficies metálicas en la  
industria automotriz.”**

TESIS

Que como parte de los requisitos para obtener el Grado de

Ingeniero en Nanotecnología

Presenta:

**Ismael Torres Moreno**

Dirigido por:

**Dra. Karen Esquivel Escalante**

Co-dirigido por:

**Dr. Aldo Córdoba Guerrero**

Centro Universitario, Querétaro, Qro.

Fecha de Aprobación por el consejo (Mes /Año)

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.



## Agradecimientos

Deseo expresar mi más profundo agradecimiento a mis padres, por el esfuerzo, el sacrificio y el apoyo incondicional que hicieron posible mi formación universitaria. Su confianza y respaldo constante han sido el pilar fundamental que me permitió avanzar y culminar esta etapa académica. A mi familia, por acompañarme día a día en esta gran travesía, brindándome ánimo, comprensión y fortaleza en cada momento del camino.

A mis amigos, por estar siempre presentes en mi vida, no solo apoyándome en tareas y proyectos académicos, sino también en los desafíos de la vida misma. Su amistad, apoyo y compañerismo han sido invaluable durante todo este proceso.

A mi pareja, por su apoyo constante, su paciencia y por trabajar a mi lado día a día, compartiendo tanto el esfuerzo como la motivación necesaria para seguir adelante. Su compañía y compromiso fueron un impulso esencial durante el desarrollo de este trabajo.

A mis asesores, la Dra. Karen Esquivel Escalante y el Dr. Aldo Córdoba Guerrero, cuya invaluable guía y tutoría fueron indispensables para el desarrollo y culminación de esta tesis. Su experiencia, retroalimentación constructiva y dedicación a mi formación académica resultaron fundamentales para esta investigación y ampliar mi perspectiva profesional.

Asimismo, agradezco a la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), al Centro de Geociencias de la UNAM (CGEO) y a la Universidad Autónoma de Querétaro (UAQ), instituciones en las que fue posible llevar a cabo esta tesis, proporcionando el soporte técnico y académico necesario para la realización de este trabajo.

De manera igual manera, agradezco a todo el equipo del Laboratorio de Materiales Nanoestructurados y Funcionales, por su apoyo técnico, disposición y acompañamiento durante el desarrollo de este trabajo.

Finalmente, agradezco a todas aquellas personas que han creído en mí a lo largo de mi vida, ya que su apoyo y confianza han sido una fuente constante de motivación para alcanzar este logro.

## Resumen

La corrosión en los materiales metálicos representa un desafío crítico para la industria automotriz debido a su impacto económico y a las crecientes exigencias de durabilidad y sostenibilidad. En este contexto, los recubrimientos poliméricos delgados basados en elastómeros de silicona, como el PDMS, han ganado relevancia por su flexibilidad, estabilidad química e hidrofobicidad. La incorporación de nanopartículas en matrices poliméricas ha emergido como una estrategia para optimizar propiedades barrera y funcionales, posicionando a los nanocompuestos PDMS/TiO<sub>2</sub> como sistemas de interés en la ingeniería de materiales y la ciencia de superficies para aplicaciones de protección avanzada.

Sin embargo, persisten vacíos en la comprensión del efecto real de la concentración de nanopartículas sobre el desempeño de estos recubrimientos bajo condiciones de exposición reales y aceleradas. La mayoría de los estudios se limita a evaluaciones de laboratorio de corto plazo, sin una validación integral que relacione hidrofobicidad, adhesión y resistencia a la corrosión, lo cual resulta determinante para avanzar hacia aplicaciones industriales confiables.

En este trabajo se evaluó la influencia de la concentración de nanopartículas de TiO<sub>2</sub> (0 %, 1 %, 2 % y 3 %) en las propiedades de recubrimientos PDMS/TiO<sub>2</sub> aplicados sobre acero. Las nanopartículas se sintetizaron mediante el método sol-gel y se caracterizaron estructural y morfológicamente. Los recubrimientos nanocompuestos se evaluaron mediante técnicas ópticas y de superficie, incluyendo mediciones de ángulo de contacto, ensayos de adhesión, y exposiciones a ambientes corrosivos, conforme a normas ASTM.

Esta investigación aporta evidencia experimental sólida sobre la ventana óptima de concentración de TiO<sub>2</sub> en recubrimientos PDMS, integrando ensayos normalizados y condiciones de exposición real. Los resultados obtenidos respaldan el potencial del sistema como un recubrimiento delgado, transparente y funcional para superficies metálicas de interés automotriz, y establecen bases técnicas relevantes para su optimización y eventual transferencia industrial.

**Palabras clave:** Corrosión, recubrimientos anticorrosivos, nanocompuesto polimérico, dióxido de titanio.



## Abstract

Corrosion of metallic materials represents a critical challenge for the automotive industry due to its economic impact and the increasing demands for durability and sustainability. In this context, thin polymeric coatings based on silicone elastomers, such as polydimethylsiloxane (PDMS), have gained relevance owing to their flexibility, chemical stability, and hydrophobic character. The incorporation of nanoparticles into polymer matrices has emerged as an effective strategy to enhance barrier and functional properties, positioning PDMS/TiO<sub>2</sub> nanocomposites as systems of interest in materials engineering and surface science for advanced protective applications.

However, significant gaps remain in the understanding of the actual effect of nanoparticle concentration on the performance of these coatings under real and accelerated exposure conditions. Most reported studies are limited to short-term laboratory evaluations, lacking an integrated validation that correlates surface wettability, adhesion, and corrosion resistance, which is essential for progressing toward reliable industrial applications.

This work evaluated the influence of TiO<sub>2</sub> nanoparticle concentration (0%, 1%, 2%, and 3%) on the properties of PDMS/TiO<sub>2</sub> coatings applied to steel substrates. The nanoparticles were synthesized via the sol-gel method and structurally and morphologically characterized. The nanocomposite coatings were assessed using optical and surface characterization techniques, including contact angle measurements, adhesion tests, and exposure to corrosive environments, in accordance with ASTM standards.

This research provides solid experimental evidence regarding the optimal TiO<sub>2</sub> concentration window in PDMS-based coatings, integrating standardized testing and real exposure conditions. The results support the potential of the system as a thin, transparent, and functional coating for metallic surfaces of automotive interest, and establish relevant technical foundations for its optimization and eventual industrial transfer.

**Keywords:** Corrosion, anticorrosive coatings, polymer nanocomposite, titanium dioxide.



## Índice General

### CAPÍTULO I: INTRODUCCIÓN

I.1. Introducción .....	10
I.2. Antecedentes .....	11
I.3. Planteamiento del Problema .....	14
I.4. Justificación .....	15
I.5. Objetivo General .....	16
I.6. Objetivos Específicos.....	16
I.7. Hipótesis .....	16

### CAPÍTULO II: FUNDAMETACIÓN TEÓRICA

II.1. Corrosión .....	17
II.2. Recubrimientos protectores y funcionales para aplicaciones automotrices .....	20
II.3. Materiales poliméricos .....	24
II.4.   (PDMS) .....	26
II.5. Dióxido de titanio .....	28
II.6. Nanopartículas $TiO_2$ .....	30
II.7. Reticulación (Entrecruzamiento) .....	32
II.8. Nanocompuestos poliméricos PDMS/ $TiO_2$ .....	33

### CAPÍTULO III: METODOLOGÍA

III.1. Síntesis de nanopartículas de $TiO_2$ por el método sol-gel y caracterización ....	37
III.2. Síntesis de nanocompuestos PDMS/ $TiO_2$ .....	37
III.3. Caracterizaciones Físicoquímicas para las nanopartículas .....	39
III.3.1. Microscopía electrónica de transmisión (TEM) .....	39
III.3.2. microscopía electrónica de barrido (SEM) .....	39
III.3.3. Espectrofotometría UV-visible (UV-Vis) .....	39



III.3.4.	Espectroscopía Raman.....	39
III.4.	Aplicación en placas metálicas.....	40
III.5.	Evaluación de hidrofobicidad (ASTM D7334).....	40
III.6.	Evaluación de adhesión (ASTM D3359, prueba cross-cut).....	41
III.7.	Evaluaciones de campo anticorrosivas (ASTM G4-01). ....	42
III.8.	Ensayo de corrosión en nube salina (ASTM-B-117).....	43

#### CAPÍTULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

IV.1.	Caracterización fisicoquímica de las nanopartículas de $TiO_2$ .....	45
IV.2.	Evaluación de Hidrofobicidad por ángulo de contacto.....	56
IV.3.	Análisis de la adherencia de los recubrimientos.....	60
IV.4.	Desempeño del nanocompósito en campo (ASTM G4-01).....	65
IV.5.	Desempeño del nanocompósito en niebla salina (ASTM B117).....	69

#### CAPÍTULO V: CONCLUSIONES

Referencias Bibliográficas .....	75
----------------------------------	----



## Índice de Figuras

Figura 1.- Diagrama del flujo electrónico e iónico en un proceso de corrosión metálica. (Vera López, 2023).....	¡Error! Marcador no definido.
Figura 2.- Paneles de carrocería propensas a la corrosión.(Sawyer-Beaulieu et al., 2022) .....	19
Figura 3.- Clasificación general de los recubrimientos protectores para aplicaciones automotrices. (Danková et al., 2020; Moreira et al., 2021)¡Error! Marcador no definido.	
Figura 4.- Estructura química del poli(dimetilsiloxano) (PDMS).(Hamouni et al., 2019)	27
Figura 5.- Estructura química del dióxido de titanio (TiO <sub>2</sub> ). (Bampidis et al., 2021).....	29
Figura 6.- Placas metálicas empleadas en el ensayo de adhesión por método de cinta según ASTM D3359. ....	¡Error! Marcador no definido.
Figura 7.- Figura de Microscopia TEM de las nanopartículas de TiO <sub>2</sub> sintetizadas por el método sol-gel. ....	45
Figura 8.- Análisis de tamaño de partícula TEM elaborado con el software ImageJ®. ....	¡Error! Marcador no definido.
Figura 9.- Análisis estadístico de dispersión y tendencia de tamaño de la partícula TEM. ....	¡Error! Marcador no definido.
Figura 10.- Microscopia SEM a x250 de las nanopartículas de TiO <sub>2</sub> sintetizadas por el método sol-gel. ....	47
Figura 11.- Microscopia SEM a x5.0k de las nanopartículas de TiO <sub>2</sub> sintetizadas por el método sol-gel. ....	¡Error! Marcador no definido.
Figura 12.- Grafica Raman de las nanopartículas de TiO <sub>2</sub> . ....	48
Figura 13.- Grafica espectroscopía UV-Vis por absorbancia. ....	50
Figura 14.- Estimación de la energía de banda prohibida directa del TiO <sub>2</sub> a partir del método de Tauc. ....	51
Figura 15.- Determinación de la energía de Urbach del TiO <sub>2</sub> a partir del método de Urbach. ....	52
Figura 16.- Grafica espectroscopía UV-Vis por reflectancia difusa.....	53
Figura 17.- Cálculo de la energía de banda prohibida del TiO <sub>2</sub> por el modelo de Kubelka–Munk.....	55
Figura 18.- Muestras de cada grupo de estudio (0%, 1%, 2%, 3%). ....	57



Figura 19.- Evidencia fotográfica representativa del ensayo de adhesión por cinta para recubrimientos PDMS/TiO<sub>2</sub>: (a) 0 % TiO<sub>2</sub>, (b) 1 % TiO<sub>2</sub>, (c) 2 % TiO<sub>2</sub> y (d) 3 % TiO<sub>2</sub>, tras la remoción de la cinta adhesiva. .... 63

Figura 20.- Placas sin recubrimiento después de 9 meses al intemperie. .... 67

Figura 21.- Placas con recubrimiento con 0% de TiO<sub>2</sub> después de 9 meses al intemperie. .... **¡Error! Marcador no definido.**

Figura 22.- Placas con recubrimiento con 1% de TiO<sub>2</sub> después de 9 meses al intemperie. .... **¡Error! Marcador no definido.**

Figura 23.- Placas con recubrimiento con 2% de TiO<sub>2</sub> después de 9 meses al intemperie. .... **¡Error! Marcador no definido.**

Figura 24.- Placas con recubrimiento con 3% de TiO<sub>2</sub> después de 9 meses al intemperie. .... **¡Error! Marcador no definido.**

Figura 25.- Placas de acero sin recubrimiento tras 36hrs en niebla salina..... 70

Figura 26.- Placas de acero con recubrimiento 0% tras 36hrs en niebla salina. .... 71

Figura 27.- Placas de acero con recubrimiento 1% tras 36hrs en niebla salina. .... 71

Figura 28.- Placas de acero con recubrimiento 2% tras 36hrs en niebla salina. .... 72

Figura 29.- Placas de acero con recubrimiento 3% tras 36hrs en niebla salina. .... 72





## Índice de Tablas

Tabla 1.- Valores del ángulo de contacto obtenidos para los recubrimientos PDMS/TiO <sub>2</sub> a distintas concentraciones de nanopartículas (0%, 1%, 2% y 3%). .....	58
Tabla 2.- Descripción de las clasificaciones del ensayo de adhesión por cinta según la norma ASTM D3359. ....	42
Tabla 3.- Resultados del ensayo de adhesión por cinta para recubrimientos PDMS/TiO <sub>2</sub> . .....	62
Tabla 4.- Resultados de peso antes y después de la exposición a campo. ....	68



## CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN

### I.1. Introducción

La corrosión de los materiales metálicos constituye uno de los retos más persistentes y costosos para la industria moderna. Desde los inicios de la metalurgia, este fenómeno electroquímico ha deteriorado infraestructuras, equipos y vehículos, generando pérdidas económicas estimadas entre el 2 % y el 4 % del producto interno bruto (PIB) en diversas economías nacionales (Răuță et al., 2025). Las reacciones de oxidación que conducen a la formación de óxidos y sales, que ocurren en la superficie de los materiales metálicos, comprometen la integridad estructural de componentes en sectores tan diversos como el marítimo, el petroquímico, la construcción y, de manera destacada, el automotriz (Salazar Jiménez, 2015). Tradicionalmente, las estrategias de mitigación han oscilado entre la selección de aleaciones intrínsecamente resistentes y la aplicación de recubrimientos orgánicos o metálicos, como el galvanizado o las pinturas; sin embargo, las restricciones de diseño, costo y sostenibilidad han motivado el desarrollo de soluciones más avanzadas basadas en la nanotecnología. (Hussain & Verma, 2021; Pedefferri, 2018).

A pesar del éxito parcial de inhibidores electroquímicos, protección catódica y recubrimientos convencionales, estos métodos presentan limitaciones cuando se enfrentan a condiciones ambientales extremas o ciclos de servicio prolongados. Muchos recubrimientos poliméricos pierden eficacia ante la exposición continua a humedad, sales y radiación ultravioleta, mientras que las nanopartículas dispersas de manera no homogénea pueden generar zonas débiles que facilitan la penetración de medios corrosivos, como humedad y soluciones salinas (Gurav et al., 2023; Sharif et al., 2018a). Asimismo, la mayoría de los ensayos reportados en la literatura corresponden a evaluaciones de laboratorio realizadas bajo ambientes controlados, con tiempos de exposición limitados y sin la consideración de ciclos térmicos o mecánicos, condiciones que difieren significativamente de las reales, lo que subraya la necesidad de puentes metodológicos que validen la transferencia de tecnología a escala industrial. (Revie & Uhlig, 2008)

En este contexto surge la propuesta de evaluar nanocompuestos basados en polidimetilsiloxano (PDMS) reforzado con nanopartículas de dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ). El

PDMS aporta una matriz flexible, hidrófoba y termoestable, mientras que el  $\text{TiO}_2$  contribuye con propiedades barrera, y una elevada área superficial que favorece la adhesión y la disipación de energía (Lipika & Singh, 2022a; D. Wang et al., 2017). Al combinar ambos componentes, es posible retrasar la difusión de iones corrosivos hacia la superficie metálica (D. Wang et al., 2017). Esta sinergia es especialmente prometedora para aplicaciones en carrocerías automotrices expuestas a salinidad, humedad y variaciones térmicas.

La relevancia de esta investigación radica en ofrecer una solución innovadora que integre las ventajas mecánicas, químicas y funcionales de los nanocompuestos PDMS/ $\text{TiO}_2$ , mediante un enfoque integral que abarca desde la síntesis de nanopartículas por sol-gel hasta la caracterización fisicoquímica y la evaluación del desempeño anticorrosivo bajo condiciones de campo, conforme a normas internacionales. Su aplicación potencial en la industria automotriz no solo podría reducir costos de mantenimiento y reemplazo de componentes, sino también contribuir a la seguridad de los usuarios al minimizar el riesgo de fallas estructurales asociadas a procesos de corrosión (Fainleib & Purikova, 2019; Pielichowska, 2022a).

## I.2. Antecedentes

El fenómeno de la corrosión ha acompañado al desarrollo de las industrias metalúrgicas desde sus orígenes, representando un desafío permanente debido a sus consecuencias económicas y estructurales. A lo largo de las últimas décadas, la comunidad científica ha propuesto diversas estrategias para mitigar este problema, que van desde la selección de materiales resistentes hasta el diseño de recubrimientos avanzados y la incorporación de la nanotecnología. (Revie & Uhlig, 2008)

La corrosión se define como la degradación de los metales mediante reacciones electroquímicas en el entorno, un proceso natural que conduce a la formación de compuestos estables como óxidos o sales y que compromete la integridad estructural de componentes en industrias marítima, petroquímica, automotriz y de la construcción (Salazar Jiménez, 2015). Ante esta realidad, la primera línea de defensa radica en la selección de materiales intrínsecamente resistentes; sin embargo, las restricciones de diseño y costo a menudo limitan esta opción. (Albaidani et al., 2023). Por ello, desde

principios del siglo XXI, el enfoque se ha desplazado hacia la aplicación de inhibidores electroquímicos (Salazar Jiménez, 2015), sistemas de protección catódica/anódica (Pedferri, 2018b). y recubrimientos protectores (Salazar Jiménez, 2015).

La corrosión se define como la degradación de los metales mediante reacciones electroquímicas en el entorno, un proceso natural que conduce a la formación de compuestos estables como óxidos o sales y que compromete la integridad estructural de componentes en industrias marítima, petroquímica, automotriz y de la construcción (Salazar Jiménez, 2015). Ante esta realidad, la primera línea de defensa radica en la selección de materiales intrínsecamente resistentes, cuya composición y microestructura les concede una resistencia natural frente al medio corrosivo; sin embargo, las restricciones de diseño y costo a menudo limitan esta opción (Albaidani et al., 2023). Por ello, desde principios del siglo XXI, el enfoque se ha desplazado hacia la aplicación de inhibidores electroquímicos (Salazar Jiménez, 2015), sistemas de protección catódica/anódica (Salazar Jiménez, 2015) y recubrimientos protectores (Pedferri, 2018b).

Los recubrimientos protectores actúan como barreras que impiden el contacto directo entre el metal y los agentes agresivos. Tradicionalmente, se empleaban pinturas orgánicas y capas metálicas sacrificables, como el galvanizado (Albaidani et al., 2023; S. Kumar et al., 2021). No obstante, la búsqueda constante de mayor eficiencia y sostenibilidad ha orientado las investigaciones hacia el desarrollo de recubrimientos poliméricos reforzados con nanomateriales (nanocompuestos), los cuales aprovechan las propiedades únicas de las nanopartículas para mejorar la barrera contra la corrosión y dotar al recubrimiento de mayor hidrofobicidad, incremento en la adherencia, reducción de la permeabilidad a especies corrosivas y mejora en la estabilidad mecánica y térmica (Montemor, 2014).

Recientemente, se han introducido recubrimientos basados en materiales orgánicos covalentes (COF/TpPa-1), cuyas propiedades bidimensionales y elevada área superficial favorecen la compatibilidad con matrices epóxicas, reforzando tanto la resistencia mecánica como las propiedades de barrera (Ghaderi et al., 2024). De manera similar, se ha desarrollado una capa dual de poliuretano con enlaces disulfuro y nanotubos de



carbono (CNTs), inspirada en la estructura de la piel humana, con el objetivo de conferir capacidad autorreparable y monitorización en tiempo real (H. Kong et al., 2023). Asimismo, se ha demostrado que sistemas núcleo-coraza basados en ZnO incorporados como fase funcional en recubrimientos mejoran la protección de tuberías en ambientes corrosivos (Ahmed & Mohamed, 2023). En esta misma línea, la incorporación de nano-sílice hidrofóbica en resinas epóxicas ha mostrado retardar la difusión de agua y mejorar la estabilidad térmica del sistema (Xu et al., 2021).

A pesar de estos avances, la mayoría de las investigaciones se concentran en ensayos de laboratorio que no siempre reflejan las condiciones industriales reales. No obstante, la tendencia hacia recubrimientos multifuncionales y nanocompuestos muestra un camino prometedor para cerrar esta brecha.

Dentro del campo de los recubrimientos, los polímeros han adquirido gran relevancia debido a su versatilidad y capacidad de adaptación a diversas aplicaciones. Estos materiales, caracterizados por su elevado peso molecular y la presencia de enlaces covalentes repetidos, se utilizan ampliamente como componentes funcionales, protectores o decorativos en formulaciones modernas (Berardo et al., 2013; Francis & Roberts, 2016). En los últimos años, se han explorado diversas familias poliméricas con propiedades particulares que favorecen su desempeño en recubrimientos, como el politetrahidrofurano (PTHF), cuya naturaleza elastomérica y miscibilidad en agua lo hacen adecuado para adhesivos; el polidimetilaminosiloxano (PDMAS), reconocido por su comportamiento viscoelástico y resistencia a la oxidación; y el polidimetilsiloxano (PDMS), apreciado por su transparencia, flexibilidad y estabilidad térmica (Fadl et al., 2020; Le Bellec et al., 2022; Lipika & Singh, 2022b). No obstante, aunque estos polímeros presentan un desempeño notable, su eficacia puede disminuir en condiciones extremas, como exposición prolongada a radiación ultravioleta, ambientes con alta concentración de cloruros, ciclos térmicos severos o humedad elevada, lo que ha impulsado la incorporación de agentes de refuerzo que mejoren sus propiedades estructurales y de barrera.

La incorporación de nanopartículas en matrices poliméricas ha abierto un nuevo campo de investigación en los recubrimientos anticorrosivos. Definidos como compuestos

multifásicos con al menos una dimensión en escala nano (1–100 nm), estos materiales presentan mejoras significativas en propiedades físico-mecánicas y de barrera (Gurav et al., 2023; Sharif et al., 2018b). La dispersión homogénea de nanopartículas como sílice u óxidos metálicos crea un "laberinto" que dificulta la difusión de agentes corrosivos. (D. Wang et al., 2017).

### I.3. Planteamiento del Problema

El costo económico de la corrosión incluye pérdidas directas e indirectas, que se pueden subdividir en cuatro categorías principales, (i) capital (por ejemplo, reemplazo de equipos), (ii) control (por ejemplo, control de corrosión, reparación y mantenimiento), (iii) diseño (por ejemplo, tolerancia por corrosión y materiales de construcción) y (iv) costos asociados (por ejemplo, seguro y soporte técnico). Según una investigación de la Asociación Nacional de Ingenieros de Corrosión, para minimizar las pérdidas económicas asociadas y combatir eficazmente la corrosión es necesario implementar medidas de control adecuadas, ya que aproximadamente el 25% de los costos derivados de este fenómeno son evitables (Răuță et al., 2025).

La corrosión en la industria automotriz no solo implica pérdidas económicas significativas, sino que también plantea serios riesgos para la seguridad de los ocupantes de los vehículos. El personal de esta industria debe prestar especial atención a este fenómeno, ya que la corrosión de componentes críticos puede comprometer la integridad estructural de los automóviles (P. Liu et al., 2025a). Por ejemplo, la corrosión en componentes del chasis y en sistemas de suspensión puede derivar en la degradación de la integridad estructural y en fallas mecánicas con implicaciones relevantes para la seguridad del vehículo. Históricamente, se han documentado retiros del mercado de vehículos de marcas reconocidas como Volkswagen®, Toyota®, Ford® y Chevrolet®, asociados a problemas de corrosión en componentes críticos, lo que subraya la importancia de implementar medidas de prevención anticorrosiva efectivas (X. Wang et al., s/f). La falta de atención a la corrosión puede resultar en accidentes que no solo ponen en peligro a los conductores y pasajeros, sino que también afectan a la reputación de los fabricantes de automóviles (Fainleib & Purikova, 2019; Pielichowska, 2022b).

La corrosión no solo ocasiona daños estructurales, sino que también puede constituir una fuente indirecta de contaminación ambiental, ya que la degradación de materiales metálicos puede dar lugar a la liberación de iones metálicos y compuestos solubles al entorno. Asimismo, las fallas estructurales asociadas a este fenómeno pueden provocar la contaminación de suelos y cuerpos de agua, afectando negativamente a la flora y fauna del ecosistema (Ali et al., 2019; Murtić, 2024)

#### **I.4. Justificación**

La protección contra la corrosión en los automóviles, particularmente en la carrocería, es de suma importancia debido a su exposición constante a agentes corrosivos como la humedad, la sal en carreteras, inundaciones y/o nieve.

El uso de polímeros en recubrimientos anticorrosivos se debe a las propiedades únicas que ofrecen en comparación con otros materiales. Los polímeros, como el PDMS, proporcionan una excelente flexibilidad, resistencia a la intemperie y una capacidad para formar barreras impermeables frente a agentes corrosivos (Karami et al., 2019). A diferencia de los recubrimientos tradicionales, los polímeros pueden adaptarse a las superficies metálicas de manera más efectiva, creando una capa uniforme que impide el paso de humedad, oxígeno y otros agentes que aceleran la corrosión (Norrell et al., 2020).

Los nanocompuestos, como el PDMS/TiO<sub>2</sub>, ofrecen una ventaja clave al combinar las propiedades únicas del polímero con las de las nanopartículas, resultando en una barrera más efectiva contra la corrosión. La dispersión homogénea de las nanopartículas dentro de la matriz polimérica mejora la capacidad del recubrimiento para bloquear la entrada de agentes corrosivos y ofrecer una mayor protección (N. Kumar et al., 2021; Latthe et al., 2019). Al trabajar a nivel nanométrico, los nanocompuestos presentan una interacción más eficaz entre las partículas y la superficie del metal, lo que permite crear recubrimientos más densos y menos permeables, ideales para proteger superficies metálicas expuestas a entornos corrosivos, como la carrocería de los automóviles (N. Kumar et al., 2021; Latthe et al., 2019).

El recubrimiento basado en el nanocompuesto PDMS/TiO<sub>2</sub> se plantea como una solución para la formación de una barrera protectora frente a los procesos corrosivos,

aprovechando de manera conjunta las propiedades del PDMS y de las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$ . De este modo, se busca mejorar la protección de la carrocería metálica, en particular en aquellas áreas del vehículo que se encuentran expuestas de forma continua a ambientes corrosivos, preservando su funcionalidad y estado superficial bajo condiciones exigentes, así como prolongando su vida útil.

### **I.5. Objetivo General**

Sintetizar y evaluar el desempeño del nanocompósito PDMS/ $\text{TiO}_2$  en la reducción del grado de corrosión en superficies metálicas, determinando la durabilidad y capacidad de protección en exteriores.

### **I.6. Objetivos Específicos**

- Sintetizar las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  por el método de sol-gel y caracterizar las propiedades fisicoquímicas de las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM), microscopía electrónica de barrido (SEM), espectrofotometría UV-visible (UV-Vis) y espectroscopía Raman.
- Obtener el nanocompósito PDMS/ $\text{TiO}_2$  en concentraciones de 0%, 1%, 2% y 3% (p/p) de  $\text{TiO}_2$ .
- Evaluar el desempeño del nanocompósito PDMS/ $\text{TiO}_2$  a partir de la determinación de su adherencia, hidrofobicidad y capacidad anticorrosiva, mediante ensayos de corte cruzado, mediciones de ángulo de contacto, así como pruebas de exposición en campo y en nube salina, conforme a las normas ASTM D3359, ASTM D7334, ASTM G4-01 y ASTM B117.

### **I.7. Hipótesis**

El nanocompósito PDMS/ $\text{TiO}_2$  reducirá el avance de la corrosión en superficies metálicas expuestas a la intemperie, mediante la acción hidrofóbica y de barrera del polímero PDMS, junto con el efecto de refuerzo aportado por las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$ , dando lugar a un recubrimiento con mayor estabilidad y resistencia frente a medios corrosivos.

## CAPÍTULO II. FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

### II.1. Corrosión

La corrosión es un proceso natural de degradación de los materiales metálicos que ocurre como consecuencia de reacciones químicas o electroquímicas en la interfase con su entorno. Desde el punto de vista termodinámico, los metales presentan una tendencia natural a retornar a estados de menor energía, generalmente en forma de óxidos o sales, al encontrarse en ambientes que favorecen su oxidación. Este fenómeno se ve intensificado en presencia de oxígeno, humedad y electrolitos, condiciones que permiten el establecimiento de celdas electroquímicas locales sobre la superficie del material (Fan & Shi, 2022; Shevtsov et al., 2022).

En términos electroquímicos, la corrosión implica la formación simultánea de regiones anódicas y catódicas en la superficie metálica. En las zonas anódicas ocurre la oxidación del metal, mientras que en las zonas catódicas se desarrollan reacciones de reducción, comúnmente asociadas al oxígeno disuelto. La interacción de estos procesos genera un flujo electrónico a través del metal y un transporte iónico en el electrolito, estableciendo un circuito electroquímico autosostenido responsable del deterioro progresivo del material (da Silva et al., 2023; Du et al., 2023b).

Para que este fenómeno tenga lugar deben coexistir cuatro elementos fundamentales: un ánodo, un cátodo, un electrolito y una conexión eléctrica entre las zonas activas. La intensidad del proceso depende de factores como la composición del medio, el pH, la temperatura y la disponibilidad de especies reactivas. En este contexto, la termodinámica permite establecer si la reacción es posible, mientras que la cinética determina la velocidad a la que el material se degrada. (Fan & Shi, 2022; Shevtsov et al., 2022). La Figura 1 muestra de manera esquemática la interacción entre estas regiones anódicas y catódicas, así como el flujo electrónico e iónico que caracteriza el proceso corrosivo. (da Silva et al., 2023; Leng et al., 2022).

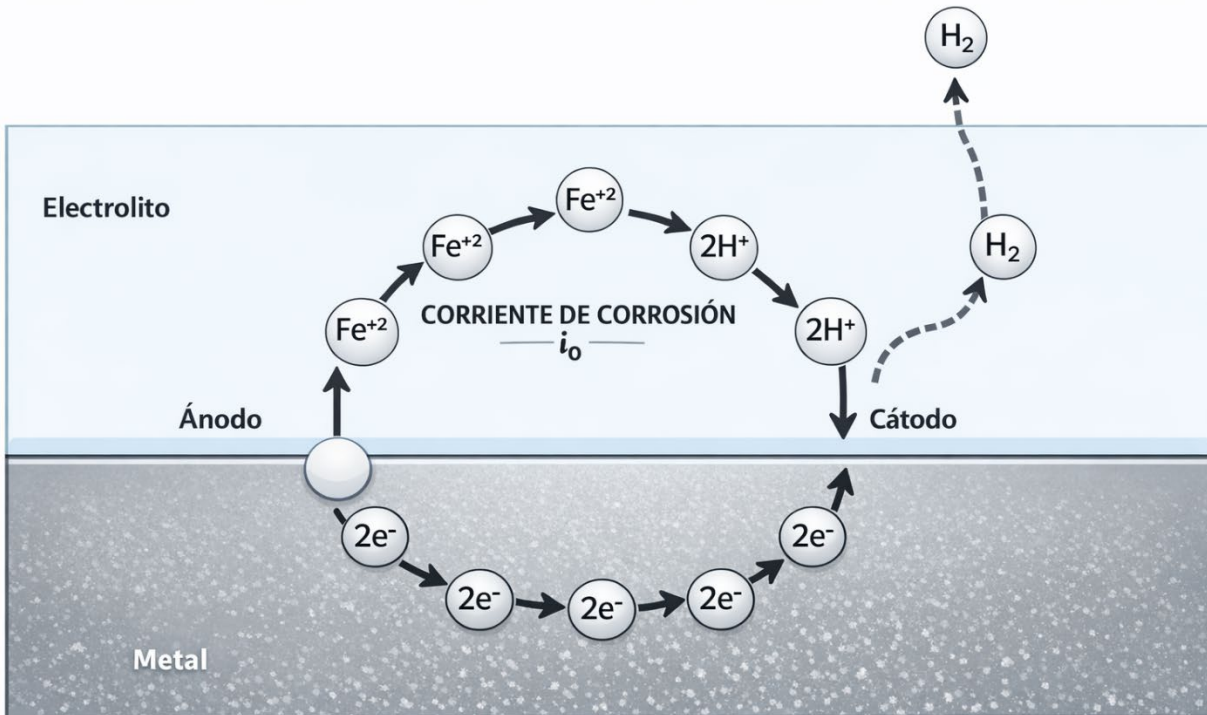


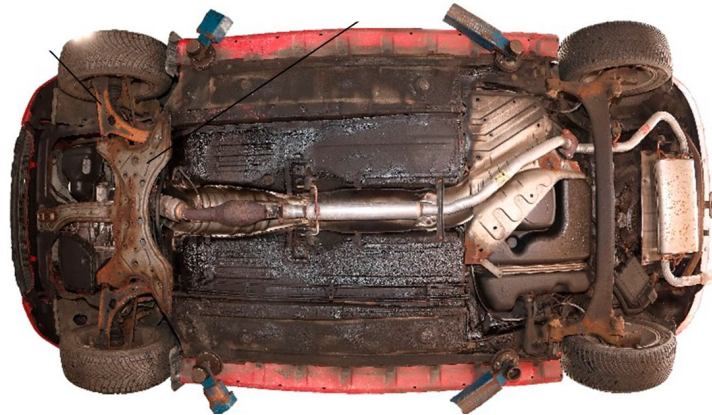
Figura 1.- Diagrama del flujo electrónico e iónico en un proceso de corrosión metálica.

En aplicaciones reales, como las automotrices, la corrosión se ve influida por ciclos de humectación y secado, variaciones térmicas y la presencia de cloruros, los cuales favorecen la formación de microambientes agresivos sobre la superficie metálica. Cuando estos procesos ocurren bajo recubrimientos porosos o defectuosos, pueden generarse gradientes locales de concentración y pH que aceleran el ataque localizado (da Silva et al., 2023; Du et al., 2023b).

Además, los procesos de transporte masivo, como la difusión y la migración iónica, pueden controlar la velocidad de corrosión cuando el suministro de especies reactivas se vuelve limitante. Esta situación es particularmente relevante en ambientes automotrices cerrados o en zonas bajo recubrimientos porosos, donde se generan gradientes locales de concentración y pH (Du et al., 2023).

En la industria automotriz, la corrosión representa un problema crítico debido a la exposición constante de los vehículos a condiciones ambientales agresivas, tales como la presencia de cloruros, humedad, ciclos térmicos, contaminantes atmosféricos y desgaste mecánico. Estas condiciones afectan especialmente uniones, tornillería, zonas

soldadas y regiones donde los recubrimientos han sido dañados, favoreciendo además la corrosión galvánica en acoplamientos metálicos disímiles. Este comportamiento se observa con mayor frecuencia en áreas específicas de la carrocería, como se muestra en la Figura 2, donde se identifican paneles particularmente propensos al desarrollo de procesos corrosivos (P. Liu et al., 2025b; Robles et al., 2022; Sawyer-Beaulieu et al., 2022).



*Figura 2.- Paneles de carrocería propensos a la corrosión. (Sawyer-Beaulieu et al., 2022)*

La corrosión puede manifestarse en diversas modalidades, entre las que destacan la corrosión uniforme, galvánica, localizada, intergranular y la corrosión bajo tensión o fatiga corrosiva. Cada una de estas formas depende de la microestructura del material, el entorno de exposición y las condiciones mecánicas, y puede conducir a la pérdida progresiva de material o a fallas prematuras de componentes estructurales (Vasagar et al., 2024; Wijewickrama et al., 2025a).

La corrosión uniforme se manifiesta como una pérdida homogénea de material en la superficie expuesta, mientras que la corrosión galvánica ocurre cuando metales con diferentes potenciales electroquímicos están en contacto eléctrico en presencia de un electrolito, provocando la disolución preferencial del metal menos noble. La corrosión localizada, que incluye la corrosión por picaduras y en grietas, se desarrolla de forma concentrada en zonas específicas, particularmente donde existen defectos en el recubrimiento o acumulación de humedad y cloruros. Por su parte, la corrosión intergranular está asociada a fenómenos microestructurales en los límites de grano, y la corrosión bajo tensión o fatiga corrosiva resulta de la interacción entre esfuerzos

mecánicos y ambientes agresivos, pudiendo conducir a fallas prematuras de componentes estructurales (Vasagar et al., 2024; Wijewickrama et al., 2025a).

La protección contra la corrosión se basa en la interrupción de los mecanismos electroquímicos responsables del deterioro. En este contexto, las estrategias anticorrosivas se clasifican en pasivas y activas. Las estrategias pasivas, como los recubrimientos protectores, actúan como barreras físicas que aíslan al metal del medio corrosivo, reduciendo la permeabilidad al agua, al oxígeno y a los iones agresivos. En la industria automotriz, estos recubrimientos incluyen sistemas poliméricos, cerámicos y metálicos, ampliamente utilizados en pinturas multicapa, galvanizados y recubrimientos de conversión para mejorar la durabilidad de los componentes expuestos (da Silva et al., 2023; Sanyal et al., 2024).

## **II.2. Recubrimientos protectores y funcionales para aplicaciones automotrices**

Los recubrimientos protectores y funcionales son sistemas diseñados para modificar las propiedades superficiales de los materiales metálicos con el fin de mejorar su resistencia frente a la corrosión, el desgaste y la degradación ambiental, así como para cumplir requisitos funcionales y estéticos. En la industria automotriz, estos sistemas desempeñan un papel fundamental al prolongar la vida útil de los componentes, reducir los costos de mantenimiento y asegurar la estabilidad visual de las superficies expuestas a condiciones de servicio severas, al tiempo que cumplen con normativas ambientales y de calidad cada vez más estrictas (Danková et al., 2020; Moreira et al., 2021).

La función principal de los recubrimientos protectores consiste en limitar la interacción directa entre el sustrato metálico y el medio ambiente, reduciendo la exposición a agentes que favorecen la degradación, tales como humedad, oxígeno, iones cloruro, contaminantes atmosféricos y radiación ultravioleta. Esta protección se logra mediante la selección y formulación de materiales capaces de disminuir la permeabilidad al agua y al oxígeno, bloquear el ingreso de especies iónicas agresivas o integrar mecanismos adicionales que prolonguen la integridad del sistema recubrimiento–sustrato (Danková et al., 2020; Jeong et al., 2021).

En este contexto, los recubrimientos metálicos y cerámicos actúan predominantemente como barreras físicas de alta estabilidad térmica y química frente a ambientes corrosivos,

mientras que los recubrimientos poliméricos aportan flexibilidad, buena adhesión al sustrato y compatibilidad ambiental, características especialmente relevantes en componentes automotrices sometidos a vibraciones, deformaciones y ciclos térmicos (Moreira et al., 2021). La combinación de estos materiales en configuraciones multicapa permite aprovechar las ventajas complementarias de cada sistema, incrementando la durabilidad y confiabilidad del recubrimiento. (Danková et al., 2020; Moreira et al., 2021).

La evolución reciente de los recubrimientos ha conducido al desarrollo de sistemas funcionales avanzados que incorporan propiedades adicionales, como resistencia a la radiación ultravioleta, control de la energía superficial y capacidad de autorreparación (Ganeshkumar et al., 2022). Estos enfoques permiten extender el desempeño del recubrimiento más allá de la protección pasiva convencional, ofreciendo soluciones más eficientes y sostenibles para aplicaciones automotrices expuestas a condiciones ambientales severas (da Silva et al., 2023; Ganeshkumar et al., 2022).

Desde el punto de vista del desempeño anticorrosivo, los recubrimientos protegen los sustratos metálicos mediante la acción combinada de distintos mecanismos que, en la práctica, suelen operar de forma simultánea. El mecanismo predominante es la protección barrera, que consiste en limitar el transporte de agua, oxígeno e iones agresivos principalmente cloruros, hacia la superficie metálica, reduciendo la velocidad de los procesos de degradación. Este efecto se intensifica cuando el recubrimiento presenta baja porosidad y una estructura densa, condiciones que dificultan la difusión de especies corrosivas (Moreira et al., 2021; Sanyal et al., 2024).

La eficacia del sistema protector depende también de la calidad de la interfaz entre el recubrimiento y el sustrato. Una adhesión adecuada impide la formación de rutas preferenciales para la corrosión bajo película y reduce el riesgo de delaminación prematura. En aplicaciones automotrices, se ha demostrado que los sistemas de doble capa, que combinan una subcapa cerámica con un recubrimiento polimérico superior, ofrecen una mejora significativa en resistencia a la corrosión y estabilidad mecánica, al favorecer una unión interfacial más robusta (Ganeshkumar et al., 2022; Moreira et al., 2021).

De manera complementaria, la modificación de la energía superficial del recubrimiento constituye un mecanismo adicional de protección. Superficies hidrofóbicas reducen el tiempo de permanencia del agua sobre el material y limitan la acumulación de contaminantes, disminuyendo así la probabilidad de activación de celdas corrosivas. Asimismo, los recubrimientos con capacidad de autorreparación, basados en microcápsulas que liberan agentes activos tras un daño mecánico, permiten restaurar parcialmente la continuidad de la barrera protectora, prolongando la vida útil del sistema en componentes automotrices expuestos a abrasión o impactos (D. Kim & Kang, 2020).

A partir de los mecanismos de protección descritos, los recubrimientos empleados en la industria automotriz pueden clasificarse atendiendo a distintos criterios, como su composición química, su función principal, el método de procesamiento y la arquitectura del sistema. Esta clasificación permite organizar de manera integral las estrategias de protección y funcionalización utilizadas para optimizar el desempeño del recubrimiento frente a ambientes corrosivos y condiciones de servicio exigentes (Danková et al., 2020; Moreira et al., 2021). Con el fin de simplificar su análisis y evitar redundancias conceptuales, estos criterios se presentan de forma esquemática en la Figura 3, la cual resume los principales tipos de recubrimientos aplicables al sector automotriz.

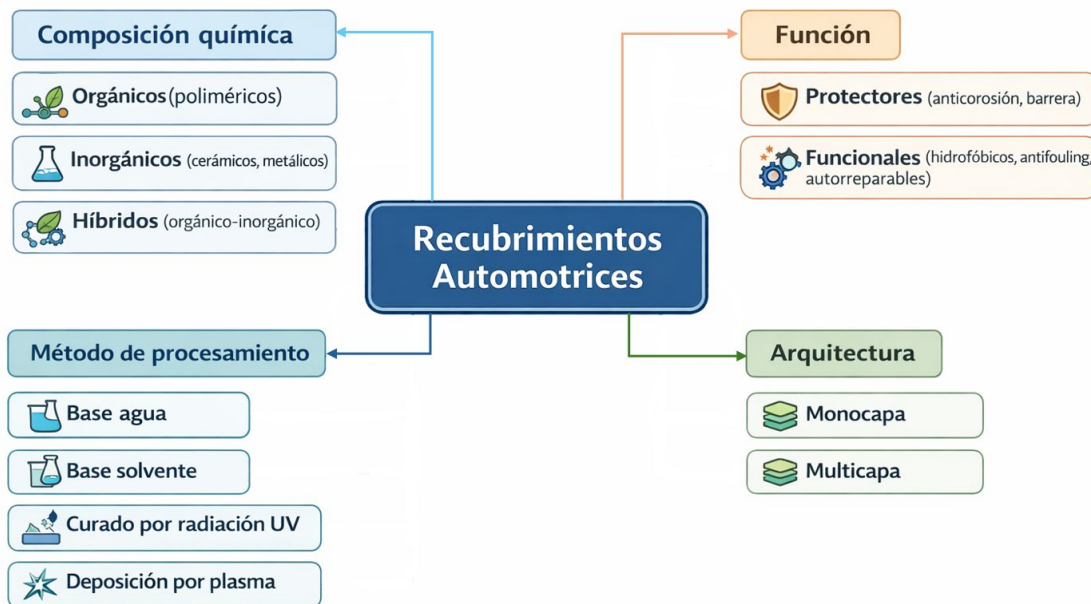


Figura 3.- Clasificación general de los recubrimientos protectores para aplicaciones automotrices (Danková et al., 2020; Moreira et al., 2021).



En términos de aplicación industrial, los recubrimientos utilizados en la industria automotriz deben cumplir exigencias simultáneas de protección anticorrosiva, durabilidad mecánica, estabilidad química y calidad estética, debido a la exposición continua de los vehículos a radiación solar, humedad, contaminantes atmosféricos, variaciones térmicas y esfuerzos mecánicos. Por ello, su desempeño se evalúa mediante normativas internacionales que estandarizan los métodos de ensayo y permiten garantizar la confiabilidad del recubrimiento durante su vida en servicio (Danková et al., 2020; Ganeshkumar et al., 2022).

La adherencia entre el recubrimiento y el sustrato metálico es un parámetro crítico, ya que una unión deficiente favorece la delaminación y el avance de la corrosión bajo película. Esta propiedad se evalúa comúnmente mediante ensayos de corte cruzado conforme a ASTM D3359 o ISO 2409, así como pruebas de arrancamiento (pull-off) según ASTM D4541 o ISO 4624, que permiten cuantificar la resistencia de adhesión. Adicionalmente, la flexibilidad de la película se determina mediante normas como ASTM D522 o ISO 1519, con el fin de verificar su integridad bajo deformaciones mecánicas típicas del entorno automotriz.

La apariencia superficial del recubrimiento, especialmente en componentes visibles de la carrocería, se controla a través de parámetros ópticos como el brillo, la uniformidad del color y el espesor de la película. Las normas ASTM D523 e ISO 2813 establecen los procedimientos para la medición del brillo a diferentes ángulos, mientras que ISO 2808 permite determinar el espesor de la película seca y húmeda, asegurando la consistencia estética y funcional del acabado.

Finalmente, la resistencia a la intemperie y la estabilidad química se evalúan mediante ensayos acelerados que simulan condiciones reales de exposición. Las normas ASTM G154, ASTM G155 e ISO 16474 permiten analizar la degradación inducida por radiación ultravioleta, humedad y temperatura, mientras que la resistencia a la abrasión, dureza e impacto se determina mediante ASTM D4060, ASTM D3363 y ASTM D2794, respectivamente. En conjunto, estos ensayos proporcionan una evaluación integral del comportamiento del recubrimiento bajo condiciones representativas del uso vehicular (Ganeshkumar et al., 2022).

### II.3. Materiales poliméricos

Los polímeros son materiales de alto peso molecular formados por la repetición de unidades estructurales denominadas monómeros, cuya arquitectura molecular y grado de entrecruzamiento determinan su comportamiento durante el procesamiento y su desempeño en servicio. En aplicaciones de recubrimientos, estos materiales se emplean como matrices capaces de formar películas continuas con propiedades de protección, flexibilidad y resistencia química frente a ambientes agresivos, características esenciales en componentes automotrices expuestos a condiciones variables de operación (Lucherelli et al., 2023; Mahmood et al., 2024).

El comportamiento de un polímero está estrechamente ligado a su estructura molecular. Factores como la longitud de cadena, el grado de cristalinidad y la naturaleza de los enlaces influyen en su respuesta frente al calor, los solventes y las cargas mecánicas. En recubrimientos, estas variables condicionan propiedades como la adherencia al sustrato, el módulo elástico, la permeabilidad y la resistencia al desgaste. Los avances en la ciencia de polímeros han permitido ajustar estas propiedades mediante modificaciones químicas o la combinación de distintos tipos de polímeros, con el objetivo de optimizar el desempeño del recubrimiento en función de las condiciones de servicio (Mahmood et al., 2024).

Desde el punto de vista de su comportamiento térmico y estructural, los polímeros utilizados en recubrimientos se clasifican generalmente en termoplásticos, termoestables y elastómeros. Esta clasificación define su procesabilidad, su respuesta mecánica y su estabilidad frente a condiciones ambientales. En aplicaciones automotrices, estas familias se integran con frecuencia en sistemas híbridos para equilibrar flexibilidad, resistencia mecánica y estabilidad química. (Lucherelli et al., 2023; Memon & Wei, 2020)

Los polímeros termoplásticos presentan cadenas lineales o ligeramente ramificadas que se ablandan al calentarse y solidifican al enfriarse sin experimentar cambios químicos permanentes, lo que permite su reprocesamiento. En recubrimientos, se valoran por su flexibilidad, capacidad de deformación y buena adherencia, cualidades importantes en superficies sometidas a vibraciones o impactos. Dentro de este grupo, los elastómeros termoplásticos y los vulcanizados termoplásticos combinan una fase elastomérica con

una matriz termoplástica continua, lo que les permite tolerar deformaciones cíclicas sin pérdida de integridad estructural (Burgoa et al., 2023).

Los polímeros termoestables forman redes tridimensionales de enlaces covalentes durante el proceso de curado, por lo que no pueden fundirse ni reprocesarse una vez establecidos. Esta estructura les confiere elevada rigidez, estabilidad térmica y resistencia química, propiedades que los hacen adecuados para recubrimientos de alto desempeño sometidos a temperaturas elevadas o ambientes corrosivos, como los sistemas epóxicos y poliuretanos reticulados utilizados en el sector automotriz (Lucherelli et al., 2023; Memon & Wei, 2020). La naturaleza irreversible de estas redes limita la reparación y el reciclaje, lo que ha motivado el desarrollo de formulaciones basadas en enlaces dinámicos que permiten cierta reconfiguración estructural sin comprometer la estabilidad química (Wen et al., 2022).

Los elastómeros, caracterizados por una baja densidad de entrecruzamiento, pueden experimentar grandes deformaciones reversibles sin fracturarse. En recubrimientos, esta propiedad resulta clave para absorber tensiones asociadas a vibraciones, impactos o desajustes térmicos entre el recubrimiento y el sustrato, reduciendo el riesgo de agrietamiento y delaminación durante el servicio. En aplicaciones automotrices se incorporan comúnmente en sistemas híbridos, como mezclas elastómero-termoplástico o formulaciones basadas en poliuretanos termoplásticos, con el fin de mantener flexibilidad sin sacrificar resistencia al desgaste (Z. Chen et al., 2023; Jeon & Park, 2022).

El desempeño de un recubrimiento polimérico no depende únicamente del tipo de polímero empleado, sino del diseño integral del sistema. Propiedades como la adhesión, la respuesta mecánica y la estabilidad térmica y química están interrelacionadas y condicionan la durabilidad del recubrimiento en servicio. La adhesión resulta especialmente crítica, ya que una unión deficiente favorece la delaminación y la progresión de la corrosión bajo película. Esta propiedad depende de la energía superficial del polímero, la preparación del sustrato, la humectación y las condiciones de curado, así como de las interacciones fisicoquímicas a escala molecular (Z. Chen et al., 2023; McClements & Koutsos, 2024).

Desde el punto de vista mecánico, los recubrimientos deben equilibrar rigidez y capacidad de deformación para resistir esfuerzos externos sin generar fallas prematuras. Los sistemas termoestables ofrecen alta dureza y resistencia al rayado, pero pueden volverse frágiles bajo cargas dinámicas. La incorporación de dominios elastoméricos o el uso de redes dinámicas mejora la tenacidad y la tolerancia al daño sin comprometer la integridad estructural (Burgoa et al., 2023; Lucherelli et al., 2023; Wen et al., 2022). La presencia y compatibilidad de aditivos o refuerzos influyen en el envejecimiento del material y en la estabilidad del recubrimiento durante exposiciones prolongadas, por lo que la compatibilidad interfacial y la reticulación controlada resultan determinantes para obtener películas estables frente a ambientes corrosivos (McClements et al., 2020; McClements & Koutsos, 2024).

#### **II.4. Polidimetilsiloxano**

El polidimetilsiloxano (PDMS) es un elastómero de silicona ampliamente utilizado en recubrimientos funcionales debido a su elevada procesabilidad, flexibilidad mecánica y estabilidad química. Su estructura está basada en una cadena siloxano formada por unidades repetitivas  $\text{-Si-O-Si-}$  con grupos dimetilo como sustituyentes laterales, lo que confiere alta movilidad segmentaria y un comportamiento elastomérico estable en amplios intervalos de temperatura. Esta arquitectura molecular explica su baja temperatura de transición vítrea y su capacidad para adaptarse a deformaciones mecánicas sin fractura, características que han favorecido su uso en recubrimientos protectores y aplicaciones sometidas a condiciones ambientales variables (Belova et al., 2022; Khatir et al., 2025). La Figura 4 muestra la estructura química del poli(dimetilsiloxano), ilustrando la disposición de la cadena siloxano y los grupos laterales que determinan sus propiedades físicas (Hamouni et al., 2019).

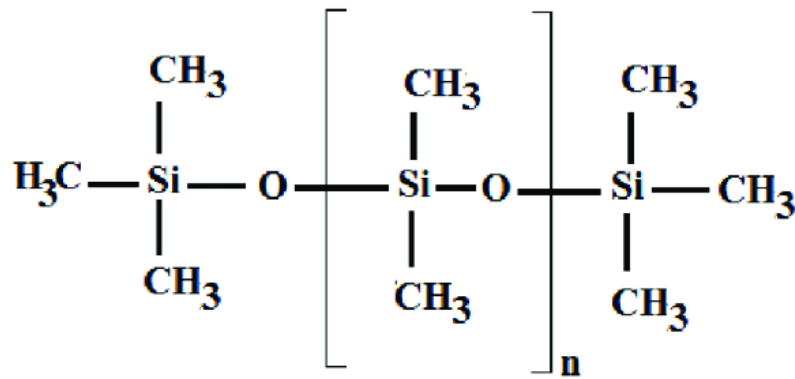


Figura 4.- Estructura química del poli(dimetilsiloxano) (PDMS) (Hamouni et al., 2019).

La versatilidad del PDMS se asocia a la posibilidad de modificar su estructura mediante el control de la densidad de entrecruzamiento o la funcionalización de las cadenas poliméricas. Estas estrategias permiten ajustar propiedades interfaciales como la energía superficial, la humectabilidad y la compatibilidad con otros materiales, aspectos determinantes en sistemas de recubrimiento donde la interacción con el sustrato controla la durabilidad del desempeño. En este contexto, el PDMS se ha empleado como matriz en recubrimientos y compósitos flexibles, demostrando una combinación favorable de estabilidad química y conformabilidad estructural (Schneider et al., 2021; Sheshkar et al., 2021).

A pesar de estas ventajas, el PDMS presenta una baja energía superficial y elevada inercia química, lo que limita su adhesión directa sobre sustratos metálicos utilizados en aplicaciones automotrices e industriales. Estas características dificultan la formación de interacciones interfaciales estables, especialmente bajo condiciones de humedad, radiación ultravioleta y cargas mecánicas, favoreciendo fenómenos de delaminación y degradación prematura del recubrimiento. La preparación del sustrato, así como la presencia de óxidos y contaminantes superficiales, influyen de manera significativa en la estabilidad del sistema recubrimiento–sustrato (D. Kim & Kang, 2020; Papavassiliou & Lima, 2025).

Las limitaciones mecánicas y térmicas del PDMS puro también restringen su aplicación en recubrimientos sometidos a esfuerzos elevados o gradientes térmicos pronunciados. En comparación con matrices poliméricas de mayor rigidez o sistemas inorgánicos, el PDMS presenta un módulo elástico y una conductividad térmica relativamente bajos,

además de cierta susceptibilidad al envejecimiento bajo radiación o ambientes oxidantes (Bian et al., 2024; Sheshkar et al., 2021).

Para ampliar su rango de aplicación, se ha recurrido al diseño de sistemas compuestos mediante la incorporación de nanopartículas. La adición de refuerzos inorgánicos permite mejorar simultáneamente la resistencia mecánica, la estabilidad térmica y la eficiencia de barrera del recubrimiento, sin comprometer la flexibilidad característica del elastómero. Entre estos refuerzos, el dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) se ha consolidado como una de las opciones más utilizadas debido a su estabilidad química, resistencia a la radiación ultravioleta y compatibilidad con matrices poliméricas (Han et al., 2023; Song et al., 2023).

En matrices de PDMS, la incorporación de  $\text{TiO}_2$  introduce trayectorias de difusión más tortuosas para especies agresivas, reduciendo la permeabilidad al agua y al oxígeno y contribuyendo a una mayor durabilidad del recubrimiento. Asimismo, una dispersión adecuada de las nanopartículas permite mejorar el comportamiento mecánico y la resistencia al desgaste, factores críticos en superficies metálicas expuestas a ambientes severos. Estas características sustentan el interés del sistema PDMS/ $\text{TiO}_2$  como base para el desarrollo de recubrimientos nanocompuestos con desempeño anticorrosivo mejorado (Bian et al., 2024; Papavassiliou & Lima, 2025).

## II.5. Dióxido de titanio

El dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) es un óxido metálico ampliamente estudiado y aplicado en ciencia de materiales debido a su elevada estabilidad química, baja toxicidad, abundancia natural y versatilidad funcional. Estas características han favorecido su uso en recubrimientos, catálisis, fotocatálisis y sistemas de protección superficial, donde su desempeño puede ajustarse mediante el control de fase cristalina, tamaño de partícula, dopaje e ingeniería de defectos (Eddy et al., 2023; Han et al., 2023; H. Kong et al., 2023). En términos electrónicos, el  $\text{TiO}_2$  se comporta como un semiconductor de banda ancha, cuya actividad puede modificarse de manera controlada a través de alteraciones estructurales y composicionales, lo que explica su relevancia continua en aplicaciones tecnológicas (De Lile et al., 2022; Tian et al., 2014; Yamazaki et al., 2020).

Desde el punto de vista estructural, el  $\text{TiO}_2$  se presenta en distintos polimorfos, siendo anatasa y rutilo los más relevantes desde el punto de vista tecnológico, mientras que brookita y aparecen con menor frecuencia. Cada fase posee arreglos cristalinos y terminaciones superficiales distintas, lo que condiciona la adsorción de especies, la formación de defectos y el transporte de carga. La coexistencia de fases en materiales reales influye de manera directa en la dinámica electrónica y en la reactividad superficial, por lo que el control de fase durante la síntesis constituye una variable clave de diseño del material (Z. Chen et al., 2023; Eddy et al., 2023; Zhang et al., 2024).

La Figura 5 muestra la estructura química del dióxido de titanio, destacando la coordinación del titanio con oxígeno y la base estructural común a sus diferentes fases cristalinas (Bampidis et al., 2021). La estabilidad relativa de estas fases depende del tamaño de partícula y de las condiciones térmicas y químicas del entorno, observándose que anatasa puede transformarse en rutilo bajo ciertas condiciones, mientras que brookita suele participar como fase transitoria o minoritaria en sistemas polifásicos (Arrouvel et al., 2009; Eddy et al., 2023).

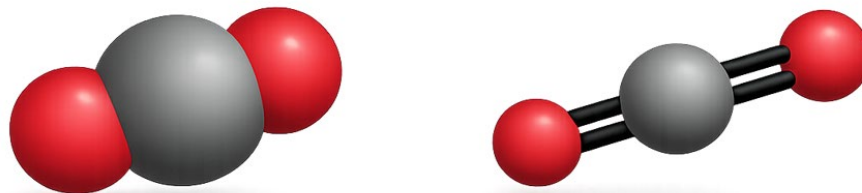


Figura 5.- Estructura química del dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) (Bampidis et al., 2021).

La fase anatasa ha sido ampliamente utilizada debido a su elevada área superficial a escala nanométrica y a su respuesta favorable en procesos fotoinducidos. En sistemas mixtos, la presencia de anatasa favorece la separación de cargas y la redistribución de defectos, efectos que se ven reforzados mediante dopaje o control del estado defectivo. Estas estrategias permiten modificar la estructura electrónica y extender la actividad del  $\text{TiO}_2$  hacia regiones espectrales más amplias, sin alterar su estabilidad química intrínseca (De Lile et al., 2022; McClements et al., 2020; Tian et al., 2014).

El rutilo, fase termodinámicamente estable del  $\text{TiO}_2$ , presenta propiedades electrónicas y superficiales distintas a las de anatasa. Aunque suele mostrar una movilidad de portadores menor, su comportamiento puede optimizarse mediante la introducción controlada de vacancias de oxígeno o mediante su integración en sistemas bifásicos. En estos casos, el rutilo contribuye a mejorar la separación de cargas y a activar rutas reactivas específicas, especialmente en materiales diseñados con defectos superficiales bien definidos (Berardo et al., 2013; Usui et al., 2023; Yamazaki et al., 2020).

La brookita, aunque menos frecuente, ha despertado interés por su participación en sistemas heterofásicos donde influye en la distribución de defectos y en la estabilidad estructural del material. Su incorporación en combinaciones anatasa–brookita o rutilo–brookita puede generar interfaces con propiedades electrónicas diferenciadas, contribuyendo a respuestas catalíticas y fotoelectroquímicas mejoradas respecto a sistemas monofásicos (Arrouvel et al., 2009; Z. Chen et al., 2023; Moklyak et al., 2020).

## II.6. Nanopartículas $\text{TiO}_2$

El método sol-gel se emplea ampliamente para la síntesis de nanopartículas de dióxido de titanio debido a su capacidad para controlar el tamaño de partícula, la morfología y la fase cristalina a escala nanométrica. El proceso se basa en reacciones de hidrólisis y condensación de precursores alcóxidos, comúnmente isopropóxido de titanio, que conducen a la formación de un gel coloidal homogéneo con composición y estructura controladas (Olewi et al., 2024; Putra et al., 2020).

Las condiciones de síntesis regulan directamente las propiedades finales del  $\text{TiO}_2$ . La acidez del medio controla la velocidad de hidrólisis del precursor y afecta la uniformidad del tamaño de partícula, mientras que la agitación limita la aglomeración temprana del



sol. El envejecimiento del gel, la relación agua/precursor y la temperatura de calcinación determinan la densificación de la red inorgánica y la fase cristalina predominante, permitiendo obtener nanopartículas de alta pureza y tamaño uniforme, con predominio de anatasa (Olewi et al., 2024; Pawar & Lamdhale, 2025; Putra et al., 2020).

A escala nanométrica, el  $\text{TiO}_2$  puede cristalizar en las fases anatasa, rutilo y brookita, cuyas proporciones dependen del método de síntesis y del tratamiento térmico. La fase anatasa presenta mayor estabilidad relativa a temperatura ambiente y una estructura que favorece la adsorción superficial y la interacción interfacial, mientras que el rutilo suele formarse a temperaturas más elevadas y presenta menor área específica (Al-Shehri et al., 2024; Olewi et al., 2024; Putra et al., 2020).

Las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  obtenidas por sol-gel suelen mostrar morfología aproximadamente esférica y distribuciones de tamaño estrechas, comúnmente entre 20 y 40 nm, lo que favorece su dispersión homogénea en matrices sólidas y sistemas de recubrimiento. Otras rutas de síntesis, como el electrohilado o la deposición por capas atómicas, permiten obtener morfologías específicas como nanotubos o fibras, evidenciando la versatilidad estructural del  $\text{TiO}_2$  a escala nanométrica (Kéri et al., 2021; Olewi et al., 2024).

Las propiedades superficiales del  $\text{TiO}_2$ , particularmente la densidad de defectos y la presencia de grupos hidroxilo, influyen de manera directa en su reactividad química y en la interacción con matrices poliméricas. Las nanopartículas en fase anatasa presentan elevada energía superficial, lo que favorece el anclaje interfacial y la transferencia de esfuerzos, además de aportar estabilidad térmica y resistencia frente a radiación ultravioleta (Arshad et al., 2023; Cazan et al., 2021; Nawaz et al., 2022).

La fase anatasa del  $\text{TiO}_2$  se emplea como agente de refuerzo en matrices poliméricas debido a su estabilidad estructural y afinidad interfacial con cadenas poliméricas. Esta interacción favorece una transferencia de esfuerzos más eficiente entre la fase inorgánica y la matriz, lo que se traduce en incrementos del módulo elástico, la resistencia térmica y la durabilidad del material compuesto (Al-Shehri et al., 2024; Nawaz et al., 2022).

La incorporación de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  anatasa en matrices como PLA, PMMA, PVDF o resinas epóxicas ha demostrado mejoras consistentes en rigidez, estabilidad térmica y comportamiento dieléctrico, siempre que se garantice una dispersión homogénea y una adecuada compatibilidad interfacial. Estos factores controlan la integridad estructural del polímero y permiten el desarrollo de materiales multifuncionales para aplicaciones automotrices, biomédicas y electrónicas (Abbas et al., 2024; Cazan et al., 2021; Nur Ain Syafiqah et al., 2021).

## II.7. Reticulacion (Entrecruzamiento)

El entrecruzamiento, o reticulación, es un proceso químico o físico mediante el cual un polímero lineal o ligeramente ramificado se transforma en una red tridimensional, adquiriendo estabilidad dimensional y comportamiento termoestable. A diferencia de la polimerización, la reticulación ocurre de manera posterior a la formación de las cadenas macromoleculares y define propiedades finales como rigidez, elasticidad y resistencia térmica. Este proceso puede inducirse por calor, radiación o agentes reticulantes, conduciendo a un incremento progresivo de la viscosidad hasta alcanzar el punto de gelificación, donde el sistema se convierte en una estructura sólida continua e insoluble (Lewicki et al., 2011; Pan et al., 2025; Yang et al., 2022).

Durante el desarrollo de la red, la interconexión de macromoléculas restringe la movilidad segmentaria, incrementa la temperatura de transición vítrea y el módulo elástico, y reduce el volumen libre y la solubilidad. Estas modificaciones explican la mejora simultánea de la resistencia mecánica y la estabilidad dimensional del material, ya que el peso molecular efectivo del sistema aumenta conforme se completa la red tridimensional (Bian et al., 2024; Lewicki et al., 2011).

En elastómeros, el entrecruzamiento se produce comúnmente mediante mecanismos radicalarios asociados a procesos de vulcanización. Iniciadores como los peróxidos generan radicales libres que reaccionan con dobles enlaces o grupos funcionales de la cadena, estableciendo uniones covalentes entre macromoléculas. Este proceso puede acelerarse mediante catalizadores metálicos u organometálicos y agentes multifuncionales, lo que permite ajustar la densidad de entrecruzamiento y las propiedades mecánicas finales del material (Diaz Armas et al., 2025).

Además del entrecruzamiento covalente permanente, existen redes basadas en interacciones físicas o reversibles, sustentadas en fuerzas no covalentes como puentes de hidrógeno, coordinaciones metálicas o atrapamientos físicos. Estas uniones pueden romperse y reconstituirse bajo estímulos externos, otorgando propiedades dinámicas como autorreparación, reconfiguración estructural y amortiguación de energía. La topología de la red controla la elasticidad, el grado de hinchamiento y la resistencia a la fractura, parámetros que pueden correlacionarse mediante técnicas reológicas y espectroscópicas (X. Wang et al., 2022).

En polímeros de silicona, particularmente en el PDMS, la reticulación define la arquitectura de la red y controla propiedades como módulo elástico, estabilidad dimensional y resistencia química. Los métodos más utilizados incluyen sistemas iniciados por peróxidos y reacciones de adición catalizadas, como la hidrosililación, que permiten formar redes homogéneas con control preciso de la densidad de enlaces (X. Wang et al., 2022; Yan et al., 2022).

El grado de reticulación en PDMS controla su respuesta mecánica, térmica y de transporte. Un incremento en la densidad de enlaces aumenta el módulo elástico y la resistencia a la tracción, mientras reduce la elongación a la rotura, la permeabilidad y la difusión de solventes y gases. Estas propiedades dependen tanto del número de enlaces como de la arquitectura de la red y de la calidad de las interfaces en sistemas compuestos (G. M. Kim et al., 2021; Nagel et al., 2023; Okamoto et al., 2021).

## **II.8. Nanocompuestos poliméricos PDMS/TiO<sub>2</sub>**

En los nanocompuestos poliméricos basados en PDMS/TiO<sub>2</sub>, el comportamiento del material está gobernado por la interacción entre una matriz elastomérica continua y una fase inorgánica dispersa, cuya presencia modifica la microestructura y las propiedades funcionales del sistema. La incorporación de nanopartículas de TiO<sub>2</sub> introduce restricciones locales en la movilidad segmentaria del PDMS y genera regiones interfaciales con propiedades distintas a las de la matriz libre, lo que permite ajustar el desempeño térmico, dieléctrico y funcional del recubrimiento en función de la fase cristalina, la concentración y la morfología del refuerzo (Mallia et al., 1d. C.; Papachristou et al., 2022; Vanskeviče et al., 2024).

Desde el punto de vista térmico, la presencia de  $\text{TiO}_2$  en la matriz de PDMS incrementa la estabilidad del sistema al limitar la degradación de las cadenas poliméricas y actuar como barrera frente a la difusión de productos volátiles. Este efecto se intensifica a concentraciones moderadas de nanopartículas bien dispersas, donde la elevada área interfacial favorece la restricción molecular sin comprometer la continuidad de la fase elastomérica, fenómeno evidenciado mediante análisis DSC y TGA (Papachristou et al., 2022).

Las propiedades dieléctricas y acústicas del sistema PDMS/ $\text{TiO}_2$  se encuentran estrechamente ligadas a la polarización interfacial generada entre la matriz polimérica y el óxido metálico. El contraste de permitividad entre ambas fases induce acumulación de carga en la interfaz, modificando la respuesta dieléctrica y ultrasónica del material. La magnitud de estos efectos depende del estado cristalino del  $\text{TiO}_2$  y de su distribución dentro del PDMS, lo que refleja la importancia del control microestructural en el diseño del nanocompósito (Mallia et al., 1d. C.; Vanskeviče et al., 2024).

En sistemas donde el  $\text{TiO}_2$  se encuentra embebido de forma homogénea en la matriz polimérica, la interfaz polímero-óxido puede favorecer la estabilización de cargas fotoinducidas y reducir la recombinación de pares electrón-hueco. Este comportamiento resulta relevante en recubrimientos con funcionalidades activas, donde se ha observado una mejora en la eficiencia de procesos de degradación fotocatalítica de contaminantes orgánicos bajo irradiación controlada (E. Z. Wang et al., 2021).

El desempeño del nanocompósito depende de manera directa de la naturaleza de la matriz polimérica, que actúa como fase continua responsable de la transferencia de esfuerzos, el transporte molecular y la estabilidad estructural del sistema. En matrices elastoméricas como el PDMS, la baja tensión superficial y la elevada movilidad segmentaria facilitan la incorporación de refuerzos inorgánicos, siempre que exista una adecuada compatibilidad interfacial y un control efectivo del procesamiento (Khan et al., 2023; Mugemana et al., 2022).

La dispersión del  $\text{TiO}_2$  dentro del PDMS está condicionada por el método de preparación y por la movilidad de las cadenas durante el curado. Técnicas como la mezcla en solución o el colado permiten una distribución más homogénea del refuerzo, reduciendo la

formación de aglomerados que pueden actuar como concentradores de esfuerzo o rutas preferenciales de degradación. La calidad de esta dispersión influye directamente en la resistencia mecánica, la respuesta dieléctrica y la estabilidad del nanocompósito (Khan et al., 2023; Qiang et al., 2022).

La adhesión interfacial entre el PDMS y el  $\text{TiO}_2$  controla la eficiencia de transferencia de esfuerzos y la integridad estructural del material bajo sollicitaciones mecánicas o térmicas. Nanopartículas con afinidad superficial adecuada o tratadas químicamente presentan interacciones más eficientes con la matriz, lo que se traduce en mejoras funcionales incluso a bajas concentraciones de carga, sin comprometer la flexibilidad característica del elastómero (Faruk ÜNSAL et al., 2020; Hiremath & Kulkarni, 2020).

En matrices termoestables, como epoxis o viniléster, la formación de la red suele ocurrir mediante polimerización o curado *in situ*, lo que facilita el atrapamiento de las nanopartículas durante el crecimiento de la matriz y puede favorecer distribuciones más homogéneas cuando se controla la reología y la cinética de gelificación. En matrices elastoméricas como el PDMS, se emplean con frecuencia rutas basadas en mezcla en solución o colado, donde la movilidad de cadena previa a la reticulación y el estado de dispersión del refuerzo condicionan la microestructura final y, en consecuencia, la resistencia a la fractura y el transporte molecular dentro del compuesto (Khan et al., 2023; Qiang et al., 2022).

El solvente empleado durante la preparación del nanocompósito desempeña un papel determinante en la conformación de la matriz y en la organización espacial del refuerzo. Su polaridad, volatilidad y afinidad con ambas fases condicionan el equilibrio de interacciones intermoleculares, afectando la dispersión del  $\text{TiO}_2$  y la homogeneidad del sistema final (Mittal, 2009; Mugemana et al., 2022).

Durante procesos como la mezcla en solución o el moldeo por evaporación de disolvente, la velocidad de evaporación del solvente controla la movilidad segmentaria del PDMS y la redistribución de las nanopartículas. Evaporaciones controladas favorecen una microestructura más uniforme, mientras que eliminaciones rápidas pueden inducir segregación de fases y defectos que afectan la estabilidad térmica y mecánica del nanocompósito (T. Y. Kong et al., 2024; Mirzapour et al., 2024).



Pequeñas fracciones de solvente residual pueden modificar transitoriamente la respuesta viscoelástica del PDMS al actuar como plastificante, alterando la movilidad molecular y la densidad efectiva de la red polimérica. Este efecto resulta particularmente relevante en matrices elastoméricas, donde el equilibrio entre rigidez y flexibilidad define el desempeño funcional del nanocompuesto (Mittal, 2009).

El dióxido de titanio influye en los procesos de reticulación al interactuar con la matriz polimérica y modificar la organización de la red. En siliconas, el  $\text{TiO}_2$  puede actuar como fotocatalizador bajo irradiación y generar especies reactivas que favorecen reacciones de entrecruzamiento secundarias o modificaciones químicas en la interfaz polímero-óxido. Adicionalmente, como relleno activo, introduce restricciones físicas asociadas al atrapamiento de cadenas, lo que incrementa la densidad efectiva de la red y puede traducirse en mejoras de propiedades mecánicas y de barrera, siempre que se alcance una dispersión homogénea y una compatibilidad superficial adecuada (Feng et al., 2021; Fischer et al., 2020; Lim et al., 2020). Este planteamiento se ha discutido en la literatura y es congruente con investigaciones previas sobre recubrimientos basados en PDMS reforzados con  $\text{TiO}_2$  y/o  $\text{SiO}_2$ , así como en formulaciones híbridas  $\text{SiO}_2$ - $\text{TiO}_2$ -PDMS (K. Cao et al., 2022; Cordoba et al., 2023a, 2024, 2025; Rosales et al., 2024).

## CAPÍTULO III. METODOLOGÍA

### III.1. Síntesis de nanopartículas de $\text{TiO}_2$ por el método sol-gel

La síntesis de las nanopartículas de dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) se llevó a cabo mediante el método sol-gel adaptado de (Córdoba et al., 2023; Rosales et al., 2018). Previo al inicio, todo el material de vidrio (vasos de precipitados, buretas y matraces) fue enjuagado con alcohol isopropanol y secado con papel absorbente para minimizar contaminantes durante el proceso de síntesis.

A continuación, se colocaron 40,8 mL de alcohol isopropanol ( $\text{C}_3\text{H}_7\text{OH}$ , J.T. Baker<sup>®</sup> ACS) bajo agitación magnética (modelo STM-120, Thermo Scientific<sup>®</sup>). Durante 20 minutos, la solución se mantuvo bajo un flujo constante de nitrógeno ( $\text{N}_2$ , 99,999 %, Infra<sup>®</sup>) a fin de desplazar el oxígeno disuelto, garantizando un ambiente inerte.

Seguidamente, se adicionaron 4,2 mL de isopropóxido de titanio ( $\text{C}_{12}\text{H}_{28}\text{O}_4\text{Ti}$ , 97 %, Sigma-Aldrich<sup>®</sup>), manteniendo la agitación y el burbujeo de  $\text{N}_2$  durante 20 min. Transcurrida la fase de pre-condensación, se inició la hidrólisis al incorporar lentamente 40,5 mL de agua desionizada gota a gota, bajo atmósfera inerte con  $\text{N}_2$  durante 60 min. Para evitar la degradación fotoinducida de los reactivos durante este proceso, el sistema se mantuvo en oscuridad durante todo el tiempo de reacción (Cordoba et al., 2023b; Rosales et al., 2018).

Posteriormente, el gel obtenido se filtró para eliminar los residuos líquidos de la solución sin hidrolizar y del disolvente remanente, y se dejó secar a temperatura ambiente durante 24 h. Finalmente, el material seco se pulverizó en un mortero de ágata hasta obtener un polvo fino y homogéneo.

### III.2. Síntesis de nanocompuestos PDMS/ $\text{TiO}_2$

La obtención del nanocompuesto PDMS/ $\text{TiO}_2$  se llevó a cabo mediante un procedimiento en solución, utilizando agitación magnética. Este enfoque se seleccionó por su eficacia en sistemas poliméricos cargados con nanopartículas, ya que permite un control adecuado sobre la dispersión de la fase reforzante y favorece la homogeneidad del material obtenido.



Las formulaciones se establecieron con base en pruebas preliminares de dispersión, en las cuales se evaluó el comportamiento de suspensiones de  $\text{TiO}_2$  en presencia de PDMS y disolvente. De estas pruebas se definieron las proporciones óptimas de cada componente, quedando fijadas en: 2.0 g de PDMS (Sigma-Aldrich®) como fase continua, 1.4 g de dimetilcetona ( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ , Meyer®) como disolvente, 0.4 g de tetraetilortosilicato (TEOS, 98 % de pureza) como agente de entrecruzamiento y 20  $\mu\text{L}$  de dilaurato de dibutilestaño (DBTL, 95 % de pureza) como catalizador. El  $\text{TiO}_2$  se estableció como variable experimental, con cargas de 0 %, 1 %, 2 % y 3 % en peso respecto a la masa de PDMS.

Como etapa de acondicionamiento, las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  fueron sometidas a molienda en mortero de ágata. Posteriormente, se dispersaron en dimetilcetona dentro de un vaso de precipitados de 10 mL y la suspensión obtenida se trató en baño ultrasónico durante 10 min.

La mezcla se mantuvo en agitación magnética durante 20 min, sellada con Parafilm®. Una vez concluido este tiempo, se procedió a la incorporación gradual de 2.0 g de PDMS, adicionados lentamente bajo agitación constante. Concluida la adición del polímero, la mezcla se mantuvo en agitación magnética por 60 min a temperatura ambiente, obteniéndose un sistema homogéneo previo al entrecruzamiento. Posteriormente, se incorporaron 0.4 g de TEOS, continuando con agitación bajo las mismas condiciones. Para promover la hidrólisis parcial del precursor y acelerar la evaporación del disolvente, la mezcla se sometió a calentamiento controlado a 60 °C durante 40 min.

Al finalizar esta etapa, el sistema se mantuvo bajo agitación a temperatura ambiente durante 80 min adicionales, lo que permitió estabilizar la mezcla antes de la adición del catalizador. Finalmente, se incorporaron 20  $\mu\text{L}$  de DBTL, manteniendo la agitación magnética durante 2 min.

### **III.3. Caracterizaciones Físicoquímicas para las nanopartículas**

#### **III.3.1. Microscopía electrónica de transmisión (TEM)**

La microscopía electrónica de transmisión se utilizó para la evaluación del tamaño y la forma de las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$ , así como para la observación de su estructura a escala nanométrica. Las mediciones se llevaron a cabo mediante un microscopio electrónico de transmisión JEM-2000FX (JEOL), utilizando un voltaje de aceleración de 15 kV, siguiendo los procedimientos habituales de preparación y análisis.

#### **III.3.2. microscopía electrónica de barrido (SEM)**

La microscopía electrónica de barrido se empleó para la observación de la morfología superficial y del estado de aglomeración de las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$ . Los análisis se realizaron mediante un microscopio electrónico de barrido MOE-20015, bajo condiciones operativas estándar de la técnica.

#### **III.3.3. Espectrofotometría UV-visible (UV-Vis)**

La espectroscopía UV-Visible por absorbancia se empleó para el análisis del comportamiento óptico de las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  en función de la longitud de onda. Los espectros se obtuvieron utilizando un espectrofotómetro CARY 5000 UV-Vis-NIR de la marca VARIAN, en el rango de 200–800 nm, a temperatura ambiente, bajo condiciones de medición convencionales.

La espectroscopía UV-Visible de reflectancia difusa se utilizó para el análisis óptico de las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  en forma de polvo. Las mediciones se realizaron mediante un sistema de reflectancia difusa acoplado al mismo espectrofotómetro CARY 5000 UV-Vis-NIR (VARIAN).

#### **III.3.4. Espectroscopía Raman.**

La espectroscopía Raman se empleó para la identificación de las fases cristalinas presentes en las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  a partir del análisis de sus modos vibracionales característicos. Los análisis se llevaron a cabo utilizando un espectrómetro Raman LabRAM HR (Horiba Scientific), equipado con un láser Nd:YAG de longitud de onda  $\lambda = 523$  nm, lo que permitió la excitación de los modos vibracionales en el rango espectral de interés.

### III.4. Aplicación en placas metálicas

Las pruebas experimentales se realizaron utilizando placas metálicas de acero 9870 con un área de 9 cm<sup>2</sup>. Con el fin de asegurar una adecuada adherencia del nanocompósito, las superficies fueron acondicionadas mediante lijado, lavado con agua y etanol, y secado con un paño limpio.

Una vez concluido el proceso de agitación del nanocompósito, se procedió a su aplicación sobre las placas. Mediante un procedimiento iterativo se determinó que la cantidad más adecuada correspondía a 0.232 g, con la cual se obtuvieron espesores promedio de 0.3 mm después del secado

Para la aplicación, la solución se depositó sobre la placa y se distribuyó uniformemente con una espátula de acero inoxidable, procurando no modificar la cantidad previamente definida. Posteriormente, cada placa recubierta se colocó sobre una base horizontal y se mantuvo cubierta para evitar la deposición de partículas externas. El secado se realizó a temperatura ambiente durante 24 h.

El espesor del recubrimiento se evaluó mediante el método gravimétrico, calculando la diferencia de masa y espesor de la placa antes y después de la aplicación del polímero.

### III.5. Evaluación de hidrofobicidad (ASTM D7334).

La caracterización de la hidrofobicidad de los recubrimientos se llevó a cabo conforme a la norma “ASTM D7334: Práctica estándar para la humectabilidad superficial de recubrimientos, sustratos y pigmentos mediante el avance de la medición del ángulo de contacto”. Se aplicó el método de la gota en aire, en el que se registraron imágenes en contraluz con una cámara (SVPRO, SV-USB4KHDR01-MFV, lente 5–50 mm) dispuesta de manera horizontal respecto a la superficie recubierta, y empleando posteriormente el software ImageJ para determinar el ángulo de contacto generado.

Previo a la prueba, los sustratos fueron sometidos a un procedimiento de limpieza que consistió en enjuagues con alcohol y agua desionizada, con el propósito de eliminar residuos que pudieran interferir en la prueba.

Sobre las películas de los nanocompuestos se depositaron gotas de agua desionizada de 20  $\mu\text{L}$ . Cada gota fue fotografiada individualmente a nivel del recubrimiento y a una distancia controlada de 44 cm.

La determinación del ángulo de contacto  $\theta$  se efectuó midiendo los perfiles derecho e izquierdo de cada gota mediante el software ImageJ® (versión 1.54j). El valor promedio resultó de la media aritmética entre ambos perfiles, con diez repeticiones independientes por grupo experimental.

### **III.6. Evaluación de adhesión (ASTM D3359, prueba corte cruzado).**

La evaluación de la adherencia de los recubrimientos se realizó conforme a la norma ASTM D3359-09, utilizando el método de corte en X con cinta adhesiva (ASTM D3359-17, 2017). Para ello, se emplearon placas metálicas previamente recubiertas y preparadas con el objetivo de favorecer la integración del compuesto sobre la superficie. Una vez consolidado el recubrimiento, las muestras fueron lavadas con agua y etanol, a fin de eliminar residuos que pudieran interferir en la prueba. Posteriormente, se seleccionaron zonas libres de imperfecciones o burbujas y se fijaron sobre una base rígida para garantizar estabilidad durante el ensayo.

Se emplearon placas de mayor área superficial (15  $\text{cm}^2$ ) y, para mantener una proporción equivalente al espesor respecto a las placas de menor área (9  $\text{cm}^2$ ), se ajustó la cantidad de polímero a 0.385 g por ensayo.

La preparación del área de prueba incluyó la realización de dos cortes en la película de recubrimiento, cada uno con una longitud aproximada de 40 mm, formando un ángulo de intersección de entre 30° y 45°. Los cortes se efectuaron con navaja y regla metálica, aplicando una presión uniforme suficiente para alcanzar la placa bajo el polímero. Posteriormente, las incisiones fueron inspeccionadas mediante reflexión de la luz sobre el metal, con el fin de verificar que la capa hubiese sido penetrada.

Para la aplicación de la cinta adhesiva semitransparente de 25mm de ancho, se desecharon previamente dos vueltas iniciales del rollo, a fin de garantizar la limpieza de la cinta. La cinta se adhirió firmemente sobre el recubrimiento con ayuda de un borrador, asegurando un contacto uniforme. Dentro de los 60 segundos posteriores, la cinta fue

retirada rápidamente sobre sí misma en un ángulo de 180°, y el área de corte-X se examinó con lupa para identificar los posibles desprendimientos.

La adherencia se clasificó con base en la escala establecida por la norma ASTM D3359-17 (2017), resumida en la Tabla 2, donde 5A corresponde a ausencia de desprendimiento y 0A indica remoción del recubrimiento más allá del área del corte en X.

*Tabla 1.- Descripción de las clasificaciones del ensayo de adhesión por cinta según la norma ASTM D3359.*

<b>Clasificación</b>	<b>Descripción de la condición de adhesión</b>
<b>5A</b>	No se observa desprendimiento ni remoción del recubrimiento tras la aplicación y remoción de la cinta.
<b>4A</b>	Se presenta un desprendimiento mínimo o trazas de remoción a lo largo de las líneas de corte o en su intersección.
<b>3A</b>	Desprendimiento irregular a lo largo de las líneas de corte, con una extensión de hasta aproximadamente 1.6 mm a cada lado de las incisiones, sin exposición significativa del sustrato.
<b>2A</b>	Desprendimiento irregular a lo largo de la mayoría de las líneas de corte, con una extensión de hasta aproximadamente 3.2 mm a cada lado de las incisiones.
<b>1A</b>	Remoción del recubrimiento en la mayor parte del área delimitada por el corte en X tras la aplicación de la cinta.
<b>0A</b>	Remoción del recubrimiento más allá del área del corte en X, indicando una adhesión deficiente al sustrato.

### **III.7. Evaluaciones de campo anticorrosivas (ASTM G4-01).**

La evaluación de la resistencia anticorrosiva de los recubrimientos se efectuó siguiendo las directrices de la norma “ASTM G4-01: Guía estándar para realizar pruebas de

corrosión en aplicaciones de campo”, la cual proporciona lineamientos específicos para la ejecución de pruebas de campo.

Para la realización del ensayo se seleccionaron tres muestras pertenecientes a cada uno de los grupos experimentales. Estas muestras fueron expuestas directamente a la intemperie durante un periodo de 9 meses, en concordancia con las recomendaciones de la norma para evaluaciones de largo plazo en ambientes naturales. Las placas se colocaron en un entorno abierto, bajo condiciones que garantizaron la libre circulación del aire y evitaron interferencias como sombreados. A lo largo del periodo de ensayo se efectuaron observaciones periódicas cada 30 días, para documentar la evolución de la corrosión, registrando los cambios visibles.

Finalizada la etapa de exposición, las muestras fueron recuperadas y sometidas a un procedimiento de limpieza estandarizado según la norma ASTM G1. Dicho proceso incluyó un cepillado ligero para eliminar residuos no adheridos, un enjuague en agua desionizada y secado al ambiente. Con las superficies preparadas, se determinó la pérdida de masa y se realizó un análisis visual detallado, lo que permitió calcular el avance de corrosión promedio y comparar los resultados obtenidos entre los distintos grupos experimentales.

Las pruebas de exposición se realizaron en un ambiente natural correspondiente a un clima templado subhúmedo, caracterizado por la alternancia de periodos secos y húmedos a lo largo del año. Durante el tiempo de exposición, las muestras estuvieron sometidas a variaciones térmicas diarias, cambios estacionales de temperatura y ciclos naturales de humectación y secado, condiciones que son representativas de escenarios reales de servicio y relevantes para la evaluación del desempeño anticorrosivo de los recubrimientos.

### **III.8. Ensayo de corrosión en nube salina (ASTM-B-117)**

La evaluación de la resistencia a la corrosión en nube salina se llevó a cabo tomando como referencia los lineamientos generales establecidos en la norma ASTM B117-11: Standard Practice for Operating Salt Spray (Fog) Apparatus (“Practice for Operating Salt Spray (Fog) Apparatus”, 2019), adaptándolos a las condiciones y equipamiento disponible en el laboratorio. El objetivo principal fue reproducir un entorno altamente agresivo



basado en cloruros que permitiera acelerar los procesos de degradación y comparar el desempeño de los recubrimientos formulados.

Para el ensayo se preparó una solución salina al 5 % en peso de NaCl, la cual se mantuvo a 35 °C durante todo el periodo de exposición, correspondiente a 120 h (“Practice for Operating Salt Spray (Fog) Apparatus”, 2019).

Se utilizaron dos placas metálicas por cada grupo experimental, correspondientes a los conjuntos sin recubrimiento, 0 %, 1 %, 2 % y 3 % de nanopartículas de TiO<sub>2</sub>. Cada placa se colocó en posición horizontal dentro del recipiente de ensayo, asegurando que no existiera contacto entre muestras y permitiendo su exposición directa al ambiente salino generado.

Una vez concluido el periodo de exposición, las placas se retiraron cuidadosamente y se sometieron a una limpieza ligera con agua para eliminar residuos superficiales de sal sin alterar los productos de corrosión adheridos. Finalmente, cada muestra fue inspeccionada visualmente para registrar cambios en coloración, presencia de picaduras, desprendimiento del recubrimiento y patrones característicos de degradación asociados al ataque de cloruros.

## CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### IV.1. Caracterización fisicoquímica de las nanopartículas de $\text{TiO}_2$

La caracterización morfológica de las nanopartículas de dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) permitió evaluar su forma, distribución de tamaños y grado de aglomeración. En la Figura 7 y Figura 8, se presenta las micrografías TEM de las nanopartículas sintetizadas mediante el método sol-gel. En la micrografía TEM se aprecia que las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  tienden a formar aglomerados, un comportamiento común en sistemas nanométricos. Sin embargo, en las regiones cercanas al borde de estos aglomerados es posible identificar con mayor claridad las partículas individuales. La tendencia a la aglomeración se atribuye principalmente a las interacciones débiles de Van der Waals, a la elevada energía superficial inherente a las nanopartículas, así como a las condiciones de síntesis y parámetros de reacción empleados (X. Chen & Mao, 2007a).

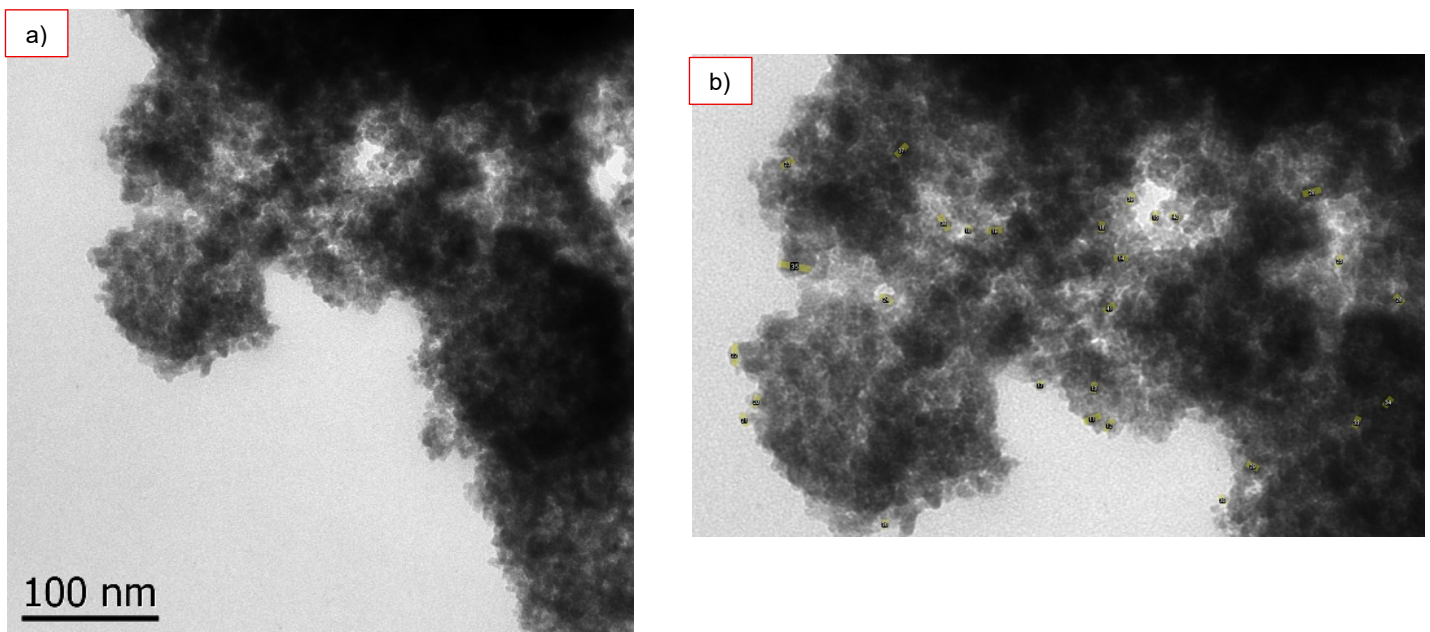


Figura 6.- Microscopía electrónica de transmisión (TEM) de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  sintetizadas por el método sol-gel: (a) micrografía TEM representativa; (b) distribución de tamaños de partícula obtenida a partir del análisis de micrografías mediante ImageJ®.

Al analizar con detalle dichas regiones periféricas, se observa que las nanopartículas presentan una morfología predominantemente cuasi-esférica, lo que coincide con lo reportado en la literatura para materiales obtenidos por el método sol-gel (X. Chen & Mao, 2007b). La micrografía fue procesada con el software ImageJ®, donde se seleccionaron



y midieron 40 nanopartículas de manera representativa, permitiendo obtener un conjunto de datos estadísticamente significativo para la determinación del tamaño promedio.

Los datos obtenidos se procesaron en OriginPro® (versión 10.1.0.178) para calcular los parámetros estadísticos de la distribución. El tamaño promedio de partícula fue de 5.65 nm  $\pm$  2.10 nm, lo que sugiere una dispersión relativamente acotada en la población analizada. Se registró un valor mínimo de 2.48 nm y un máximo de 13.14 nm; la mediana fue de 5.29 nm, lo que indica que la mayor parte de las partículas se concentra en torno al valor promedio.

Estos resultados corroboran que el proceso sol-gel empleado conduce a la formación de nanopartículas homogéneas en tamaño, con predominio de partículas menores a 10 nm. La obtención de dimensiones reducidas se asocia a una alta relación área superficial/volumen, condición que resulta favorable para aplicaciones funcionales como recubrimientos hidrofóbicos, superficies anticorrosivas y procesos fotocatalíticos (Alothoum, 2025).

La caracterización superficial de las nanopartículas de TiO<sub>2</sub> también se llevó a cabo mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), en la Figura 10 se presenta una vista general de la muestra. A esta magnificación se distinguen partículas de morfología irregular distribuidas sobre la superficie, así como la presencia de aglomerados de diferente tamaño. Destaca la heterogeneidad morfológica, con fragmentos de mayor tamaño rodeados por partículas finas que conforman una matriz densa. Esta visión global permite identificar el contraste entre partículas micrométricas y conjuntos de partículas de escala nanométrica, lo cual es característico de materiales sintetizados por rutas sol-gel (Alothoum, 2025; X. Chen & Mao, 2007b).

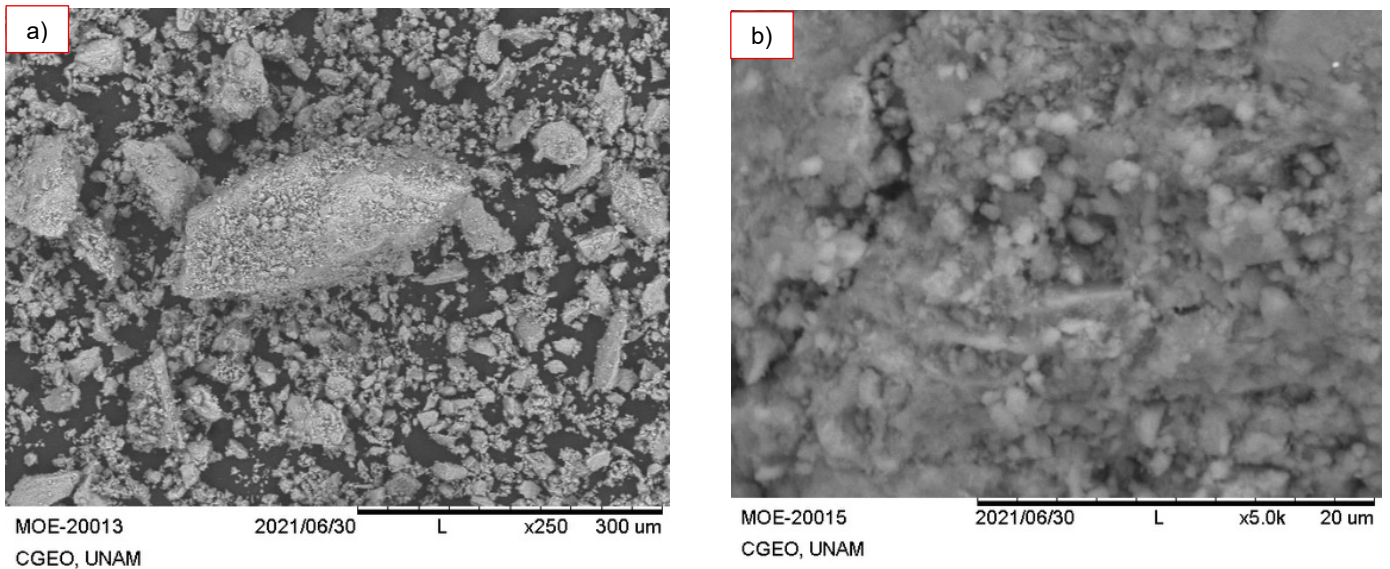


Figura 7.- Microscopía electrónica de barrido (SEM) de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  sintetizadas por el método sol-gel: (a)  $\times 250$ ; (b)  $\times 5.0k$ .

En la Figura 11 se aprecia con mayor detalle la microestructura de la muestra. A esta resolución se distinguen partículas de menor tamaño encontradas en aglomerados compactos. La morfología predominante es cuasi-esférica, aunque se observan variaciones en la rugosidad superficial y en el grado de compactación entre partículas.

Se realizaron análisis de espectroscopía Raman con el objetivo de identificar los modos vibracionales característicos de las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$ .

El espectro correspondiente a las nanopartículas sintetizadas sin calcinar, mostrado en la Figura 12, presenta cuatro bandas localizadas en  $150.0 \text{ cm}^{-1}$ ,  $401.20 \text{ cm}^{-1}$ ,  $513.52 \text{ cm}^{-1}$  y  $634.39 \text{ cm}^{-1}$ .

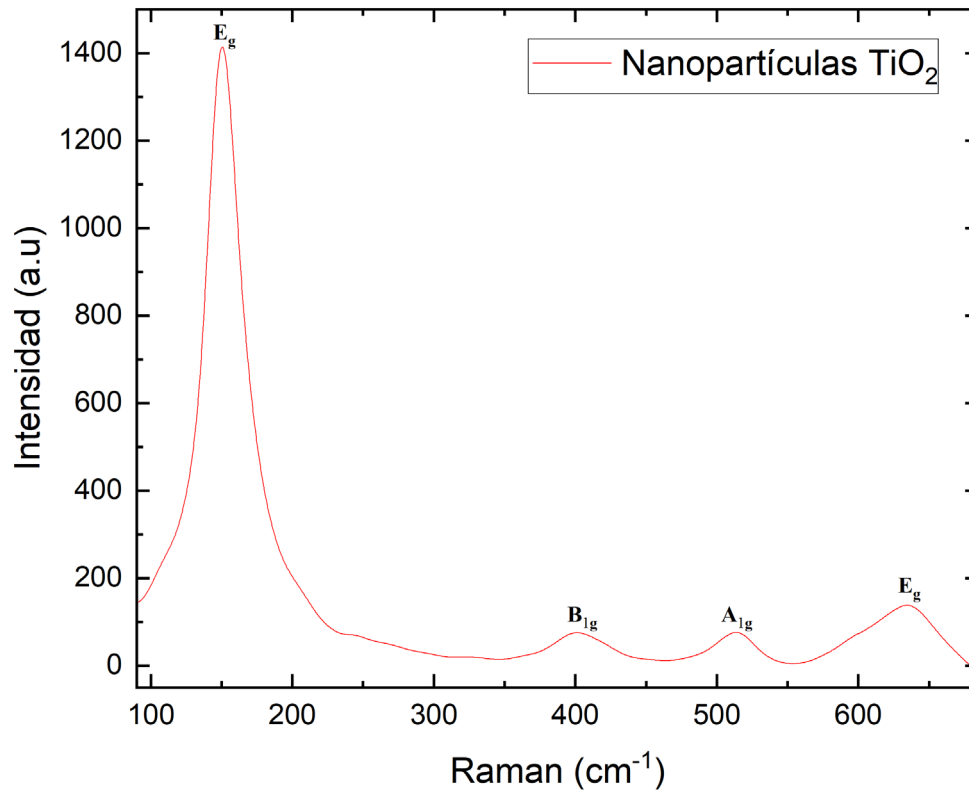


Figura 8.- Espectro Raman de las nanopartículas de TiO<sub>2</sub>.

Las bandas observadas se asignan a un modo E<sub>g</sub> de baja frecuencia localizado en 150 cm<sup>-1</sup>, un modo B<sub>1g</sub> en 401.20 cm<sup>-1</sup>, un modo A<sub>1g</sub> en 513.52 cm<sup>-1</sup> y un modo E<sub>g</sub> de alta frecuencia en 634.39 cm<sup>-1</sup>. Estas posiciones se encuentran dentro de los intervalos reportados en la literatura para la fase anatasa del TiO<sub>2</sub>, la cual presenta dos modos E<sub>g</sub> en los rangos 144–150 cm<sup>-1</sup> y 634–639 cm<sup>-1</sup>, un modo B<sub>1g</sub> cercano a 396–401 cm<sup>-1</sup> y un modo A<sub>1g</sub> alrededor de 514 cm<sup>-1</sup> (CaO & Yi, 2020; Hammadi et al., 2025).

En el espectro obtenido no se identificaron señales asociadas a la fase rutilo, cuyas bandas más intensas suelen localizarse en torno a 447 cm<sup>-1</sup> (E<sub>g</sub>) y 612 cm<sup>-1</sup> (A<sub>1g</sub>/B<sub>2g</sub>), de acuerdo con lo reportado en la literatura especializada (Hammadi et al., 2025).

La asignación de los modos vibracionales puede interpretarse a partir de los desplazamientos relativos de los átomos en la celda unitaria de la anatasa. El modo A<sub>1g</sub> se asocia principalmente a vibraciones de los átomos de oxígeno, mientras que el modo B<sub>1g</sub> involucra desplazamientos dominantes de los átomos de titanio. Por su parte, los modos E<sub>g</sub> corresponden a movimientos combinados de oxígeno y titanio, que generan

oscilaciones colectivas de la red cristalina (Bhattacharya et al., 2022). La presencia de estos modos característicos permite confirmar la formación de TiO<sub>2</sub> en fase anatasa y respalda la integridad estructural del material sintetizado, aspecto relevante para la interpretación de sus propiedades funcionales posteriores.

El modo E<sub>g</sub> de baja frecuencia se localiza en 150 cm<sup>-1</sup>, valor ligeramente diferente al reportado para anatasa en materiales voluminosos (144 cm<sup>-1</sup>). En la literatura, este tipo de diferencias se ha relacionado con efectos de tamaño, la presencia de tensiones en la red y contribuciones superficiales que influyen en la respuesta vibracional de sistemas nanométricos de TiO<sub>2</sub> (Secundino-Sánchez & Diaz -Reyes, s/f). De forma similar, el ensanchamiento y la variación de intensidad del modo E<sub>g</sub> de alta frecuencia, ubicado en 634 cm<sup>-1</sup>, se han asociado con fenómenos de confinamiento de fonones y dispersión superficial característicos de materiales con dimensiones nanométricas y elevada relación superficie-volumen (Kremenovic et al., 2022).

Las bandas registradas en 401 cm<sup>-1</sup> (B<sub>1g</sub>) y aproximadamente 514 cm<sup>-1</sup> (A<sub>1g</sub>) se encuentran dentro de los valores comúnmente reportados para anatasa. La intensidad relativa entre estos modos puede variar en función del tamaño de cristalito, la morfología de las partículas y la química superficial asociada al proceso sol-gel (CaO & Yi, 2020; Hammadi et al., 2025).

Las nanopartículas de TiO<sub>2</sub> presentan un comportamiento óptico característico en la región ultravioleta. En la Figura 13, podemos presenciar un inicio de absorción intenso en el intervalo aproximado de 200 a 300 nm, seguido de una disminución marcada de la absorbancia entre 350 y 380 nm. Este perfil espectral corresponde al borde de absorción típico de la fase anatasa y ha sido ampliamente utilizado para la estimación del band gap óptico en nanopartículas de TiO<sub>2</sub> obtenidas mediante el método sol-gel (Jogi et al., 2022; Mahu et al., 2021; Turcu et al., 2023).

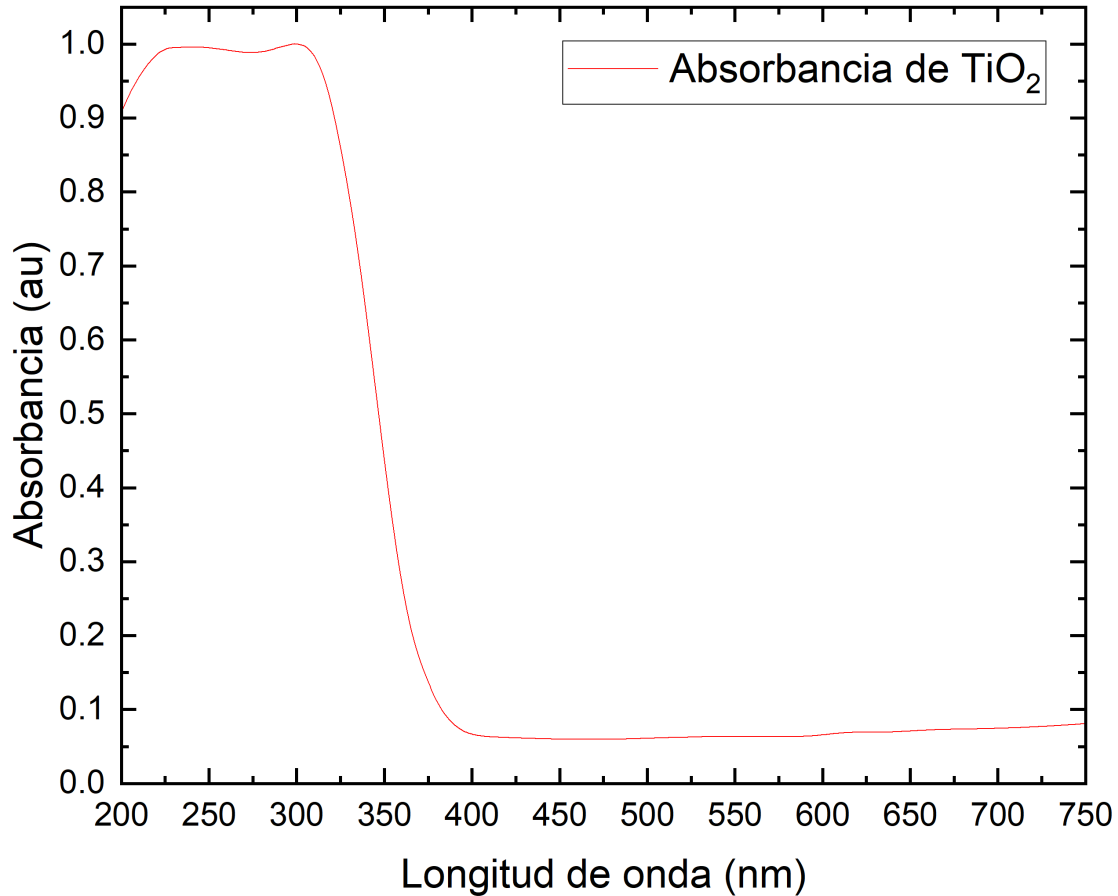


Figura 9.- Espectro UV-Vis de absorbancia.

El cálculo del band gap óptico se realizó mediante el método de Tauc, que relaciona el coeficiente de absorción  $\alpha$  con la energía del fotón  $h\nu$  de acuerdo con la ecuación (6):

$$(\alpha \cdot h\nu)^{\gamma} = A \cdot (h\nu - E_g) \quad (6)$$

Para la estimación de  $E_g$  se asumió una transición indirecta permitida, condición comúnmente reportada para  $\text{TiO}_2$  en fase anatasa. La representación de Tauc correspondiente y la determinación del valor de  $E_g$  se muestran en la Figura 14 (Mahu et al., 2021; Solakidou et al., 2021; Turcu et al., 2023).

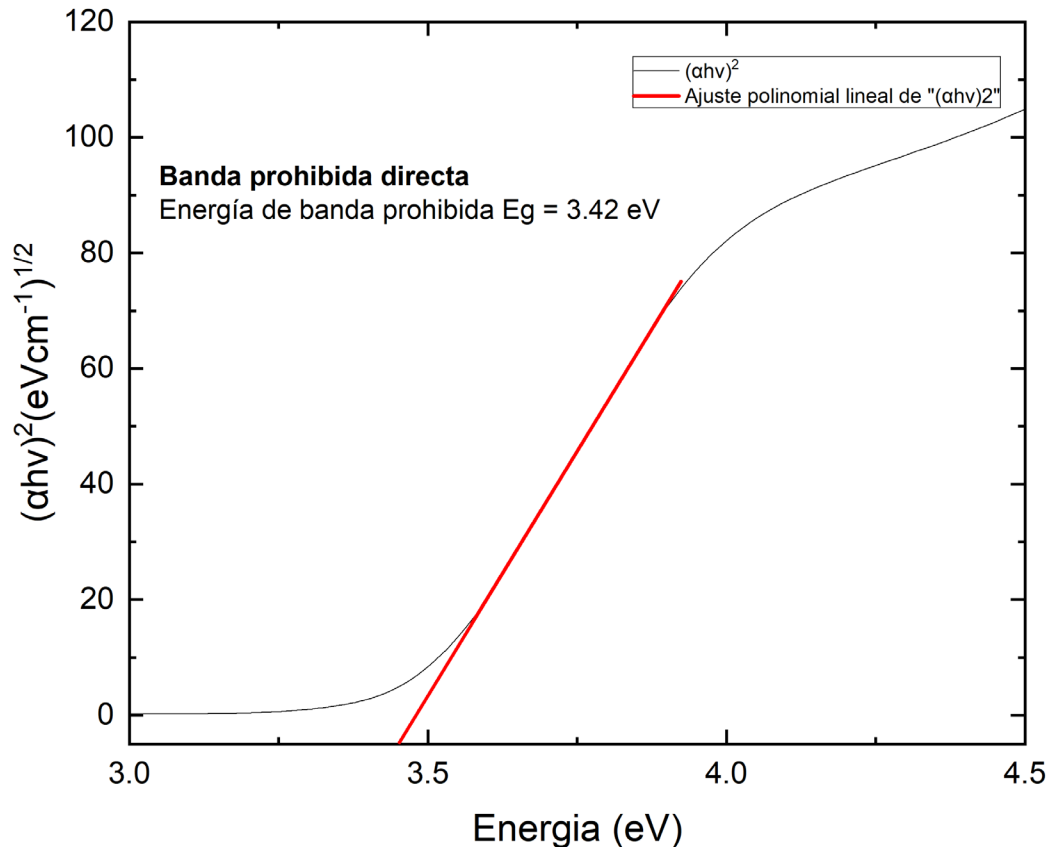


Figura 10.- Estimación de la energía de banda prohibida directa del  $\text{TiO}_2$  a partir del método de Tauc.

El valor de band gap obtenido fue de aproximadamente 3.42 eV, el cual se encuentra dentro del intervalo comúnmente reportado para  $\text{TiO}_2$  anatasa sintetizado por rutas sol-gel, con valores típicos comprendidos entre 3.2 y 3.4 eV (Jogi et al., 2022; Mahu et al., 2021; Turcu et al., 2023).

En la región próxima al borde de absorción se observa una extensión de la absorbancia hacia energías menores, comportamiento que ha sido descrito en la literatura mediante el modelo de Urbach para semiconductores con cierto grado de desorden estructural. La relación empleada para el ajuste, se expresa en la ecuación (7).

$$\alpha = \alpha^0 \cdot \exp \left[ \frac{(h\nu - E_g)}{E_U} \right] \quad (7)$$

La representación correspondiente se muestra en la Figura 15. A partir del ajuste de la región lineal se obtuvo un valor de energía de Urbach de 0.21 eV, superior a los valores comúnmente reportados para  $\text{TiO}_2$  altamente cristalino, los cuales suelen situarse en el

intervalo de 0.05 a 0.10 eV (Mahu et al., 2021; Solakidou et al., 2021). Este incremento en la energía de Urbach indica la presencia de estados electrónicos asociados a defectos estructurales y cierto grado de desorden en la red cristalina, particularmente en la superficie de las nanopartículas. En el contexto de recubrimientos poliméricos, dicha característica puede resultar favorable, ya que estos defectos facilitan una interacción más efectiva entre el TiO<sub>2</sub> y la matriz de PDMS, contribuyendo a una mayor cohesión interfacial y a un desempeño más eficiente del recubrimiento, en concordancia con lo reportado en la literatura (Mahu et al., 2021; Solakidou et al., 2021).

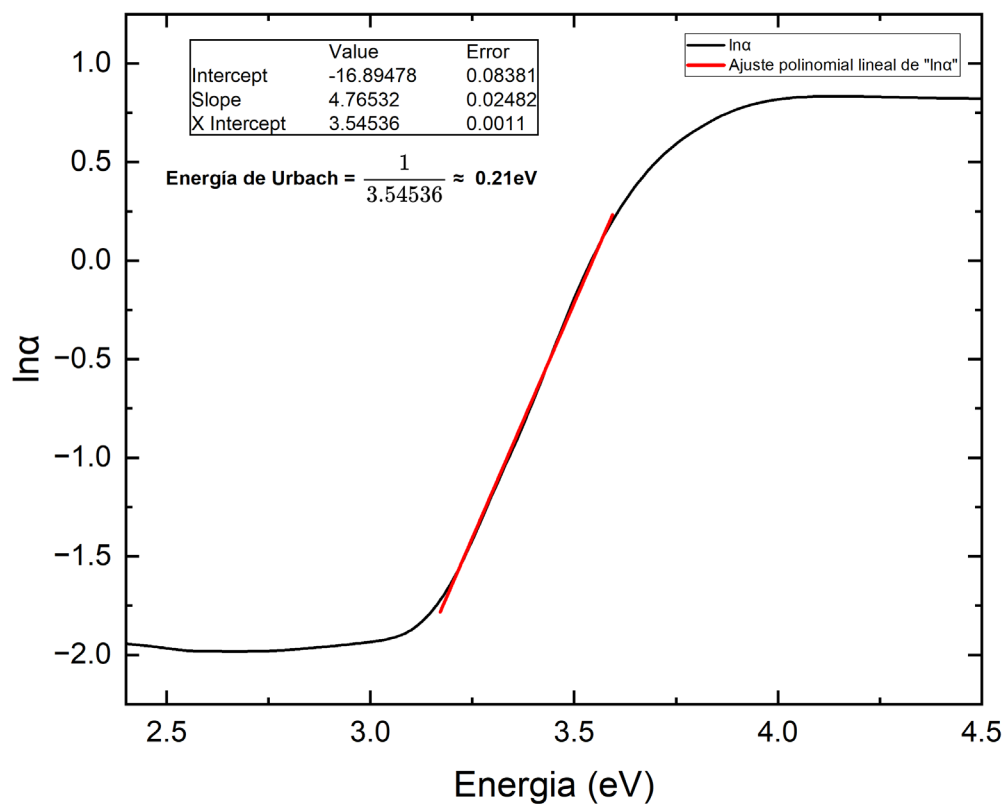


Figura 11.- Determinación de la energía de Urbach del TiO<sub>2</sub> a partir del método de Urbach.

El espectro de reflectancia difusa de las nanopartículas de TiO<sub>2</sub>, mostrado en la Figura 16, se presenta de manera complementaria a los resultados de absorbancia, describiendo su comportamiento óptico en estado sólido. En el intervalo de longitudes de onda por debajo de 350 nm se registran valores bajos de reflectancia, seguidos de un cambio gradual en la pendiente del espectro entre aproximadamente 360 y 420 nm. Esta

transición delimita el paso entre la región dominada por procesos de absorción y aquella en la que la dispersión óptica comienza a ser predominante, comportamiento ampliamente reportado para  $\text{TiO}_2$  en forma de polvo (Solakidou et al., 2021; Jogi et al., 2022).

Para longitudes de onda mayores a 420 nm, la reflectancia alcanza valores elevados, superiores al 90 %, en concordancia con lo descrito en la literatura para  $\text{TiO}_2$  anatasa no dopado en estado sólido, caracterizado por una baja absorción en la región visible (Solakidou et al., 2021; Mahu et al., 2021).

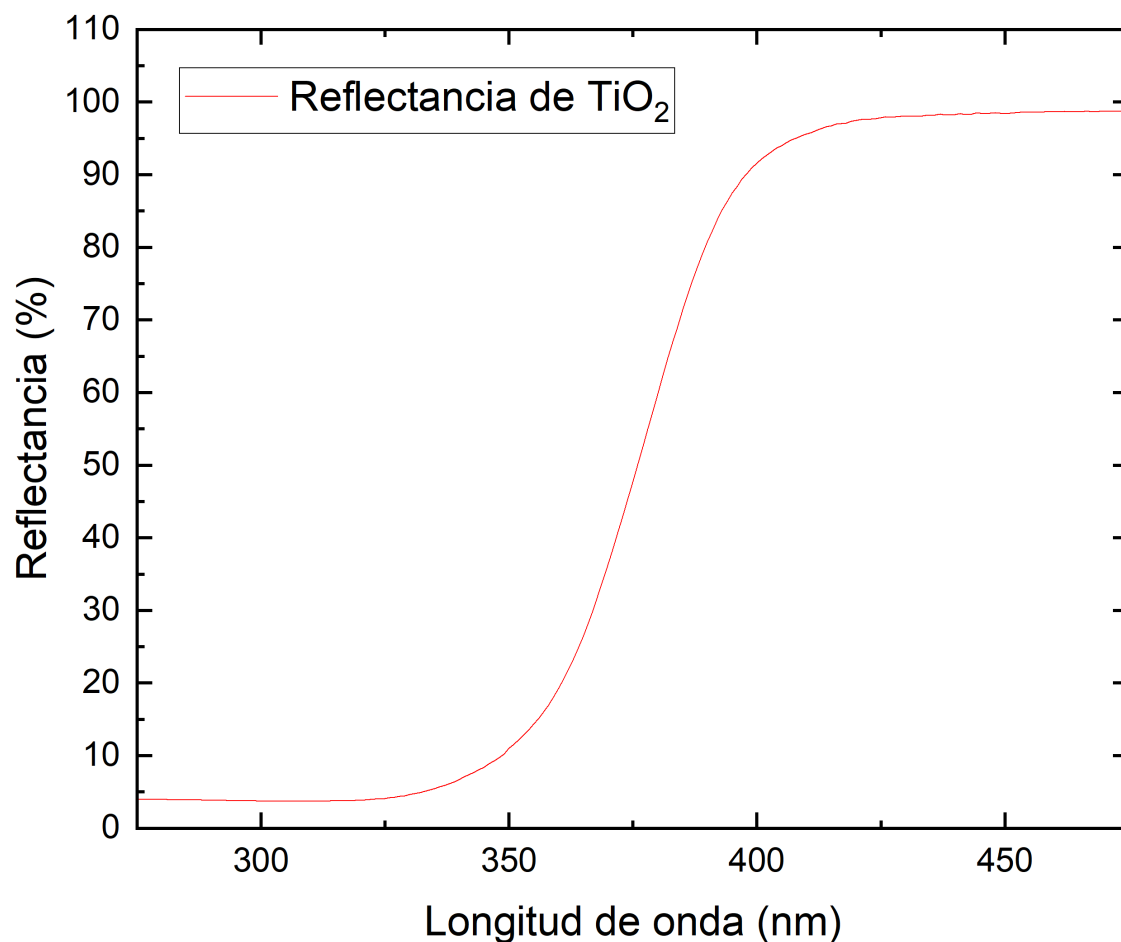


Figura 12.- Gráfica espectroscopía UV-Vis por reflectancia difusa.

La presencia de un borde óptico menos definido en el espectro de reflectancia UV-Vis se asocia con la existencia de estados electrónicos inducidos por defectos estructurales,



característicos de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$ . El desorden estructural y las vacancias de oxígeno generan estados energéticos dentro de la banda prohibida, lo cual se refleja en la aparición de una cola de Urbach en el análisis óptico y es indicativo de superficies con alta densidad de defectos y regiones parcialmente amorfas (Mahu et al., 2021; Solakidou et al., 2021; Turcu et al., 2023).

Para la determinación del band gap en DRS se empleó la función de Kubelka–Munk, expresada en la ecuación (8).

$$F(R_\infty) = \frac{(1 - R_\infty)^2}{(2 \cdot R_\infty)} \quad (8)$$

Posteriormente, los valores de  $F(R_\infty)$  se analizaron mediante la construcción de una gráfica tipo Tauc mostrado en la Figura 17, evaluando  $(F(R_\infty) \cdot hv)^\gamma = A \cdot (hv - E_g)$  frente a  $hv$ , con el exponente  $\gamma$  y seleccionado según el tipo de transición electrónica (Jogi et al., 2022; Solakidou et al., 2021). La extrapolación lineal de la región correspondiente permitió obtener un band gap sólido de aproximadamente 3.57eV, valor discretamente superior al estimado por absorbancia.

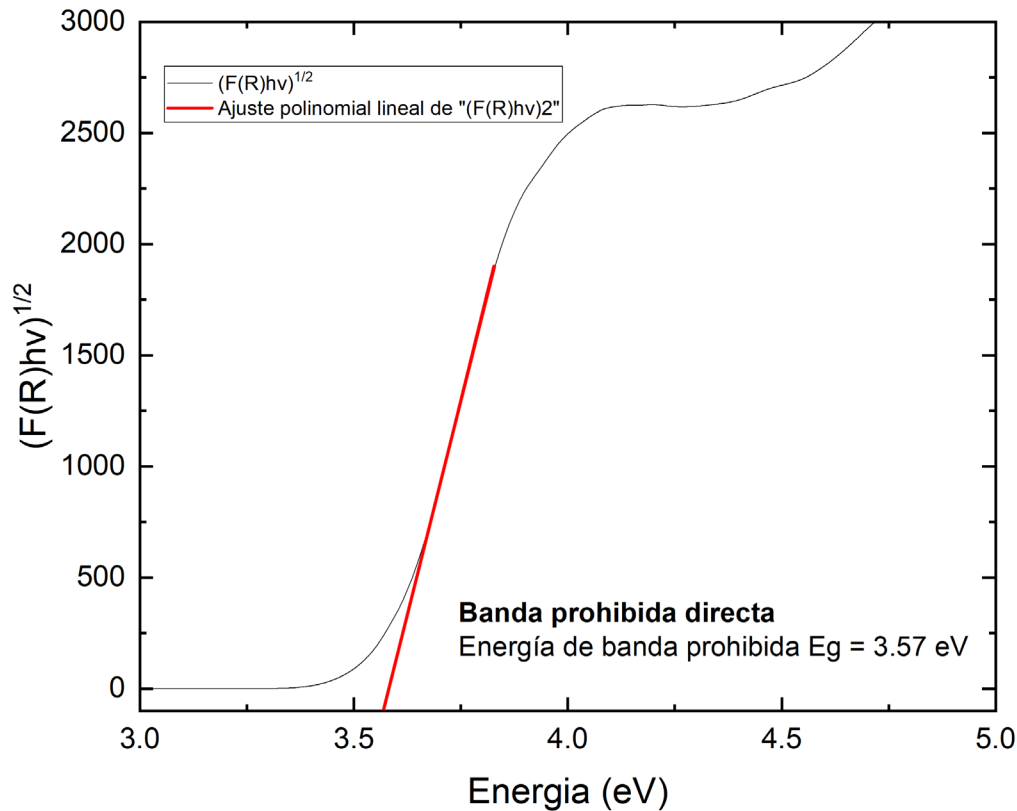


Figura 13.- Cálculo de la energía de banda prohibida del  $TiO_2$  por el modelo de Kubelka–Munk.

Esta diferencia es habitual en materiales ricos en defectos, ya que la reflectancia difusa es más sensible a estados sub-banda que facilitan transiciones electrónicas a energías menores, produciendo valores de band gap ligeramente reducidos en comparación con aquellos derivados de medidas de absorbancia en fase más dispersa (Mahu et al., 2021; Solakidou et al., 2021; Turcu et al., 2023).

Del mismo modo que en el análisis por absorbancia, no se detectó absorción significativa en la región visible, lo cual coincide con la naturaleza de la anatasa (Mahu et al., 2021; Solakidou et al., 2021; Turcu et al., 2023). Esto reafirma que las nanopartículas mantienen un carácter óptico selectivo al UV tanto en dispersión como en estado sólido.

En suma, los resultados de DRS validan la estructura parcialmente cristalina y la elevada densidad de defectos superficiales de las nanopartículas no calcinadas, así como el valor de band gap moderadamente reducido, alineado con lo reportado en la literatura (Mahu et al., 2021; Solakidou et al., 2021; Turcu et al., 2023).

Las propiedades ópticas identificadas, que incluyen una absorbancia intensa en la región ultravioleta con un borde de absorción correspondiente a un band gap óptico de aproximadamente 3.42 eV, un band gap en estado sólido de alrededor de 3.57 eV y un ensanchamiento del borde óptico descrito por el modelo de Urbach, presentan implicaciones directas en la compatibilidad interfacial y el desempeño del nanocompósito PDMS/TiO<sub>2</sub>. La literatura señala que el TiO<sub>2</sub> rico en defectos, particularmente cuando presenta grupos hidroxilo superficiales y centros de coordinación incompleta, favorece interacciones fisicoquímicas con redes siloxánicas, mejorando la adherencia y la dispersión en matrices poliméricas (Mahu et al., 2021; Solakidou et al., 2021; Turcu et al., 2023).

En este sentido, la presencia de estados sub-banda y un borde óptico ligeramente desplazado hacia energías menores se ha asociado con una mayor energía superficial y reactividad química, lo cual es relevante para sistemas de recubrimientos que buscan reducir la permeabilidad al agua y limitar el transporte iónico en sustratos metálicos. Por su parte, la ausencia de absorción visible previene mecanismos fotocatalíticos que puedan deteriorar matrices orgánicas bajo iluminación ambiental, lo que resulta congruente con el comportamiento esperado de TiO<sub>2</sub> anatasa sin dopantes (Mahu et al., 2021; Solakidou et al., 2021; Turcu et al., 2023).

Estas características ópticas se alinean con los requerimientos de los recubrimientos anticorrosivos basados en PDMS, al favorecer la integración estructural del refuerzo inorgánico, mejorar la cohesión interna del polímero y contribuir a la eficiencia barrera del nanocompósito formulado para su aplicación en superficies metálicas en contextos automotrices.

#### **IV.2. Evaluación de Hidrofobicidad por ángulo de contacto**

Los resultados de la hidrofobicidad de los recubrimientos de PDMS con nanopartículas de TiO<sub>2</sub> se determinaron mediante la medición del ángulo de contacto estático con agua, siguiendo la norma ASTM D7334. Para la medición del ángulo de contacto, se depositó una gota de agua de 0.5 mL sobre la superficie plana de los compuestos, como se muestra en la Figura 18. Para cada formulación (0%, 1%, 2% y 3% de TiO<sub>2</sub>), se realizaron

diez mediciones repetidas y los valores reportados corresponden al promedio con su respectiva desviación estándar (DE).

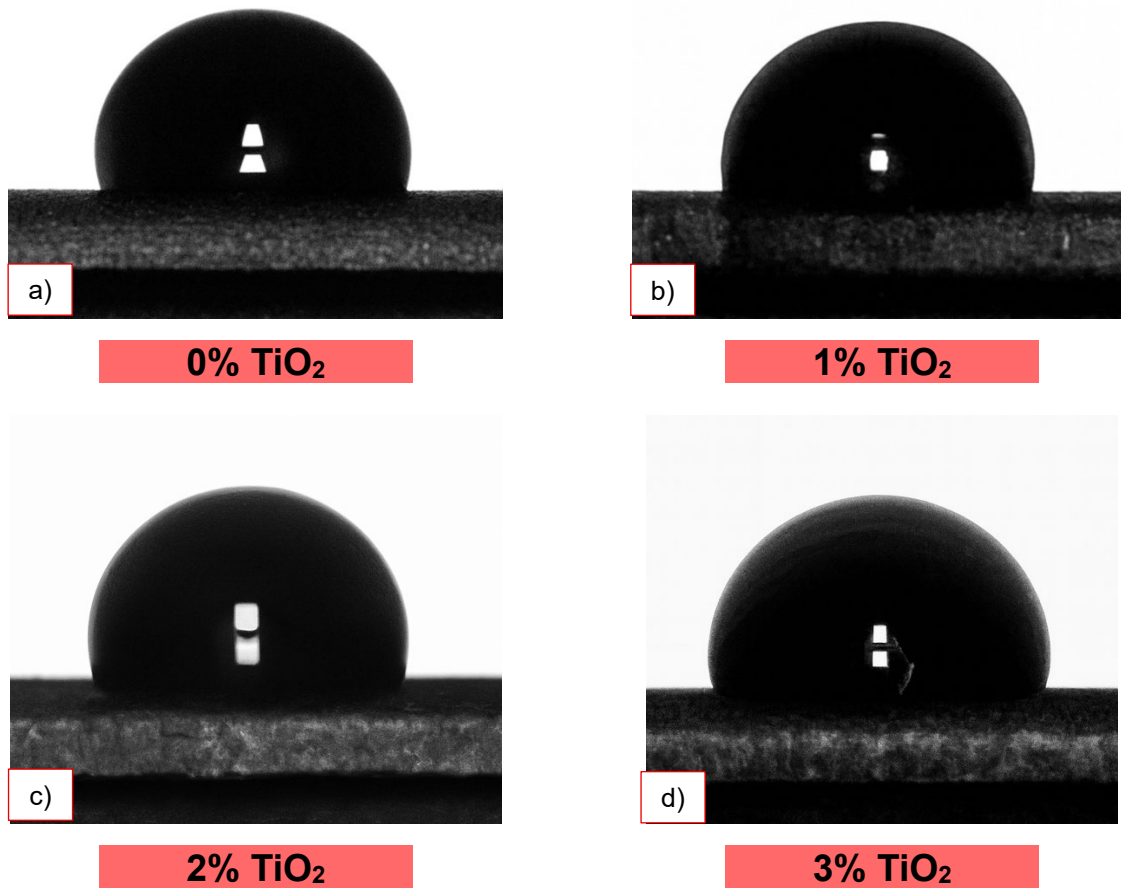


Figura 14.- Muestras de cada grupo de estudio: (a) 0 %, (b) 1 %, (c) 2 % y (d) 3 %.

La Tabla 1 indica que la incorporación de TiO<sub>2</sub> no disminuye la hidrofobicidad del PDMS y, a concentraciones mayores, se asocia con un aumento del ángulo de contacto. El mejor desempeño se observa en la formulación con 3% de TiO<sub>2</sub>, lo que sugiere que la presencia de nanopartículas favorece una mayor densidad de reticulación y una red polimérica más compacta, con menor disponibilidad de grupos polares y una superficie efectivamente más hidrofóbica (Cordoba et al., 2023a; Nagel et al., 2023). A 1% de TiO<sub>2</sub> el comportamiento se mantiene cercano al del PDMS sin refuerzo, lo que indica que a baja

carga el efecto sobre la reticulación y, por ende, sobre la respuesta superficial, es más limitado. En este sentido, la tendencia observada refuerza la relación entre el contenido de  $\text{TiO}_2$ , la organización de la red del polímero y el comportamiento de mojabilidad del recubrimiento.

Los resultados evidencian un incremento progresivo en el ángulo de contacto al aumentar la concentración de  $\text{TiO}_2$ , alcanzándose el valor más alto en el recubrimiento con 3 %. Este comportamiento se atribuye a que la incorporación de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  induce modificaciones en la rugosidad superficial y en la química del material, lo que incrementa la hidrofobicidad aparente cuando las partículas se encuentran adecuadamente dispersas e integradas en la matriz de PDMS (Xiong et al., 2022; Zhang et al., 2024).

*Tabla 2.- Valores del ángulo de contacto obtenidos para los recubrimientos PDMS/ $\text{TiO}_2$  a distintas concentraciones de nanopartículas (0%, 1%, 2% y 3%).*

<b>Ángulo de contacto (°)</b>	
0 % $\text{TiO}_2$	108.17 ± 2.97
1 % $\text{TiO}_2$	105.88 ± 0.58
2 % $\text{TiO}_2$	110.43 ± 0.66
3 % $\text{TiO}_2$	115.17 ± 0.46

Sin embargo, se observa que a una baja carga de nanopartículas (1%) el ángulo de contacto disminuye ligeramente respecto al PDMS sin refuerzo. Este fenómeno ha sido reportado y se asocia a limitaciones de dispersión o interacciones interfaciales entre las nanopartículas y el polímero, que pueden contrarrestar temporalmente el efecto hidrofóbico a concentraciones muy bajas (Katz et al., 2023). En cambio, con concentraciones mayores (2% y 3%), el refuerzo con  $\text{TiO}_2$  genera un aumento sostenido de la hidrofobicidad, alcanzando una mejora de aproximadamente +2.1% para el 2%  $\text{TiO}_2$  y de +6.5% para el 3%  $\text{TiO}_2$  respecto al PDMS sin refuerzo. Estos incrementos concuerdan con reportes que señalan que una incorporación moderada de  $\text{TiO}_2$  puede potenciar la hidrofobicidad del PDMS al promover una topografía más rugosa y una reducción en la energía superficial (J. ; Liu et al., 2023; Xiong et al., 2022; Zhang et al., 2024).

La formulación con 1% de  $\text{TiO}_2$  presenta un ángulo de contacto ligeramente menor que el del PDMS sin refuerzo; no obstante, al considerar la desviación estándar asociada a las mediciones, esa diferencia se mantiene dentro de la variabilidad experimental y, por tanto, no se interpreta como una disminución significativa de la hidrofobicidad. A partir de 2% y 3% de  $\text{TiO}_2$  se observa una tendencia clara de incremento en la respuesta hidrofóbica, con aumentos aproximados de +2.1% y +6.5%, respectivamente, respecto al PDMS sin carga. Este comportamiento concuerda con lo reportado para sistemas PDMS/ $\text{TiO}_2$ , donde contenidos moderados de nanopartículas favorecen ángulos de contacto más elevados, asociados a cambios en la topografía superficial y a una reducción de la energía superficial efectiva del recubrimiento (Cordoba et al., 2023a; J. Liu et al., 2023; Xiong et al., 2022; Zhang et al., 2024).

La interpretación de los valores obtenidos sitúa al PDMS sin refuerzo dentro del régimen hidrofóbico (ángulo de contacto  $> 90^\circ$ ), aunque por debajo del umbral de superhidrofobicidad ( $150^\circ$ ) reportado en la literatura. Con la adición de  $\text{TiO}_2$ , particularmente al 3%, los recubrimientos alcanzan un nivel de alta hidrofobicidad ( $115.17^\circ$ ), superior al del PDMS sin refuerzo y coherente con el comportamiento esperado de nanocompuestos PDMS/ $\text{TiO}_2$  cuando presentan una morfología superficial favorable y una adecuada dispersión de las nanopartículas (J. ; ; Liu et al., 2023; Xiong et al., 2022). Asimismo, el recubrimiento con 2% de  $\text{TiO}_2$  muestra un aumento moderado del ángulo de contacto. En el caso de 1% de  $\text{TiO}_2$ , la disminución observada respecto al PDMS sin refuerzo es pequeña y se encuentra dentro de la desviación estándar de las mediciones, por lo que no se considera un cambio significativo. En consecuencia, los resultados sugieren que el efecto del refuerzo depende de la concentración y del estado de dispersión de las nanopartículas en la matriz polimérica.

Se ha reportado que en sistemas PDMS/ $\text{TiO}_2$  diseñados con estructuras superficiales más complejas pueden alcanzar valores incluso superiores a  $150^\circ$ , es decir, dentro del rango superhidrofóbico, cuando se optimiza la arquitectura nanométrica y la química interfacial (Zhao et al., 2023). En este contexto, los resultados obtenidos en el presente trabajo ubican las superficies compuestas en el rango de hidrofóbico a altamente hidrofóbico, con un comportamiento dependiente de la concentración hasta un máximo

en 3% de  $\text{TiO}_2$ . Este hallazgo confirma que el refuerzo con  $\text{TiO}_2$  es una estrategia efectiva para incrementar la repelencia al agua de los recubrimientos de PDMS, siempre que las nanopartículas estén homogéneamente distribuidas en la matriz y el nanocomposito favorezcan la formación de una superficie continua y homogénea (J. ; ; Liu et al., 2023; Xiong et al., 2022; Zhou et al., 2023).

El análisis porcentual respecto al control indica que la adición de 1% de  $\text{TiO}_2$  produce una disminución aproximada del 2.1%, atribuible a la interacción inicial entre las partículas y la matriz; el sistema con 2% de  $\text{TiO}_2$  genera un aumento del 2.1%, mientras que el recubrimiento con 3% presenta un incremento del 6.5%, mostrando un comportamiento dependiente de la concentración (Tsuzuki et al., 2022; Xiong et al., 2022; Zhang et al., 2024). Dicho comportamiento coincide con estudios previos en los que se ha evidenciado que las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$ , al incorporarse con una distribución homogénea en la matriz, mejoran la hidrofobicidad y las propiedades funcionales de recubrimientos poliméricos (Tsuzuki et al., 2022).

La medición del ángulo de contacto estático, aplicado bajo el protocolo descrito, constituye una herramienta robusta y ampliamente utilizada para evaluar la mojabilidad superficial de materiales poliméricos. Esta propiedad se correlaciona directamente con características como la autolimpieza, el comportamiento antifouling y la durabilidad del recubrimiento en condiciones ambientales. Los datos obtenidos demuestran que el refuerzo con  $\text{TiO}_2$  puede modificar significativamente el equilibrio hidrofóbico/hidrofílico del PDMS, aspecto relevante en aplicaciones donde la repelencia al agua, la facilidad de limpieza y la resistencia al ensuciamiento son fundamentales (Tsuzuki et al., 2022; Xiong et al., 2022; Zhang et al., 2024). Además, la estabilidad del comportamiento hidrofóbico observada en el rango de 0–3%  $\text{TiO}_2$  proporciona información útil para el diseño de formulaciones en contextos industriales, considerando posibles fenómenos de recuperación hidrofóbica y desempeño a largo plazo bajo exposición ambiental (Tsuzuki et al., 2022; Xiong et al., 2022).

### **IV.3. Análisis de la adherencia de los recubrimientos**

En relación con el comportamiento mecánico del recubrimiento, se evaluó la adherencia de los sistemas PDMS/ $\text{TiO}_2$  mediante el ensayo de adhesión por cinta descrito en la

metodología, con el propósito de analizar el efecto de la concentración de  $\text{TiO}_2$  sobre la resistencia al desprendimiento. Las placas metálicas empleadas durante el ensayo se muestran en la Figura 7.

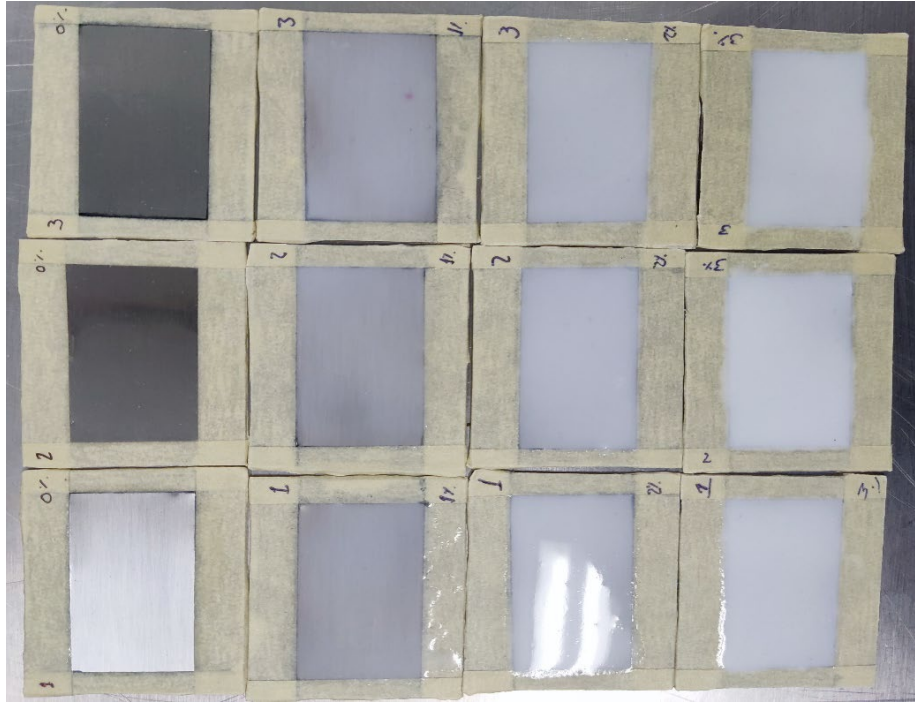


Figura 15.- Placas metálicas empleadas en el ensayo de adhesión.

Para la interpretación de los resultados se utilizó la escala de clasificación establecida por la norma ASTM D3359 (*Test Methods for Rating Adhesion by Tape Test*, 2023). Los criterios empleados se presentan en la Tabla 2 de la sección de Metodología. Con base en esta escala, se asignaron las calificaciones de adherencia a cada formulación y los resultados correspondientes se reportan en la Tabla 3.

Tabla 3.- Resultados del ensayo de adhesión por cinta para recubrimientos PDMS/TiO<sub>2</sub>.

<b>Contenido de TiO<sub>2</sub> (% p/p)</b>	<b>Clasificación ASTM D3359</b>	<b>Observaciones generales</b>
0 %	A3	Desprendimiento parcial localizado en líneas de corte, sin exposición del sustrato.
1 %	A3	Bordes de corte definidos, sin pérdida visible del recubrimiento.
2 %	A4	Adherencia uniforme, sin levantamientos apreciables tras el ensayo.
3 %	A4	Recubrimiento continuo, sin evidencia de desprendimiento o delaminación.

La Figura 19 presenta imágenes representativas del área evaluada tras la aplicación y remoción de la cinta en el ensayo de adhesión. Estas imágenes permiten apreciar el grado de desprendimiento asociado a cada formulación y respaldan la asignación de las calificaciones de adherencia reportadas.



Figura 16.- Evidencia fotográfica representativa del ensayo de adhesión por cinta para recubrimientos PDMS/TiO<sub>2</sub>: (a) 0 % TiO<sub>2</sub>, (b) 1 % TiO<sub>2</sub>, (c) 2 % TiO<sub>2</sub> y (d) 3 % TiO<sub>2</sub>, tras la remoción de la cinta adhesiva.

Los resultados muestran una mejora progresiva de la adhesión conforme aumenta el contenido de TiO<sub>2</sub>, reflejada en calificaciones más altas y consistentes. En la formulación sin TiO<sub>2</sub> (0%), la mayoría de los ensayos se clasificó como A3 y uno alcanzó A4, lo que indica remoción parcial del recubrimiento a lo largo de las líneas de corte sin desprendimiento generalizado; este comportamiento corresponde a la adherencia base esperada del PDMS sin refuerzo. En 1% de TiO<sub>2</sub> se mantuvo una tendencia similar, predominando A3 con un caso A4, lo que sugiere una mejora limitada respecto al polímero sin carga, todavía sin una respuesta uniforme. Al incrementar la concentración a 2% de TiO<sub>2</sub>, A4 se volvió la calificación dominante, aunque se registró un ensayo con A3, lo que apunta a un avance en el desempeño con cierta variabilidad residual. Finalmente, en 3% de TiO<sub>2</sub> todos los ensayos alcanzaron A4, mostrando el comportamiento más alto y reproducible de adhesión entre las formulaciones evaluadas (Al-Dharob et al., 2023; Mohamed et al., 2023).

La tendencia observada coincide con la hipótesis de que las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  mejoran la integridad interfacial y la cohesión del recubrimiento, especialmente a mayores concentraciones. Como se observa en la Tabla 3, la distribución de resultados entre réplicas confirma la solidez del comportamiento de adhesión en la formulación con 3%  $\text{TiO}_2$ .

La tendencia observada es consistente con que las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  favorecen una interfaz recubrimiento–sustrato más estable y una mayor cohesión interna del recubrimiento. En la interfaz, una dispersión adecuada puede incrementar los puntos efectivos de contacto y mejorar la continuidad del recubrimiento sobre el sustrato, lo que dificulta el inicio del desprendimiento durante la remoción de la cinta. Dentro del recubrimiento, el  $\text{TiO}_2$  actúa como fase de refuerzo al restringir la movilidad segmentaria del PDMS y limitar la propagación del daño alrededor de las incisiones, lo que se refleja en calificaciones más uniformes a mayores contenidos de carga (Al-Dharob et al., 2023; Cordoba et al., 2023a).. Como se muestra en la Tabla 3, la formulación con 3% de  $\text{TiO}_2$  presentó la respuesta más consistente entre réplicas, lo que sugiere un comportamiento adhesivo más estable para esa composición.

El incremento en la adhesión con mayor concentración de  $\text{TiO}_2$  puede explicarse mediante diversos mecanismos no excluyentes. En primer lugar, la presencia de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  modifica la rugosidad superficial del recubrimiento, lo que favorece el anclaje mecánico con el sustrato durante el ensayo y aumenta la resistencia a las fuerzas de desprendimiento (Mohamed et al., 2023). Una superficie más rugosa ofrece mayor área de contacto y puntos de sujeción mecánica, contribuyendo a calificaciones más altas como A4 a elevadas concentraciones de  $\text{TiO}_2$ .

En segundo término, las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  pueden promover interacciones interfaciales más fuertes entre la matriz polimérica y el sustrato, facilitando una mejor transferencia de carga y mayor cohesión en la interfaz, lo cual reduce los puntos de inicio de falla adhesiva (K. Cao et al., 2022). En tercer lugar, la incorporación de  $\text{TiO}_2$  puede modificar el módulo elástico y la resistencia mecánica del polímero, incrementando su capacidad de resistir la propagación de grietas o el desprendimiento bajo las tensiones localizadas generadas por la prueba de cinta. Asimismo, el efecto de relleno del  $\text{TiO}_2$

podría disminuir las tensiones internas residuales dentro del recubrimiento, distribuyendo mejor el esfuerzo y reduciendo la posibilidad de fallas cohesivas (Al-Dharob et al., 2023; Mohamed et al., 2023).

Estos mecanismos coinciden con lo reportado en recubrimientos poliméricos reforzados con nanopartículas, donde el  $\text{TiO}_2$  mejora las propiedades mecánicas y la adhesión mediante el fortalecimiento interfacial, la modulación del módulo elástico y la optimización microestructural (Al-Dharob et al., 2023; Mohamed et al., 2023). Las clasificaciones A4 uniformes del 3%  $\text{TiO}_2$  sugieren un punto umbral donde los efectos del nanoreforzo permean completamente la matriz, maximizando la resistencia interfacial y minimizando los modos de falla por defectos (Al-Dharob et al., 2023).

Los efectos inducidos por la incorporación de  $\text{TiO}_2$  pueden asociarse con cambios en la microestructura y la densidad del recubrimiento, lo que influye en la rigidez local y en la resistencia al despegue durante la prueba (Al-Dharob et al., 2023). Asimismo, la presencia de nanopartículas puede incrementar la fuerza cohesiva interna de la película, limitando la propagación de grietas superficiales tras la remoción de la cinta (Mohamed et al., 2023). En conjunto, estos efectos explican la transición observada de clasificaciones mixtas A3–A4 hacia una adhesión uniforme A4 al aumentar la concentración de  $\text{TiO}_2$ , particularmente en la formulación con 3%, lo que refleja una interfaz más estable y resistente al desprendimiento.

#### **IV.4. Desempeño del nanocompósito en campo (ASTM G4-01)**

El comportamiento observado durante la exposición en condiciones naturales mostró diferencias entre los recubrimientos en función de la concentración de  $\text{TiO}_2$  incorporada en la matriz de PDMS. Las muestras sin refuerzo presentaron signos visibles de degradación superficial asociados a procesos de corrosión atmosférica, mientras que los recubrimientos reforzados mantuvieron una mayor estabilidad frente a la exposición prolongada.

Las observaciones visuales mostraron que las placas sin recubrimiento presentaron el escenario más susceptible a la degradación. Una de ellas exhibió corrosión visible, principalmente en los bordes, como se aprecia en la Figura 20, confirmando la



vulnerabilidad del metal desnudo frente a la combinación de radiación solar, humedad ambiental y deposición de agua de lluvia durante el periodo de exposición.

Por su parte, el recubrimiento sin refuerzo (0 % de  $\text{TiO}_2$ ) mantuvo una apariencia general estable, sin evidencia de corrosión extensa, como se observa en la Figura 21, aunque con un desempeño inferior al de los sistemas reforzados.

En el caso de las placas recubiertas con 1% de  $\text{TiO}_2$ , se identificaron pequeños desprendimientos superficiales localizados, como se muestra en la Figura 22. Estos daños se presentaron a escala reducida y no comprometieron la integridad global de la película, aunque sí indican una menor cohesión del recubrimiento en comparación con las formulaciones con mayor contenido de  $\text{TiO}_2$ .

Las observaciones visuales mostraron que las placas recubiertas con el nanocompósito PDMS/ $\text{TiO}_2$  conservaron una apariencia superficial uniforme en la mayoría de las formulaciones evaluadas. Este comportamiento se muestra en las Figuras 23 y 24, correspondientes a las muestras con 2% y 3% de  $\text{TiO}_2$ , en las que no se observaron cambios aparentes, zonas de oxidación ni desprendimiento visible tras el periodo de exposición, lo que evidencia la estabilidad del recubrimiento bajo condiciones ambientales reales.

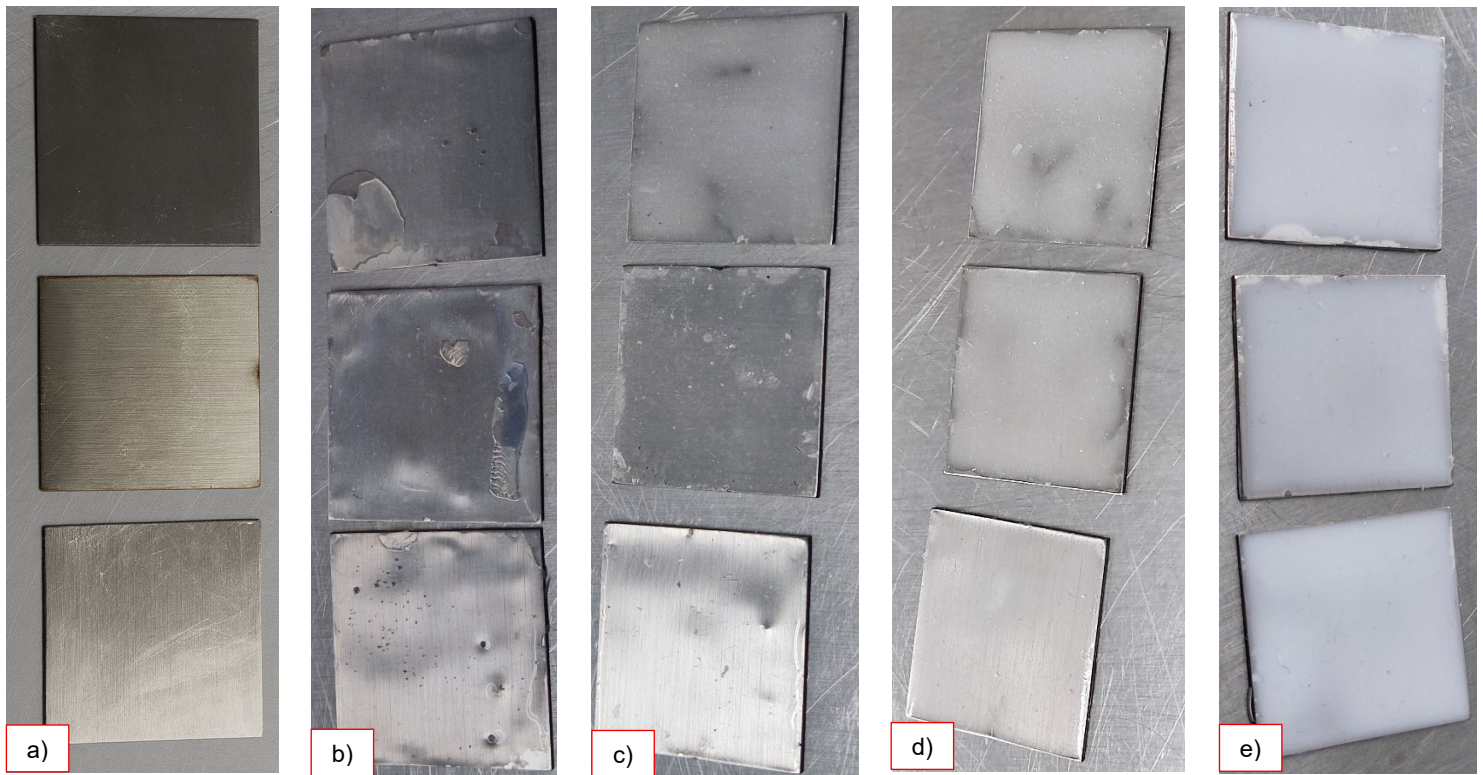


Figura 17.- Placas de acero expuestas a la intemperie durante 9 meses: (a) sin recubrimiento; (b) recubrimiento de PDMS con 0% de  $\text{TiO}_2$ ; (c) recubrimiento PDMS/ $\text{TiO}_2$  con 1% de  $\text{TiO}_2$ ; (d) recubrimiento PDMS/ $\text{TiO}_2$  con 2% de  $\text{TiO}_2$ ; (e) recubrimiento PDMS/ $\text{TiO}_2$  con 3% de  $\text{TiO}_2$ .

Los valores de masa antes y después del ensayo permitieron cuantificar el desempeño anticorrosivo del sistema, como se presenta en la Tabla 4. En las formulaciones reforzadas con 2% y 3% de  $\text{TiO}_2$ , las variaciones de masa fueron prácticamente nulas, con diferencias menores a 0.005 g, valores que se encuentran dentro del límite de precisión del equipo utilizado y son consistentes con la ausencia de deterioro visual observada tras la exposición. En el grupo con 1% de  $\text{TiO}_2$ , las variaciones de masa no superaron 0.014 g. Aunque estos valores son relativamente bajos, la pérdida superficial localizada identificada durante la inspección visual resulta coherente con dichas variaciones. Por el contrario, las formulaciones sin nanopartículas presentaron pérdidas de masa más elevadas, con diferencias de hasta 0.110 g, lo que confirma su menor capacidad de barrera frente a agentes corrosivos. En las muestras sin recubrimiento no se detectaron cambios apreciables de masa, a pesar de la presencia de focos de

corrosión. Este comportamiento es congruente con lo reportado en la literatura, donde se indica que, durante las etapas iniciales de la corrosión atmosférica, los productos de óxido pueden permanecer adheridos a la superficie sin generar una pérdida neta de material detectable mediante métodos gravimétricos.

Tabla 4.- Resultados de peso antes y después de la exposición a campo.

Grupo	Muestra	Inicial (g)	Sin limpiar (g)	Final (g)	$\Delta$ (g)
<b>Sin recubrimiento</b>	1	6.344	6.344	6.344	0.000
	2	6.483	6.483	6.483	0.000
	3	6.384	6.384	6.384	0.000
<b>0 % TiO<sub>2</sub></b>	1	6.676	6.653	6.648	0.028
	2	6.678	6.678	6.568	0.110
	3	6.758	6.745	6.724	0.034
<b>1 % TiO<sub>2</sub></b>	1	6.600	6.594	6.593	0.007
	2	6.527	6.526	6.524	0.003
	3	6.551	6.540	6.537	0.014
<b>2 % TiO<sub>2</sub></b>	1	6.629	6.628	6.627	0.002
	2	6.665	6.663	6.663	0.002

Grupo	Muestra	Inicial (g)	Sin limpiar (g)	Final (g)	$\Delta$ (g)
	3	6.655	6.651	6.650	0.005
	1	6.757	6.757	6.756	0.001
<b>3 % TiO<sub>2</sub></b>	2	6.603	6.604	6.603	0.000
	3	6.759	6.759	6.758	0.001

Los resultados obtenidos indican que la incorporación de nanopartículas de TiO<sub>2</sub> refuerza de manera significativa la matriz de PDMS y favorece la formación de una barrera más densa y estable. La formulación con 3% de TiO<sub>2</sub> fue la que presentó el mejor desempeño anticorrosivo, al conservar una masa prácticamente constante y mantener una superficie íntegra después de nueve meses de exposición en condiciones reales. Aunque la formulación con 1% mostró un desempeño aceptable, la presencia de desprendimientos confirma que esta concentración no es suficiente para garantizar la cohesión óptima del recubrimiento.

#### IV.5. Desempeño del nanocompósito en niebla salina (ASTM B117)

La exposición continua de las muestras al ambiente de niebla salina permitió distinguir de manera clara el comportamiento de cada formulación frente al ataque por cloruros. Aunque el procedimiento se diseñó principalmente para obtener evidencia visual del deterioro inducido durante las primeras etapas de exposición, la respuesta de las placas resultó suficientemente contrastante para establecer tendencias confiables.

Las placas sin recubrimiento mostraron el escenario más susceptible a la degradación. Una de ellas presentó una mancha de corrosión amplia y fácilmente identificable, mientras que la segunda desarrolló un ataque más discreto, restringido a una de las esquinas, como se observa en la Figura 25. Esta variación, aunque ligera, es coherente con la reactividad natural del sustrato metálico en ambientes clorados, donde la corrosión

localizada suele asociarse con microvariaciones superficiales de rugosidad o con contaminación previa.



*Figura 18.- Placas de acero sin recubrimiento tras 36hrs en niebla salina.*

El comportamiento de las placas recubiertas con 0% de  $\text{TiO}_2$  reveló una protección limitada. Ambas muestras desarrollaron inicios de corrosión por debajo de la película en uno de los laterales, evidenciados como zonas de oscurecimiento irregular y pequeños puntos de ataque, tal como se muestra en la Figura 26. Este patrón concuerda con el hecho de que la matriz polimérica sin refuerzo nanométrico presenta una mayor permeabilidad frente al electrolito, permitiendo que los cloruros alcancen la superficie metálica durante los primeros ciclos de exposición.

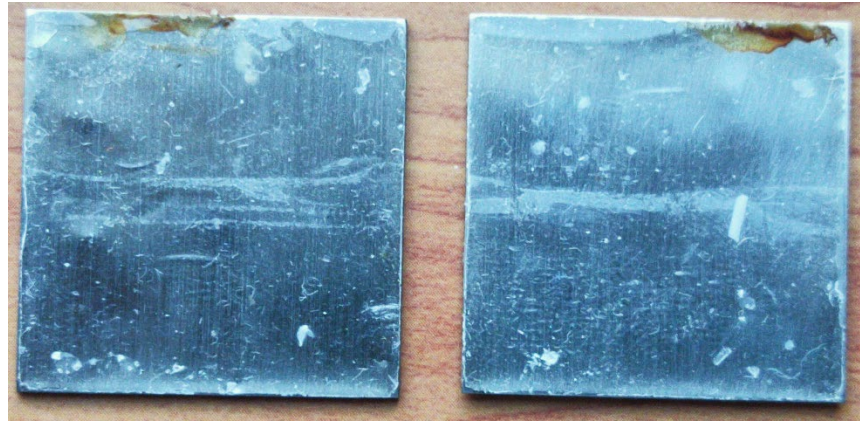


Figura 19.- Placas de acero con recubrimiento 0% tras 36hrs en niebla salina.

A diferencia de lo anterior, las placas con 1% de  $\text{TiO}_2$  mostraron un avance en su capacidad de protección. Una de ellas registró únicamente un punto de corrosión, mientras que la segunda permaneció libre de deterioro visible, como se aprecia en la Figura 27. Este comportamiento sugiere que incluso una cantidad reducida de nanopartículas contribuye a densificar la estructura del recubrimiento y a disminuir la difusión del medio agresivo hacia el sustrato.

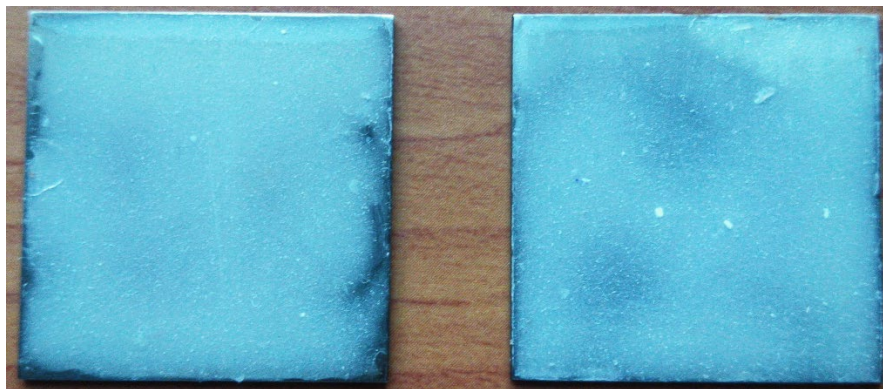
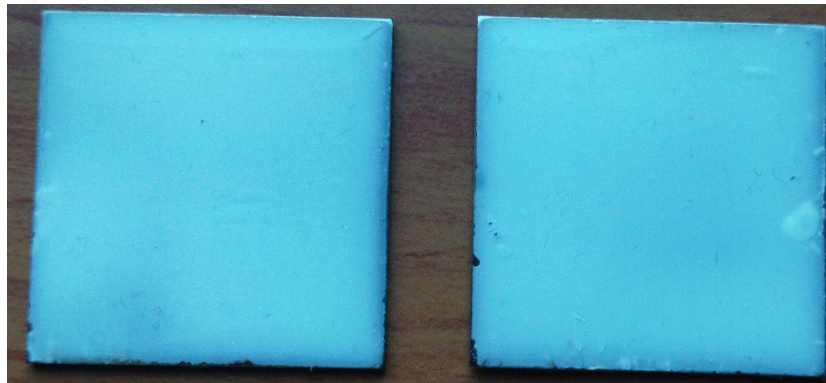


Figura 20.- Placas de acero con recubrimiento 1% tras 36hrs en niebla salina.

Las formulaciones con 2% y 3% de  $\text{TiO}_2$  presentaron el desempeño más estable, manteniendo su integridad superficial sin cambios de coloración, pérdida de brillo ni formación de puntos de ataque, como se observa en las Figuras 28 y 39. Estos resultados indican que, a partir del 2%, la incorporación de nanopartículas favorece la formación de

una estructura más uniforme y de baja permeabilidad, capaz de impedir el inicio del proceso corrosivo incluso bajo condiciones de exposición acelerada.



*Figura 21.- Placas de acero con recubrimiento 2% tras 36hrs en niebla salina.*



*Figura 22.- Placas de acero con recubrimiento 3% tras 36hrs en niebla salina.*

La tendencia general es inequívoca. El sistema sin recubrimiento y la matriz pura permitieron distintos grados de penetración del electrolito, situación que favoreció el desarrollo de corrosión incipiente. Las formulaciones con nanopartículas, especialmente las de 2% y 3%, mostraron una respuesta completamente estable y sin señales de deterioro. Así, los resultados obtenidos respaldan la idea de que la incorporación de  $\text{TiO}_2$  fortalece la continuidad de la barrera protectora y mejora notablemente el desempeño anticorrosivo durante las primeras etapas de exposición en ambientes salinos.



## CAPÍTULO V: CONCLUSIONES

A través del análisis de los resultados obtenidos durante la síntesis, caracterización y evaluación del nanocompósito PDMS/TiO<sub>2</sub> con contenidos en masa de 0%, 1%, 2% y 3%, es posible concluir que se cumplieron el objetivo general y los objetivos específicos planteados en el presente trabajo; se logró la obtención de nanopartículas de TiO<sub>2</sub> mediante el método sol-gel y su incorporación exitosa en recubrimientos poliméricos aplicados sobre acero, formándose películas continuas, transparentes y con adecuada integridad superficial.

Los ensayos realizados permitieron identificar una influencia directa del contenido de TiO<sub>2</sub> sobre el desempeño funcional de los recubrimientos, observándose un incremento progresivo de la hidrofobicidad, una respuesta adhesiva adecuada y una resistencia superior frente a la corrosión para las formulaciones con 2% y 3% de nanopartículas, tanto en la exposición a campo durante nueve meses como en la prueba acelerada de niebla salina de 36 horas; las placas sin recubrimiento y aquellas recubiertas únicamente con PDMS mostraron degradación superficial y corrosión visible, mientras que la formulación con 1 % presentó un comportamiento intermedio.

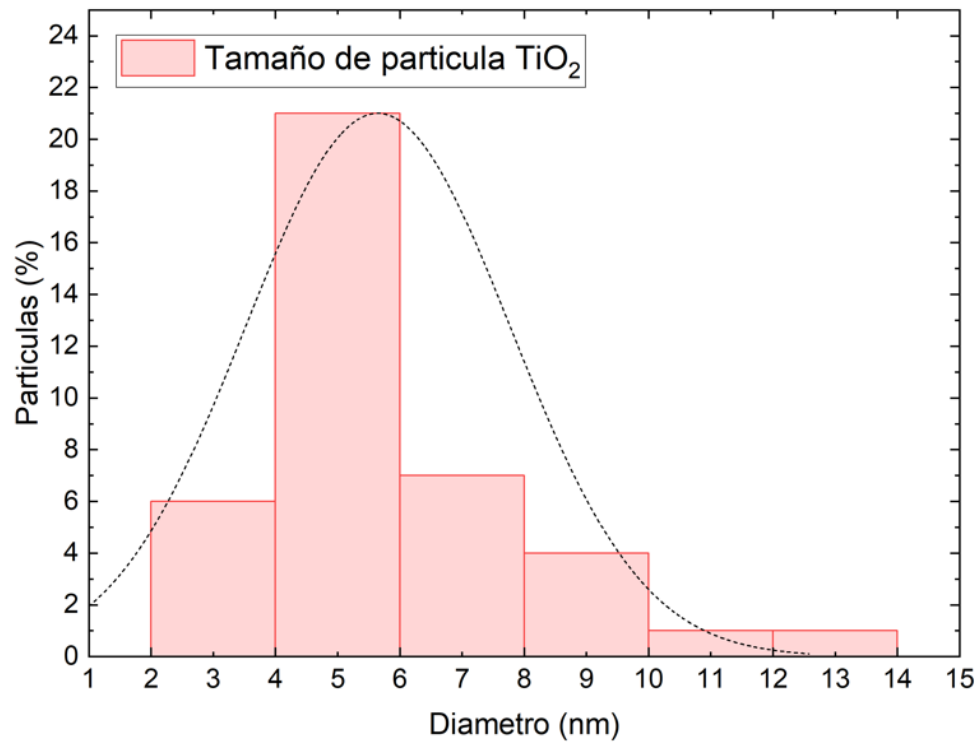
La comparación entre formulaciones permitió establecer la existencia de un umbral de concentración a partir del cual las nanopartículas de TiO<sub>2</sub> contribuyen de forma efectiva a la estabilidad del recubrimiento, siendo los sistemas con 2 % y 3 % los que concentraron el mejor balance entre hidrofobicidad, adherencia y desempeño anticorrosivo bajo condiciones reales y aceleradas de exposición.

Los resultados obtenidos ponen de manifiesto el potencial del sistema PDMS/ TiO<sub>2</sub> como recubrimiento protector para aplicaciones donde se requiere retardar la degradación por corrosión atmosférica; no obstante, el estudio se limitó a un tipo de sustrato y a un rango específico de formulaciones, por lo que trabajos futuros deberán profundizar en la evaluación de diferentes espesores, condiciones superficiales y métodos electroquímicos de caracterización, con el fin de consolidar el desempeño del sistema y delimitar con mayor precisión su ventana óptima de aplicación.

## PERSPECTIVAS

### Anexos

Gráfica del análisis estadístico de la distribución y tendencia del tamaño de partícula de  $\text{TiO}_2$  a partir de micrográficas TEM.



## Referencias

- Abbas, S. S., Raouf, R. M., & Al-Moameri, H. H. (2024). A REVIEW OF EPOXY-NANOCOMPOSITE PROPERTIES. *Journal of Engineering and Sustainable Development*, 28(1), 76–95. <https://doi.org/10.31272/JEASD.28.1.6>
- Ahmed, N. M., & Mohamed, M. G. (2023). Uplifting of anticorrosive coatings performance via TiO<sub>2</sub>/ZnO core–shell pigment for oil and gas pipelines protection. *Scientific Reports* 2023 13:1, 13(1), 1–11. <https://doi.org/10.1038/s41598-023-47417-w>
- Albaidani, K., Timoumi, A., Belhadj, W., Alamri, S. N., & Ahmed, S. A. (2023). Structural, electronic and optical characteristics of TiO<sub>2</sub> and Cu-TiO<sub>2</sub> thin films produced by sol-gel spin coating. *Ceramics International*, 49(22), 36265–36275. <https://doi.org/10.1016/J.CERAMINT.2023.08.309>
- Al-Dharob, M. H., Odah, J. F., Hamad, A. A., Younis, A., Hussain, N., Abdul, R., Ahmed, R., & Ameer, R. A. (2023). ZnO and TiO<sub>2</sub>/PVA Nanoparticle Additives Effect on the Adhesion Properties and Biological Activity of Dyes and Epoxy. *Iraqi Journal of Natural Sciences and Nanotechnology*, 4, 104–112. <https://doi.org/10.47758/IJNSN.V4I0.84>
- Ali, H., Khan, E., & Ilahi, I. (2019). Environmental Chemistry and Ecotoxicology of Hazardous Heavy Metals: Environmental Persistence, Toxicity, and Bioaccumulation. *Journal of Chemistry*, 2019(1), 6730305. <https://doi.org/10.1155/2019/6730305>
- Althoum, M. A. S. (2025). A Review of the Synthesis, Structural, and Optical Properties of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles: Current State of the Art and Potential Applications. *Crystals* 2025, Vol. 15, Page 944, 15(11), 944. <https://doi.org/10.3390/CRYST15110944>
- Al-Shehri, B. M., Bekhoukh, A., Benkhatou, S., Moulefera, I., Khormi, A. Y., Hakami, R. A., Alelyani, M., Abdelkader, J., Benyoucef, A., & Bakkour, Y. (2024). Positional Isomeric Effects on the Physicochemical Properties of Polymeric Matrix and Polymer@TiO<sub>2</sub> Nanocomposites. *Applied Sciences* 2024, Vol. 14, Page 2106, 14(5), 2106. <https://doi.org/10.3390/APP14052106>



- Arrouvel, C., Parker, S. C., & Saiful Islam, M. (2009). Lithium insertion and transport in the TiO<sub>2</sub>-B anode material: A computational study. *Chemistry of Materials*, 21(20), 4778–4783. <https://doi.org/10.1021/CM900373U>
- Arshad, A. H., Dani, S., Kulkarni, S. S., & Khadke, U. V. (2023). Dielectric Spectroscopy of Ferroelectric Crossbred PVDF–TiO<sub>2</sub> Polymer Composite Thin Films. *Journal of Scientific Research*, 15(1), 95–102. <https://doi.org/10.3329/JSR.V15I1.60132>
- Bampidis, V., Azimonti, G., Bastos, M. de L., Christensen, H., Dusemund, B., Fašmon Durjava, M., Kouba, M., López-Alonso, M., López Puente, S., Marcon, F., Mayo, B., Pechová, A., Petkova, M., Ramos, F., Sanz, Y., Villa, R. E., Woutersen, R., Aquilina, G., Bories, G., ... Vettori, M. V. (2021). Safety and efficacy of a feed additive consisting of titanium dioxide for all animal species (Titanium Dioxide Manufacturers Association). *EFSA Journal*, 19(6). <https://doi.org/10.2903/J.EFSA.2021.6630>
- Belova, A. S., Khchoyan, A. G., Il'ina, T. M., Kononevich, Y. N., Ionov, D. S., Sazhnikov, V. A., Khanin, D. A., Nikiforova, G. G., Vasil'ev, V. G., & Muzafarov, A. M. (2022). Polydimethylsiloxanes with Grafted Dibenzoylmethanato-boron Difluoride: Synthesis and Properties. *Polymers*, 14(23), 5075. <https://doi.org/10.3390/POLYM14235075/S1>
- Berardo, E., Hu, H. S., Kowalski, K., & Zwijnenburg, M. A. (2013). Coupled cluster calculations on TiO<sub>2</sub> nanoclusters. *Journal of Chemical Physics*, 139(6). <https://doi.org/10.1063/1.4817536/71990>
- Bhattacharya, A., Benavides, J. A., Gerlein, L. F., & Cloutier, S. G. (2022). Deep-learning framework for fully-automated recognition of TiO<sub>2</sub> polymorphs based on Raman spectroscopy. *Scientific Reports* 2022 12:1, 12(1), 1–13. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-26343-3>
- Bian, F., Huang, R., Li, X., Hu, J., & Lin, S. (2024). Facile Construction of Chestnut-Like Structural Fireproof PDMS/Mxene@BN for Advanced Thermal Management and Electromagnetic Shielding Applications. *Advanced Science*, 11(15), 2307482. <https://doi.org/10.1002/ADVS.202307482;ISSUE:ISSUE:DOI>



- Burgoa, A., Arriaga, A., Badiola, J. H., Ibarretxe, J., Iturrondobeitia, M., Martinez-Amesti, A., & Vilas, J. L. (2023). On the injection molding of thick-walled thermoplastic vulcanizates: linking static and dynamic mechanical properties with morphology. *Polymer International*, 72(5), 508–519. <https://doi.org/10.1002/PI.6497>;REQUESTEDJOURNAL:JOURNAL:10970126
- Cao, G., & Yi, N. (2020). Quantitative Analysis of Anatase-Rutile Mixtures by Raman Spectroscopy. *ChemistrySelect*, 5(37), 11530–11533. <https://doi.org/10.1002/SLCT.202002931>;WEBSITE:WEBSITE:CHEMISTRY-EUROPE;ISSUE:ISSUE:DOI
- Cazan, C., Enesca, A., & Andronic, L. (2021). Synergic Effect of TiO<sub>2</sub> Filler on the Mechanical Properties of Polymer Nanocomposites. *Polymers 2021, Vol. 13, Page 2017*, 13(12), 2017. <https://doi.org/10.3390/POLYM13122017>
- Chen, X., & Mao, S. S. (2007a). Titanium Dioxide Nanomaterials: Synthesis, Properties, Modifications, and Applications. *Chemical Reviews*, 107(7), 2891–2959. <https://doi.org/10.1021/CR0500535>
- Chen, X., & Mao, S. S. (2007b). Titanium Dioxide Nanomaterials: Synthesis, Properties, Modifications, and Applications. *Chemical Reviews*, 107(7), 2891–2959. <https://doi.org/10.1021/CR0500535>
- Chen, Z., Cui, C., Jin, C., Li, X., Zhou, Y., Shao, Y., Ma, L., Zhang, Y., & Wang, T. (2023). Tough and Thermostable Polybutylene Terephthalate (PBT)/Vitrimers Blend with Enhanced Interfacial Compatibility. *Macromolecular Rapid Communications*, 44(10), 2200972. <https://doi.org/10.1002/MARC.202200972>;ISSUE:ISSUE:DOI
- Cordoba, A., Rivera-Muñoz, E. M., Velázquez-Castillo, R., & Esquivel, K. (2023). PDMS/TiO<sub>2</sub> and PDMS/SiO<sub>2</sub> Nanocomposites: Mechanical Properties' Evaluation for Improved Insulating Coatings. *Nanomaterials*, 13(10), 1699. <https://doi.org/10.3390/NANO13101699/S1>
- da Silva, R. F. B., Cardoso, W., Gontijo, L. C., Pimentel, B. P., Viana, P. R. P., & de Sousa Galdino, A. G. (2023). Deposition of Ti-Based Thin Films on AISI 1020 Steel



- Substrates Using the Cathodic Cage Plasma Deposition Technique. *Materials Research*, 26, e20230291. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2022-0291>
- Danková, M., Kalendová, A., & Machotová, J. (2020). Waterborne coatings based on acrylic latex containing nanostructured ZnO as an active additive. *Journal of Coatings Technology and Research*, 17(2), 517–529. <https://doi.org/10.1007/S11998-019-00302-6/METRICS>
- De Lile, J. R., Bahadoran, A., Zhou, S., & Zhang, J. (2022). Polaron in TiO<sub>2</sub> from First-Principles: A Review. *Advanced Theory and Simulations*, 5(2), 2100244. <https://doi.org/10.1002/ADTS.202100244;JOURNAL:JOURNAL:25130390;ISSUE:ISSUE:DOI>
- Diaz Armas, N., Bhandari, G., Kodra, S., Zhang, J., Kazmer, D., & Mead, J. (2025). Additive Manufacturing of Thermoset Elastomer–Thermoplastic Composites Using Dual-Extrusion Printing. *Polymers 2025, Vol. 17, Page 1800*, 17(13), 1800. <https://doi.org/10.3390/POLYM17131800>
- Du, J., Li, C., Liu, P., Liu, J., Chen, X., Wang, G., Zuo, Z., Huang, C., Lou, F., & Wang, M. (2023). Inhibition effect of nano-silica synergistic corrosion inhibitor on 110SSsteel in ultra-high temperature organic acidic environment. *Corrosion Engineering Science and Technology*, 58(8), 799–810. <https://doi.org/10.1080/1478422X.2023.2262215;JOURNAL:JOURNAL:YCST19;PAGE:STRING:ARTICLE/CHAPTER>
- Eddy, D. R., Permana, M. D., Sakti, L. K., Sheha, G. A. N., Solihudin, G. A. N., Hidayat, S., Takei, T., Kumada, N., & Rahayu, I. (2023). Heterophase Polymorph of TiO<sub>2</sub> (Anatase, Rutile, Brookite, TiO<sub>2</sub> (B)) for Efficient Photocatalyst: Fabrication and Activity. *Nanomaterials 2023, Vol. 13, Page 704*, 13(4), 704. <https://doi.org/10.3390/NANO13040704>
- Fadl, A. M., Abdou, M. I., Hamza, M. A., & Sadeek, S. A. (2020). Corrosion-inhibiting, self-healing, mechanical-resistant, chemically and UV stable PDMAS/TiO<sub>2</sub> epoxy hybrid nanocomposite coating for steel petroleum tanker trucks. *Progress in Organic Coatings*, 146, 105715. <https://doi.org/10.1016/J.PORGCOAT.2020.105715>



- Fainleib, A. M., & Purikova, O. H. (2019). Self-healing polymers: approaches of healing and their application. *Polymer journal*, 41(1), 4–18. <https://doi.org/10.15407/POLYMERJ.41.01.004>
- Fan, L., & Shi, X. (2022). Techniques of corrosion monitoring of steel rebar in reinforced concrete structures: A review. *Structural Health Monitoring*, 21(4), 1879–1905. <https://doi.org/10.1177/14759217211030911>;WEBSITE:WEBSITE:SAGE;REQUESTEDJOURNAL:JOURNAL:SHMA;WGROUPE:STRING:PUBLICATION
- Faruk ÜNSAL, Ö., Altin, Y., & Çelik Bedeloğlu, A. (2020). DIELECTRIC PROPERTIES OF POLYANILINE-FUNCTIONALIZED CARBON NANOTUBE/PDMS NANOCOMPOSITES. *Uludağ University Journal of The Faculty of Engineering*, 25(2), 861–874. <https://doi.org/10.17482/UUMFD.730521>
- Feng, Y., Chen, X., Li, Y., Wang, Y., Li, H., & Zhou, G. (2021). Comparison with Experiment, Model, and Simulation for Thermal Conductive Mechanism of Polymer Composites without Particle Network. *Macromolecular Chemistry and Physics*, 222(19), 2100200. <https://doi.org/10.1002/MACP.202100200>;PAGE:STRING:ARTICLE/CHAPTER
- Fischer, T., Suttor, S., Mansi, S., Ahrens, M., & Eblenkamp, M. (2020). Germ-Reducing Titanium Dioxide - Silicone Rubber Composites. *Materials Science Forum*, 976, 3–8. <https://doi.org/10.4028/WWW.SCIENTIFIC.NET/MSF.976.3>
- Francis, L. F., & Roberts, C. C. (2016). Dispersion and Solution Processes. *Materials Processing: A Unified Approach to Processing of Metals, Ceramics and Polymers*, 415–512. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-385132-1.00006-9>
- Ganeshkumar, S., Venkatesh, S., Paranthaman, P., Arulmurugan, R., Arunprakash, J., Manickam, M., Venkatesh, S., & Rajendiran, G. (2022). Performance of Multilayered Nanocoated Cutting Tools in High-Speed Machining: A Review. *International Journal of Photoenergy*, 2022(1), 5996061. <https://doi.org/10.1155/2022/5996061>
- Ghaderi, M., Bi, H., & Dam-Johansen, K. (2024). Advanced materials for smart protective coatings: Unleashing the potential of metal/covalent organic frameworks, 2D



- nanomaterials and carbonaceous structures. *Advances in Colloid and Interface Science*, 323, 103055. <https://doi.org/10.1016/J.CIS.2023.103055>
- Gurav, S., Nadaf, S., Jena, G. K., & Gurav, N. (2023). Nanotechnology based delivery of nutraceuticals. *Nutraceuticals: Sources, Processing Methods, Properties, and Applications*, 1–34. <https://doi.org/10.1016/B978-0-443-19193-0.00006-X>
- Hammadi, W. T., Suhail, A. Ibrahim, & Al-Nasralla, A. S. (2025). Evaluation the TiO<sub>2</sub> Phases by Raman Spectroscopy and X-ray Diffraction. *International Research Journal of Pure and Applied Chemistry*, 26(3), 65–70. <https://doi.org/10.9734/IRJPAC/2025/V26I3917>
- 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). <https://doi.org/10.1002/MASY.201800247>
- Han, T. L., Guo, B. F., Zhang, G. D., & Tang, L. C. (2023). Facile Synthesis of Hollow Glass Microsphere Filled PDMS Foam Composites with Exceptional Lightweight, Mechanical Flexibility, and Thermal Insulating Property. *Molecules* 2023, Vol. 28, Page 2614, 28(6), 2614. <https://doi.org/10.3390/MOLECULES28062614>
- Hiremath, S., & Kulkarni, S. M. (2020). Photomechanical actuation of polydimethylsiloxane/carbon black nanocomposite. *Micro and Nano Letters*, 15(7), 437–440. <https://doi.org/10.1049/MNL.2019.0286;SUBPAGE:STRING:FULL>
- Hussain, C. M., & Verma, C. (Eds.). (2021). Sustainable Corrosion Inhibitors I: Fundamentals, Methodologies, and Industrial Applications. *Part - Title, Copyright, Foreword*, 1403. <https://doi.org/10.1021/BK-2021-1403>
- Jeon, K. H., & Park, J. W. (2022). Light-Emitting Polymer Blended with Elastomers for Stretchable Polymer Light-Emitting Diodes. *Macromolecules*, 55(18), 8311–8320. <https://doi.org/10.1021/ACS.MACROMOL.2C01095>
- Jeong, Y., Cho, W. K., & Kang, S. M. (2021). Spray Coating of 2- and 3-D Solid Substrates Using a Sulfated Polysaccharide for Marine Antifouling Applications. *Macromolecular*



*Materials and Engineering*, 306(11), 2100423.  
<https://doi.org/10.1002/MAME.202100423>;ISSUE:ISSUE:DOI

Jogi, J. K., Singhal, S. K., Jangir, R., Dwivedi, A., Tanna, A. R., Singh, R., Gupta, M., & Sagdeo, P. R. (2022). Investigation of the Structural and Optical Properties of Zinc Ferrite Nanoparticles Synthesized via a Green Route. *Journal of Electronic Materials* 2022 51:10, 51(10), 5482–5491. <https://doi.org/10.1007/S11664-022-09813-2>

Karami, Z., Moini Jazani, O., Navarchian, A. H., Karrabi, M., & Saeb, M. R. (2019). Viscoelastic behavior of silicone/clay nanocomposite coatings. *Progress in Organic Coatings*, 136, 105214. <https://doi.org/10.1016/J.PORGCOAT.2019.105214>

Katz, S., Lachman, N., Hafif, N., Rosh, L., Pevzner, A., Lybman, A., Amitay-Rosen, T., Nir, I., & Rotter, H. (2023). Studying the Physical and Chemical Properties of Polydimethylsiloxane Matrix Reinforced by Nanostructured TiO<sub>2</sub> Supported on Mesoporous Silica. *Polymers*, 15(1), 81. <https://doi.org/10.3390/POLYM15010081/S1>

Kéri, O., Kocsis, E., Karajz, D. A., Nagy, Z. K., Párditka, B., Erdélyi, Z., Szabó, A., Hernádi, K., & Szilágyi, I. M. (2021). Photocatalytic Crystalline and Amorphous TiO<sub>2</sub> Nanotubes Prepared by Electrospinning and Atomic Layer Deposition. *Molecules* 2021, Vol. 26, Page 5917, 26(19), 5917. <https://doi.org/10.3390/MOLECULES26195917>

Khan, A., Iqbal, S., Khan, M., Iqbal, F., Musaddiq, S., Masoom, W., & Sarwar, A. (2023). A Comprehensive Review on Polymer Nanocomposites; Classification, Properties and Potential Applications. *JOURNAL OF NANOSCOPE (JN)*, 4(1), 45–74. <https://doi.org/10.52700/JN.V4I1.88>

Khatir, B., Lin, A., Vuong, T. V., Serles, P., Shayesteh, A., Hsu, N. S. Y., Sinton, D., Tran, H., Master, E. R., Filleter, T., & Golovin, K. (2025). Molecular Structure of Omniphobic, Surface-Grafted Polydimethylsiloxane Chains. *Small*, 21(8), 2406089. <https://doi.org/10.1002/SMLL.202406089>;WGROU:STRING:PUBLICATION

- Kim, D., & Kang, S. M. (2020). Red Algae-Derived Carrageenan Coatings for Marine Antifouling Applications. *Biomacromolecules*, 21(12), 5086–5092. <https://doi.org/10.1021/ACS.BIOMAC.0C01248>
- Kim, G. M., Lee, S. J., & Kim, C. L. (2021). Assessment of the Physical, Mechanical, and Tribological Properties of PDMS Thin Films Based on Different Curing Conditions. *Materials* 2021, Vol. 14, Page 4489, 14(16), 4489. <https://doi.org/10.3390/MA14164489>
- Kong, H., Luo, X., Zhang, P., Feng, J., Li, P., Hu, W., Wang, X., & Liu, X. (2023). Self-Healing, Solvent-Free, Anti-Corrosion Coating Based on Skin-like Polyurethane/Carbon Nanotubes Composites with Real-Time Damage Monitoring. *Nanomaterials*, 13(1), 124. <https://doi.org/10.3390/NANO13010124/S1>
- Kong, T. Y., de Souza, N. R., & Kim, S. Y. (2024). Gradual Solvent Quality Changes Induce Abrupt Changes in Interfacial Layer, Dispersion Structure, and Physical Properties of Polymer Nanocomposites. *Macromolecules*, 57(19), 9386–9395. <https://doi.org/10.1021/ACS.MACROMOL.4C02103>
- Kremenovic, A., Grujic-Brojcin, M., Tomic, N., Lazovic, V., Bajuk-Bogdanovic, D., Krstic, J., & Scepanovic, M. (2022). Size–strain line-broadening analysis of anatase/brookite (TiO<sub>2</sub>)-based nanocomposites with carbon (C): XRPD and Raman spectroscopic analysis. *urn:issn:2052-5206*, 78(2), 214–222. <https://doi.org/10.1107/S2052520622001731>
- Kumar, N., Mahade, S., Ganvir, A., & Joshi, S. (2021). Understanding the influence of microstructure on hot corrosion and erosion behavior of suspension plasma sprayed thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 419. <https://doi.org/10.1016/J.SURFCOAT.2021.127306>
- Kumar, S., Harsimran, S., Santosh, K., & Rakesh, K. (2021). *OVERVIEW OF CORROSION AND ITS CONTROL: A CRITICAL REVIEW*. 03(1), 13–24. <https://doi.org/10.24874/PES03.01.002>
- Latthe, S. S., Sutar, R. S., Bhosale, A. K., Nagappan, S., Ha, C. S., Sadasivuni, K. K., Liu, S., & Xing, R. (2019). Recent developments in air-trapped superhydrophobic and

- liquid-infused slippery surfaces for anti-icing application. *Progress in Organic Coatings*, 137, 105373. <https://doi.org/10.1016/J.PORGCOAT.2019.105373>
- Le Bellec, P., Midoux, P., Cheradame, H., Bennevault, V., & Guégan, P. (2022). Tuneable thermal properties of PTHF-based copolymers by incorporation of epoxide units. *European Polymer Journal*, 168, 111096. <https://doi.org/10.1016/J.EURPOLYMJ.2022.111096>
- Leng, J., Frank Cheng, Y., Liao, K., Huang, Y., Zhou, F., Zhao, S., Liu, X., & Zou, Q. (2022). Synergistic effect of O<sub>2</sub>-Cl<sup>-</sup> on localized corrosion failure of L245N pipeline in CO<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-Cl<sup>-</sup> environment. *Engineering Failure Analysis*, 138, 106332. <https://doi.org/10.1016/J.ENGFAILANAL.2022.106332>
- Lewicki, J. P., Mayer, B. P., Albo, R., Harley, S. J., Alviso, C. T., Mason, H. E., & Maxwell, R. S. (2011, noviembre). *NMR AND THERMAL ANALYTICAL INVESTIGATIONS OF STRUCTURE PROPERTY RELATIONSHIPS IN END-LINKED MODEL PDMS NETWORKS*. <https://www.osti.gov/biblio/1114697>
- Lim, T., Lee, J. H., Mun, J. H., Yang, K. H., Ju, S., & Jeong, S. M. (2020). Enhancing Functionality of Epoxy-TiO<sub>2</sub>-Embedded High-Strength Lightweight Aggregates. *Polymers* 2020, Vol. 12, Page 2384, 12(10), 2384. <https://doi.org/10.3390/POLYM12102384>
- Lipika, & Singh, A. K. (2022a). Polydimethylsiloxane based sustainable hydrophobic/oleophilic coatings for oil/water separation: A review. *Cleaner Materials*, 6, 100136. <https://doi.org/10.1016/J.CLEMA.2022.100136>
- Lipika, & Singh, A. K. (2022b). Polydimethylsiloxane based sustainable hydrophobic/oleophilic coatings for oil/water separation: A review. *Cleaner Materials*, 6, 100136. <https://doi.org/10.1016/J.CLEMA.2022.100136>
- Liu, J. ; ; Liu, Y. ; ; Lei, Z. ; ; Han, Y. ; ; Zheng, Z. ; ; Yin, J., Boinovich, B., Xia, X., Liu, J., Liu, Y., Lei, Z., Han, Y., Zheng, Z., & Yin, J. (2023). Preparation and Characterization of Biomimetic SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>-PDMS Composite Hydrophobic Coating with Self-Cleaning Properties for Wall Protection Applications. *Coatings* 2023, Vol. 13, Page 224, 13(2), 224. <https://doi.org/10.3390/COATINGS13020224>



- Liu, P., Wang, X., Wang, C., Zhuang, M., Wang, J., Ren, K., Wang, X., & Zhang, Q. (2025a). Study on corrosion of typical structural parts of automobile based on disassembly analysis. *Journal of Physics: Conference Series*, 3057(1), 012041. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/3057/1/012041>
- Liu, P., Wang, X., Wang, C., Zhuang, M., Wang, J., Ren, K., Wang, X., & Zhang, Q. (2025b). Study on corrosion of typical structural parts of automobile based on disassembly analysis. *Journal of Physics: Conference Series*, 3057(1), 012041. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/3057/1/012041>
- Lucherelli, M. A., Duval, A., & Averous, L. (2023). Combining Associative and Dissociative Dynamic Linkages in Covalent Adaptable Networks from Biobased 2,5-Furandicarboxaldehyde. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 11(6), 2334–2344. <https://doi.org/10.1021/ACSSUSCHEMENG.2C05956>
- Mahmood, A., Perveen, F., Chen, S., Akram, T., & Irfan, A. (2024). Polymer Composites in 3D/4D Printing: Materials, Advances, and Prospects. *Molecules* 2024, Vol. 29, Page 319, 29(2), 319. <https://doi.org/10.3390/MOLECULES29020319>
- Mahu, E., Coromelci, C. G., Lutic, D., Asaftei, I. V., Sacarescu, L., Harabagiu, V., & Ignat, M. (2021). Tailoring mesoporous titania features by ultrasound-assisted sol-gel technique: Effect of surfactant/titania precursor weight ratio. *Nanomaterials*, 11(5), 1263. <https://doi.org/10.3390/NANO11051263/S1>
- Mallia, J. C., Anastasi, A. A., & Briffa, S. M. (1d. C.). Developing Self-Cleaning Photocatalytic TiO<sub>2</sub> Nanocomposite Coatings. <https://services.igi-global.com/resolvedoi/resolve.aspx?doi=10.4018/IJSEIMS.324757>, 11(1), 1–20. <https://doi.org/10.4018/IJSEIMS.324757>
- McClements, J., & Koutsos, V. (2024). Investigating the impact of water capillary forces on polymer-substrate adhesion using force spectroscopy. *Journal of Applied Polymer Science*, 141(44), e56181. <https://doi.org/10.1002/APP.56181;WGROU:STRING:PUBLICATION>
- McClements, J., Zhang, M., Radacsi, N., & Koutsos, V. (2020). Measuring the interactions between carbon black nanoparticles and latex thin films in aqueous media using AFM



- force spectroscopy. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 603, 124920. <https://doi.org/10.1016/J.COLSURFA.2020.124920>
- Memon, H., & Wei, Y. (2020). Welding and reprocessing of disulfide-containing thermoset epoxy resin exhibiting behavior reminiscent of a thermoplastic. *Journal of Applied Polymer Science*, 137(47), 49541. <https://doi.org/10.1002/APP.49541;WGROU:STRING:PUBLICATION>
- Mirzapour, M., Robert, M., & Benmokrane, B. (2024). In Situ Processing to Achieve High-Performance Epoxy Nanocomposites with Low Graphene Oxide Loading. *C 2024*, Vol. 10, Page 52, 10(2), 52. <https://doi.org/10.3390/C10020052>
- Mittal, K. L. (2009). *Silanes and Other Coupling Agents*, Volume 5. <https://doi.org/10.1201/B12244>
- Mohamed, A. M. A., Alateyah, A. I., Hasan, H., Matli, P. R., El-Sayed Seleman, M. M., Ahmed, E., El-Garaihy, W. H., & Golden, T. D. (2023). Enhanced Corrosion Resistance and Surface Wettability of PVDF/ZnO and PVDF/TiO<sub>2</sub> Composite Coatings: A Comparative Study. *Coatings 2023*, Vol. 13, Page 1729, 13(10), 1729. <https://doi.org/10.3390/COATINGS13101729>
- Moklyak, V., Chelyadyn, V., Hrubiak, A., Ostafiychuk, B., Kotsyubynsky, V., Mizilevska, M., Moklyak, M., Lisovsky, R., & Yavorskyi, Y. (2020). Synthesis, Structure, Optic and Photocatalytic Properties of Anatase/Brookite Nanocomposites. *Journal of Nano Research*, 64, 39–48. <https://doi.org/10.4028/WWW.SCIENTIFIC.NET/JNANOR.64.39>
- Montemor, M. F. (2014). Functional and smart coatings for corrosion protection: A review of recent advances. *Surface and Coatings Technology*, 258, 17–37. <https://doi.org/10.1016/J.SURFCOAT.2014.06.031>
- Moreira, V. B., Meneguzzi, A., Jiménez-Piqué, E., Alemán, C., & Armelin, E. (2021). Aluminum protection by using green zirconium oxide layer and organic coating: An efficient and adherent dual system. *Sustainability (Switzerland)*, 13(17), 9688. <https://doi.org/10.3390/SU13179688/S1>



- Mugemana, C., Moghimikheirabadi, A., Arl, D., Addiego, F., Schmidt, D. F., Kröger, M., & Karatrantos, A. V. (2022). Ionic poly(dimethylsiloxane)–silica nanocomposites: Dispersion and self-healing. *MRS Bulletin* 2022 47:12, 47(12), 1185–1197. <https://doi.org/10.1557/S43577-022-00346-X>
- Murtić, S. (2024). Heavy Metals Dynamics in the Soil-Plant Continuum. *Environmental Science and Engineering, Part F3243*, 25–43. [https://doi.org/10.1007/978-3-031-56642-4\\_2](https://doi.org/10.1007/978-3-031-56642-4_2)
- Nagel, J., Hanemann, T., Rapp, B. E., & Finnah, G. (2023). Negative temperature coefficient and positive temperature coefficient behavior of electrically conductive silicone/carbon black composites. *Journal of Composite Materials*, 57(26), 4183–4196. <https://doi.org/10.1177/00219983231207357;PAGE:STRING:ARTICLE/CHAPTER>
- Nawaz, H., Umar, M., Maryam, R., Nawaz, I., Razzaq, H., Malik, T., & Liu, X. (2022). Polymer Nanocomposites Based on TiO<sub>2</sub> as a Reinforcing Agent: An Overview. *Advanced Engineering Materials*, 24(11), 2200844. <https://doi.org/10.1002/ADEM.202200844;WEBSITE:WEBSITE:ADVANCED;ISSUE:ISSUE:DOI>
- Norrell, T., Ferguson, G., Ansell, T., Saladin, T., Nardi, A., & Nieto, A. (2020). Synthesis and corrosion behavior of cold sprayed dual nanoparticle reinforced Al coatings. *Surface and Coatings Technology*, 401, 126280. <https://doi.org/10.1016/J.SURFCOAT.2020.126280>
- Nur Ain Syafiqah, S., Norlinda, D., Izan Roshawaty, M., & Mohammed, Z. (2021). Thermomechanical Properties and Thermal Behavior of Poly(Lactic Acid) Composites Reinforced with TiO<sub>2</sub> Nanofiller. *Solid State Phenomena*, 317, 341–350. <https://doi.org/10.4028/WWW.SCIENTIFIC.NET/SSP.317.341>
- Okamoto, S., Sudo, A., & Endo, T. (2021). Molecular design and synthesis of crosslinked polyimides using radical isomerization of vinylcyclopropane with thiols. *Journal of Applied Polymer Science*, 138(22), 50529. <https://doi.org/10.1002/APP.50529;JOURNAL:JOURNAL:10974628>



- Olewi, H. F., Rahma, A. J., Salih, S. I., & Beddai, A. A. (2024). Comparative Study of Sol-Gel and Green Synthesis Technique Using Orange Peel Extract to Prepare TiO<sub>2</sub> Nanoparticles. *Baghdad Science Journal*, 21(5), 4. <https://doi.org/10.21123/bsj.2023.8089>
- Pan, Q., Hu, J., Chen, N., & Yao, Z. (2025). Influence of crosslinking network structure on silicone rubber foaming: A LF-NMR and rheological study. *Journal of Cellular Plastics*, 61(3), 203–223. <https://doi.org/10.1177/0021955X251329426;CTYPE:STRING:JOURNAL>
- Papachristou, E., Korres, D., Mamma, D., Kekos, D., Tarantili, P. A., & Polyzois, G. (2022). Titanium Dioxide/Polysiloxane Composites: Preparation, Characterization and Study of Their Color Stability Using Thermochromic Pigments. *Journal of Composites Science* 2022, Vol. 6, Page 195, 6(7), 195. <https://doi.org/10.3390/JCS6070195>
- Papavassiliou, D., & Lima, R. A. (2025). The Impact of Polydimethylsiloxane (PDMS) in Engineering: Recent Advances and Applications. *Fluids* 2025, Vol. 10, Page 41, 10(2), 41. <https://doi.org/10.3390/FLUIDS10020041>
- Pawar, M. N., & Lamdhale, K. G. T. (2025). Green Synthesis and Characterization studies of Titanium Oxide (TiO<sub>2</sub>) Nanoparticles Using Hibiscus Extract. *Gurukul International Multidisciplinary Research Journal*. <https://doi.org/10.69758/GIMRJ/250415VXIIIP0069>
- Pedefferri, P. (2018a). General Principles of Corrosion. *Engineering Materials*, 1–16. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-97625-9\\_1](https://doi.org/10.1007/978-3-319-97625-9_1)
- Pedefferri, P. (2018b). General Principles of Corrosion. *Engineering Materials*, 1–16. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-97625-9\\_1](https://doi.org/10.1007/978-3-319-97625-9_1)
- Pielichowska, K. (2022a). Polymer Nanocomposites: Preparation, Characterisation and Applications. *Nanomaterials* 2022, Vol. 12, Page 1900, 12(11), 1900. <https://doi.org/10.3390/NANO12111900>



- Pielichowska, K. (2022b). Polymer Nanocomposites: Preparation, Characterisation and Applications. *Nanomaterials* 2022, Vol. 12, Page 1900, 12(11), 1900. <https://doi.org/10.3390/NANO12111900>
- Practice for Operating Salt Spray (Fog) Apparatus. (2019, noviembre 1). *ASTM*. <https://doi.org/10.1520/B0117-19>
- Putra, A. E. E., Arsyad, H., Amaliyah, N., Prabowo, H. E., & Hayat, A. (2020). The Effect of Acidity and Rotation Speed in Titanium Dioxide Synthesize Process. *Key Engineering Materials*, 867, 48–53. <https://doi.org/10.4028/WWW.SCIENTIFIC.NET/KEM.867.48>
- Qiang, Y., Turner, K. T., & Lee, D. (2022). Role of Polymer–Nanoparticle Interactions on the Fracture Toughness of Polymer-Infiltrated Nanoparticle Films. *Macromolecules*, 56(1), 122–135. <https://doi.org/10.1021/ACS.MACROMOL.2C01567>
- Revie, R. W., & Uhlig, H. H. (2008). Corrosion and Corrosion Control: An Introduction to Corrosion Science and Engineering: Fourth Edition. *Corrosion and Corrosion Control: An Introduction to Corrosion Science and Engineering: Fourth Edition*, 1–490. <https://doi.org/10.1002/9780470277270>
- Robles, K. P. V., Yee, J. J., & Kee, S. H. (2022). Electrical Resistivity Measurements for Nondestructive Evaluation of Chloride-Induced Deterioration of Reinforced Concrete—A Review. *Materials* 2022, Vol. 15, Page 2725, 15(8), 2725. <https://doi.org/10.3390/MA15082725>
- Rosales, A., Maury-Ramírez, A., Gutiérrez, R. M. De, Guzmán, C., & Esquivel, K. (2018). SiO<sub>2</sub>@TiO<sub>2</sub> Coating: Synthesis, Physical Characterization and Photocatalytic Evaluation. *Coatings* 2018, Vol. 8, Page 120, 8(4), 120. <https://doi.org/10.3390/COATINGS8040120>
- Salazar Jiménez, J. A. (2015). *Introducción al fenómeno de corrosión: tipos, factores que influyen y control para la protección de materiales*. [https://www.scielo.sa.cr/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0379-39822015000300127&lng=en&nrm=iso&tlng=es](https://www.scielo.sa.cr/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0379-39822015000300127&lng=en&nrm=iso&tlng=es)



- Sanyal, S., Park, S. J., Chelliah, R., Yeon, S. J., Barathikannan, K., Vijayalakshmi, S., Jeong, Y. J., Rubab, M., & Oh, D. H. (2024). Emerging Trends in Smart Self-Healing Coatings: A Focus on Micro/Nanocontainer Technologies for Enhanced Corrosion Protection. *Coatings* 2024, Vol. 14, Page 324, 14(3), 324. <https://doi.org/10.3390/COATINGS14030324>
- Sawyer-Beaulieu, S., Tam, E., & Hussein, A. (2022). Measuring Corrosion on Vehicles, in Real-Time, Using Digital Imaging and Analysis Techniques. *Materials* 2022, Vol. 15, Page 3053, 15(9), 3053. <https://doi.org/10.3390/MA15093053>
- Schneider, S., Gruner, D., Richter, A., & Loskill, P. (2021). Membrane integration into PDMS-free microfluidic platforms for organ-on-chip and analytical chemistry applications. *Lab on a Chip*, 21(10), 1866–1885. <https://doi.org/10.1039/D1LC00188D>
- Secundino-Sánchez, O., & Diaz -Reyes, J. (s/f). *Systematic Structural and Optical Characterization of TiO<sub>2</sub> Nanofibres Synthesised by Electrospinning*. <https://doi.org/10.37394/232017.2021.12.15>
- Sharif, M. K., Awan, K. A., Butt, M. S., & Sharif, H. R. (2018a). Nanotechnology: A Pioneering Rebellion for Food Diligence. *Impact of Nanoscience in the Food Industry*, 29–56. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811441-4.00002-9>
- Sharif, M. K., Awan, K. A., Butt, M. S., & Sharif, H. R. (2018b). Nanotechnology: A Pioneering Rebellion for Food Diligence. *Impact of Nanoscience in the Food Industry*, 29–56. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811441-4.00002-9>
- Sheshkar, N., Verma, G., Pandey, C., Sharma, A. K., & Gupta, A. (2021). Enhanced thermal and mechanical properties of hydrophobic graphite-embedded polydimethylsiloxane composite. *Journal of Polymer Research* 2021 28:11, 28(11), 1–11. <https://doi.org/10.1007/S10965-021-02774-W>
- Shevtsov, D., Cao, N. L., Nguyen, V. C., Nong, Q. Q., Le, H. Q., Nguyen, D. A., Zartsyn, I., & Kozaderov, O. (2022). Progress in Sensors for Monitoring Reinforcement Corrosion in Reinforced Concrete Structures—A Review. *Sensors* 2022, Vol. 22, Page 3421, 22(9), 3421. <https://doi.org/10.3390/S22093421>



- Solakidou, M., Georgiou, Y., & Deligiannakis, Y. (2021). Double-Nozzle Flame Spray Pyrolysis as a Potent Technology to Engineer Noble Metal-TiO<sub>2</sub> Nanophotocatalysts for Efficient H<sub>2</sub> Production. *Energies* 2021, Vol. 14, Page 817, 14(4), 817. <https://doi.org/10.3390/EN14040817>
- Song, M. yuan, Ma, C. guo, Li, X. lei, Chi, H. tao, Zhang, P., & Dai, P. bang. (2023). Highly thermally conductive and insulating PET nonwoven fabric/PDMS sandwich composite film by synergism of boron nitride nanosheets and alumina particles. *Polymer Composites*, 44(9), 6136–6148. <https://doi.org/10.1002/PC.27552>;REQUESTEDJOURNAL:JOURNAL:15480569;W GROUP:STRING:PUBLICATION
- Test Methods for Rating Adhesion by Tape Test*. (2023). <https://doi.org/10.1520/D3359-23>
- Tian, J., Zhao, Z., Kumar, A., Boughton, R. I., & Liu, H. (2014). Recent progress in design, synthesis, and applications of one-dimensional TiO<sub>2</sub> nanostructured surface heterostructures: a review. *Chemical Society Reviews*, 43(20), 6920–6937. <https://doi.org/10.1039/C4CS00180J>
- Tsuzuki, T., Baassiri, K., Mahmoudi, Z., Perumal, A. S., Rajendran, K., Rubies, G. M., & Nicolau, D. V. (2022). Hydrophobic Recovery of PDMS Surfaces in Contact with Hydrophilic Entities: Relevance to Biomedical Devices. *Materials*, 15(6), 2313. <https://doi.org/10.3390/MA15062313/S1>
- Turcu, E., Coromelci, C. G., Harabagiu, V., & Ignat, M. (2023). Enhancing the Photocatalytic Activity of TiO<sub>2</sub> for the Degradation of Congo Red Dye by Adjusting the Ultrasonication Regime Applied in Its Synthesis Procedure. *Catalysts*, 13(2), 345. <https://doi.org/10.3390/CATAL13020345/S1>
- Usui, H., Domi, Y., & Sakaguchi, H. (2023). Rutile TiO<sub>2</sub> Creates Advanced Na-Storage Materials. *ACS Applied Energy Materials*, 6(8), 4089–4102. <https://doi.org/10.1021/ACSAEM.3C00266>
- Vanskeviče, I., Kinka, M., Banyš, J., Macutkevič, J., Schaefer, S., Selskis, A., Fierro, V., & Celzard, A. (2024). Dielectric and Ultrasonic Properties of PDMS/TiO<sub>2</sub>



- Nanocomposites. *Polymers* 2024, Vol. 16, Page 603, 16(5), 603.  
<https://doi.org/10.3390/POLYM16050603>
- Vasagar, V., Hassan, M. K., Abdullah, A. M., Karre, A. V., Chen, B., Kim, K., Al-Qahtani, N., & Cai, T. (2024). Non-destructive techniques for corrosion detection: A review. *Corrosion Engineering Science and Technology*, 59(1), 56–85.  
<https://doi.org/10.1177/1478422X241229621>;CTYPE:STRING:JOURNAL
- Wang, D., Klein, J., & Mejía, E. (2017). Catalytic Systems for the Cross-Linking of Organosilicon Polymers. *Chemistry - An Asian Journal*, 12(11), 1180–1197.  
<https://doi.org/10.1002/ASIA.201700304>;REQUESTEDJOURNAL:JOURNAL:1861471X;WGROU:STRING:PUBLICATION
- Wang, E. Z., Wang, Y., & Xiao, D. (2021). Polymer Nanocomposites for Photocatalytic Degradation and Photoinduced Utilizations of Azo-Dyes. *Polymers* 2021, Vol. 13, Page 1215, 13(8), 1215. <https://doi.org/10.3390/POLYM13081215>
- Wang, X., Ren, K., Zhuang, M., Wang, X., Wang, J., Liu, P., & Zhao, J. (s/f). Intelligent Algorithms for Air Pollution Corrosion Risk Assessment and Management of Automotive Materials. *Academic Journal of Materials & Chemistry*, 4, 53–60.  
<https://doi.org/10.25236/AJMC.2023.040610>
- Wang, X., Zhou, J., Meng, R., Zhao, Y., & Guo, W. (2022). Preparation and properties of room-temperature-vulcanized silicone rubber using modified dopamine as a crosslinking agent. *Materials Research Express*, 9(4), 045304.  
<https://doi.org/10.1088/2053-1591/AC672F>
- Wen, Z., Bonnaud, L., Dubois, P., & Raquez, J. M. (2022). Catalyst-free reprocessable crosslinked biobased polybenzoxazine-polyurethane based on dynamic carbamate chemistry. *Journal of Applied Polymer Science*, 139(19), 52120.  
<https://doi.org/10.1002/APP.52120>;REQUESTEDJOURNAL:JOURNAL:10974628;PAGE:STRING:ARTICLE/CHAPTER
- Wijewickrama, L., Jeewantha, J., Perera, G. I. P., Alajarmeh, O., & Epaarachchi, J. (2025). Fiber-Reinforced Composites Used in the Manufacture of Marine Decks: A Review.



*Polymers* 2025, Vol. 17, Page 2345, 17(17), 2345.  
<https://doi.org/10.3390/POLYM17172345>

- Xiong, G. ;, Zhang, Z. ;, Qi, Y., Xiong, G., Zhang, Z., & Qi, Y. (2022). Preparation of g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/TNTs/CNTs Photocatalytic Composite Powder and Its Enhancement of Antifouling Performance of Polydimethylsiloxane Coatings. *Nanomaterials* 2022, Vol. 12, Page 2442, 12(14), 2442. <https://doi.org/10.3390/NANO12142442>
- Xu, Y., Gao, D., Dong, Q., Li, M., Liu, A., Wang, X., Wang, S., & Liu, Q. (2021). Anticorrosive behavior of epoxy coating modified with hydrophobic nano-silica on phosphatized carbon steel. *Progress in Organic Coatings*, 151, 106051. <https://doi.org/10.1016/J.PORGOAT.2020.106051>
- Yamazaki, S., Kozasa, K., Okimura, K., & Honda, K. (2020). Visible light responsive TiO<sub>2</sub> photocatalysts for degradation of indoor acetaldehyde. *RSC Advances*, 10(68), 41393–41402. <https://doi.org/10.1039/D0RA07567A>
- Yan, L., Deng, W., Wang, N., Xue, X., Hua, J., & Chen, Z. (2022). Anti-Corrosion Reinforcements Using Coating Technologies—A Review. *Polymers* 2022, Vol. 14, Page 4782, 14(21), 4782. <https://doi.org/10.3390/POLYM14214782>
- Yang, Y., Wang, Z., Peng, X., Huang, Z., & Fang, P. (2022). Influence of Crosslinking Extent on Free Volumes of Silicone Rubber and Water Diffusion after Corona Discharge. *Materials*, 15(19), 6833. <https://doi.org/10.3390/MA15196833/S1>
- Zhang, W., Liu, C., Yao, J., & Li, S. (2024). TiO<sub>2</sub>/PDMS hybrid system for constructing superhydrophobic surfaces of cotton fabrics with resistance to droplet adhesion. *Pigment & Resin Technology*, 53(6), 685–693. <https://doi.org/10.1108/PRT-11-2022-0138>
- Zhao, Y., Zhang, X., Zhang, P., Gu, X., & Huo, M. (2023). A non-fluorinated superhydrophobic PDMS/STA/TiO<sub>2</sub> coating with photocatalysis and environmental stability properties by one-step cold spraying. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 676, 132285. <https://doi.org/10.1016/J.COLSURFA.2023.132285>



Zhou, Z., Ma, B., Zhang, X., Deng, C., Yang, S., & Hu, C. (2023). Fabrication of superhydrophobic PDMS/TiO<sub>2</sub> composite coatings with corrosion resistance. *Surface Innovations*, 11(1–3), 195–208. <https://doi.org/10.1680/JSUIN.22.00013>