

Envío: 26-07-2012

Aceptación: 31-07-2012

Publicación: 28-11-2012

ESTUDIO DE MATERIALES CON CAMBIO DE FASE (PCM) Y ANÁLISIS SEM DE MICRO (PCM)

STUDY OF PHASE CHANGE MATERIALS (PCM) AND SEM ANALYSIS OF MICRO PCM

David Juárez¹Rafael Balart²Santiago Ferrándiz³David García⁴

1. Ingeniero en Organización Industrial. Doctor en Ingeniería (programa del dpto. de ingeniería Mecánica y Materiales). Universidad Politécnica de Valencia.
2. Ingeniero en Organización Industrial. Doctor en Ingeniería (programa del dpto. de ingeniería Mecánica y Materiales). Universidad Politécnica de Valencia.
3. Ingeniero en Organización Industrial. Doctor en Ingeniería (programa del dpto. de ingeniería Mecánica y Materiales). Universidad Politécnica de Valencia.
4. Ingeniero de Materiales. Doctor en Ingeniería (programa del dpto. de ingeniería Mecánica y Materiales). Universidad Politécnica de Valencia

RESUMEN

El presente estudio pretende analizar las diferentes clasificaciones de materiales con cambio de fase disponibles a nivel industrial, para identificar aquellos que son potencialmente viables para su adición en materiales termoplásticos. Igualmente, seleccionar un PCM potencialmente interesante y llevar a cabo un análisis microscópico del mismo.

ABSTRACT

This study analyzes the different classifications of phase change materials available at industrial level, in order to identify those that are potentially viable for addition with thermoplastic materials. Also, select a potentially interesting PCM and perform microscopic analysis of it.

PALABRAS CLAVE

Materiales con cambio de fase, PCM, Microscopía electrónica de barrido, SEM, Micro PCMs.

KEYWORDS

Phase change materials, PCM, Scanning Electron Microscope, SEM, Micro PCMs .

INTRODUCCIÓN

Los materiales con cambio de fase (PCMs) poseen la capacidad de almacenar de calor (unidades de almacenamiento de calor latente), alto calor de fusión y punto de transición de fase en el entorno de la temperatura de operación. El objetivo para el que son diseñados es evitar la pérdida de calor mediante la absorción o desprendimiento del mismo.

Una clasificación de los PCM en base a su composición [1] se detalla en la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.:**

Tipo de PCM	Composición
Orgánicos	Compuestos de parafina
	Compuestos sin parafina
Inorgánicos	Sales hidratadas
	Metálicos
Eutécticos	Orgánico-Orgánico
	Orgánico-Inorgánico
	Inorgánico-Inorgánico

Tabla 1. Clasificación de los PCM según su composición. Fuente: Elaboración propia.

Los PCM poseen propiedades que les hacen muy atractivos en el almacenamiento de energía térmica.

El estado del arte está más desarrollado en aplicaciones de baja y media temperatura que en las de alta temperatura. Existe un amplio campo para el I+D en cuanto al “screening” (selección) de PCM, la micro/macro encapsulación, el desarrollo de nuevos materiales y de nuevos sistemas de almacenamiento.

Fallahi y Fang [2-4] preparan micro PCMs en base a diferentes tipos de parafinas y analizan su comportamiento térmico.

Hadam [5] analiza la transferencia de calor durante la fusión de un material con cambio de fase, determinando la propagación e inclinación de la interfase sólido-líquido a lo largo del tiempo .

Alkan [6] estudia la preparación, caracterización y propiedades térmicas de un PMC micro encapsulado para el almacenamiento de energía térmica. Una vez micro encapsulado el PMMA, procede a un análisis con microscopía SEM e infrarrojos FT-IR, análisis térmico por calorimetría DSC y termo gravimétrico TGA, para concluir en el buen potencial térmico.

Alvarado y Bukovec [7-8] proceden de igual manera al análisis del comportamiento de micro PCMs con técnicas DSC y TGA.

Huang [9] estudia las mejoras aportadas por un modelo 3D de análisis de materiales con cambio de fase y compara los resultados con los aportados por un modelo 2D previo.

Finalmente, en un plazo más largo, la investigación en nano fluidos y nano-PCM puede suponer un importante avance en la aplicación de las tecnologías basadas en PCM.

Una clasificación de los PCM, en base al tamaño de las cápsulas [10] , puede ser la siguiente:

- Micro PCMs.
- Macro PCMs.

MICROPCMS

La micro encapsulación podría definirse como el proceso de rodear o envolver una sustancia en otra sustancia a escala muy reducida, produciendo cápsulas que van desde menos de una micra a varios cientos de micras de tamaño. Las micro cápsulas pueden ser de forma esférica, con una pared continua rodeando el núcleo, mientras que otras son asimétricas y con formas variables, con una cantidad de pequeñas gotas de material de núcleo incorporado a lo largo de la micro cápsula. Los tres estados de la materia (sólidos, líquidos y gases) pueden ser micro encapsulado. Esto permite que los materiales en fase líquida y de gas puedan ser manipulados con más facilidad que los de estado sólido, y pueden permitirse un cierto grado de protección a las personas que manipulan materiales peligrosos.

Aportan una solución al aumento de demanda del consumidor por mejorar la eficiencia energética y regulación térmica. La sustancia PCM es normalmente una parafina o éster de ácido graso que absorbe y desprende calor con el objetivo de mantener una temperatura definida. Independientemente del estado (líquido o sólido) del PCM, la cápsula permanece en estado sólido, pues es un polímero inerte y muy estable.

La micro encapsulación puede lograrse a través de gran cantidad de técnicas, en base al propósito que se plantee. Las sustancias pueden ser micro encapsuladas con la intención de que el material base esté confinado dentro de paredes de la cápsula durante un período específico de tiempo. Por otra parte, los materiales del núcleo se pueden encapsular para que se liberen poco a poco a través de las paredes de la cápsula, conocida como de liberación controlada o difusión, o cuando las condiciones externas desencadenen que paredes de la cápsula rompan, fundan o se disuelvan (Figura 1).

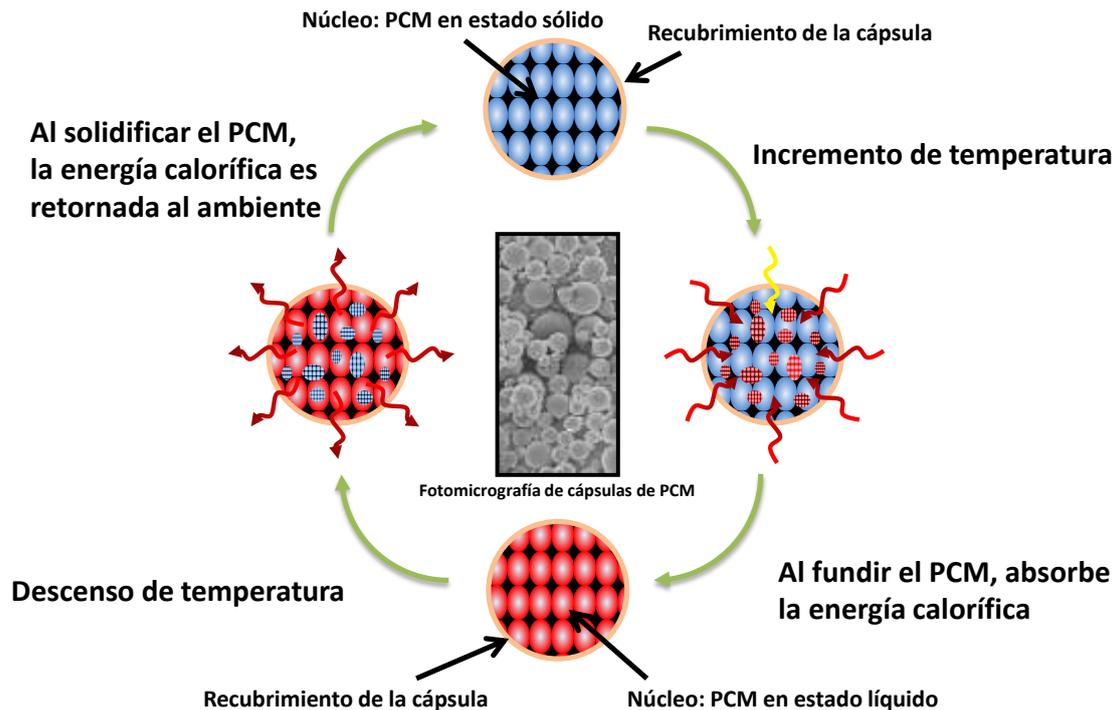


Figura 1. Esquema de funcionamiento de los materiales con cambio de fase (PCM) micro encapsulados. Fuente: Elaboración propia.

La sustancia encapsulada puede ser denominada material del núcleo, ingrediente activo, agente, relleno, carga útil, núcleo o fase interna. El material empleado para el encapsulado del núcleo se conoce como revestimiento, membrana, depósito o material de la pared. Las micro cápsulas pueden tener una pared o en depósitos de varios dispuestos en capas de diferentes espesores en torno a la base.

Sus características típicas son:

- Cualquier color.
- Temperaturas disponibles: rangos regulables según demanda.
- Forma: Polvo seco o pasta de filtración húmeda. El producto de filtración se puede diluir más para adaptarse a su aplicación.
- Tamaño medio de partícula: micras.
- Estabilidad a elevadas temperaturas.

MACROPCMS

Son cápsulas esféricas de un tamaño mayor (3-5 mm) que contienen elevadas concentraciones de materiales con cambio de fase.

Estos materiales fueron originalmente desarrollados para ser empleados en refrigeración de chalecos y prendas de vestir. Regulan la temperatura corporal de individuos que trabajan en ambientes calurosos, como los soldados en misiones en el desierto.

El macro PCM absorbe el exceso de calor y permite al usuario por mayor tiempo en una temperatura más confortable. Las partículas son típicamente cargadas en los chalecos, en la parte interior, que está en contacto con la piel. No obstante, están apareciendo más aplicaciones.

Sus características típicas son:

- Cualquier color.
- Temperaturas disponibles: rangos regulables según demanda.
- Forma: esférica, bolas sólidas.
- Tamaño medio de partícula: mm.

La tecnología de macro encapsulación emplea un proceso de encapsulación de doble capa, creando una cápsula con una configuración en forma de matriz. La Figura muestra la disposición de la macro cápsula de PCM.

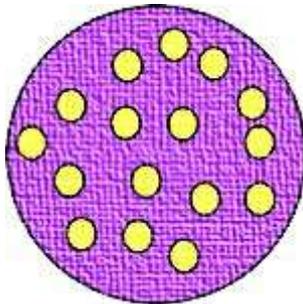


Figura 2. Representación esquemática de una macro cápsula de materiales con cambio de fase (PCMs). Fuente: Elaboración propia.

APLICACIONES DE LOS PRODUCTOS MICROENCAPSULADOS

Las aplicaciones para los materiales micro encapsulados son casi ilimitadas. Los materiales micro encapsulados se utilizan en agricultura, productos farmacéuticos, alimentos, cosméticos y fragancias, productos textiles, papel, pinturas recubrimientos, y adhesivos, aplicaciones de impresión, y muchas otras industrias.

Históricamente, el papel de copia sin carbón fue el primer producto comercial en utilizar micro cápsulas. Una capa de tinta incolora micro encapsulada se aplicaba a la hoja superior de papel, y un material revelador se aplicaba a las siguientes hojas. Cuando se aplicaba la presión al escribir, las cápsulas rompían y la tinta reacciona con el revelador para producir el color oscuro de la copia.

APLICACIONES EN EL SECTOR TEXTIL

Hoy en día la industria textil hace uso de materiales microencapsulados para mejorar las propiedades de los productos terminados. Una aplicación cada vez más utilizada es la incorporación de materiales con cambio de fase micro encapsulados (PCM). Los materiales con cambio de fase absorben y liberan calor en respuesta a cambios en las temperaturas del entorno. Cuando la temperatura aumenta, el material con cambio de fase se funde, absorbiendo el exceso de calor, y se siente genial. Por el contrario, cuando las temperaturas descienden, el PCM libera calor que se solidifica y se siente caliente. Esta característica de los materiales con cambio de fase micro encapsulados puede aprovecharse para aumentar el nivel de confort para los usuarios de equipos deportivos, equipos militares, ropa, ropa de cama, materiales de construcción, y muchos otros productos de consumo. Los PCM micro encapsulados incluso han sido utilizados en la sistemas de protección térmica patentados por la NASA (*National Aeronautics and Space Administration*) para las naves espaciales.

Como se ha podido comprobar, las tecnologías de micro encapsulación abarcan un amplio rango de aplicaciones en diversidad de sectores industriales, con posibilidad de incorporación de diferentes compuestos.

En relación a los materiales concambio de fase (PCMs), como se ha descrito anteriormente, son numerosas las aplicaciones en el sector textil; no obstante, en los últimos años han incrementado las potenciales aplicaciones en otros sectores industriales.

No obstante, el uso principal de los productos micro PCM se encuentra en el revestimiento de telas y espumas para la industria textil. El material de revestimiento tiene amplias aplicaciones para su uso en prendas de vestir varias, tales como ropa interior y exterior, guantes y calzado. Estos productos de uso final, que contienen micro PCMs, trabajan absorbiendo el exceso de calor del cuerpo, almacenando el calor, y lo liberan de nuevo al cuerpo cuando sea necesario.

Un ejemplo serían los micro PCM empleados en chaquetas de esquí, que inicialmente absorben el calor corporal (el PCM funde dentro de la cápsula) y lo almacena hasta que la temperatura del cuerpo baja debido a la temperatura ambiente, desprendiendo calor para regular la temperatura y proporcionar confort.

En el sector textil, los micro PCMs se han incorporado a la ropa, calzado, fundas para muebles, colchones, ropa exterior, uniformes militares, ropa de trabajo, sillas para bebé, etc. para la regulación de la temperatura.

Recientemente, Grahremanzadeh [11] analiza la mejora de propiedades sobre la superficie de tejidos basados en lana al incorporar micro PCMs, observando una actividad termal superior, una mayor durabilidad y una mejora del rendimiento de la fibra.

Choi [12] estudia los cambios en la temperatura de los tejidos tratados con PCMs en ambientes fríos y templados, analizando de manera objetiva y subjetiva las sensaciones soportadas.

Zhang [13-14] estudia almacenamiento de calor y la termorregulación en fibras no tejidas con PCMs.

ENCAPSULADO DE PESTICIDAS

Algunos pesticidas son encapsulados para ser liberados a lo largo del tiempo, permitiendo a los agricultores aplicarlos con menos frecuencia, en lugar de requerir pesticidas muy concentrados y quizás tóxicos con aplicaciones iniciales seguidas de aplicaciones repetidas con tal de luchar contra la pérdida de eficacia debido a la evaporación o la degradación. Protegiendo los pesticidas de la exposición total a los elementos disminuye el riesgo para el medio ambiente (así como protege de haber estado expuesto a productos químicos) y proporciona una estrategia más eficiente para el control de plagas.

ENCAPSULADO EN EL SECTOR ALIMENTARIO

Los ingredientes de los alimentos son encapsulados por varias razones. La mayoría de los aromas son volátiles, por lo que la encapsulación de estos componentes extiende la vida útil de los productos mediante la retención en el sabor de los alimentos, que de otra manera se evaporaría y se perdería. Algunos ingredientes son encapsulados para enmascarar el sabor, tales como los nutrientes añadidos para reforzar un producto, sin comprometer el gusto al que va destinado el mismo. Por otra parte, los sabores son a veces encapsulados para durar más tiempo, como en la goma de mascar. La cantidad de aroma encapsulado requerido es mucho menor que los aromatizantes líquidos, ya que el aromatizante líquido se pierde y no se recupera mientras se mastica. Algunos aromas contienen componentes reactivos, por lo que para que no reaccionen y pierdan sabor antes de tiempo son encapsulados de manera individual al producto terminado. Igualmente, algunos aromas también deben ser protegidos de oxidación u otras reacciones causadas por la exposición a la luz.

ENCAPSULADO EN EL SECTOR FARMACÉUTICO

Algunas variedades de formulaciones farmacéuticas orales e inyectables son micro encapsuladas para ser liberadas durante períodos más largos de tiempo o en determinados lugares del cuerpo. La aspirina, por ejemplo, puede causar úlceras pépticas y hemorragias si la dosis se introduce a la vez. Por lo tanto las tabletas de aspirina se producen a menudo por la compresión de cantidades de micro cápsulas que poco a poco liberan la aspirina a través de sus envoltorios, disminuyendo el riesgo de daño estomacal.

MICROENCAPSULACIÓN EN EL SECTOR DE LA CONSTRUCCIÓN

En el sector de la construcción, los micro PCM se han incorporado en los materiales de construcción, para aumentar la eficiencia energética de los edificios residenciales y comerciales. Estos materiales se utilizan en combinación con el calor radiante y la energía solar para ampliar la eficiencia de la calefacción y la refrigeración de estos sistemas. Los micro PCM también se están incorporando en paredes, yesos, aislamientos, tableros de fibras, tejas, azulejos, baldosas, techos, etc.

Hasse [15] lleva a cabo la realización, prueba y modelado numérico de tableros que contienen un material con cambio de fase, bajo condiciones de aire y agua.

MICROENCAPSULACIÓN EN ALMACENAMIENTO Y TRANSPORTE

En almacenamiento y transporte, los micros PCMs son una magnífica alternativa para el costoso transporte refrigerado o el hielo seco. Los micro PCMs se pueden incorporar en los contenedores de muestras biomédicas, productos farmacéuticos, productos perecederos, alimentos, muestras de laboratorio y productos químicos sensibles a la temperatura durante el transporte.

MICROENCAPSULACIÓN EN ELECTRÓNICA

En electrónica se pueden emplear para enfriar los componentes eléctricos en las computadoras, el aumento de ciclos de trabajo en los láseres, y ayudar a mantener una temperatura constante de instrumentación científica y equipo militar utilizado en el campo.

MICROENCAPSULACIÓN EN AUTOMOCIÓN

Aparecen nuevas aplicaciones como el sector de automoción, donde Kim [16] estudia la viabilidad de una nueva técnica de refrigeración que emplea un material de cambio de fase para un motor. Este nuevo sistema de refrigeración contribuirá a una reducción sustancial en el sistema de refrigeración en términos de volumen y prestaciones.

MICROENCAPSULACIÓN EN TELEFONÍA

Igualmente, en telefonía móvil, Setoh [17] examina el enfriamiento de los teléfonos móviles que utilizan un material de cambio de fase (PCM), llevando a cabo prototipos experimentales de teléfonos móviles fabricados con aluminio. El estudio indica que el uso de disipadores de calor mediante PCMs fue efectivo para el enfriamiento de los teléfonos móviles en las condiciones de uso moderado intermitente.

Wutting [18] propone la incorporación de PCMs en la refrigeración memorias flash, como consecuencia de la reciente sustitución de los discos duros (informática) por estos dispositivos.

TÉCNICAS DE MICRO ENCAPSULACIÓN

Los procesos de micro encapsulación suelen clasificarse en dos grupos [10] : procesos químicos (Figura) y procesos mecánicos o físicos (Figura). Estas clasificaciones pueden, sin embargo, ser un poco engañosas, ya que algunos procesos clasificados mecánicos puede implicar o incluso depender de una reacción química, y algunas técnicas químicas se basan únicamente en los procesos físicos. Una indicación más clara de a qué categoría pertenece un método de encapsulación es si las cápsulas se producen en un tanque o reactor que contiene líquido, como en los procesos químicos, o si como en los procedimientos mecánicos o físicos, que emplean una fase gaseosa como parte de la encapsulación y se basan principalmente en dispositivos y equipos disponibles a nivel comercial para generar micro cápsulas.

MÉTODOS QUÍMICOS

1) Las cápsulas de papel autocopiante y otras aplicaciones se producen mediante una técnica química llamada **coacervación compleja**. Este método de encapsulación se aprovecha de la reacción de las soluciones acuosas de polímeros catiónicos y aniónicos, tales como la gelatina y la goma arábiga. Los polímeros forman una fase concentrada llama coacervato complejo. El coacervato coexiste en equilibrio con una fase diluida flotante. Cuando el material del núcleo, inmisible en agua, se introduce en el sistema, se forman películas delgadas de polímero coacervato que envuelven las gotitas dispersas de material del núcleo. Las películas delgadas luego se solidifican para hacer las cápsulas aprovechables.

2) La **polimerización interfacial** (*IFP: interfacial polymerization*) es otro método químico de microencapsulación. Esta técnica se caracteriza por la formación de paredes a través de la rápida polimerización de monómeros en la superficie de las gotas o partículas de material del núcleo dispersas. Un monómero multifuncional se disuelve en el material del núcleo, y esta solución se dispersa en una fase acuosa. A continuación se añade a la fase acuosa una sustancia reactiva al monómero, y la polimerización rápida sobreviene en las superficies de las gotitas de núcleo, formando las paredes de la cápsula. IFP se puede utilizar para preparar micro cápsulas grandes, pero la mayoría procesos IFP comerciales producen cápsulas pequeñas en el rango de 20 a 30 micras de diámetro para herbicidas y el uso de plaguicidas, o incluso un rango aún menor con diámetros de 3 a 16 micras para tinta de papel autocopiante.

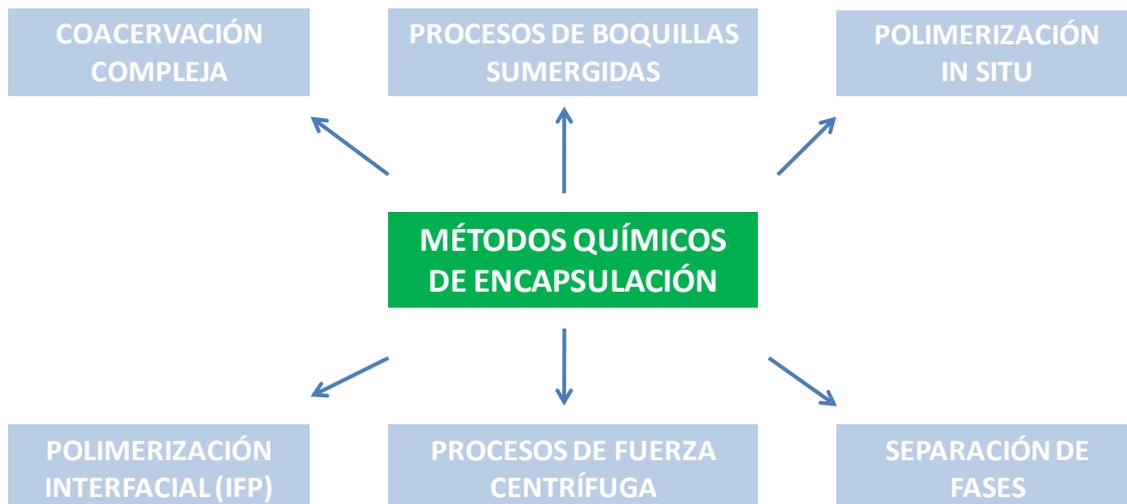


Figura 3. Esquema de procesos químicos de encapsulación. Fuente: Elaboración propia.

3) La **incompatibilidad polímero-polímero**, también denominada separación de fases, es por lo general agrupada con otras técnicas químicas de encapsulación, a pesar de que por lo general no hay reacción química en el proceso. Este método utiliza dos polímeros que son solubles en un disolvente común, pero no se mezclan uno con el otro en la solución. Los polímeros forman dos fases separadas, una rica en el polímero destinado a formar las paredes de la cápsula y la otra rica en el otro polímero incompatible, con la intención de inducir a la separación de las dos fases.

El segundo polímero no está destinado a formar parte de la pared de la micro cápsula terminada, aunque algunos pueden ser atrapados dentro de la cubierta de la cápsula y se mantienen como una impureza.

4) La **polimerización in situ** es una técnica de encapsulación química muy similar a la polimerización interfacial. La característica distintiva de la polimerización in situ es que no se incluyen reactivos en el material del núcleo. Toda la polimerización se produce en la fase continua, en lugar de a ambos lados de la interfase entre la fase continua y el material del núcleo, como en el IFP.

Ejemplos de este método son los sistemas de encapsulación urea-formaldehído (UF) y melamina formaldehído (MF).

5) Los **procesos de fuerza centrífuga** se desarrollaron en la década de 1940 para encapsular los aceites y vitaminas de pescado, para protegerlos de la oxidación. En este método una emulsión de aceite y agua se saca a través de pequeños agujeros en una taza rotatoria en un baño de aceite. La porción acuosa de la emulsión es rica en polímero soluble en agua, como la gelatina, que gelatiniza cuando se enfría. Las gotas resultantes se enfrían para formar bolas de matriz de polímero gelificada que contienen gotas dispersas de aceite que se secan para aislar.

6) Un concepto similar a los procesos de fuerza centrífuga son los **procesos de boquillas sumergidas para la producción de micro cápsulas** cuando el aceite del material del núcleo se extruye con gelatina a través de una boquilla de dos fluidos. Las gotitas de aceite están envueltas en gelatina ya que se saca a través de la boquilla. A continuación, las cápsulas se enfrían para gelatinizar las paredes, antes de ser recogido y secado.

MÉTODOS FÍSICOS

El secado por aspersión es un método de micro encapsulación mecánica desarrollada en la década de 1930. Una emulsión es preparada por la dispersión del material del núcleo, por lo general un aceite o ingrediente activo inmisible con el agua, en una solución concentrada de material de pared hasta que el tamaño deseado de las gotitas de aceite se alcanza. La emulsión resultante se atomiza en un spray de gotas bombeando la mezcla a través un disco giratorio en el compartimiento caliente de un secador por pulverización. Allí la porción de agua de la emulsión se evapora, produciendo cápsulas secas de forma variable que contienen gotas dispersas de material del núcleo. Las cápsulas se recogen a través de descargas continuas de la cámara de secado por pulverización. Este método también puede ser utilizado para secar pequeños materiales micro encapsulados de una solución acuosa se produce por métodos químicos.

El recubrimiento de lecho fluido es otro método de encapsulación mecánica que se limita a encapsulación de materiales de núcleo sólidos, incluidos los líquidos absorbidos por sólidos porosos. Esta técnica se utiliza ampliamente para encapsular productos farmacéuticos. Las partículas sólidas a encapsular se suspenden en un chorro de aire y luego son cubiertos por una lluvia de material de recubrimiento líquido. Las cápsulas son trasladadas a un área donde sus cubiertas se solidifican por enfriamiento o evaporación de disolventes. El proceso de suspensión, la pulverización, y el enfriamiento se repite hasta que las paredes de las cápsulas son del grosor deseado. Este proceso se conoce como el proceso Wurster cuando la boquilla de pulverizado se encuentra en la parte inferior del lecho fluidizado de partículas. El revestimiento de lecho fluidizado y el proceso de Wurster son variaciones del método de recubrimiento de bandeja. En el recubrimiento de bandeja, las partículas sólidas se mezclan con un material de recubrimiento en seco y la temperatura se eleva de modo que el material de recubrimiento se funde y envuelve las partículas fundamentales, y luego se solidifica por enfriamiento, o bien, el material de revestimiento se puede aplicar gradualmente a las partículas del núcleo cayendo en un vaso en lugar de ser completamente mezclado con las partículas de núcleo desde el principio de la encapsulación.



Figura 4. Esquema de procesos físicos de encapsulación. Fuente: Elaboración propia.

Los procesos de extrusión centrífuga generalmente producen cápsulas de mayor tamaño, de 250 micras hasta unos pocos milímetros de diámetro. Los materiales del núcleo y del envoltorio, que deben ser inmiscibles entre sí, son empujados a través de una boquilla giratoria de dos fluidos. Este movimiento forma una cuerda ininterrumpida que de forma natural se divide en pequeñas gotas redondas directamente, después de limpiar la boquilla. Las continuas paredes de estas gotitas se solidifican, ya sea por enfriamiento o por un baño de gelificación, dependiendo de la composición y las propiedades del material del recubrimiento.

Otro proceso de encapsulación mecánica es la separación por suspensión rotacional, o el método de disco giratorio. La fase interna se dispersa en el material líquido de la pared y la mezcla avanza en un disco giratorio. Las gotas de puro material de cubierta son arrojadas fuera del borde del disco con discretas partículas de material del núcleo dentro de una piel de material de la cubierta.

Después de haber sido solidificado por enfriamiento, las microcápsulas se recogen por separado de las partículas del material de la cubierta.

FUNDAMENTOS DE LA TÉCNICA SEM

Las técnicas de microscopía electrónica se basan en la información contenida en los electrones que atraviesan o rebotan sobre la superficie de un material al hacer incidir un haz electrónico coherente y a gran velocidad (TEM: microscopía electrónica de transmisión o SEM: microscopía electrónica de barrido, respectivamente).

La microscopía electrónica de barrido es una de las técnicas más versátiles para la visualización y el análisis de las características micro estructurales de muestras sólidas [19-20] debido principalmente a su elevado poder de resolución (alrededor de 3 nm) y a su gran profundidad de campo, lo que permite una visualización tridimensional.

Una de las tareas más importantes en el estudio de mezclas de materiales poliméricos se centra en el desarrollo de técnicas de contraste entre las diferentes fases para una correcta observación [20]. En ocasiones, este contraste se produce de forma natural debido a las diferencias en los índices de refracción de los materiales, composición química, etc.; pero la situación más habitual es la necesidad de preparar las superficies a observar para que el proceso sea exitoso.

En lo referente a la Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), es importante destacar que su gran profundidad de campo la convierte en una técnica especialmente adecuada para la observación de muestras con una topografía de superficie bastante variada. Además, las muestras se preparan con mucha facilidad puesto que pueden emplearse las obtenidas en cualquier proceso de fractura, con lo cual la técnica, además de información morfológica, aporta información vital para el estudio fractográfico.

Los mejores resultados se obtienen cuando la adhesión entre las fases no es óptima y la matriz rompe de forma frágil. Esta situación provoca una superficie repleta de partículas desprendidas y cavidades que permiten realizar estudios de distribución de tamaños de partícula y adhesividad. De cualquier forma, debido a los procesos asociados a la preparación de la muestra, esta técnica presenta limitaciones en cuanto a análisis cuantitativo pero desde el punto de vista cualitativo se puede extraer mucha información que debe ser contrastada con otras técnicas.

En ocasiones es conveniente examinar la superficie pulida y en otras es adecuado someter la superficie a la acción de un disolvente selectivo para provocar la extracción parcial de alguna de las fases y poder apreciarse mejor.

EXPERIMENTAL.

MATERIALES

En el presente trabajo se han utilizado materiales microencapsulados que permiten una mayor eficiencia energética y la regulación de la temperatura. Son extremadamente estables e impermeables al dispersarse en el agua.

El material con cambio de fase (PCM) utilizado en el desarrollo de este trabajo se exponen en la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.:**

Denominación	Punto de fusión	Material del núcleo	Aspecto final
MPCM 28D®	28 °C	n-octadecano	Polvo seco

Tabla 2. Material con cambio de fase micro encapsulado empleado para la mejora del amortiguamiento térmico. Fuente: Elaboración propia.

La descripción proporcionada por el fabricante Microteck, Inc.[10], para el material con cambio de fase empleado, es la que se detalla a continuación:

MPCM 28D

Partículas bicomponente de tamaño muy pequeño, consistentes en un material del núcleo (el PCM) y una cubierta o cápsula. Son materiales con bajo punto de fusión, concretamente 28 °C, que pueden absorber y desprender grandes cantidades de calor. La pared de la cápsula es un polímero o plástico inerte y estable, de tipo fenólico.

Son productos clasificados como no dañinos/peligrosos.

La **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** muestra las características típicas del PCM 28D:

Apariencia	Blanco a blanquecino
Forma	Polvo seco
Composición de la cápsula	85-90% en peso de PCM-10-15% en peso de cubierta
Material del núcleo	Parafina
Tamaño medio de partícula	17-20 µm
Punto de fusión	28 °C
Calor de fusión	180-195 J/g
Peso específico	0,9
Estabilidad a la temperatura	Extremadamente estable - menos del 1% de pérdidas al calentar a 250 °C
Ciclo térmico	Múltiple

Tabla 3. Propiedades generales del MPCM 28D. Fuente: Elaboración propia.

EQUIPO

El equipo que se ha empleado en el análisis es un microscopio electrónico JEOL modelo JSM-6300 (Jeol USA Inc., Peabody, USA). Las principales características de este equipo se pueden observar en la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia..**

Modos de imagen	Electrones secundarios y retrodispersados
Voltaje de aceleración	0,5 hasta 30 KV
Aumentos	x5 hasta x300.000
Fuente	LaB ₆
Resolución	3nm
Vacío	10 ⁻⁵

Tabla 4. Principales características del microscopio electrónico JEOL JSM-6300.

Como paso previo a la observación de la muestra en el microscopio electrónico, al tratarse de un material no conductor, la superficie a observar es metalizada con oro en vacío, aplicando un tiempo de 60 segundos en el proceso.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Entre las clasificaciones de los diferentes materiales con cambio de fase disponibles a nivel industrial, los micro PCM pueden ser considerados ideales para incorporarlos como aditivos a materiales termoplásticos por su tamaño, con el objetivo de mejorar la eficiencia energética y regulación térmica, siendo clave el análisis de la posible modificación de características mecánicas del polímero y el grado de saturación máximo admisible.

El análisis microscópico del micro PCM seleccionado (MPCM 28D[®]) se muestra a continuación.

En la figura 5 puede observarse una imagen (zoom X400) del material en polvo, donde se agrupan las micro cápsulas.

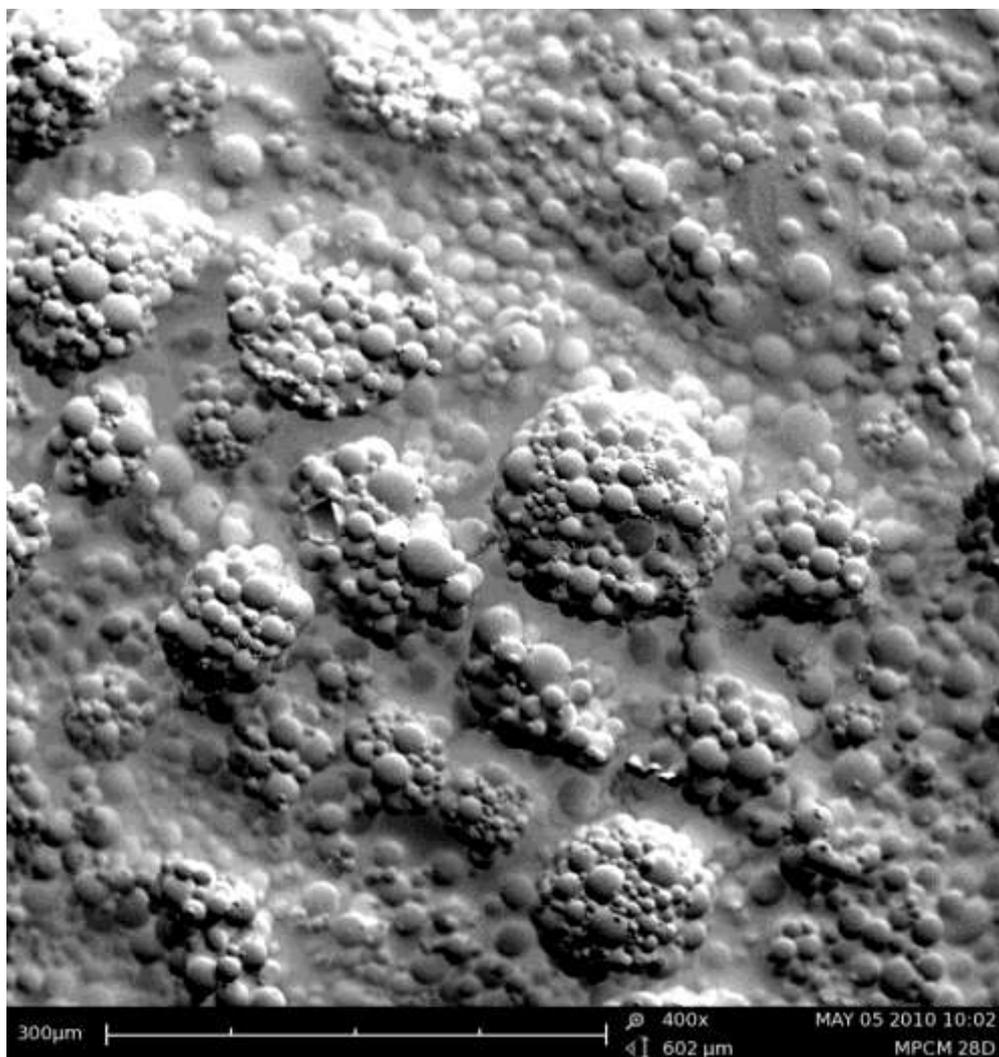


Figura 5. Microscopía SEM de micro cápsulas de micro PCM 28D[®], 400x. Fuente: Elaboración propia.

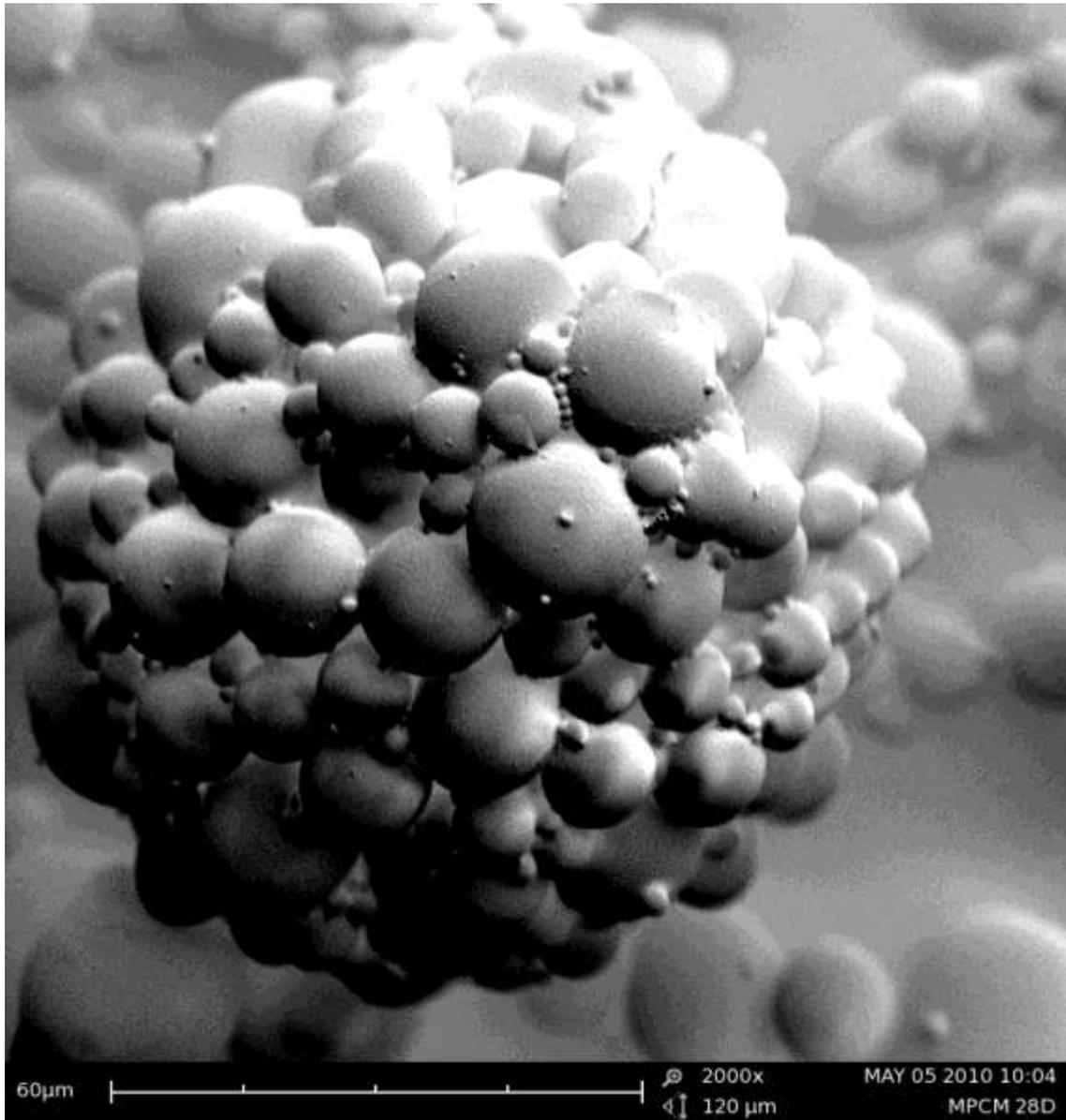


Figura 6. Microscopía SEM de micro cápsulas de micro PCM 28D[®], 2000x. Fuente: Elaboración propia.

CONCLUSIONES

El uso de materiales encapsulados con cambio de fase (PCM) es un método eficiente para obtener los efectos térmicos de regulación en los sistemas de calentamiento y enfriamiento.

Entre las clasificaciones de los diferentes materiales con cambio de fase disponibles a nivel industrial, los micro PCM pueden ser considerados ideales para incorporarlos como aditivos a materiales termoplásticos por su tamaño, con el objetivo de mejorar la eficiencia energética y regulación térmica, siendo clave el análisis de la posible modificación de características mecánicas del polímero y el grado de saturación máximo admisible.

El análisis microscópico del micro PCM seleccionado (MPCM 28D[®]) muestra imágenes nítidas de las micro cápsulas, observando el perfecto estado de las mismas, conteniendo parafina en su interior.

AGRADECIMIENTOS

Authors thank “Ministerio de Ciencia y Tecnología”, Ref. DPI2007-66849-C02-02 and Generalitat Valenciana FPA/2010/027 for financial support.

REFERENCIAS

- [1] **PÉREZ, Á. D. P.** *Situación y Futuro de los PCM (Phase Change Material)*. Centro de Desarrollo Tecnológico - Fundación LEIA, (2010).
- [2] **FALLAHI, E., BARMAR, M. AND KISH, M. H.** Preparation of Phase-change Material Microcapsules with Paraffin or Camel Fat Cores: Application to Fabrics, Iranian Polymer Journal, 19:(4), 277-286 (2010).
- [3] **FANG, G. Y., LI, H., LIU, X. AND WU, S. M.** *Experimental Investigation of Performances of Microcapsule Phase Change Material for Thermal Energy Storage*, Chemical Engineering & Technology, 33:(2), 227-230 (2010).
- [4] **FANG, Y. T., KUANG, S. Y., GAO, X. N. AND ZHANG, Z. G.** *Preparation of nanoencapsulated phase change material as latent functionally thermal fluid*. Journal of Physics D-Applied Physics, 2009,42:(3).
- [5] **HAMDAN, M. A. AND AL-HINTI, I.** *Analysis of heat transfer during the melting of a phase-change material*, Applied Thermal Engineering, 2004, 24:(13), 1935-1944 .
- [6] **ALKAN, C., SARI, A., KARAIPEKLI, A. AND UZUN, O.** *Preparation, characterization, and thermal properties of microencapsulated phase change material for thermal energy storage*, Solar Energy Materials and Solar Cells, 2009, 93:(1), 143-147.
- [7] **ALVARADO, J. L., MARSH, C., SOHN, C., VILCEUS, M., HOCK, V., PHETTEPLACE, G. AND NEWELL, T.** *Characterization of supercooling suppression of microencapsulated phase change material by using DSC*, Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 2006, 86:(2), 505-509.
- [8] **BUKOVEC, N., BUKOVEC, P. AND ARBANAS, V.** *T_g and dsc investigation of cacl₂.6h₂o, a phase-change material for energy-storage*, Thermochimica Acta, 148:281-288.
- [9] **HUANG, M. J., EAMES, P. C. AND NORTON, B.** Comparison of predictions made using a new 3D phase change material thermal control model with experimental measurements and predictions made using a validated 2D model, Heat Transfer Engineering, 2007, 28:(1), 31-37.
- [10] **MICROTEK LABORATORIES, I.** *Phase Change Materials*, Microtek Laboratories, Inc., (2010).

- [11] **GHAHREMANZADEH, F., KHODDAMI, A. AND CARR, C. M.** Improvement in Fastness Properties of Phase-Change Material Applied on Surface Modified Wool Fabrics, *Fibers and Polymers*, 11:(8), 1170-1180 (2010).
- [12] **CHOI, K., CHUNG, H. J., LEE, B., CHUNG, K. H., CHO, G. S., PARK, M., KIM, Y. AND WATANUKI, S.**, Clothing temperature changes of phase change material-treated warm-up in cold and warm environments, *Fibers and Polymers*, 6:(4), 343-347 (2005).
- [13] **ZHANG, X. X., WANG, X. C., ZHANG, H., NIU, J. J. AND YIN, R. B.**, Effect of phase change material content on properties of heat-storage and thermo-regulated fibres nonwoven, *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, 2003, 28:(3), 265-269.
- [14] **ZHANG, Y. W. AND FAGHRI, A.**, "Analysis of forced-convection heat-transfer in microencapsulated phase-change material suspensions", *Journal of Thermophysics and Heat Transfer*, 9 :(4), 727-732 (1995).
- [15] **HASSE, C., GRENET, M., BONTEMPS, A., DENDIEVEL, R. AND SALLEE, H.**, Realization, test and modelling of honeycomb wallboards containing a Phase Change Material, *Energy and Buildings*, 43:(1), 232-238 (2011).
- [16] **KIM, K. B., CHOI, K. W., KIM, Y. J., LEE, K. H. AND LEE, K. S.** Feasibility study on a novel cooling technique using a phase change material in an automotive engine, *Energy*, 35:(1), 478-484 (2010).
- [17] **SETOH, G., TAN, F. L. AND FOK, S. C.** Experimental studies on the use of a phase change material for cooling mobile phones, *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 2010, 37:(9), 1403-1410.
- [18] **WUTTIG, M. AND STEIMER, C.** Phase change materials: From material science to novel storage devices, *Applied Physics a-Materials Science & Processing*, 2007, 87:(3), 411-417.
- [19] **GLAUERT, A. M.**, *Practical methods in electron microscopy.*, E. North-Holland, (1982).
- [20] **HOBBS, S. Y. A. W., C.H.**, *Morphology characterization by microscopy techniques.*, E. Willey-Interscience, 1.

