



**Somos calidad,  
somos USC**

**Desarrollo de materiales reflectantes difusos con diferentes niveles de reflectancia a partir de politetrafluoroetileno (PTFE), óxido de titanio (TiO<sub>2</sub>) y pigmentos carbonosos procedentes de residuos vegetales (*Cocos nucifera*)**

**Autor**

**Nazly Gisela Chate Galvis**

**Magíster en Química Industrial**

**Directores**

**Dr. Andrés Chamorro**

**Dr. Manuel Palencia**

**Asesora externa**

**Dra. (c) Angélica García Quintero**

**Grupo de Investigación en Electroquímica y Medio Ambiente (GIEMA), Universidad Santiago de Cali, Cali – Colombia**

**Grupo de Investigación en Ciencias con Aplicaciones Tecnológicas (GI-CAT), Universidad del Valle, Cali – Colombia**

**Mindtech Research Group (Mindtech-RG), Mindtech S.A.S., Cali/Montería –Colombia**

**Grupo de investigación en Química Ambiental y Tecnologías Limpias (QUATELI) Universidad Militar Nueva Granada, Cajicá - Colombia**

**Electroquímica y nuevos materiales**

**Facultad de Ciencias Básicas  
Maestría en Química Industrial  
Universidad Santiago de Cali  
Santiago de Cali - Colombia**

**2026**

## IMPACTOS

IMPACTO	PRODUCTO	BENEFICIARIO(S)
<b>Económico</b>	<p>Propuesta de valorización de los residuos agroindustriales del endocarpio del fruto del cocotero <i>Cocos nucifera</i> para la generación de superficies de referencia espectral.</p> <p>Propuesta metodológica para la obtención de novedosas referencias de reflectancia basadas en residuos agrícolas e insumos comerciales accesibles a nivel regional.</p>	Sector productivo
<b>Científico</b>	<p>Socialización de la propuesta de investigación de investigación con la comunidad académica a través de la presentación del trabajo:            “Chate N., Chamorro A., Palencia M., García-Quintero, A. 2025. <i>Desarrollo de materiales reflectantes difusos con diferentes niveles de reflectancia a partir de politetrafluoroetileno (PTFE), óxido de titanio (TiO<sub>2</sub>) y pigmentos carbonosos procedentes de residuos vegetales (Cocos nucifera)</i> [Presentación de póster]. XXII Encuentro de Investigación Formativa Facultad de Ciencias Básicas, Cali, Colombia”.</p> <p>Tesis de maestría en química industrial con nuevo conocimiento sobre la producción y caracterización de superficies reflectantes alternativas, de interés para la industria espectroscópica y óptica, basadas en partículas carbonosas de residuos de <i>Cocos nucifera</i>, adhesivos, partículas de dióxido de titanio de grado alimenticio y membranas y adhesivos comerciales.</p>	Comunidad académica Sector productivo
<b>Tecnológico</b>	Desarrollo y evaluación de una metodología experimental para obtener materiales con distintos niveles de reflectancia en la región visible del espectro electromagnético, con potencial de aplicación en la industria espectroscópica y óptica.	Comunidad académica Sector productivo
<b>Técnico</b>	Protocolo experimental para la síntesis y caracterización de nuevos materiales reflectantes.	Comunidad académica Sector productivo
<b>Ambiental</b>	Valorización de los residuos agroindustriales del endocarpio del fruto del cocotero <i>Cocos nucifera</i> a través de la generación de partículas carbonosas que modulan la reflectancia espectral.	Comunidad académica Sector productivo
<b>Social</b>	Formación de recurso humano altamente calificado mediante el desarrollo de una maestría en química industrial.	Qca. Nazly Gisela Chate Galvis

# DESARROLLO DE MATERIALES REFLECTANTES DIFUSOS CON DIFERENTES NIVELES DE REFLECTANCIA A PARTIR DE POLITETRAFLUOROETILENO (PTFE), ÓXIDO DE TITANIO (TiO<sub>2</sub>) Y PIGMENTOS CARBONOSOS PROCEDENTES DE RESIDUOS VEGETALES (*COCOS NUCIFERA*)

Nazly Gisela Chate Galvis<sup>1,5</sup>, Andrés Felipe Chamorro Rengifo<sup>2,3\*</sup>, Manuel Salvador Palencia Luna<sup>4</sup>, Angélica García Quintero<sup>4, 5</sup>

<sup>1</sup> Estudiante de Maestría en Química Industrial, Facultad de Ciencias Básicas, Universidad Santiago de Cali. Campus Pampalinda, Cali – Colombia.

<sup>2</sup> Grupo de Investigación en Electroquímica y Medio Ambiente (GIEMA), Universidad Santiago de Cali, Cali – Colombia

<sup>3</sup> Grupo de investigación en Química Ambiental y Tecnologías Limpias (QUATELI), Departamento de Química, Facultad de Ciencias Básicas y Aplicadas, Universidad Militar Nueva Granada, Bogotá-Colombia

<sup>4</sup> Grupo de Investigación en Ciencias con Aplicaciones Tecnológicas (GI-CAT), Facultad de Ciencias Naturales y Exactas, Universidad del Valle, Cali – Colombia.

<sup>5</sup> Mindtech Research Group (Mindtech-RG), Mindtech S.A.S., Cali/Montería – Colombia.

## RESUMEN

El desarrollo de superficies reflectantes difusas (SRD) es indispensable en la fabricación, calibración y control de la calidad de dispositivos ópticos (e.g. espectrofotómetros, sensores ópticos, etc.). Se caracterizan por la generación de un campo de luz homogéneo debido a que su reflectancia es independiente del ángulo de observación; además, pueden ser orgánicas, cerámicas, o de materiales compuestos. En particular, el politetrafluoroetileno (PTFE) dopado con TiO<sub>2</sub> se emplea comúnmente como SRD, mientras que, la modulación de la reflectancia se logra mediante la adición de negro de carbón, el cual es un contaminante atmosférico de vida corta. El objetivo de esta investigación fue desarrollar materiales reflectantes difusos con diferentes niveles de reflectancia a partir de PTFE, TiO<sub>2</sub> y el pigmento negro carbonoso procedente del endocarpio del cocotero (PCEC) como sustituto ecoamigable del negro de carbón. En este sentido, se hicieron películas de TiO<sub>2</sub> sobre membranas microporosas de PTFE, usando poli(vinil acetato) (PVAc) como agente aglutinante. Para ello, se evaluó el contenido de TiO<sub>2</sub>:PVAc y se seleccionó la mejor relación en la cual no se observó segregación de fases (0,8:1,0 de TiO<sub>2</sub>:PVAc). Posteriormente, se moduló la reflectancia de las superficies adicionando diferentes cantidades de PCEC a las películas durante su fabricación. Las SRD se caracterizaron por diferentes técnicas espectroscópicas, de microscopía, análisis de imágenes, entre otras. Los resultados evidencian que es posible obtener SRD y modular su reflectancia mediante el uso de PTFE microporoso, TiO<sub>2</sub>/PVA y PCEC.

**Palabras clave:** *Reflectancia difusa, materiales carbonosos, PTFE, TiO<sub>2</sub>, PVAc.*

## DEVELOPMENT OF DIFFUSE REFLECTIVE MATERIALS WITH DIFFERENT LEVELS OF REFLECTANCE FROM POLYTETRAFLUOROETHYLENE (PTFE), TITANIUM OXIDE (TiO<sub>2</sub>) AND CARBONOSE PIGMENTS FROM VEGETABLE WASTE (*COCOS NUCIFERA*)

## ABSTRACT

The development of diffuse reflective surfaces (DRS) is essential in the manufacturing, calibration, and quality control of optical devices (e.g., spectrophotometers, optical sensors, etc.). These surfaces are characterized by the generation of a homogeneous light field because their reflectance is independent of the viewing angle; they can be organic, ceramic, or composite materials. TiO<sub>2</sub>-doped polytetrafluoroethylene (PTFE) is commonly used as a DRS, while reflectance modulation is achieved by adding carbon black, a short-lived atmospheric pollutant. The objective of this research was to develop diffuse reflective materials with different reflectance levels using PTFE, TiO<sub>2</sub>, and carbon black pigment derived from coconut endocarp (PCEC) as an eco-friendly substitute for carbon black. To this end, TiO<sub>2</sub> films were fabricated on microporous PTFE membranes using polyvinyl acetate (PVAc) as a binding agent. To this end, the TiO<sub>2</sub>:PVAc content was evaluated, and the optimal ratio at which no phase segregation was observed (0.8:1.0 TiO<sub>2</sub>:PVAc) was selected. Subsequently, the reflectance of the surfaces was modulated by adding different amounts of PCEC to the films during their fabrication. The surface reflections (SRDs) were characterized using various spectroscopic techniques, microscopy, image analysis, and other methods. The

results demonstrate that it is possible to obtain SRDs and modulate their reflectance using microporous PTFE, TiO<sub>2</sub>/PVA, and PCEC.

**Keywords:** *Diffuse reflectance, carbonaceous materials, PTFE, TiO<sub>2</sub>, PVAc.*

## 1.- INTRODUCCIÓN

Con el auge de los dispositivos electrónicos, el aumento en la capacidad de cómputo y la accesibilidad a dispositivos optoelectrónicos se ha incrementado el desarrollo, comercialización y uso de instrumentación basada en la emisión, reflexión y transmisión de radiación electromagnética, en particular, la correspondiente al espectro visible debido a que es parte esencial en el desarrollo de dispositivos basados en la proyección de imágenes o en el procesamiento de datos espectrales. Por consiguiente, tanto en el proceso de fabricación, control de la calidad, y mantenimiento de estos dispositivos se requiere calibrar su respuesta óptica. Esto se hace mediante superficies de calibrado que deben tener un comportamiento ideal en términos de su reflectancia difusa, es decir, deben ser superficies Lambertianas [1]. Las superficies de calibración espectral generalmente, denominadas superficies reflectantes difusas (SRDs), son fabricadas en función de su uso, es decir, pueden ser superficies blancas, con pigmentos fluorescentes, de color o en escala de grises, de forma específica, estas últimas actúan de manera similar a los filtros de densidad neutra de los instrumentos de transmitancia y son fabricadas para la calibración de espectrofotómetros, cámaras multi- e hiperespectrales y colorímetros para aplicaciones que requieran rangos dinámicos de reflexión, como es el caso de los análisis fisicoquímicos en la industria papelera, de pinturas y minerales, polímeros, agricultura, alimentos, acuicultura, entre otras [2]. Aunque esta tecnología de calibración actualmente se encuentra disponible, los proveedores a nivel global de estas superficies son muy limitados, siendo dos marcas las dominantes: Spectralon® de Labsphere (USA) [2] y Zenith Polymer® de SphereOptics (Alemania) [3]. En ambos casos estos proveedores emplean politetrafluoroetileno (PTFE) como matriz, un óxido metálico de alto índice de refracción y negro de carbón como aditivo modulador de la respuesta espectral. Es así como, en la actualidad no existe, a nivel nacional o en América Latina, producción de este tipo de materiales; lo que pone en evidencia un nicho inexplorado de mercado, además de generar una dependencia comercial, un vacío de conocimiento, limitaciones en el desarrollo tecnológico nacional y regional, y una barrera para la exploración de nuevas aplicaciones en el campo de la espectroscopia.

El PTFE es empleado como matriz de patrones de reflectancia difusa debido a atributos particulares como su extrema estabilidad y resistencia, las cuales son propiedades generadas en gran medida por los átomos de flúor presentes en la cadena, entre ellas, su alta electronegatividad, baja polarizabilidad y pequeño radio de van der Waals (1.32 Å) le permite la formación de una cubierta uniforme y continua alrededor de los enlaces C-C [4,5]. Además, la estructura molecular del PTFE es bastante ordenada, lo que le permite alinearse y empaquetarse intere intramolecularmente para generar regiones de alta cristalinidad, esta propiedad hace que el material tenga puntos de fusión elevados que pueden oscilar entre 320-342 °C, además de propiedades ópticas particulares, como su alta reflectancia [5]. Por otra parte, el TiO<sub>2</sub> es el óxido metálico de mayor uso para el dopaje de PTFE en la fabricación de superficies reflectantes debido a su estabilidad frente a la luz ultravioleta, alta inercia química, facilidad de dispersión, alto índice de blancura (93.5 %), baja toxicidad y altos índices de refracción ( $n = 2.76$  para TiO<sub>2</sub>-tipo rutilo y  $n = 2.55$  para TiO<sub>2</sub>-tipo anatasa) [6,7].

Por otro lado, se han descrito propiedades excepcionales sobre el uso del negro de carbón para la modulación y fabricación de materiales que requieran la pigmentación oscura, en específico, es un material particulado, higroscópico, adsorbente, no inflamable y combustible. Se dispersa fácilmente en fluidos como el aire y el agua, y es producido por la combustión parcial o descomposición térmica de hidrocarburos provenientes de la industria del petróleo. Químicamente este corresponde a una forma casi pura de carbono elemental (> 97 %). Además, es altamente reactivo frente a oxidantes fuertes (cloratos, bromatos, nitratos y oxígeno), y se caracteriza por su capacidad para absorber la luz en un amplio rango de longitudes de onda, siendo esto una de las principales características que permite su uso en el control de la reflectancia de superficies de TiO<sub>2</sub>-PTFE [8,9]. De acuerdo con estudios previos, para la producción de negro de carbón se estima que se generan 2.4 kg de CO<sub>2</sub> por kg de material carbonoso, lo que equivale aproximadamente a la combustión de 3.4 kg de material orgánico, lo que supone un serio impacto ambiental en términos atmosféricos y de calentamiento global si se tiene en cuenta que la producción aproximada de negro de carbón es de 8.9 Mton/año a nivel mundial, además, en términos económicos, está sujeta a las variaciones del precio del petróleo y su demanda, la cual es cada vez más creciente,

y estimulada principalmente por la industria de los neumáticos, es fuertemente dependiente de factores externos geopolíticos y tendencias de los mercados [8,10-11].

Por otro lado, en Colombia se generan una gran cantidad de residuos agroindustriales que son desaprovechados. En particular, en la cadena productiva del coco, el principal uso del fruto es en la industria de alimentos, de manera más exacta, en el uso de la copra (i.e., parte interna, de color blanca, rica en aceites y otros nutrientes); sin embargo, otras partes del fruto son escasamente aprovechadas como el endocarpio y el mesocarpio. A partir de la producción nacional de cocos, se estima que en Colombia se generan alrededor de 119 toneladas de residuos asociados al fruto, de los cuales, aproximadamente el 33.1 % corresponde al endocarpio [12]. Mientras que, en algunas ocasiones, el mesocarpio se aprovecha como sustrato de crecimiento vegetal en jardinería, en la producción de fibras para cojinería, la fabricación de textiles o como material de relleno, el endocarpio tiene un uso más limitado, siendo el más habitual la fabricación de artesanías y la producción de combustible sólido [12]. Al ser el endocarpio una fuente de materia orgánica renovable, compuesta por celulosa (~29 %), hemicelulosa (20-30 %) y lignina (~44 %), y caracterizada por una alta dureza, rigidez, resistencia al impacto y ligereza [13], durante su proceso de combustión es mayor la fracción del material que no se descompone en sustancias volátiles en comparación con otros tipos de biomasa, por lo tanto, es una fuente ideal para la producción de materiales carbonosos.

En consonancia con lo anterior, en este proyecto se plantea el aprovechamiento del endocarpio para la producción de micro- y nanopartículas de carbono, que puedan emplearse como pigmento para la modulación de la reflectancia de polímeros compuestos a base de TiO<sub>2</sub>-PTFE, permitiendo el aprovechamiento de uno de los principales residuos de la cadena productiva del coco para el desarrollo de nuevos materiales. Así, el objetivo de esta investigación fue desarrollar materiales reflectantes difusos con diferentes niveles de reflectancia a partir de PTFE, TiO<sub>2</sub> y pigmentos carbonosos procedentes del endocarpio del fruto del cocotero (*Cocos nucifera*). Para el cumplimiento del objetivo general se plantearon los siguientes objetivos específicos: (i) Obtener pigmentos carbonosos a partir del endocarpio del fruto del cocotero (*Cocos nucifera*) que puedan ser empleadas como agentes de modulación de la reflectancia de películas de TiO<sub>2</sub>-PTFE, (ii) construir superficies reflectantes difusas a partir de TiO<sub>2</sub>-PTFE y (iii) controlar la reflectancia de las superficies de TiO<sub>2</sub>-PTFE mediante la adición de pigmentos carbonosos obtenidos del endocarpio del fruto del cocotero

## **2.- MATERIALES Y MÉTODOS**

### **2.1.- Reactivos e insumos**

Para la generación de las superficies reflectantes se emplearon como sustrato membranas microporosas de PTFE MFPTH-4547 con un diámetro de 47 mm, un grosor de 210 μm y un tamaño de poro nominal de 0.45 μm (Cobetter Filtration). Como agente de adhesión se empleó "silicona líquida" de grado comercial, consistentes en emulsiones acuosas de poli(acetato de vinilo) (PVAc), de secado rápido (BRICKELL). Como pigmento de alta reflectancia se utilizó dióxido de titanio en fase rutilo de grado alimentario (Agenquímicos s.a.s.) y como pigmento de modulación de reflectancia se usaron partículas carbonosas obtenidas a partir del endocarpio de coco, extraído a partir de una muestra de coco proveniente de un mercado local del área urbana de Cali, Valle del Cauca, Colombia. Como agentes auxiliares se emplearon acetona, hidróxido de sodio, etanol al 96 % y ácido clorhídrico al 37 % (Merck).

### **2.2.- Procedimiento experimental**

#### *2.2.1.- Obtención de las superficies reflectantes*

Con la finalidad de obtener las superficies de máxima reflectancia, se situaron las membranas MFPTH-4547 sobre soportes antiadherentes de aluminio recubiertos con PTFE; posteriormente, se realizó una deposición por goteo, favoreciendo un recubrimiento homogéneo del agente de modificación superficial, cuya composición consistió en una dispersión de Silicona Líquida Comercial (SLC) y TiO<sub>2</sub> en diferentes proporciones (ver **Tabla 1**). Cada una de estas formulaciones se obtuvo mediante la adición de 5.0 mL de acetona a la cantidad definida de SLC, seguido de la agitación de la mezcla a 300 RPM durante cinco minutos. Posteriormente, se adicionaron las partículas de TiO<sub>2</sub> (estas partículas corresponden a la fracción no retenida resultante de una separación previa con un tamiz de malla N° 120 (125μm)), continuándose la agitación durante diez minutos adicionales. Tras la adición de este agente modificante al sustrato, se permitió la evaporación del solvente a temperatura ambiente durante 24

horas. Los experimentos se realizaron por duplicado y los materiales resultantes se evaluaron mediante fotografía digital y pruebas de flexión manual. A partir de lo anterior se seleccionó la relación másica 0.8:1.0 de TiO<sub>2</sub>:SLC para posteriores ensayos de caracterización (ver sección 2.2.4.). La selección se basó en la relación que presentó mejores resultados de homogeneidad superficial con la máxima cantidad de agente modificante y capacidad de deformación sin la generación de fracturas observables.

**Tabla 1.** Relaciones másicas entre la Silicona Líquida Comercial y las partículas de TiO<sub>2</sub>.

Relación másica nominal de TiO <sub>2</sub> : SLC	Réplica	TiO <sub>2</sub> (g)	SLC (g)
0.50:1.00	1	0.5018	1.0507
	2	0.5024	1.0441
0.65:1.00	1	0.6533	1.0501
	2	0.6520	1.0550
0.80:1.00	1	0.8070	1.0540
	2	0.8032	1.0555
1.00:1.00	1	1.0043	1.0412
	2	1.0068	1.0500
1.50:1.00	1	1.5058	1.0444
	2	1.5072	1.0496

#### 2.2.2.- Obtención de las partículas carbonosas de endocarpio de coco

Con el propósito de generar el pigmento carbonáceo de endocarpio de coco (PCEC), se empleó una variación de la metodología reportada por E.H. Sujiono y colaboradores (2020) [14], en la cual la biomasa de endocarpio de coco se sometió a un lavado con aproximadamente 30 mL de agua destilada; posteriormente se secó a 60 °C por 48 horas, y a continuación, se segmentó en trozos de aproximadamente 2 a 3 cm<sup>2</sup>, los que se carbonizaron en un horno de mufla a 600 °C durante 3 horas. Tras este procedimiento, el material se homogenizó en una licuadora de alta velocidad (Nutribullet NB-201) y se separó con un tamiz de malla N° 120 (125 µm). Por último, las partículas se lavaron con una solución de HCl al 37 % seguido de su neutralización con una solución de NaOH 0.1 M y secado a 60 °C durante 24 horas.

#### 2.2.3.- Obtención de las superficies reflectantes moduladas

En primera instancia, se prepararon las formulaciones para los distintos niveles de reflectancia, para ello, se mezclaron 0.5042 g de TiO<sub>2</sub> y 5.0647 g de pigmento carbonáceo, relación másica 0.1:1.0 de TiO<sub>2</sub>:PCEC. Posteriormente, se realizaron tres diluciones seriadas sucesivas con un factor de dilución de dos, mediante la adición de TiO<sub>2</sub>; obteniéndose relaciones másicas de 1.2:1.0 (54.5 %), 3.4:1.0 (77.3 %) y 7.8:1.0 (88.6 %) de TiO<sub>2</sub>:PCEC para las diluciones 1, 2 y 3, respectivamente. A continuación, cada formulación se mezcló con una solución de SLC preparada previamente en 5.0 mL de acetona con una agitación a 300 RPM durante cinco minutos, tras lo cual se dejó el sistema en agitación durante diez minutos adicionales. Por último, se adicionaron los agentes de modificación superficial a los sustratos de PTFE y se permitió la evaporación del solvente a temperatura ambiente durante 24 horas. Los experimentos se realizaron por triplicado y los materiales resultantes se caracterizaron mediante las técnicas descritas en la sección 2.2.4.

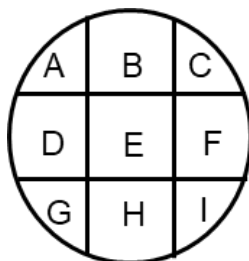
#### 2.2.4.- Técnicas de caracterización de los materiales

Con el propósito de caracterizar las propiedades ópticas, estructurales y composicionales de los materiales de interés y de las SRDs desarrolladas, se emplearon diversas técnicas, las cuales se detallan a continuación junto con el material evaluado por cada método:

(i) *Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier con Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR)*: La membrana de PTFE, la SLC y las partículas de PCEC se caracterizaron usando un espectrofotómetro IRAffinity-

1S con cristal de germanio de Shimadzu, en una configuración de 20 scans por muestra, en un rango de número de onda de 600 a 4000  $\text{cm}^{-1}$  y con una resolución de 2.0  $\text{cm}^{-1}$ ; realizando cinco repeticiones en varios puntos de la muestra.

(ii) *Espectroscopia Visible de Sólidos (EVIS(s))*: La membrana de PTFE, la SLC, el  $\text{TiO}_2$ , las partículas de PCEC y las SRDs basadas en los pigmentos de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2$ -PCEC se caracterizaron usando un espectrofotómetro Jasco – V750 acoplado con una esfera de integración SV-922, con una resolución de 1 nm entre 450-700 nm en modo de reflectancia; realizando nueve repeticiones en varios puntos de la muestra usando como referencia una cuadrícula de 3X3 como marco de las superficies circulares (ver **Figura 1**).



**Figura 1.** Modelo de la cuadrícula 3X3 para la segmentación de las superficies reflectantes circulares.

(iii) *Análisis Termogravimétrico (TGA)*: La membrana de PTFE, la SLC, el  $\text{TiO}_2$ , las partículas de PCEC y las superficies reflectantes basadas en los pigmentos de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2$ -PCEC se caracterizaron usando un equipo de referencia TA Instruments, en un rango de temperatura desde 25 a 900  $^{\circ}\text{C}$  con una rampa de calentamiento de 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

(iv) *Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Espectroscopia de Rayos X de Energía Dispersiva (EDS)*: La membrana de PTFE y las superficies reflectantes basadas en los pigmentos de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2$ -PCEC se caracterizaron en un equipo Phenom Pro-X con el método porta estándar con un voltaje de aceleración de 15 Kv.

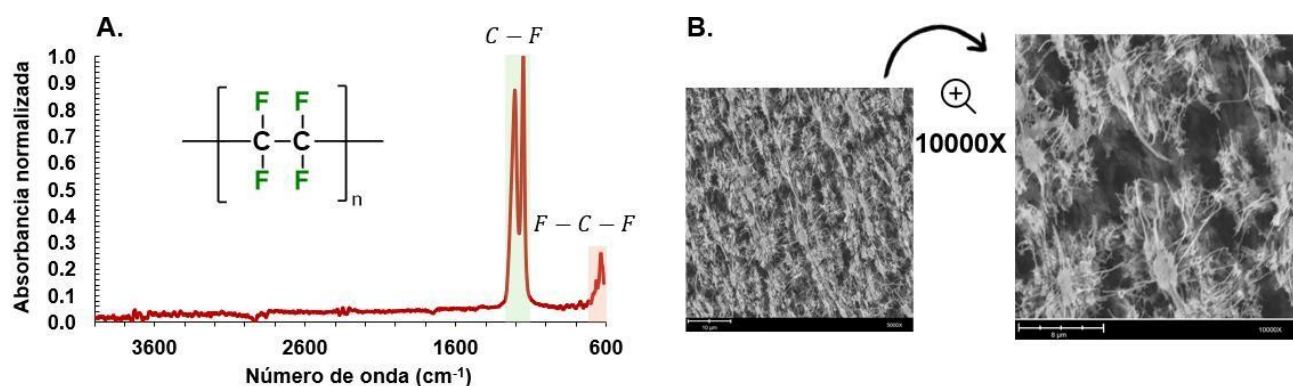
(v) *Dispersión Dinámica de la Luz (DLS)*: Los pigmentos de  $\text{TiO}_2$  y de PCEC se caracterizaron usando un equipo Zetasizer Lab (Malvern Panalytical) a temperatura ambiente, usando agua destilada a pH neutro como medio dispersante, con el fin de obtener el tamaño, usando como descriptor de tamaño el diámetro hidrodinámico ( $D_H$ ), y el potencial Z de las partículas.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1. Caracterización estructural y de composición de los materiales

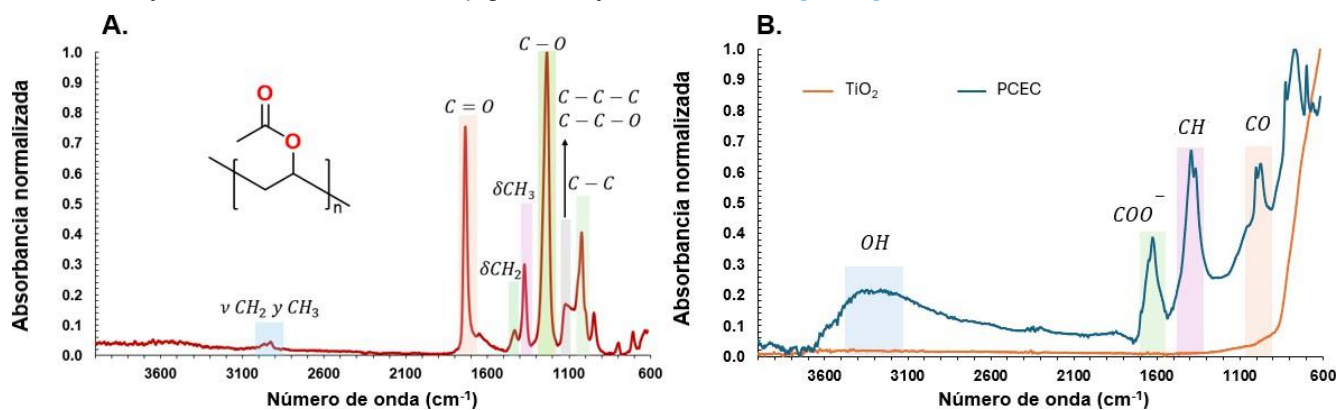
El sustrato MFPTH-4547 es una membrana de microfiltración de PTFE, el cual es un polímero constituido por cadenas carbonadas en las que los átomos de carbono se encuentran totalmente sustituidos por átomos de flúor, presentando enlaces C-F de alta estabilidad (ver **Figura 2**). Esta composición del sustrato se corroboró espectroscópicamente a través de FTIR-ATR (ver **Figura 2 A**), evidenciándose las bandas de tensión simétricas y asimétricas de los enlaces C-F alrededor de 1204 y 1151  $\text{cm}^{-1}$ , respectivamente; así como la banda de flexión de los enlaces  $\text{CF}_2$  en 635  $\text{cm}^{-1}$  [15]. En cuanto a los resultados de análisis elemental de EDS del material, estos revelaron la presencia única de átomos de flúor y carbono en la muestra, en una concentración atómica porcentual de 61.19 y 38.81 para F y C, respectivamente; presentando una relación aproximada de F:C de 1:1.6. Estas desviaciones respecto a la relación teórica para el PTFE de 2:1 de F:C, pueden encontrarse asociadas con la menor sensibilidad de la técnica instrumental a elementos de bajo número atómico como el flúor ( $z = 9$ ); así como a efectos inducidos por el haz de electrones, que pueden derivar en la ruptura de enlaces C-F generando una modificación superficial de la composición atómica [16]. Por otra parte, esta naturaleza química le confiere al PTFE una elevada hidrofobicidad y resistencia térmica y química, lo que, junto con su estructura cristalina, que deriva en una baja rugosidad, genera un material de limitada modificación superficial y con resistencia a la adhesión; no obstante, esta característica puede ser modulada mediante configuraciones que favorezcan procesos de adhesión mecánica. Tal como ocurre en sistemas con microestructuras porosas, cuya arquitectura tridimensional permite la generación de microcavidades, poros y rugosidades que incrementan el área efectiva de contacto y actúan como

puntos de anclaje [17]. Lo anterior es el caso particular de las membranas de MFPTH-4547, en las que las cadenas del polímero se procesan para formar una configuración fibrilar con redes interconectadas que constituyen una estructura microporosa, tal como se constata en la micrografía SEM del sustrato (ver **Figura 2 B**). Esta configuración permite obtener una superficie hidrofóbica porosa adecuada para el anclaje mecánico de agentes adhesivos, al permitir que estos ingresen y fluyan en los poros y microcavidades del material, generando una mayor interacción y unión entre las fases [17]. En consecuencia, las membranas MFPTH-4547 de PTFE representan no solo un material de interés en su aplicación tradicional en sistemas de separación, sino también un sustrato apropiado para el desarrollo de un sistema multicapa de anclaje mecánico con un soporte de alta resistencia y estabilidad, siendo este el contexto e importancia de su uso en la presente investigación.



**Figura 2.** (A) Espectro FTIR-ATR y (B) Micrografía SEM del sustrato MFPTH-4547.

En relación con la SLC, su nombre comercial, Silicona Líquida, sugiere que su composición química se basa en polisiloxanos, los cuales son polímeros constituidos por una cadena polimérica central compuesta por átomos de silicio y oxígeno con sustituyentes de naturaleza orgánica como metilos y etilos; caracterizados por una elevada estabilidad térmica, flexibilidad e impermeabilidad. No obstante, en el ámbito comercial es una práctica común la distribución de adhesivos transparentes de secado rápido basados en poli(vinil acetato) (PVAc) bajo el nombre de “Silicona Líquida” [18]. Lo anterior se verificó a través del análisis de la SLC mediante FTIR-ATR, obteniéndose el espectro correspondiente a la **Figura 3. A**, en este se evidencian las bandas características del PVAc: entre 2900-3000  $\text{cm}^{-1}$ , las vibraciones de tensión de los grupos metilo y metileno; las bandas de tensión del C=O ubicadas alrededor de 1733  $\text{cm}^{-1}$ ; las bandas de deformación del  $\text{CH}_2$  y  $\text{CH}_3$  en 1427  $\text{cm}^{-1}$  y 1370  $\text{cm}^{-1}$ , respectivamente; las vibraciones del enlace C-O en 1238  $\text{cm}^{-1}$ ; las bandas asociadas a los enlaces C-C-C y C-C-O en 1109  $\text{cm}^{-1}$ ; finalmente, se relacionó la banda en 1020  $\text{cm}^{-1}$  con la vibración de los enlaces C-C [19, 20]. Así, los resultados confirman que la SLC empleada como agente de fijación en esta investigación está constituida por PVAc como componente principal, siendo este un polímero flexible y elástico, con capacidad para generar películas finas translúcidas y una buena adherencia a pigmentos y recubrimientos [19,20].



**Figura 3.** Espectro FTIR-ATR de (A) SLC y (B)  $\text{TiO}_2$  y PCEC.

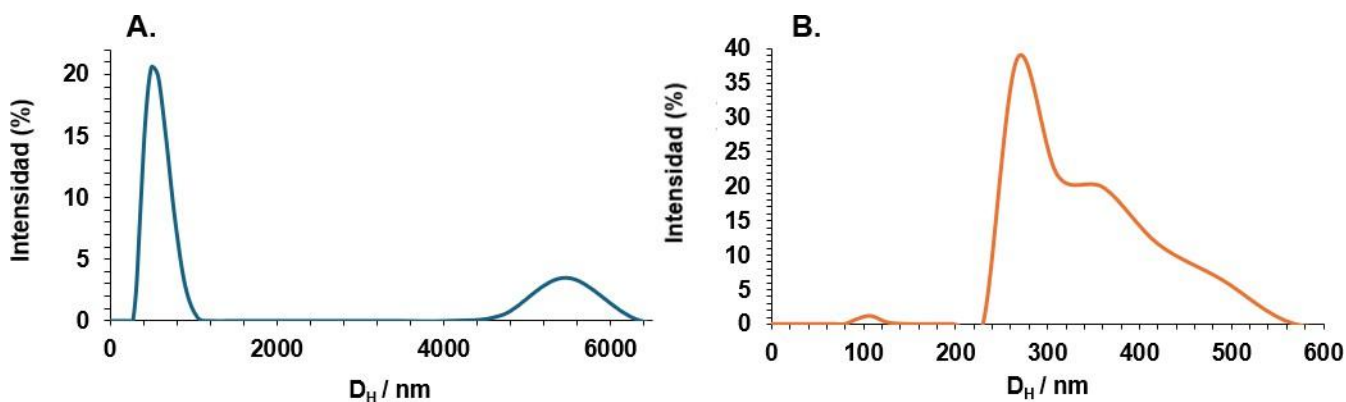
Debido a que la mayoría de los enlaces inorgánicos simples, como los de tipo Ti-O y Ti-O-Ti, generan bandas que suelen presentarse en números de onda inferiores a los  $600\text{ cm}^{-1}$  [21] la presencia de señales en el infrarrojo medio puede ser empleada para evaluar la pureza del  $\text{TiO}_2$ . Así, en cuanto a la caracterización de los pigmentos, el espectro de infrarrojo medio del  $\text{TiO}_2$  no presenta señales en la región entre  $4000$  y  $600\text{ cm}^{-1}$  por lo que se pudo establecer que el precursor no posee una contaminación orgánica detectable (ver **Figura 3 A**).

Por otra parte, las partículas de PCEC se obtuvieron con un rendimiento del  $81.4 \pm 8.6\%$  (ver **Tabla 2**), evidenciando una buena conversión másica en la obtención del producto. Es de resaltar que este rendimiento puede optimizarse en investigaciones posteriores a través de la evaluación del efecto de variables como la temperatura, el tiempo y el tamaño de la muestra, sin embargo, esta etapa de optimización no hace parte de los objetivos de esta investigación. Por lo que se refiere al espectro de infrarrojo medio del PCEC (ver **Figura 3 B**), este es consistente con partículas carbonosas parcialmente oxidadas por efecto del oxígeno de la atmósfera. Específicamente, en el espectro es posible apreciar en la región entre  $1700$  y  $1600\text{ cm}^{-1}$  las señales vinculadas con los grupos carbonilo, ácido carboxílico y carboxilato derivados de la interacción del  $\text{O}_2$  atmosférico con el biomaterial a elevadas temperaturas; entre  $3500$  y  $3000\text{ cm}^{-1}$ , las bandas de tensión de los grupos funcionales hidroxilo; entre  $1389$  y  $1363\text{ cm}^{-1}$ , las bandas de flexión de los enlaces C-H y alrededor de  $1000\text{ cm}^{-1}$ , las bandas de tensión asociadas a los enlaces C-O de grupos funcionales oxigenados de tipo éter y alcohol [22, 23].

**Tabla 1\***. Valores promedio de obtención de carbón de endocarpio de coco en atmosfera de oxígeno.

Endocarpio de coco (g)	Carbón de endocarpio de coco (g)	Rendimiento (%)
$8.05 \pm 0.03$	$6.6 \pm 0.72$	$81.4 \pm 8.6$
CV (%): 0.37	CV (%): 11.0	CV (%): 10.6

Es pertinente considerar, además de la composición química, la distribución de tamaños y la estabilidad coloidal de los pigmentos. En ese sentido, los resultados de caracterización mediante DLS del  $\text{TiO}_2$  evidenciaron una población principal de partículas con un  $D_H$  promedio de  $557\text{ nm}$  y una población secundaria con un  $D_H$  medio de  $5\text{ }\mu\text{m}$  vinculada con la generación parcial de agregados micrométricos (ver **Figura 4 A**). Lo anterior es consistente con el resultado del potencial Z de las partículas de  $\text{TiO}_2$ , que fue de  $-13.79\text{ mV}$ , el cual además de ser un indicativo de una carga superficial negativa (asociada con la adsorción disociativa del agua en la superficie de las partículas de  $\text{TiO}_2$ ), sugiere una estabilidad coloidal reducida que promueve la agregación de las partículas en suspensión [24-26]. En contraste, los resultados del potencial Z de las partículas de PCEC correspondieron a  $-36.45\text{ mV}$ , aspecto que revela una densidad de carga superficial negativa mayor (asociada con los grupos funcionales oxigenados superficiales) y una estabilidad coloidal superior acorde con la presencia de una única distribución continua que presenta un perfil monomodal asimétrico, indicativo de una población principal de partículas con un  $D_H$  promedio de  $267\text{ nm}$  y una presencia inferior de partículas de mayor  $D_H$ , responsables de la formación del hombro y la cola en el perfil de distribución de tamaño (ver **Figura 4 B**). Estos resultados revelan que, si bien el  $D_H$  incluye la capa de solvatación, en promedio la dimensión de los pigmentos se encuentra en la escala nanométrica, lo que les confiere una elevada área superficial y una mayor interacción con el adhesivo SLC [25, 27].



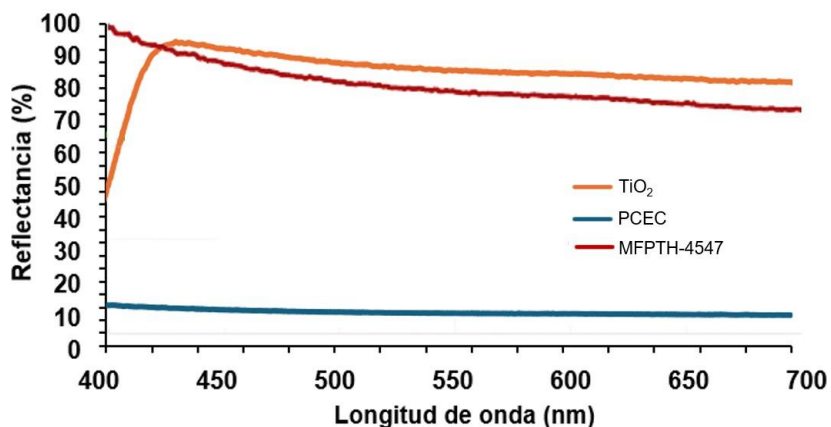
**Figura 4.** Diámetro hidrodinámico (DH): (A) Partículas de  $\text{TiO}_2$  y (B) partículas de PCEC.

Los resultados de EVIS(s) evidenciaron que la reflectancia promedio del sustrato y de los pigmentos entre 400 y 700 nm presenta la siguiente tendencia:  $\text{TiO}_2$  (88.1043 %) > MFPTH-4547 (85.5333 %) > PCEC (11.2510 %) (ver **Tabla 3**). Donde el  $\text{TiO}_2$ , pigmento de tonalidad blanca, presenta una baja absorción de la radiación en el rango visible y una elevada reflectancia; mientras que el PCEC, pigmento oscuro, exhibe un comportamiento de elevada absorción y una baja reflectancia (ver **Figura 5**) [28-30]. Lo cual se asocia el hecho que, de manera simplificada, la reflectancia a una misma longitud de onda es directamente proporcional al índice de refracción del material; aspecto concordante con que el  $\text{TiO}_2$  presenta un índice de refracción de 2.8126 – 2.5512 en el rango de 400 a 700 nm y los materiales carbonosos amorfos de referencia, posee un índice de refracción entre 1.7741 – 1.7600 entre 400 y 700 nm [31-33]. Es importante resaltar que la afirmación previa omite aspectos como los procesos de absorción, la dispersión interna, las interferencias y la porosidad, siendo esta última determinante para el sustrato microporoso MFPTH-4547; de manera que su comportamiento espectral no depende únicamente del índice de refracción del teflón (~ 1.4), sino que involucra múltiples interfaces entre el material y el aire que modifican los procesos de dispersión y la respuesta de reflectancia [34,35].

**Tabla 3.** Reflectancia del sustrato, el adhesivo y los pigmentos en el rango visible del espectro electromagnético (400 – 700 nm).

Material	Reflectancia promedio (%)	Reflectancia máxima (%)	Reflectancia mínima (%)	Diferencia en la reflectancia (%)
MFPTH-4547	85.5333	98.9353	72.1313	26.8040
$\text{TiO}_2^*$	88.1043	94.4577	81.7509	12.7068
PCEC	11.2510	12.7940	9.7080	3.0860

\* Los datos reportados para el  $\text{TiO}_2$  consideran el rango entre 430 y 700 nm.

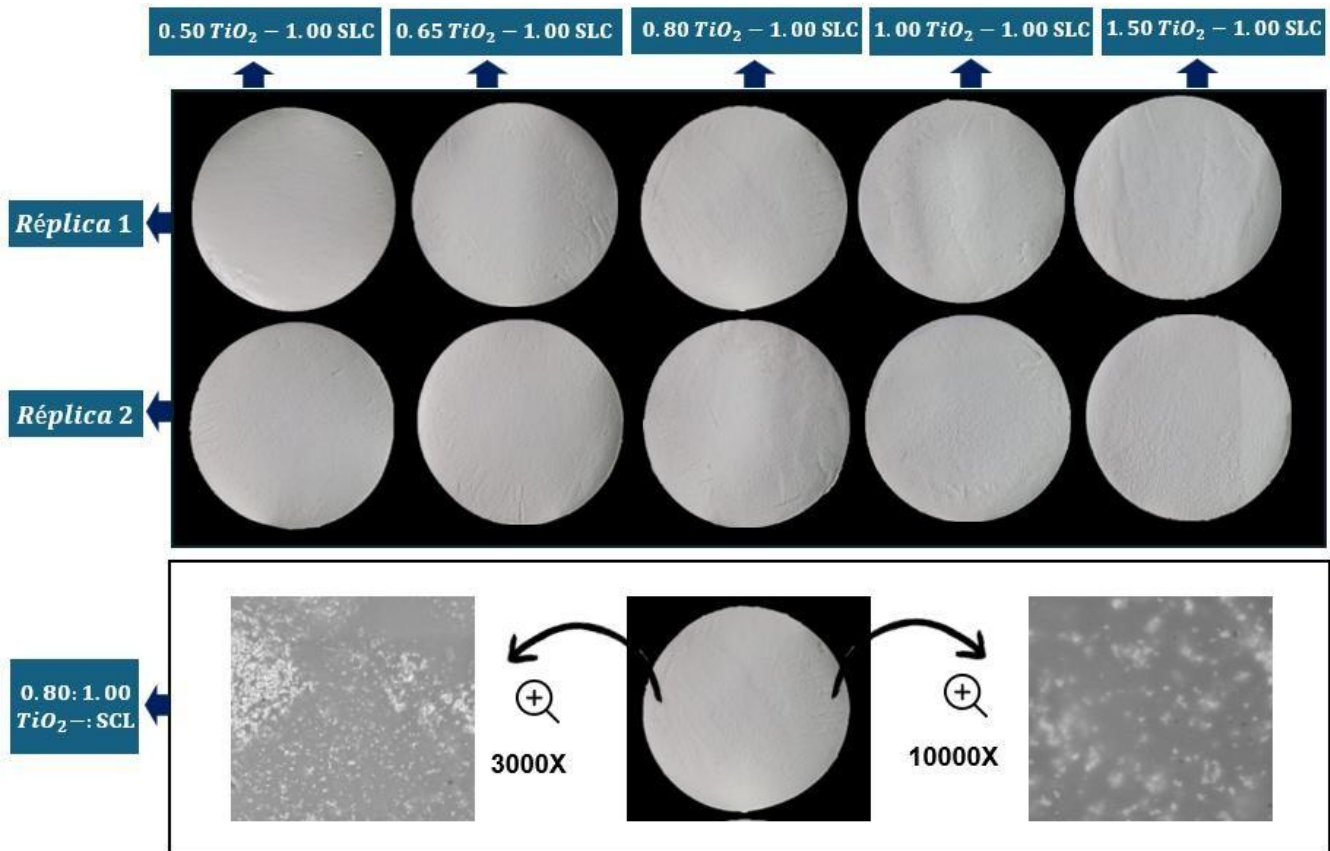


**Figura 5.** Espectro VIS(s) de la membrana de PTFE, el  $\text{TiO}_2$  y el PCEC.

Los valores previos resaltan que el índice de refracción depende de la longitud de onda y comúnmente presenta una relación inversamente proporcional con esta; en consecuencia, la reflectancia suele disminuir a mayor longitud de onda [36]. Los resultados muestran el comportamiento general de reflectancia de los materiales al presentar una tendencia con un decaimiento continuo y suave desde 400 nm (430 nm para el caso del  $\text{TiO}_2$ , donde a longitudes de onda menores ocurren transferencias de carga entre los orbitales p del oxígeno y la banda de conducción de los orbitales d del titanio) hasta 700 nm, relacionada con coeficientes de absorción y dispersión con una reducida variación en función de la longitud de onda (ver **Figura 5**) [37]. Además, se observó una atenuación mínima para el PCEC (3.0860 %) y una atenuación máxima en el sustrato MFPTH-4547 (26.8040 %), asociada principalmente a una disminución de la eficiencia de dispersión interna con el aumento de la longitud de onda. Por lo tanto, se puede concluir que el sustrato MFPTH-4547 por sí solo no es una superficie totalmente apropiada como superficie de referencia debido a que su reflectancia no es constante en la región de interés, mientras que, en contraste, las diferencias de reflectancia del  $\text{TiO}_2$  y del PCEC son menores al 13 %, evidenciándose su idoneidad para ser usado como pigmentos para la modulación de la reflectancia superficial.

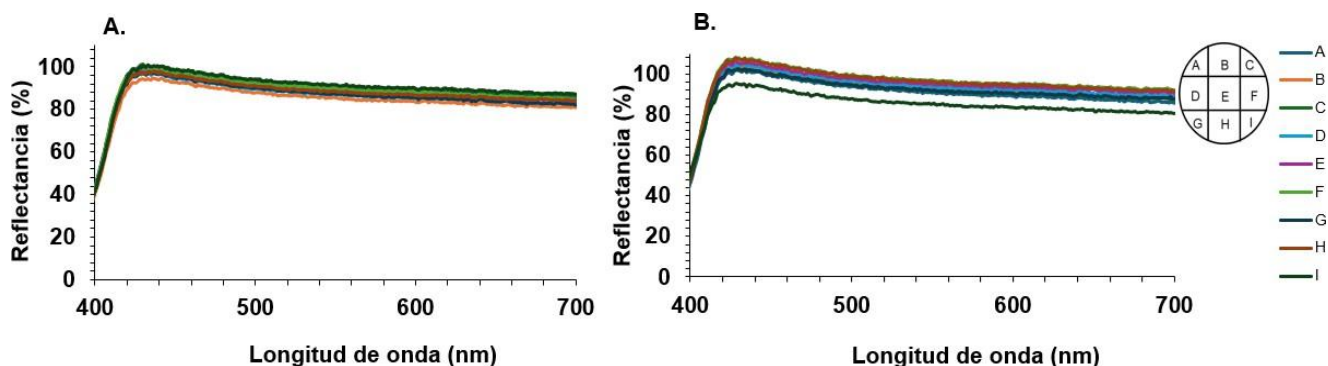
### 3.2.- Caracterización óptica/espectral de las superficies reflectantes basadas en $\text{TiO}_2$ y soportadas sobre membranas de PTFE

En las fotografías digitales de las superficies reflectantes basadas en relaciones másicas  $\text{TiO}_2$ :SLC de 0.50:1.00 hasta 1.50:1.00 es posible observar que los materiales poseen una homogeneidad superficial moderada; si bien presentan una tonalidad blanca mate sin cambios intensos de color ni brillo, se percibe la presencia de algunas irregularidades como depresiones y rugosidades en los bordes, las cuales incrementan con el aumento de la proporción másica de  $\text{TiO}_2$  (ver **Figura 6**). Después de la relación 1.00:1.00 de  $\text{TiO}_2$ :SLC, el material se torna visiblemente particulado en toda su superficie y presenta una amplia proporción de grietas, observaciones que sugieren una segregación parcial del relleno nanométrico (i.e., el PVAc no logra cohesionar eficientemente las partículas de  $\text{TiO}_2$ ). Si bien este tipo de interacción entre matrices poliméricas y rellenos nanométricos se ha empleado para mejorar las propiedades mecánicas de los materiales; este comportamiento ocurre en un rango de concentración específico, después del cual se favorece la generación de agregados que derivan en defectos superficiales y estructurales que afectan las propiedades físicas y mecánicas de los materiales compuestos, al debilitar la interacción entre la fase polimérica y el relleno inorgánico [38-40]. En el caso particular de esta investigación, después de la relación 1.00:1.00 de  $\text{TiO}_2$ :SLC el material disminuye notablemente su homogeneidad visual y resistencia a la deformación; de modo que se selecciona la relación  $\text{TiO}_2$ :SLC de 0.80:1.00 como la más apropiada para la obtención de las superficies reflectantes ya que, a esta relación se identificó la mayor cantidad de agente de modificación superficial sin que se produzcan aglomeraciones perceptibles visual y microscópicamente (ver **Figura 6**), en conjunto con una mayor resistencia a la deformación durante su manipulación.



**Figura 6.** Imágenes digitales de las superficies reflectantes compuestas por  $\text{TiO}_2$  y SLC en diferentes relaciones másicas en conjunto con imágenes SEM de la relación  $\text{TiO}_2$ :SLC de 0.80:1.00.

Las características de homogeneidad y reproducibilidad de las superficies se evaluaron a partir del muestreo de la proporción másica y la respuesta de reflectancia de nueve sectores del material en el marco de referencia establecido en la **Figura 1**. Los resultados del perfil espectral general evidenciaron valores de reflectancia desde aproximadamente el 100 % hasta el 80 % con coeficientes de variación máximos de 2.79 % y 4.48 % de la primera y la segunda réplica; y con un comportamiento espectral equivalente a la tendencia evidenciada en el pigmento de TiO<sub>2</sub>, de manera tal que la curva presenta una tendencia aproximadamente constante después de 430 nm (ver **Figura 7**).



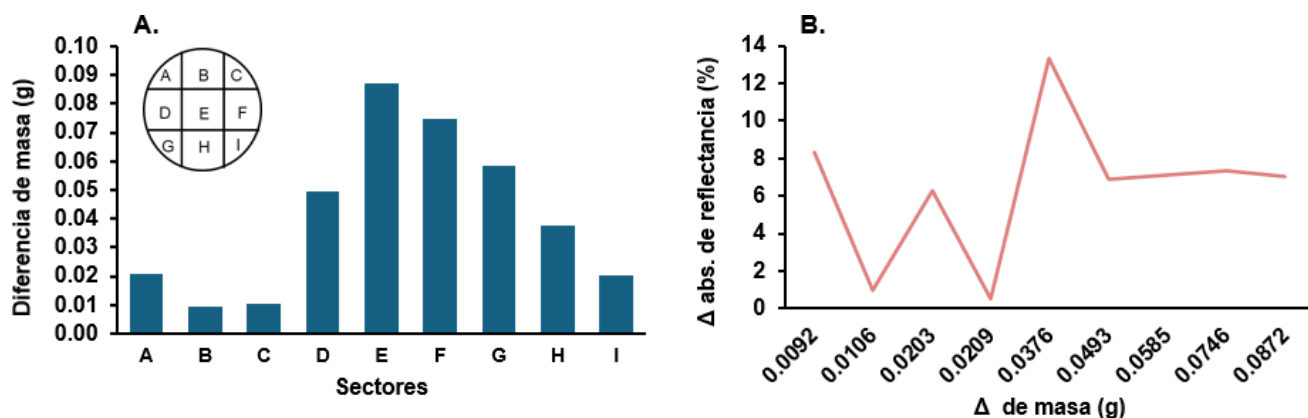
**Figura 7.** Espectros de reflectancia de cada sector de la cuadrícula de la superficie con relación másica 0.80:1.00 de TiO<sub>2</sub>:SCL (**A**) primera réplica y (**B**) segunda réplica.

En lo que se refiere a los resultados másicos, las diferencias entre las réplicas se atribuyen predominantemente a la proporción del agente modificante superficial, dada la consistencia en la masa promedio de las membranas MFPTH-4547, puesto que la medición de todos los individuos de la población del empaque comercial (n = 50) presentó un promedio de 0.122 g y una desviación estándar de 0.009 g. Específicamente, en términos de la masa total de la primera réplica (0.6686 g) y la segunda réplica (1.0395 g), se evidencia que esta última poseía una fase modificante aproximadamente 1.7 veces mayor a la primera réplica, lo que sugiere la necesidad de un mayor control y reproducibilidad en el proceso de adición de la mezcla de TiO<sub>2</sub> con SLC sobre la superficie de la membrana. En ese sentido, los resultados evidencian una diferencia másica del agente modificante entre los sectores, la cual oscila entre 0.009 g (sector superior central B) y 0.087 g (sector central E), con una distribución no homogénea, pero con una tendencia a agrupar las mayores diferencias en torno a la zona central (sectores D, E y F) (ver **Tabla 4** y **Figura 8 A**).

**Tabla 4.** Relaciones másicas y de reflectancia entre las réplicas de la superficie constituida reflectantes con una relación 0.80:1.00 de TiO<sub>2</sub>:SLC.

Sector	Primera réplica		Segunda réplica		Diferencia de masa (g)	Diferencia absoluta de reflectancia (%)
	Masa	Reflectancia promedio	Masa	Reflectancia promedio		
	(g)	(%)	(g)	(%)		
A	0.0442	91.7688	0.0651	92.2600	0.0209	0.4912
B	0.0870	86.6933	0.0962	94.9799	0.0092	8.2866
C	0.0451	92.4188	0.0557	93.3617	0.0106	0.9428
D	0.0943	88.3895	0.1436	95.2824	0.0493	6.8929
E	0.0839	90.0033	0.1711	97.0629	0.0872	7.0596
F	0.0892	90.9183	0.1638	98.2844	0.0746	7.3661
G	0.0615	88.4566	0.1200	95.5844	0.0585	7.1278
H	0.1060	84.9148	0.1436	98.2383	0.0376	13.3236
I	0.0574	92.7090	0.0777	86.4147	0.0203	6.2943

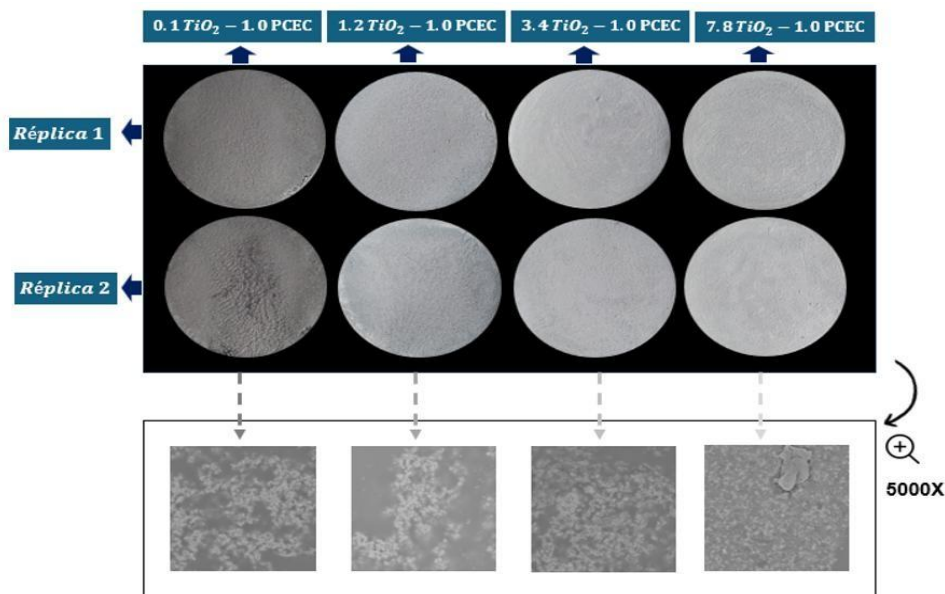
A su vez, la diferencia global entre las masas de las réplicas deriva en que el rango de agente modificante por centímetro cuadrado de la membrana se estime en un rango aproximado entre 0.032 y 0.053 g/cm<sup>2</sup>. Por otra parte, cada diferencia de masa se comparó con su diferencia absoluta respecto del promedio de reflectancia, sin obtener una tendencia clara que permita relacionarlas (ver **Figura 8 B**); sin embargo, los resultados sugieren una posible relación entre la mayor reflectancia promedio y la mayor cantidad de masa de agente de modificación en la segunda réplica; aspecto que requiere de estudios adicionales para evaluar de manera apropiada este comportamiento.



**Figura 8.** Correlación entre (A) los sectores y la diferencia de masa entre las réplicas y (B) la diferencia de masa y la diferencia absoluta de reflectancia entre las réplicas.

### 3.3.- Caracterización óptica/espectral de las superficies reflectantes basadas en TiO<sub>2</sub>-PCEC y soportadas sobre membranas de PTFE

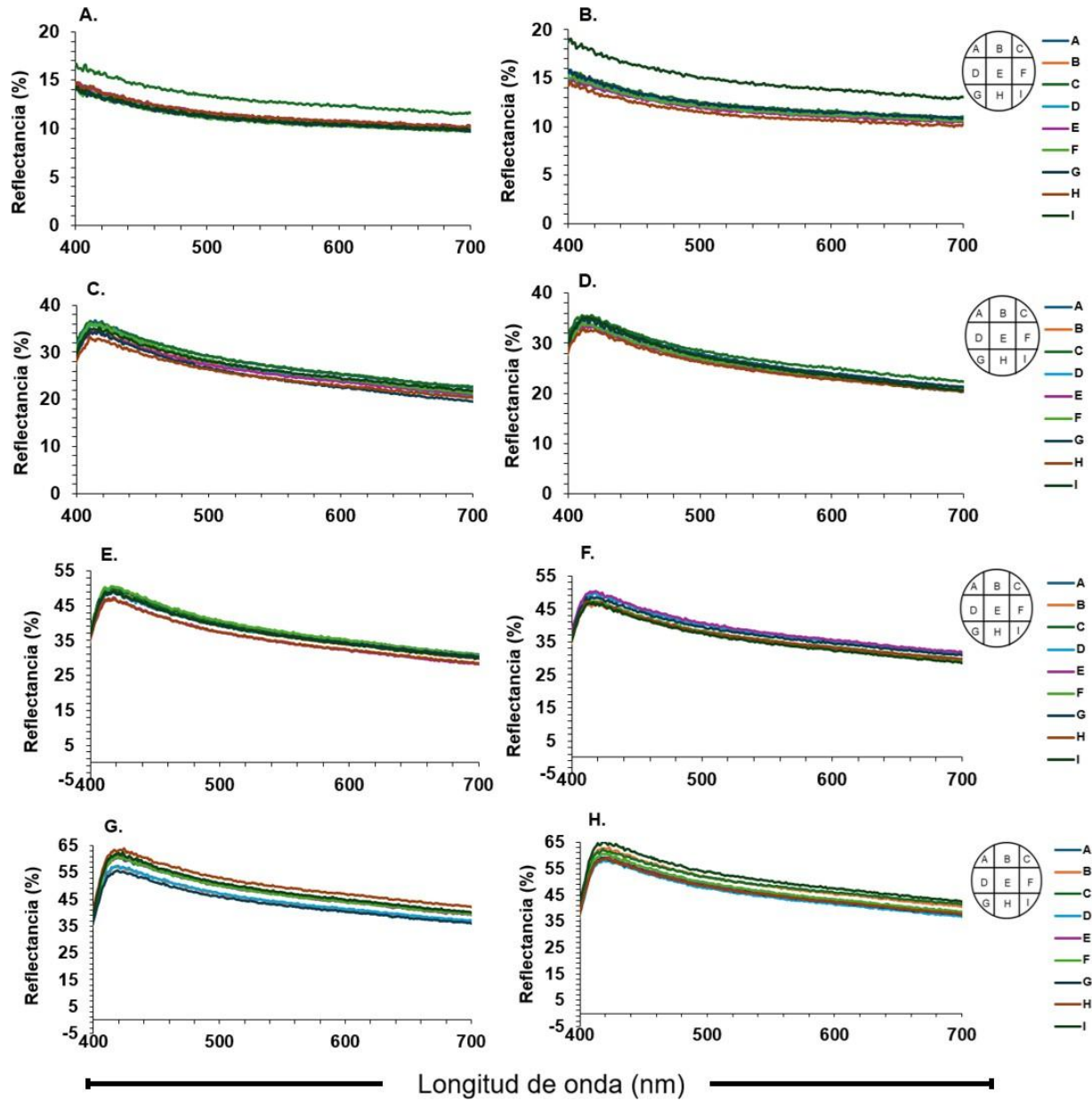
En las fotografías digitales de las superficies reflectantes, basadas en las diferentes relaciones másicas TiO<sub>2</sub>:PCEC, es posible observar que a mayor cantidad del pigmento carbonoso en el sistema, existe una tendencia hacia una tonalidad más oscura junto con un aumento en las irregularidades superficiales del material; por lo tanto, para la relación TiO<sub>2</sub>:PCEC de 0.1:1.0 la superficie se percibe granulada e irregular, asociándose esto a la presencia de una mayor aglomeración de la mezcla de pigmentos (ver **Figura 9**).



**Figura 9.** Fotografías digitales de las superficies reflectantes basadas en TiO<sub>2</sub>:PCEC.

Sin embargo, en las micrografías de SEM para las diferentes relaciones entre los pigmentos, es posible evidenciar de manera cualitativa que, para las regiones analizadas puntualmente, se presenta una distribución heterogénea de los pigmentos en la matriz del adhesivo por la presencia de partículas aglomeradas de manera no uniforme (ver **Figura 9**).

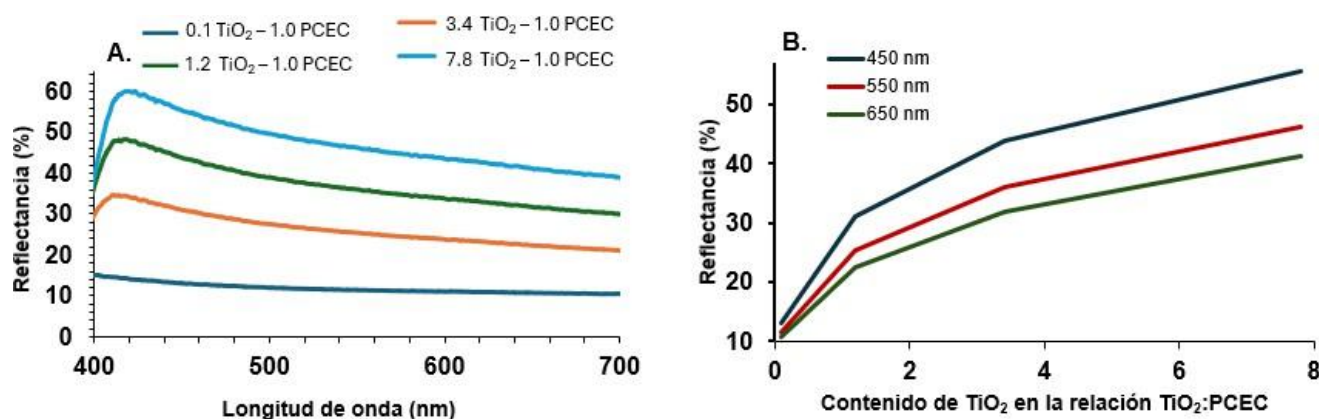
En relación con la variabilidad de la reflectancia para cada sector de las superficies moduladas con la mezcla de pigmentos, es posible observar que el perfil y la pendiente del espectro de reflectancia se encuentran condicionados por la cantidad mayoritaria de pigmento; de manera que, para la relación 0.1:1.0 de  $\text{TiO}_2$ :PCEC la tendencia es prácticamente constante tal como en el caso de las partículas de PCEC; mientras que para la relación 7.8:1.0 de  $\text{TiO}_2$ :PCEC la respuesta espectral presenta una atenuación que emula el perfil del  $\text{TiO}_2$  (ver **Figura 10**).



**Figura 10.** Espectros de reflectancia de las superficies moduladas teniendo en cuenta los sectores de (A y B) réplicas de la relación 0.1:1.0 de  $\text{TiO}_2$ :PCEC, (C y D) réplicas de la relación 1.2:1.0 de  $\text{TiO}_2$ :PCEC, (E y F) réplicas de la relación 3.4:1.0 de  $\text{TiO}_2$ :PCEC; (G y H) réplicas de la relación 7.8:1.0 de  $\text{TiO}_2$ :PCEC.

En cuanto a los diferentes sectores del material reflectante los resultados evidenciaron que los valores máximos del coeficiente de variación para una misma superficie fueron del 8.54, 5.32, 4.38 y 5.57 % y entre las réplicas de 5.31, 2.01, 1.46 y 4.54 % para las relaciones en orden creciente de  $\text{TiO}_2$ , respectivamente; siendo un indicativo de una consistencia en el comportamiento espectral de las superficies reflectantes.

Por otra parte, a medida que la proporción de  $\text{TiO}_2$  se incrementa en la matriz adhesiva, se evidencia la modulación de la reflectancia, obteniendo cuatro niveles promedio de aproximadamente 47, 37, 26 y 11 % (ver **Figuras 10 y 11 A**); esta observación es concordante con reportes previos que evidencian que los materiales carbonosos presentan la capacidad de cambiar el índice de refracción efectivo en matrices compuestas [41, 42]. Por otra parte, entre 450 y 700 nm, la relación con mayor proporción de  $\text{TiO}_2$  en el agente de modificación superficial presenta la diferencia máxima en la atenuación del perfil espectral (16 unidades) a medida que aumenta la longitud de onda, conservando las tendencias espectrales del pigmento en su estado individual. Lo anterior es consistente con el resultado del sistema con mayor proporción de PCEC, cuya máxima atenuación es de 3 unidades, manteniendo la tendencia a la estabilidad del perfil espectral del pigmento carbonoso. En cuanto al comportamiento espectral de la reflectancia a una misma longitud de onda para cada nivel (ver **Figura 11B**), las tendencias evidencian un comportamiento acorde con una función logarítmica creciente para cada longitud de onda, el cual puede ser explorado en análisis posteriores para la generación de un modelo de calibración adecuado para las condiciones de operación reales de las superficies de referencia en sistemas ópticos y espectroscópicos.

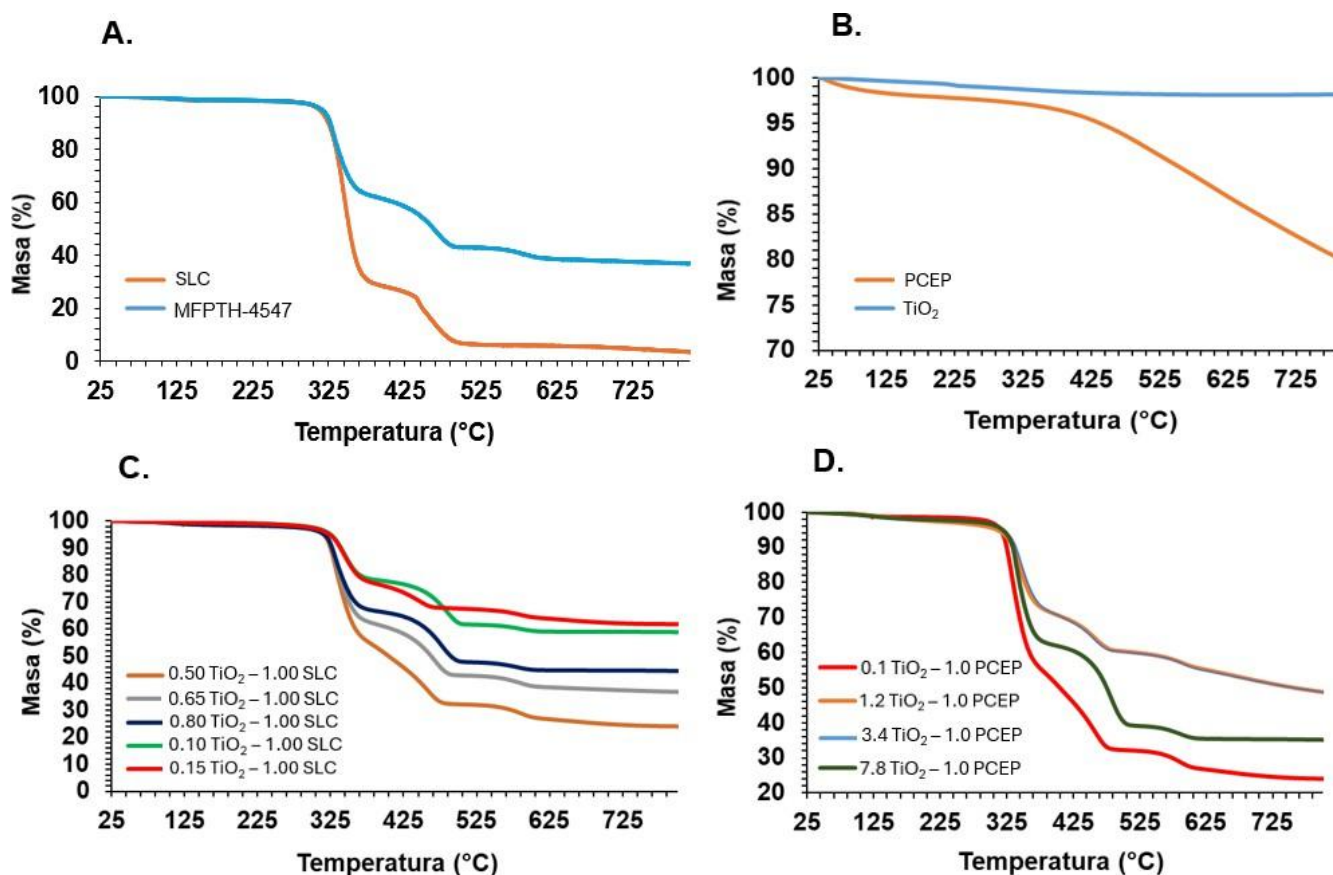


**Figura 11.** (A) Espectros de reflectancia promedio de las superficies moduladas con distintas relaciones  $\text{TiO}_2$  – PCEC y (B) comportamiento de la reflectancia en función del contenido de  $\text{TiO}_2$  en la relación  $\text{TiO}_2$  – 1.0PCEC para cada longitud de onda.

#### 3.4. Análisis termogravimétrico de SLC, $\text{TiO}_2$ , PCEC y de las superficies basadas en $\text{TiO}_2$ y $\text{TiO}_2$ -PCEC.

Los resultados del análisis termogravimétrico de los materiales se encuentran en la **Figura 12**, en la que es posible observar que para la SLC (ver **Figura 12A**) ocurre una pérdida inicial de masa de aproximadamente el 70 % entre 300 y 380 °C atribuida al proceso de desacetilación, que consiste en la eliminación del grupo acetato de la cadena polimérica del PVAc; posteriormente, entre 420 y 490 °C, ocurre la pérdida de masa de aproximadamente el 25 % adicional, atribuida a la escisión de la cadena principal carbonada y a la descomposición de hidrocarburos de los grupos vinilo terminales [43,44]. En cuanto al comportamiento térmico de la membrana de teflón (ver **Figura 12A**), se evidencia una primera región de pérdida de masa cercana al 25 % alrededor de 325 °C, que puede ser atribuida a la degradación del soporte estructural propio de la configuración asimétrica de las membranas de filtración; posteriormente, se evidencia una segunda región de pérdida de masa cercana a un 20 % en torno a 525 °C, asociada con la despolimerización de la cadena carbonada del PTFE [45]. En lo que se refiere a la estabilidad térmica de los pigmentos (ver **Figura 12B**), los termogramas evidencian la independencia de la masa del  $\text{TiO}_2$  respecto de la temperatura en un rango inferior a 750 °C, dada la elevada energía de enlace Ti–O y la estructura cristalina compacta de la fase rutilo, que le confieren estabilidad frente a estas condiciones [45]. Por lo que se refiere al termograma del PCEC (ver **Figura 12B**), este evidencia una primera región de pérdida continua de masa de aproximadamente el 5 %, resultado de procesos como la eliminación de agua adsorbida (entre 100 y 200 °C aproximadamente) y la descomposición de grupos funcionales oxigenados superficiales (entre 200 y 400 °C en

promedio); posterior a 400 °C, se evidencia una región de pérdida de masa de aproximadamente el 15 % vinculada con una degradación parcial de la matriz carbonosa con mayores regiones estructurales amorfas [46]. En lo concerniente a las superficies reflectantes basadas en TiO<sub>2</sub> (ver **Figura 12C**), los termogramas reflejan una pérdida de masa inferior en la medida que aumenta la cantidad de TiO<sub>2</sub>, vinculada con la estabilidad térmica del pigmento, en conjunto con una pérdida inicial de aproximadamente el 20 al 40 % de masa entre 300 y 380 °C atribuida al proceso de desacetilación del PVAc proveniente de la SLC y la posible degradación del soporte estructural de la membrana; así como una pérdida de masa de aproximadamente el 20 % adicional entre 420 y 490 °C vinculada con la escisión de la cadena principal carbonada y la descomposición de hidrocarburos de los grupos vinilo terminales. Finalmente, ocurre una pérdida de masa de aproximadamente el 5 % después de 500 °C, atribuible a la descomposición de la cadena polimérica del PTFE [47]. En ese sentido, las variaciones en los porcentajes de pérdida de masa de las diferentes muestras con relaciones variadas de TiO<sub>2</sub> se pueden atribuir principalmente al comportamiento térmico de la SCL y del soporte MFPTH-4547. En lo relativo a las superficies reflectantes basadas en TiO<sub>2</sub> y PCEC, los resultados del comportamiento térmico muestran que el sistema con la mayor proporción de PCEC presenta una menor estabilidad térmica (con una pérdida de masa de hasta el 80 %), seguida del sistema compuesto por la mayor relación de TiO<sub>2</sub> (con una disminución de masa de la muestra cercana al 60 %), mientras que los materiales intermedios evidenciaron una misma tendencia a la degradación en función de la temperatura prácticamente idéntica (con pérdidas de masa inferiores al 50 %). Lo cual representa una ruptura de la tendencia esperada: las superficies con mayor contenido de TiO<sub>2</sub> evidencian una pérdida de masa inferior debido a la elevada estabilidad térmica que ofrece el TiO<sub>2</sub> con respecto al PCEC. Donde el comportamiento experimental observado puede ser atribuido a que las mezclas de TiO<sub>2</sub> y PCEC presentaban zonas con un grado de heterogeneidad superior y, por lo tanto, regiones con una mayor o menor carga inorgánica. En general, los resultados del comportamiento térmico de las superficies permiten dilucidar una elevada estabilidad térmica de hasta aproximadamente 300 °C, lo cual conduce a adaptabilidades en medios que requieran disipación de calor y reflectancias moduladas.



**Figura 12.** Curvas termogravimétricas de (A) SLC y Membrana de teflón, (B) TiO<sub>2</sub> y PCEC, (C) superficies reflectantes basadas en TiO<sub>2</sub> y (D) superficies reflectantes basadas en TiO<sub>2</sub> y PCEC.

#### 4.- CONCLUSIONES

Las superficies reflectantes basadas en TiO<sub>2</sub> con soportes de membranas de PTFE y PVAc presentan la mejor reflectancia y homogeneidad en la relación másica de 0,8:1,0 con respecto al TiO<sub>2</sub>-PVAc, demostrando reflectancias en la región visible del 80 al 100 % en la medida que se acerca a la región ultravioleta. Por otro lado, se determinó que la obtención del carbón a partir de biomasa vegetal como el endocarpio de coco posee un porcentaje de rendimiento aceptable bajo condiciones atmosféricas normales, lo que conduce a un aprovechamiento del residuo en la construcción de superficies reflectantes moduladas mediante la sustitución del negro de carbón, así la modulación de las superficies se dio en un proceso de tres etapas de dilución del carbón con TiO<sub>2</sub>, obteniendo superficies con reflectancias que varían desde aproximadamente el 10 al 15 %, del 20 al 30 %, del 30 al 45 % y del 35 al 60 %, para las cuatro superficies moduladas construidas. Así mismo, se determinó que la variabilidad en la respuesta espectral dentro de una misma superficie modulada posee coeficientes de variación inferiores al ~9 % y entre réplicas valores inferiores a ~6 %, demostrando ligeras variabilidades generadas principalmente por alteraciones en la homogeneidad de la capa reflectiva mixta basada en carbón-PVAc-TiO<sub>2</sub>. Por último, se resalta que la estabilidad térmica de los materiales reflectantes alcanza temperaturas de hasta 300 °C sin presentar degradaciones químicas, sin embargo, para futuras investigaciones se puede plantear el uso de otras matrices poliméricas con temperaturas de transición vítreas superiores para evitar ablandamientos o deformaciones a temperaturas bajas.

#### 4.- AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Universidad Santiago de Cali, a Mindtech s.a.s, a la Universidad del Valle, al Sistema General de Regalías de Colombia por la financiación recibida a través del proyecto BPIN 2020000100261, al proyecto doctoral “Desarrollo de una herramienta analítica basada en análisis hiperespectral para la determinación de la inocuidad química y microbiológica de tejidos ictiológicos” y al proyecto AFICAT MT-012025 “Desarrollo y evaluación de polímeros funcionales con aplicaciones analíticas, agrícolas y medioambientales a partir de materias primas no convencionales de los departamentos del Córdoba y Valle del Cauca”.

#### 5.- REFERENCIAS

- [1] Minor, R.; McGregor, Gordon L.; Wu, Huey S.; Lash, Daniel J. Very thin highly light reflectant surface and method for making and using same. Patente No. US6015610A. USA, 1997.
- [2] Labsphere. (en línea). Disponible en: [www.labsphere.com](http://www.labsphere.com). Consultado 25/09/2025.
- [3] Sphereoptics. (en línea) Disponible en: [www.sphereoptics.de](http://www.sphereoptics.de). Consultado 25/09/2025.
- [4] Mcneill, I.C. (1989). 15 - Thermal Degradation. Geoffrey Allen, John C. Bevington (Eds.), Comprehensive Polymer Science and Supplements, Pergamon, 451-500, <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-096701-1.00195-6>
- [5] McKeen, L.W. (2012). 11 – Fluoropolymers. Laurence W. McKeen (Eds.), Plastics Design Library, Film Properties of Plastics and Elastomers (Third Edition), William Andrew Publishing, 255-313. <https://doi.org/10.1016/B978-1-4557-2551-9.00011-6>
- [6] Stiegman A.E.; Bruegge C.J.; Springsteen A.W. (1993). Ultraviolet stability and contamination analysis of Spectralon diffuse reflectance material. Optical Engineering, 32. <https://doi.org/10.1117/12.132374>
- [7] European Chemical Agency (ECHA). Guide on the classification and labelling of titanium dioxide. 2021, 1-10.
- [8] ICBA. (2016). Asociación Internacional del Negro de Carbón, Guía del Usuario de Negro de Carbón. <https://www.carbon-black.org/>

- [9] Sanchís, A.; Veces, A.; Martínez, J. D.; García, T.; Murillo, R. (2022). Hacia la economía circular del negro de carbono por medio de la pirólisis de neumáticos fuera de uso. *Boletín del Grupo Español del Carbón*. 65, 5-12.
- [10] Buitrago-Grisales, W.Z. (2020). Recuperación del negro de carbono proveniente de llantas mediante el tratamiento de pirólisis como estrategia de promoción de la economía circular en Colombia. Facultad de Ingeniería, Universidad de Antioquia, Colombia. 1-48.
- [11] Tomar, U.; Leading Companies in the Global Carbon Black Market, Driven by Its Expanding Applications in Various Industries. (en línea). Disponible en: <https://www.expertmarketresearch.com/blogs/top-carbon-black-companies>. Consultado 25/09/2025.
- [12] Chate, N.G.; Berrío, M.E.; Palencia, M. (2023). Obtención de polímeros funcionales retenedores de iones metálicos contaminantes mediante la modificación química de las biofibras de *Cocos nucifera*. [Tesis de pregrado en Química]. Universidad del Valle
- [13] Mazumder, S., Zhang, N. (2023). Cellulose–Hemicellulose–Lignin Interaction in the Secondary Cell Wall of Coconut Endocarp. *Biomimetics*, 8, 188. <https://doi.org/10.3390/biomimetics8020188>
- [14] Sujiono, E.H., Zurnansyah, Z.D.; Dahlan, M.Y., Amin B.D.; Samnur, A.J. (2020). Graphene Oxide Based Coconut Shell Waste: Synthesis by Modified Hummers Method and Characterization. *Heliyon*. 6(8), e04568. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e04568>
- [15] Asrafali, S.P.; Periyasamy, T.; Kim, S-C. (2023). Hydrophilic Nature of Polytetrafluoroethylene through Modification with Perfluorosulfonic Acid-Based Polymers. *Sustainability*, 15(23), 16479. <https://doi.org/10.3390/su152316479>
- [16] Kim H.K.; Ha H.Y.; Bae J.H.; Cho M.K.; Kim J.; Han J.; et al. (2020). Nanoscale Light Element Identification Using Machine Learning Aided STEM-EDS. *Sci*. 10 (1). <https://doi.org/10.1038/s41598-020-70674-y>
- [17] Geminger, T.; Jarka, S. (2016). Injection Molding of Multimaterial Systems. In *Specialized Injection Molding Techniques*; Elsevier, pp 165–210. <https://doi.org/10.1016/b978-0-323-34100-4.00004-3>
- [18] Pegafan (en línea). Disponible en: <https://pegafan.com>. Consultado 07/04/2026.
- [19] Abdelghany, A.M.; Meikhail, M.S.; Asker, N. (2019). Synthesis and structural-biological correlation of PVC/PVAc polymer blends, *Journal of Materials Research and Technology*, 8 (5), 3908-3916. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.06.053>
- [20] Lazzari, M.; López-Morán, T. (2024). Aging of a Poly(Vinyl Acetate)-Based White Glue and Its Durability in Contemporary Artworks. *Polymers*. 16 (12), 1712. <https://doi.org/10.3390/polym16121712>
- [21] Svora, P.; Ecorchard, P.; Pližingrová, E.; Komárková, B.; Svorová, S.; Murafa, N., et al. (2020). Influence of Inorganic Bases on the Structure of Titanium Dioxide-Based Microsheets. *ACS Omega*. 5 (37), 23703–23717. <https://doi.org/10.1021/acsomega.0c02570>
- [22] Brusko, V.; Khannanov, A.; Rakhmatullin, A.; Dimiev, A.M. (2024). Unraveling the infrared spectrum of graphene oxide, *Carbon*, 229, 119507. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2024.119507>
- [23] Minatre, K.L, Arienzo, M.M; Moosmüller, H; Maezumi, S.Y. (2024), Charcoal analysis for temperature reconstruction with infrared spectroscopy. *Front. Earth Sci*. 12:1354080. <https://doi.org/10.3389/feart.2024.1354080>
- [24] Hussain, S.; Thomassen, LC.; Ferecatu, I.; Borot, MC.; Andreau, K., Martens, JA., Fleury, J., Baeza-Squiban A., Marano F., Boland S. (2010). Carbon black and titanium dioxide nanoparticles elicit distinct

apoptotic pathways in bronchial epithelial cells. Part *Fibre Toxicol.* 16; 7:10. <https://doi.org/10.1186/1743-8977-7-10>

- [25] Bourikas, K.; Kordulis, C.; Lycourghiotis, A. (2014). Titanium Dioxide (Anatase and Rutile): Surface Chemistry, Liquid–Solid Interface Chemistry, and Scientific Synthesis of Supported Catalysts, *Chemical Reviews*, 114 (19), 9754-9823. <https://doi.org/10.1021/cr300230q>
- [26] Balajka J.; Aschauer U.; Mertens S.F.L.; Selloni A.; Schmid M.; Diebold U. (2017). Surface Structure of TiO<sub>2</sub> Rutile (011) Exposed to Liquid Water. *J. Phys. Chem. C.* 121 (47), 26424–26431. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.7b09674>
- [27] Cazan, C.; Enesca, A.; Andronic, L. (2021). Synergic Effect of TiO<sub>2</sub> Filler on the Mechanical Properties of Polymer Nanocomposites. *Polymers*, 13 (12), 2017. <https://doi.org/10.3390/polym13122017>
- [28] Pitre, S.P.; Yoon, T.P.; Scaiano, J.C. (2017). Titanium dioxide visible light photocatalysis: surface association enables photocatalysis with visible light irradiation. *Chem Commun (Camb)*. Apr 13;53(31):4335-4338. <https://doi.org/10.1039/C7CC01952A>
- [29] O'Byrne, M.; Kerzabi, B.; Abbarchi, M.; Lifschitz, A.; Zamora, T.; Malgras, V.; Gourdin, A.; Modaresialam, M.; Grosso, D.; Putero, M. (2024). Investigation of the anatase-to-rutile transition for TiO<sub>2</sub> sol-gel coatings with refractive index up to 2.7, *Thin Solid Films*, 790. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2023.140193>
- [30] Wojtasik, K.; Wojtasik, M.; Suchanek, K. et al. Efecto de la adición de carbono pirolítico en las propiedades estructurales y ópticas de películas delgadas compuestas de TiO<sub>2</sub>. *Sci Rep* 15, 8078 (2025). <https://doi.org/10.1038/s41598-025-92543-2>
- [31] Smith, F.W. (1984). Optical constants of a hydrogenated amorphous carbon film. *J. Appl. Phys.* 55, 764–771. <https://doi.org/10.1063/1.333135>
- [32] DeVore, J.R. (1951). Refractive Indices of Rutile and Sphalerite. *JOSA.* 41 (6), 416. <https://doi.org/10.1364/josa.41.000416>
- [33] Mönch, W.; Zappe, H. (2008). Biophotonics. *Comprehensive Microsystems.* 293–321. <https://doi.org/10.1016/b978-044452190-3.00039-2>
- [34] American Laboratory. (en línea). Disponible en: <https://www.americanlaboratory.com>. Consultado 08/04/2026.
- [35] Thorlabs. (en línea). Disponible en: <https://www.thorlabs.com>. Consultado 08/04/2026.
- [36] Smith B.W. (2014). Optical Projection Lithography. *Nanolithography.* 1–41. <https://doi.org/10.1533/9780857098757.1>
- [37] Praveen, P.; Viruthagiri, G.; Mugundan, S.; Shanmugam, N. (2014). Structural, optical and morphological analyses of pristine titanium di-oxide nanoparticles – Synthesized via sol–gel route. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 117, 622-629. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2013.09.037>
- [38] Yufei, Chen; Zhichao, Li; Junyan, Tan; Qingyu, Zhang; Yang, Hang. (2015). Characteristics and Properties of TiO<sub>2</sub>/EP-PU Composite. <https://doi.org/10.1155/2015/167150>
- [39] Ma, Yi; Wang, Xiuli; Jia, Yushuai; Chen, Xiaobo; Han, Hongxian; Li, Can. (2014). Titanium Dioxide-Based Nanomaterials for Photocatalytic Fuel Generations, *Chemical Reviews*, 114 (19), 9987-10043. <https://doi.org/10.1021/cr500008u>

- [40] Islam Sadia, Sumaiya; Hossain Shishir, Md. Khalid; Ahmed, Shanawaz; Rakha Aidid, Allah; Islam, Md. Mynul; Rana, Md. Masud Al-Reza, Sharif Md.; Alam, Md. Ashraf. (2024). Crystallographic biography on nanocrystalline phase of polymorphs titanium dioxide (TiO<sub>2</sub>): A perspective static review, *South African Journal of Chemical Engineering*, 50, 51-64. <https://doi.org/10.1016/j.sajce.2024.07.005>
- [41] 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>
- [42] Zhang, Y.; Li, Y.; Yu, H.; Yu, K.; Yu, H. (2022). Interfacial defective Ti<sup>3+</sup> on Ti/TiO<sub>2</sub> as visible-light responsive sites with promoted charge transfer and photocatalytic performance, *Journal of Materials Science & Technology*, 106, 139-146. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.06.081>
- [43] Morsi, S.M.M.; Hussein, A.I.; Zhou, X.; El-Sayed, E.A.; Essawy, H.A. (2024). Improving the adhesion strength and moisture resistance of poly (vinyl acetate) latex as wood adhesive via blending with gelatin, *International Journal of Adhesion and Adhesives*. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2024.103675>
- [44] Holland, B.J.; Hay, J.N. (2002). The thermal degradation of poly (vinyl acetate) measured by thermal analysis–Fourier transform infrared spectroscopy, *Polymer*, 43, 2207-2211. [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(02\)00038-1](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(02)00038-1)
- [45] Chi, L.; Qian, Y.; Zhang, B.; Zhang, Z.; Jiang, Z. (2016). Surface Engineering and Self-Cleaning Properties of the Novel TiO<sub>2</sub>/PAA/PTFE Ultrafiltration Membranes. *Appl. Petrochem. Res.* 6 (3), 225–233. <https://doi.org/10.1007/s13203-016-0158-x>
- [46] Farivar, F.; Lay, P.; Karunagaran, R.U.; Losic, D. (2017). Thermogravimetric Analysis (TGA) of Graphene Materials: Effect of Particle Size of Graphene, Graphene Oxide and Graphite on Thermal Parameters. *C. 7 (2)*, 41. <https://doi.org/10.3390/c7020041>
- [47] Aumeier, B.M.; Vollmer, F.; Lenfers, S.; Yüce, S.; Wessling, M. (2021). Polymeric Membranes With Sufficient Thermo-Mechanical Stability to Deploy Temperature Enhanced Backwash. *Chemie Ingenieur Technik*, 93 (9), 1417-1422. <https://doi.org/10.1002/cite.202100020>