

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SINALOA**

**COLEGIO DE INGENIERÍA Y TECNOLOGÍA**

Facultad de Ingeniería Mochis

Programa de Maestría en Ciencias de la Ingeniería



*“Evaluación de propiedades microestructurales y ópticas del compuesto  $Ta_4HfC_5/SiC$  para potencial aplicación en receptores solares”*

**TESIS**

Que como requisito para obtener el grado de  
MAESTRA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA

Presenta

Ing. Aimé Lorena Acosta Soto

Director de tesis

Dr. Jesús Adrián Baldenebro López

Codirector de tesis

Dra. Laura Guadalupe Ceballos Mendívil

Los Mochis, Sinaloa; septiembre de 2024.



Dirección General de Bibliotecas  
Ciudad Universitaria  
Av. de las Américas y Blvd. Universitarios  
C. P. 80010 Culiacán, Sinaloa, México.  
Tel. (667) 713 78 32 y 712 50 57  
dgbuas@uas.edu.mx

## UAS-Dirección General de Bibliotecas

### Repositorio Institucional Buelna

#### Restricciones de uso

Todo el material contenido en la presente tesis está protegido por la Ley Federal de Derechos de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

Queda prohibido la reproducción parcial o total de esta tesis. El uso de imágenes, tablas, gráficas, texto y demás material que sea objeto de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente correctamente mencionando al o los autores del presente estudio empírico. Cualquier uso distinto, como el lucro, reproducción, edición o modificación sin autorización expresa de quienes gozan de la propiedad intelectual, será perseguido y sancionado por el Instituto Nacional de Derechos de Autor.

Esta obra está bajo una Licencia Creative Commons Atribución-No Comercial  
Compartir Igual, 4.0 Internacional



## **AGRADECIMIENTOS**

A la Universidad Autónoma de Sinaloa.

A la Facultad de Ingeniería Mochis.

A la Universidad de Sonora (UNISON).

Al Instituto de Energías Renovables (IER-UNAM).

Al Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnología (Conahcyt).

A mis directores de tesis, Dr. Jesús Adrián Baldenebro López y Dra. Laura Guadalupe Ceballos Mendívil.

Al comité de tesis: Dra. Adriana Cruz Enríquez, Dr. Francisco Javier Baldenebro López, Dr. Ramón Álvaro Vargas Ortiz y Dr. Carlos Alberto Pérez Rábago.

A los profesores del programa de Maestría en Ciencias de la Ingeniería, acentuación en Materiales.

A mi novio Miguel Ángel Leyva Arellanes.

A mis padres y hermanos.

## **DEDICATORIA**

A Dios por no soltarme de su mano.

A mis padres y hermanos por todo el apoyo y fuerza brindados en todos los ámbitos de mi vida.

A mi novio Miguel Ángel por todo su apoyo, amor, motivación y consejos para alcanzar siempre mis metas académicas y personales.

A mi hermana Camila por su motivación y su amor en toda esta etapa.

A mis compañeros de generación por todas las risas y consejos que compartimos en este recorrido.

## RESUMEN

Los carburos tales como el carburo de hafnio (HfC), carburo de silicio (SiC) y carburo de tantalio (TaC) se caracterizan por tener excelentes propiedades en ambientes extremos ya que éstos tienen puntos de fusión muy altos en especial el HfC y el TaC que pertenecen a las cerámicas de ultra alta temperatura (UHTCs) por tener puntos de fusión muy altos cercanos a los 4000 °C. Por otra parte, estos carburos tienen buenas propiedades mecánicas, resistencia a la oxidación y excelentes propiedades ópticas de absorbancia y emitancia, lo cual los hace aprovechables en tecnologías de concentración solar donde es necesario tener materiales que absorban gran cantidad de radiación solar para su uso en el proceso de conversión de energía, promoviendo el uso de energías limpias y renovables.

En este trabajo se reporta la síntesis del compuesto  $Ta_4HfC_5/SiC$  obtenido en dos etapas: la primera a bajas temperaturas (110 °C) por el método sol-gel y la segunda a altas temperaturas (1500 °C) por el método de reducción carbotérmica. Los polvos de  $Ta_4HfC_5$  se obtuvieron a partir de los precursores de tetracloruro de hafnio, pentacloruro de tantalio y pectina como fuentes de hafnio, tantalio y carbón, respectivamente. El compuesto obtenido se analizó mediante diferentes técnicas de caracterización: espectroscopia infrarroja (FT-IR), microscopia electrónica de barrido con espectroscopia de energía dispersiva (SEM/EDS), difracción de rayos X (DRX) y la evaluación de propiedades ópticas se realizó mediante espectroscopía de ultravioleta- visible- infrarrojo cercano (UV-VIS-NIR), obteniendo un compuesto  $Ta_4HfC_5/SiC$ .

**Palabras Clave:** Cerámico, carburo binario, propiedades ópticas, receptor solar.

## **ABSTRACT**

Carbides such as hafnium carbide (HfC), silicon carbide (SiC) and tantalum carbide (TaC) are characterized by having excellent properties in extreme environments since they have very high melting points, especially HfC and TaC, which belong to the ultra high temperature ceramics (UHTCs) because they have very high melting points close to 4000 °C. On the other hand, these carbides have good mechanical properties, resistance to oxidation and excellent optical properties of absorbance and emittance, which makes them usable in solar concentration technologies where it is necessary to have materials that absorb a large amount of solar radiation for use in the energy conversion process, promoting the use of clean and renewable energies.

In this work we report the synthesis of Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC composite obtained in two stages: the first one at low temperatures (110 °C) by the sol-gel method and the second one at high temperatures (1500 °C) by the carbothermal reduction method. Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> powders were obtained from hafnium tetrachloride, tantalum pentachloride and pectin precursors as hafnium, tantalum and carbon sources, respectively. The obtained composite was analyzed by different characterization techniques: infrared spectroscopy (FT-IR), scanning electron microscopy with energy dispersive spectroscopy (SEM/EDS), X-ray diffraction (XRD) and the evaluation of optical properties was performed by ultraviolet-visible-near infrared spectroscopy (UV-VIS-NIR), obtaining a Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC composite.

**Keywords:** Ceramic, binary carbide, optical proprieties, solar receiver.

# **OBJETIVOS**

## **Objetivo General**

Evaluar las propiedades microestructurales y ópticas del compuesto cerámico Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC para su potencial aplicación en receptores solares.

## **Objetivos Específicos**

1. Obtener complejos de Ta/Hf/O/C por el método sol-gel a partir de TaCl<sub>5</sub>, HfCl<sub>4</sub> y pectina.
2. Caracterizar el complejo Ta/Hf/O/C por espectroscopía de infrarrojo para obtener los enlaces característicos.
3. Sintetizar los compósitos cerámicos de Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC por medio del método de reducción carbotérmica.
4. Caracterizar microestructural y morfológicamente el compuesto cerámico por DRX y SEM, respectivamente.
5. Evaluar las propiedades ópticas del compuesto cerámico por medio de espectroscopía UV-Vis-NIR.



# ÍNDICE

Carta Repositorio Institucional.....	ii
Carta Cesión de derechos .....	iii
Aprobación tema y comité.....	iv
Aprobación examen de grado.....	v
AGRADECIMIENTOS.....	vi
DEDICATORIA.....	viii
RESUMEN .....	ix
ABSTRACT .....	x
OBJETIVOS.....	xi
ÍNDICE.....	xiii
ÍNDICE DE TABLAS.....	xvi
ÍNDICE DE FIGURAS .....	xvii
1 INTRODUCCIÓN.....	19
1.1 Generalidades.....	19
1.2 Antecedentes y estado del arte .....	21
1.2.1 Síntesis de UHTCs .....	21
1.2.2 Síntesis de carburos binarios .....	23
1.2.3 Síntesis de compósitos cerámicos .....	26
1.2.4 Evaluación óptica de materiales cerámicos para aplicaciones en receptores solares.....	27
2 ASPECTOS TEÓRICOS.....	29
2.1 Materiales cerámicos.....	29
2.1.1 Óxidos cerámicos .....	30

2.1.2	Cerámicas de ultra alta temperatura (UHTCs) .....	30
2.1.3	Compósitos de matriz cerámica.....	31
2.2	Carburos	31
2.2.1	Carburo binario de tantalio y hafnio.....	32
2.3	Métodos de síntesis .....	32
2.3.1	Método sol-gel.....	33
2.3.2	Método de reducción carbotérmica .....	34
2.4	Energía solar.....	34
2.4.1	Tecnologías de concentración .....	35
2.4.2	Propiedades ópticas .....	38
3	METODOLOGÍA.....	41
3.1	Material requerido.....	41
3.2	Infraestructura .....	41
3.2.1	Laboratorios y equipos .....	41
3.3	Experimento	42
3.3.1	Etapa 1: sol-gel.....	42
3.3.2	Etapa 2: reducción carbotérmica .....	44
3.4	Técnicas de caracterización.....	45
3.4.1	Espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR) .....	46
3.4.2	Microscopía electrónica de barrido (SEM) con espectroscopía de energía dispersiva (EDS) .....	46
3.4.3	Difracción de rayos X (DRX).....	47
3.4.4	Espectroscopía ultravioleta-visible-infrarrojo cercano (UV-VIS-NIR) ....	49
4	RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	50
4.1	Complejo Ta/Hf/O/C.....	50

4.1.1	Espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) .....	50
4.2	Compósito Ta <sub>4</sub> HfC <sub>5</sub> /SiC .....	53
4.2.1	Espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) .....	53
4.2.1	Difracción de rayos X (DRX).....	56
4.2.2	Microscopía electrónica de barrido (SEM) con espectroscopía de energía dispersiva (EDS) .....	68
4.3	Propiedades ópticas.....	75
4.3.1	Espectroscopía ultravioleta-visible-infrarrojo cercano (UV-Vis-NIR) .....	75
5	CONCLUSIONES .....	80
6	BIBLIOGRAFÍA .....	81
7	ANEXOS .....	87

## ÍNDICE DE TABLAS

<i>Tabla 1. Relaciones molares de los complejos y contenido de SiC.....</i>	<i>45</i>
<i>Tabla 2. Comparación de las fases presentes en el compuesto Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC en función de la temperatura.....</i>	<i>62</i>
<i>Tabla 3. Características estructurales en función del contenido de SiC.....</i>	<i>67</i>

## ÍNDICE DE FIGURAS

<i>Figura 1. Micrografías SEM de HfC sintetizado en horno tubular a 1500 °C. ....</i>	<i>22</i>
<i>Figura 2. TaC sintetizado con relación molar C/Ta= 4: a) 1200 °C, b) 1300 °C y c) 1400 °C. ....</i>	<i>23</i>
<i>Figura 3. FTIR de a) precursor Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> y sus productos pirolizados en b) 200 °C, c) 400 °C y d) 600 °C. ....</i>	<i>25</i>
<i>Figura 4. Cerámicas tradicionales (alfarería). ....</i>	<i>30</i>
<i>Figura 5. Esquema del proceso sol-gel: de precursor a un gel. ....</i>	<i>33</i>
<i>Figura 6. Energía solar fotovoltaica y fototérmica. ....</i>	<i>35</i>
<i>Figura 7. Clasificación de los sistemas de concentración solar. Las flechas amarillas representan la radiación del sol, las estructuras naranjas simbolizan los receptores, las estructuras azules corresponden a los reflectores y las líneas punteadas el eje de rotación de los reflectores. ....</i>	<i>37</i>
<i>Figura 8. Esquema de las partes de la torre central solar. ....</i>	<i>38</i>
<i>Figura 9. Espectro de radiación solar. ....</i>	<i>39</i>
<b>Figura 10. Metodología para la síntesis del compósito Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC. ....</b>	<b>42</b>
<i>Figura 11. Método sol-gel para obtención de complejo Ta/Hf/O/C. ....</i>	<i>43</i>
<i>Figura 12. Espectrofotómetro FTIR marca PerkinElmer modelo Frontier (Universidad de Sonora). ....</i>	<i>46</i>
<i>Figura 13. Microscopía electrónica de barrido (Instituto de energías renovables, UNAM). ....</i>	<i>47</i>
<i>Figura 14. Difractómetro de rayos-X Rigaku ULTIMA IV (Instituto de energías renovables, UNAM). ....</i>	<i>47</i>
<i>Figura 15. Espectrofotómetro UV-VIS-NIR (IER-UNAM). ....</i>	<i>49</i>

<i>Figura 16. Espectro FTIR de las muestras M1, M2 y M3 (relación molar Ta/Hf/C=0.9/1/8), M4 (Ta/Hf/C=0.3/1.1/8) y M5 (Ta/Hf/C=1.1/0.3/8) obtenidas a 110 °C.</i>	51
<i>Figura 17. Espectro del complejo Ta/Hf/O/C de la muestra M1 (Ta/Hf/C=0.9/1/8) secado a 110 °C.</i>	52
<b>Figura 18.</b> <i>Espectros de FTIR de los complejos de las muestras M8 (Ta/Hf/C=0.9/1/8), M12(Ta/Hf/C=0.9/1/12) y M9(Ta/Hf/C=0.9/0/8) secadas a 110 °C.</i>	53
<i>Figura 19. Espectros de FTIR en el rango de 2000 a 400 cm<sup>-1</sup> de los compósitos Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC (muestras M8 y M1 con Ta/Hf/C=0.9/1/8) con diferentes contenidos de SiC y sintetizadas a 1500 °C.</i>	54
<i>Figura 20. a) Espectros FTIR de los compósitos Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC (muestras M7 y M6 con Ta/Hf/C=0.9/1/8) con 2% de SiC sintetizadas a 1300 y 1500 °C, respectivamente. b) Magnificación de los espectros FTIR en número de onda de 650-720 cm<sup>-1</sup>.</i>	55
<i>Figura 21. Espectro FTIR del carburo Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> (muestra M5R con Ta/Hf/C=1.1/0.3/6) sintetizado a 1500 °C.</i>	56
<i>Figura 22. Difractograma del compósito Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC (muestras M1 Ta/Hf/C=0.9/1/8) con 20% SiC sintetizado a 1500 °C por 2 h en atmósfera de argón.</i>	57
<i>Figura 23. Difractograma del compósito Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC (muestra M2 Ta/Hf/C=0.9/1/8) con 66% SiC sintetizada a 1500 °C durante 2h en atmósfera de argón.</i>	58
<i>Figura 24. Difractograma del carburo Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> (muestra M3 Ta/Hf/C=0.9/1/8) sintetizada a 1500 °C por 2 h en atmósfera de argón.</i>	59
<i>Figura 25. Difractograma del carburo binario Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> (muestra M4 Ta/Hf/C=0.3/1/6) sintetizado a 1500 °C por 2 horas en atmósfera de argón.</i>	60

<i>Figura 26. Difractograma del carburo Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> (muestra M5 Ta/Hf=1.1/0.3/6) sintetizado a 1500 °C por 2 horas en atmósfera de argón.</i>	61
<i>Figura 27. a) Difractograma de los compósitos Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC (muestras M6 y M7 Ta/Hf/C=0.9/1/8) sintetizados a 1500 y 1300 °C en atmósfera de argón con 2% de SiC. b) y c) acercamiento de los picos a 40.5 y 35 °.</i>	63
<b>Figura 28.</b> <i>Difractograma del compósito Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC (muestra M12 Ta/Hf/C=0.9/1/12) sintetizado a 1500 °C por 2 horas en atmósfera de argón.</i>	64
<i>Figura 29. Difractograma del compósito Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC (muestra M8 Ta/Hf/C=0.9/1/8) con 20% de SiC y tratamiento térmico de 1500 °C por 2 horas en atmósfera de argón.</i>	65
<i>Figura 30. a) Difractogramas del carburo Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> sintetizado con diferentes relaciones molares y con tratamiento térmico de 1500 °C en atmósfera de argón por 2 horas, b) acercamiento de los picos de Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> de 2θ entre 34 y 36°.</i>	66
<i>Figura 31. Tamaño de cristalito y microtensión del compósito Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC en función del contenido de SiC.</i>	68
<i>Figura 32. Compósito Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC (muestra M1 Ta/Hf/C=0.9/1/8) con 20% en peso de SiC: (a-b) Micrografías SEM, (c)Análisis EDS.</i>	69
<i>Figura 33. Compósito Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC (muestra M2 Ta/Hf/C=0.9/1/8) con 66% en peso de SiC: (a-b) Micrografías SEM, (c) Análisis EDS.</i>	70
<i>Figura 34. Carburo binario Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>(muestra M3 Ta/Hf/C=0.9/1/8): (a-b) Micrografías SEM, (c)Análisis EDS.</i>	71
<i>Figura 35. Carburo Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> (muestra M4 Ta/Hf/=0.3/1/6): (a-b) Micrografías SEM, (c) Análisis EDS.</i>	72
<i>Figura 36. Carburo Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> (muestra M5 Ta/Hf/C=1.1/0.3/6): (a-b) Micrografía SEM, (c) Análisis EDS.</i>	73
<b>Figura 37.</b> <i>Compósito Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC (muestra M6 Ta/Hf/C=0.9/1/8) con 2% en peso de SiC. (a-b) Micrografías SEM y c) análisis EDS.</i>	74

*Figura 38. Espectro UV-Vis-NIR del compuesto Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC y el carburo Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>.*  
..... 76

*Figura 39. Absortancia de Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> y Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC. ....* 77

*Figura 40. Comparación de propiedades ópticas de reflectancia y emitancia de diferentes UHTCs con respecto del SiC (a) Espectro de reflectancia y (b) emitancia.*  
..... 78

# 1 INTRODUCCIÓN

## 1.1 Generalidades

La ciencia e ingeniería de materiales es un campo interdisciplinario que estudia y manipula la composición y estructura de los materiales para controlar las propiedades por medio de la síntesis y el procesamiento. La ciencia de materiales involucra la investigación de la estructura de un material y de acuerdo con ésta los materiales pueden clasificarse en cinco grandes grupos: metales y aleaciones; cerámicas, vidrios y vidrios cerámicos; polímeros; semiconductores; y materiales compuestos [1]. Los materiales compuestos se derivan de dos o más materiales, comúnmente denominados constituyentes y tienen características propias de cada uno de sus constituyentes mismos, donde el material que es continuo y que a menudo está presente en mayor cantidad en el compuesto es denominado matriz [2].

Las cerámicas se producen a partir de sustancias esencialmente inorgánicas, no metálicas y se forman de una masa fundida que solidifica al enfriarse o se forman posteriormente madurada por la acción del calor. Las cerámicas se clasifican en cerámicas tradicionales y cerámicas avanzadas; entre las cerámicas avanzadas se encuentran los óxidos cerámicos, cerámicas de ultra alta temperatura (UHTCs, por sus siglas en inglés) y los compósitos cerámicos. Los compuestos de matriz cerámica (CMC) se combinan reforzando fases dentro de una matriz cerámica para crear materiales con propiedades mejoradas. Las características deseables de los CMC incluyen estabilidad a altas temperaturas, alta resistencia al choque térmico, alta dureza, alta resistencia a la corrosión, entre otras [2].

Las UHTCs se definen como compuestos con alto punto de fusión sobrepasando los 3000 °C y tienen un gran potencial de aplicación en ambientes extremos, lo cual hace especial distinción de las cerámicas convencionales. Las UHTCs se componen principalmente de boruros, carburos y nitruros de hafnio, zirconio, tantalio y titanio ( $ZrB_2$ ,  $HfB_2$ ,  $ZrC$ ,  $HfC$ ,  $TaC$ ,  $HfN$ , etc.) [3].

Los carburos de metales de transición (TMC) pertenecen a un subconjunto de las UHTCs, entre los que destacan el carburo de tantalio ( $TaC$ ) y carburo de hafnio ( $HfC$ ) por su punto de fusión extremadamente alto (cerca de 4000 °C), que los convierte en materiales con potenciales aplicaciones [4]. El carburo de silicio ( $SiC$ ) es usado como absorbedor solar en

altas temperaturas debido a su alta resistencia a la oxidación, buenas propiedades mecánicas y alta absorción solar; sin embargo, el SiC no es espectralmente selectivo ya que tiene una alta emisividad espectral [5]. Los carburos TaC, HfC y SiC son de gran interés debido a sus propiedades ópticas de absorción y emisividad [6]. El sistema binario de TaC y HfC tiene punto de fusión extremadamente alto lo que los convierte en excelentes candidatos en aplicaciones con ambientes extremos, neutros y oxidantes con temperaturas de funcionamiento superiores a los 2000 °C y pertenecen a las UHTCs [7].

Algunos de los métodos de síntesis para la obtención de compósitos cerámicos son: sol-gel, hidrotermal, micro-emulsión, combustión, reducción magnésio térmica, reducción carbotérmica (precursores metal-carbón), entre otros, de los cuales se utilizarán en el presente proyecto los métodos sol-gel y reducción carbotérmica. En el proceso sol-gel se lleva a cabo la conversión de una solución precursora en sólido inorgánico por medio de reacciones químicas, la solución se gelifica, se seca a temperaturas bajas y se da un tratamiento posterior para la obtención del producto final [8]. El método de reducción carbotérmica implica la reducción de sustancias, a menudo óxidos metálicos, usando carbono como agente reductor involucrando temperaturas más bajas que otros métodos (1100-1800 °C) [9].

El aumento del calentamiento global y la contaminación del aire debido al uso excesivo de combustibles fósiles ha sido una preocupación durante las últimas décadas. Se estima que el consumo mundial de energía aumentará cerca del 50% para el año 2050 y los combustibles fósiles seguirán siendo la principal fuente de energía. La necesidad de reducir la utilización de combustibles fósiles, que son los culpables de las emisiones de CO<sub>2</sub>, ha impulsado el desarrollo de nuevas fuentes de energías, siendo estas renovables. Dentro de las principales fuentes de energía renovables se encuentran energía eólica, energía solar, energía hidroeléctrica, energía geotérmica, entre otras [10].

La energía solar es la fuente renovable más abundante y solo el 0.1 % de la energía solar que llega a la superficie de la tierra sería suficiente para cubrir las necesidades mundiales. Existen dos formas para producir energía eléctrica a partir de la energía solar: fotovoltaica y fototérmica, donde la energía solar fototérmica se divide en: canal parabólico, disco parabólico, lineal Fresnel y torre central. La tecnología de torre central está configurada por un campo de helióstatos que reflejan la radiación solar hacia un receptor solar ubicado en lo

más alto de la torre; estos helióstatos siguen al sol con dos ejes también llamados colectores de foco puntual [11].

El receptor solar también actúa como absorbedor solar y es el componente clave que vincula el campo de helióstatos con el ciclo de conversión de la energía [10]. En el receptor el calor solar entra dentro de la estructura o volumen, donde es absorbido por un material poroso y la mayoría de los materiales empleados son cerámicas y metales estables a altas temperaturas; estos materiales deben ser capaces de absorber una cantidad abundante de radiación solar y emitir una radiación térmica muy baja dentro del rango infrarrojo (absortancia y emisividad) [10].

## **1.2 Antecedentes y estado del arte**

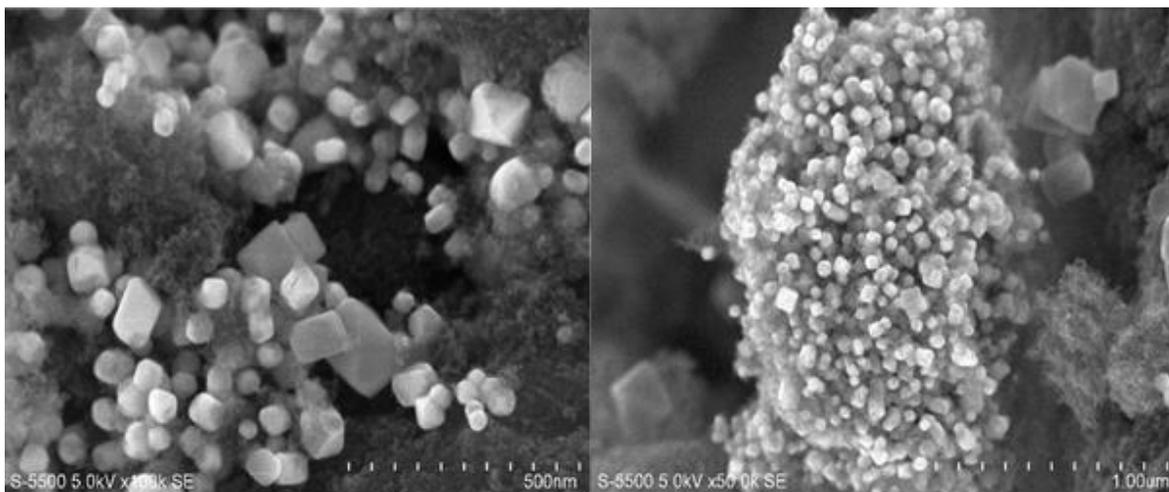
En el presente trabajo se ha estudiado la síntesis de carburos binarios de hafnio y tantalio, así como la obtención de compósitos cerámicos, eligiendo estos materiales por sus excelentes propiedades ópticas y resistencia en ambientes con temperaturas tan elevadas. A continuación, se menciona la literatura analizada para llevar a cabo la obtención del compósito cerámico la cual se subdivide en cuatro apartados:

- Síntesis de UHTCs.
- Síntesis de carburos binarios.
- Síntesis de compósitos cerámicos.
- Evaluación óptica de materiales cerámicos para aplicaciones en receptores solares.

### **1.2.1 Síntesis de UHTCs**

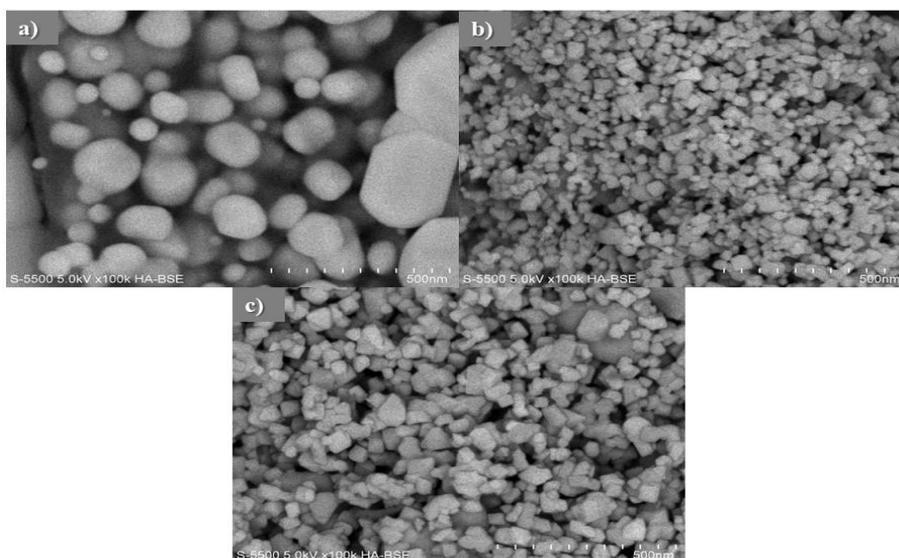
En 2016 Manzanarez-Salazar [12] realizó la síntesis de HfC mediante un precursor obtenido a bajas temperaturas (110 °C) utilizando el método sol-gel, el cual es llevado posteriormente a un horno tubular (método de reducción carbotérmica) a una temperatura de 1500 °C. Los resultados de las pruebas de análisis termogravimétrico (TGA) mostraron una alta resistencia a la oxidación del cerámico, las micrografías exhibieron un tamaño de grano muy uniforme y del orden nanométrico con un tamaño de partícula de  $\approx 70$  nm (**Figura 1**) mientras que por

difracción de rayos X (DRX) se obtuvo un material cristalino con estructura cúbica, presentando una absorptancia del 97% realizada por espectroscopía UV-Vis-NIR, propiedad que lo hace excelente candidato para aplicaciones de receptores solares en sistemas de torre central.



*Figura 1. Micrografías SEM de HfC sintetizado en horno tubular a 1500 °C.*

En 2020 Carvajal-Campos [13] realizó la obtención de TaC por medio del método sol-gel a partir del complejo Ta/O/C, para posteriormente dar un tratamiento térmico en un horno tubular a una temperatura de 1200-1400 °C, durante dos horas y en atmósfera de argón. De acuerdo con los resultados obtenidos del TaC en DRX, SEM, TEM y TGA, se observó un cerámico con alta resistencia a la oxidación, con estructura cúbica y un tamaño de partícula promedio 22 nm con una morfología semiesférica (**Figura 2**); en el rango del espectro solar se obtuvo un 84% de absorptancia, obteniendo un cerámico con excelentes propiedades ópticas para su aplicación en receptores solares.



**Figura 2.** TaC sintetizado con relación molar  $C/Ta=4$ : a) 1200 °C, b) 1300 °C y c) 1400 °C.

En 2021 V. Gokul *et al.* [14] realizaron la síntesis y caracterización de HfC por el método sol-gel, donde se partió del precursor formado por tetracloruro de hafnio ( $HfCl_4$ ) mezclado con harina de arroz (como fuente de carbón) en un agitador magnético a 40 °C, lo cual fue secado en un horno de aire a una temperatura de 80 °C por 6 horas y en un horno de vacío a una temperatura de 200 °C durante 5 horas. Posteriormente, se llevó a tratamiento térmico por el método de reducción carbotérmica a 1200 °C, se sintetizó 9 horas en un horno con un calentamiento de 8 °C/min. Los resultados de DRX mostraron una estructura cúbica y hexagonal con un tamaño de partícula de 38 nm, mientras que los resultados de TGA mostraron que el compuesto presenta excelente estabilidad térmica con potencial aplicación en sistemas de transferencia de calor.

### 1.2.2 Síntesis de carburos binarios

En 2016 Jinming Jiang *et al.* [15] obtuvieron el carburo  $Ta_4HfC_5$  a partir de pentacloruro de tantalio ( $TaCl_5$ ),  $HfCl_4$  y resina fenólica, mediante tratamiento solvotérmico y reducción carbotérmica a temperaturas de 1400-1600 °C. Análisis DRX mostraron un tamaño de cristalito inferior a 80 nm y una estructura cúbica, mientras que por HRTEM se observó una

distancia interplanar de 2.60 Å para los planos (111) y micrografías SEM mostraron partículas esféricas y de orden nanométrico, dispersadas uniformemente.

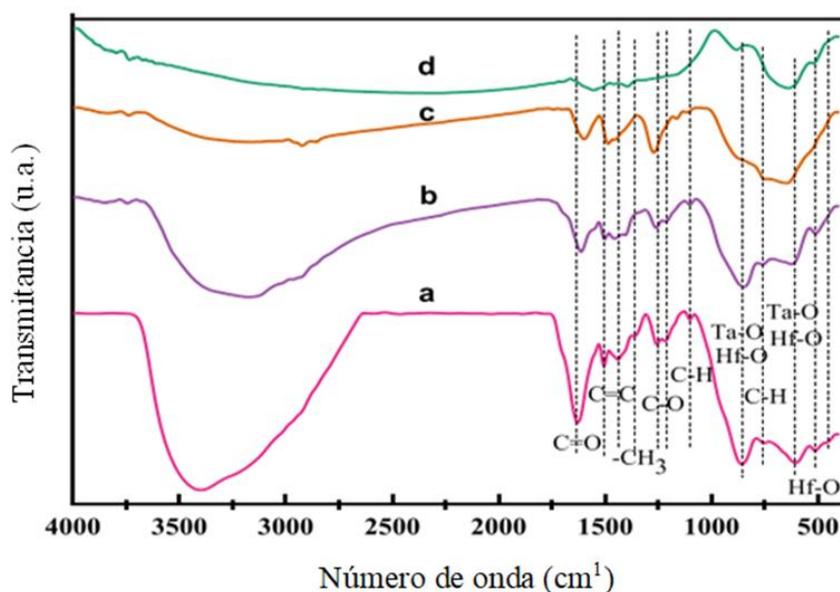
En 2017 Cheng Zhang *et al.* [16] obtuvieron tres soluciones sólidas de HfC-TaC con diferentes contenidos de hafnio y tantalio, a partir de polvos precursores de TaC y HfC mezclados en molino de bolas y sintetizados en SPS a una temperatura de 1850 °C. Mediante análisis TGA se observó que las soluciones sólidas presentaron mejor resistencia a la oxidación que los carburos solos, siendo la solución T50H50 (50%TaC-50% HfC) la que mejor resistencia a la oxidación tiene, retrasando la formación de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

En 2018 V.V. Kurbatkina *et al.* [17] obtuvieron el carburo binario (Ta,Hf)C, utilizaron polvos de tantalio, hafnio y carbón que fueron prensados en caliente a temperaturas de 1900 °C, 2000 °C y 2100 °C con una presión de compactación de 50 MPa y sinterizados en *Spark Plasma Sintering* (SPS) a las mismas temperaturas de 1900 °C, 2000 °C y 2100 °C. Obtuvieron una solución sólida de (Ta,Hf)C con tamaño promedio de partícula de 8-10 μm, un parámetro de red de 0.4487 nm y un contenido de óxido de hafnio (HfO<sub>2</sub>) > 1.0% y una velocidad de disolución mejor para el carburo de hafnio en el carburo de tantalio.

En 2021 Yichen Wang *et al.* [18] realizaron el análisis de la resistencia a la oxidación del carburo (Hf-Ta-Zr-Nb)C y del binario (Hf-Ta)C obtenidos a partir de los carburos HfC, TaC, ZrC y NbC. Los carburos fueron mezclados en un molino agitador y sinterizados a una temperatura de 2300-2400 °C por 7 minutos en el SPS. De acuerdo con los resultados de análisis TGA/DSC, la temperatura de inicio de oxidación más alta fue la del carburo binario (Hf-Ta)C a una temperatura de 860 °C en comparación del (Hf-T-Zr-Nb)C que fue de 785 °C. Después de la oxidación, las partículas del carburo binario y los carburos se desintegraron en fragmentos a diferencia del carburo (Hf-Ta-Zr-Nb)C que mantuvo su forma original, solo con pequeñas grietas después de la oxidación.

En 2022 Jung Cheng *et al.* [19] realizaron la síntesis y caracterización de los carburos Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> y TaHfC<sub>2</sub> utilizando TaCl<sub>5</sub>, HfCl<sub>4</sub> y resina fenólica como fuente de carbón, mezclados en etanol (100 ml) y acetilacetona por agitación magnética, para después secar la mezcla en un baño de aceite a 200 °C por dos horas. Posteriormente, se llevó a cabo la reducción carbotérmica en un horno de grafito con una atmósfera de argón a 1800 °C. Los

resultados obtenidos por IR mostraron las bandas de absorción a 2700 y 3600  $\text{cm}^{-1}$  del enlace OH debido a la humedad absorbida; los picos intensos a 1625, 1505 y 1364  $\text{cm}^{-1}$  que corresponden a los enlaces C=O, C=C y -CH<sub>3</sub> respectivamente; la banda observada a 865  $\text{cm}^{-1}$  puede atribuirse a las vibraciones de estiramiento de Hf-O y Ta-O resultantes del precursor y la banda que aparece a 610  $\text{cm}^{-1}$  aproximadamente se atribuye a las vibraciones de Ta-O y Hf-O (**Figura 3**). Los resultados SEM mostraron un tamaño de partícula de 200-300 nm para Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> y 100-150 nm para TaHfC<sub>2</sub>, así como una alta resistencia a la descomposición a temperaturas muy elevadas.



**Figura 3.** FTIR de a) precursor Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> y sus productos pirolizados en b) 200 °C, c) 400 °C y d) 600 °C.

En 2022 Douglas E. Wolfe *et al.* [20] estudiaron las propiedades del cerámico (Hf,Ta)C obtenido de la mezcla de HfC y TaC en una base de grafito, para posteriormente introducirlo en un horno, donde se sinterizó a una temperatura de 2400 °C. Los resultados mostraron un tamaño de partícula de 6-10  $\mu\text{m}$ , donde a medida que aumenta el contenido de HfC, el crecimiento del grano disminuye, produciendo microestructuras más finas en comparación con las composiciones con mayor contenido de TaC.

### 1.2.3 Síntesis de compósitos cerámicos

En 2016 Lun Feng *et al.* [21] realizaron la síntesis del compósito HfC-SiC utilizando HfSi<sub>2</sub> y polvo de carbón, los cuales fueron mezclados en un molino durante 2 horas y posteriormente se sinterizó a una temperatura de 1700-1900 °C a 100 °C/min mediante el SPS. Los resultados mostraron la formación de granos muy finos y homogéneos a una temperatura de 1750 °C con un tamaño de partícula de 210 nm para el HfC y 160 nm para el SiC. Además, las propiedades mecánicas (dureza, módulo de Young y resistencia a la fractura) del compósito HfC-SiC mejoraron con el aumento de la temperatura de sinterización.

En 2019 Yuntian Chen *et al.* [22] realizaron la síntesis, caracterización y análisis del compósito cerámico C/HfC-ZrC-SiC, utilizando el método de infiltración de fusión reactiva (RMI), a una temperatura de 1900-2000 °C durante 2 horas y en una atmósfera de argón, variando el contenido de Hf. Los resultados mostraron una estructura cúbica para el HfC y ZrC. Concluyeron que a mayor contenido de Hf la conductividad del compósito disminuye debido a la reducción del tamaño de partícula, presentando mayor resistencia al desgaste.

En 2020 Jianan Hu *et al.* [23] obtuvieron el compósito TaC/SiC a partir de los polvos de TaC y SiC con un contenido del 5% de peso de SiC mezclados en seco y sintetizados a presión de 30 MPa a una temperatura de 1500 °C a 1800 °C. El material obtenido se caracterizó por análisis DRX, SEM Y TEM, obteniendo que el compósito alcanzó su densificación a los 1600 °C por *plasma activated sintering* (PAS), teniendo un tamaño de partícula de 2.8 μm para TaC y 1.7 μm para SiC y una morfología equiaxial para SiC.

En 2020 Bingzhu *et al.* [24] obtuvieron el compósito cerámico SiBCN-Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> a partir de polvos de Si, TaC, HfC, grafito y nitruro de boro, donde prepararon el Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> en molino de bolas de alta energía para después sinterizar el material en prensado en caliente a una temperatura de 1900 °C variando el contenido de Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>. Los resultados obtenidos arrojaron que a partir de micrografías SEM se obtuvo un tamaño de partícula de ~ 10nm, por análisis DRX se mostró un compuesto cristalino y una disminución del tamaño de partícula después de aleación mecánica y por TEM se determinó que después de 10 horas de aleación mecánica se obtuvo una sola fase de Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>.

En 2023 Jan Bernaver *et al.* [25] obtuvieron compósitos cerámicos de SiC ( $\text{Hf}_{0.75}\text{Ta}_{0.25}\text{C(N)/B(C)}$ ) a partir de polvos de amorfos a base de  $\text{SiHfTa(B)CN}$  sinterizados en SPS a 1000 °C y 2200 °C. El material exhibió un bajo coeficiente de expansión térmica, los patrones de DRX confirmaron la presencia de las fases de  $\beta\text{-SiC}$  y la solución sólida de ( $\text{Hf}_{0.75}\text{Ta}_{0.25}\text{C(N)}$ ) y por análisis SEM mostraron un tamaño promedio de partícula de 170 nm para ( $\text{Hf,Ta}\text{C(N)}$ ) y 100 nm para la matriz de SiC.

#### **1.2.4 Evaluación óptica de materiales cerámicos para aplicaciones en receptores solares**

En 2012 E. Sani *et al.* [26] realizaron la evaluación de las propiedades ópticas (reflectancia y emitancia) de los compuestos ZrC, HfC,  $\text{ZrB}_2$ , y  $\text{HfB}_2$ , con tamaño de partícula entre 2 y 7  $\mu\text{m}$ , sintetizados en horno de grafito, a temperatura de 1800-1930 °C por una hora. Los resultados obtenidos en las pruebas de espectrometría UV-VIS-NIR, mostraron una disminución de emitancia en los boruros en función de la temperatura, con respecto a los carburos. Estas cerámicas son buenas para aplicaciones donde se expongan a temperaturas extremadamente altas, como son los receptores solares.

En 2016 Elisa Sani *et al.* [27] realizaron la evaluación de las propiedades ópticas de los compuestos ZrC, HfC y TaC con adición de  $\text{MoSi}_2$ , los cuales fueron mezclados en etanol y sinterizados en horno de grafito, con una rampa de temperatura de 600 °C/h y en atmósfera de argón, hasta alcanzar una temperatura de 1950 °C. Los resultados mostraron que el ZrC comenzó a contraerse a una temperatura de 1700°C y tener un acabado final a 1900°C, con un tamaño de grano de 5  $\mu\text{m}$  y una forma equiaxial redondeada, mientras que el HfC se densificó a 1900 °C, con un tamaño de partícula de 1.5  $\mu\text{m}$  de acuerdo con los resultados del SEM; el compuesto con base de TaC comenzó a contraerse a una temperatura de 1690 °C a 1850 °C, teniendo un tamaño de partícula de 1  $\mu\text{m}$ . Las muestras con mejores características ópticas fueron las del TaC, con una absortancia de 0.37 y una emitancia de 0.13, con una relación absortancia/emitancia de 2.8, siendo la más alta.

En 2019 Héléne Aréna *et al.* [5] estudiaron el potencial de los nanocompuestos de SiC-TiC formados con 70% de SiC y 30% de TiC, sintetizados por el método sol-gel a partir de

alcóxidos como precursores y sacarosa como fuente de carbono; la reducción carbotérmica se realizó a una temperatura de 1550 °C, resultando un polvo de partículas nanométricas mezcladas homogéneamente con un 5-7% de oxígeno residual. Se obtuvo una absorptancia de 0.76 y una emitancia de 0.44, lo cual hace al compuesto buen candidato para aplicaciones solares, aunque sus valores son inferiores a los del ZrB<sub>2</sub>, HfC o TaC, pero la diferencia radica en que el compuesto SiC-TiC es más resistente a la oxidación.

En 2020 Xiao-Li Qiu *et al.* [28] realizaron recubrimientos de Mo-HfC/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> depositados en sustratos de acero inoxidable, mostrando que la adición de Mo mejora la absorptancia del recubrimiento, teniendo una alta selectividad espectral ( $\alpha/\epsilon$ ) de 0.92/0.11.

## 2 ASPECTOS TEÓRICOS

Este capítulo se detallan los conceptos básicos sobre los temas relacionados con esta investigación con el propósito profundizar y de ampliar los conocimientos sobre el tema.

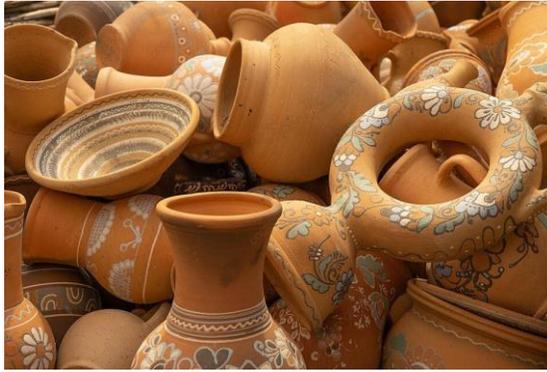
La manera en la que se describirán los aspectos es la siguiente:

- Materiales cerámicos.
- Carburos.
- Métodos de síntesis.
- Energía solar.

### 2.1 Materiales cerámicos

Las cerámicas son definidas como compuestos sólidos que se forman debido a la aplicación de calor y que comprenden al menos dos elementos siendo uno inorgánico no metálico. Estos materiales tienen excelentes propiedades como lo son resistencia a la temperatura y resistencia a la oxidación, operando a temperaturas de los 1400 °C [29].

La mayoría de las personas asocian la palabra “cerámica” con la alfarería, azulejos, escultura o artículos sanitarios, lo cual es igualmente correcto, pero es una definición incompleta porque solo abarca un tipo de cerámicas, las tradicionales. Actualmente, el campo de la ciencia y la ingeniería abarcan más allá de las cerámicas tradicionales y se dividen entonces en cerámicas tradicionales y cerámicas avanzadas. Las cerámicas tradicionales (**Figura 4**) se caracterizan por estructuras porosas basadas principalmente por silicatos. Generalmente se forman mezclando arcillas y feldespatos, para moldearse por fundición, se cuecen en un horno y finalmente se vidrian. En una etapa de síntesis más compleja y tardía, otras cerámicas que no son arcillas o silicatos dependen de materias primas más especiales como óxidos binarios, carburos, perovskitas o materiales sintéticos. Las estructuras de estas cerámicas avanzadas son más finas, homogéneas y menos porosas que las cerámicas tradicionales y dentro de ellas podemos encontrar óxidos cerámicos, cerámicas de ultra alta temperatura y compósitos de matriz cerámica [29].



*Figura 4. Cerámicas tradicionales (alfarería).*

### **2.1.1 Óxidos cerámicos**

Los óxidos cerámicos son materiales muy resistentes a la oxidación y son utilizados para aplicaciones en ambientes oxidantes como en motores de turbinas. Dentro de la familia de materiales base óxido más utilizados se encuentran el óxido de aluminio y los aluminosilicatos. Cuando en un sistema tanto el material base como el material refuerzo son óxidos se produce una matriz de compuesto de matriz cerámica óxido-óxido [30].

Los óxidos cerámicos son compuestos inorgánicos de elementos metálicos o metaloides como aluminio (Al), circonio (Zr), titanio (Ti), magnesio (Mg) y silicio (Si) con oxígeno (O) y sus excelentes propiedades mecánicas, resistencia a la corrosión y propiedades de desgaste los hacen apropiados para una amplia gama de aplicaciones. Dado que los óxidos son el estado de oxidación más alto de los metales, pueden mantener la estabilidad incluso en los procesos industriales [31].

### **2.1.2 Cerámicas de ultra alta temperatura (UHTCs)**

Las cerámicas de ultra alta temperatura (UHTCs) son aquellos materiales que se caracterizan por ser no metálicos e inorgánicos con puntos de fusión superiores a los 3000 °C y normalmente se componen de nitruros, boruros y carburos de metales de transición como Zr, Nb, Hf, Ta. Presentan muy buenas propiedades físicas y químicas como lo son alta dureza, alta resistencia al desgaste y estabilidad química. Gracias a estas propiedades, las UHTCs son consideradas como excelentes candidatos para aplicaciones de altas temperaturas como

en vehículos hipersónicos, motores, elementos de hornos y blindaje a temperaturas elevadas [2].

### **2.1.3 Compósitos de matriz cerámica**

Los compósitos de matriz cerámica (CMC) están constituidos de dos o más materiales que se denominan constituyentes. El constituyente que es continuo y que es presente en mayor cantidad es llamado matriz, mientras que los demás constituyentes son llamados fases reforzantes ya que sus funciones son reforzar o mejorar a la matriz.

Las características deseables para los compósitos de matriz cerámica incluyen estabilidad térmica a altas temperaturas, alta dureza, alta resistencia a ambientes oxidantes y propiedades no conductoras ni magnéticas. Los CMC más utilizados son los CMC no óxidos, es decir, los de base carbono/carbono (C/C), carbono/carburo de silicio (C/SiC) y carburo de silicio/carburo de silicio (SiC/SiC) [2].

## **2.2 Carburos**

Los carburos de metales de transición (TMC) pertenecen a un subconjunto de las UHTCs, entre los que destacan el carburo de tantalio (TaC) y carburo de hafnio (HfC) por su punto de fusión extremadamente alto (cerca de 4000 °C), lo que los convierte en materiales con potenciales aplicaciones [4].

Los materiales de carburos son materiales estructurales no óxidos de altas temperaturas, electrónicos, catalíticos y resistentes al desgaste con mayor potencial. El carburo de silicio (SiC) es un material cerámico refractario que resulta muy útil en muchos campos de la industria y de la ingeniería gracias a la combinación de propiedades únicas como alta dureza en temperaturas elevadas, resistencia al desgaste y la corrosión, conductividad térmica y estabilidad en entornos de radiación. Además, el SiC tiene excelentes propiedades mecánicas que dependen de las características morfológicas que varían según su ruta de síntesis. Existen rutas para su síntesis como aleación mecánica, reducción carbotérmica, síntesis auto propagante a altas temperaturas, síntesis por combustión, entre otras [32].

Por otra parte, el HfC tiene mejor resistencia a la descomposición que otros materiales cerámicos debido a su alto punto de fusión (3887 °C), módulo de elasticidad (350-510 GPa) y alta dureza (26.1 GPa). Adicionalmente, el HfC puede mantener su integridad estructural aun en ambientes extremos [33]. El TaC posee propiedades físicas, químicas y mecánicas favorables, como alto punto de fusión (3770 °C), alta dureza, alta resistencia al desgaste, alta estabilidad química y buena conductividad térmica [34].

La emisividad de algunos carburos como son ZrC, HfC y TaC a una temperatura de 1200 K oscila entre el 0.30 y 0.40 en comparación con el SiC que es de 0.80 a una misma temperatura [27].

### **2.2.1 Carburo binario de tantalio y hafnio**

El TaC y el HfC se clasifican en cerámicas de ultra alta temperatura que tienen excelentes propiedades físicas y químicas. A partir de la reacción existente entre ambos carburos, se puede formar una solución cúbica monofásica, debido a que tienen el mismo tipo de estructura que el NaCl. Este carburo (Ta,Hf)C posee el más alto punto de fusión reportado de entre las sustancias refractarias conocidas (3942 °C). Sin embargo, sus fuertes enlaces covalentes y sus bajos coeficientes de difusión hacen que la sinterización de éstos sea difícil. En los años más recientes, el proceso hidrotermal/solvotermal se ha utilizado eficazmente para preparar materiales de orden nanométrico a micrométrico con tamaño y forma uniformes [15].

A menudo se ha utilizado el uso de aditivos para disminuir la temperatura de síntesis con el inconveniente de que estos promueven el crecimiento de granos. Para ello se ha empleado la aplicación de alta presión (prensado en caliente) que ayuda a la densificación e inhibe el crecimiento de grano. También se ha reportado que la reducción del tamaño de partículas de los polvos mejora la densificación [35].

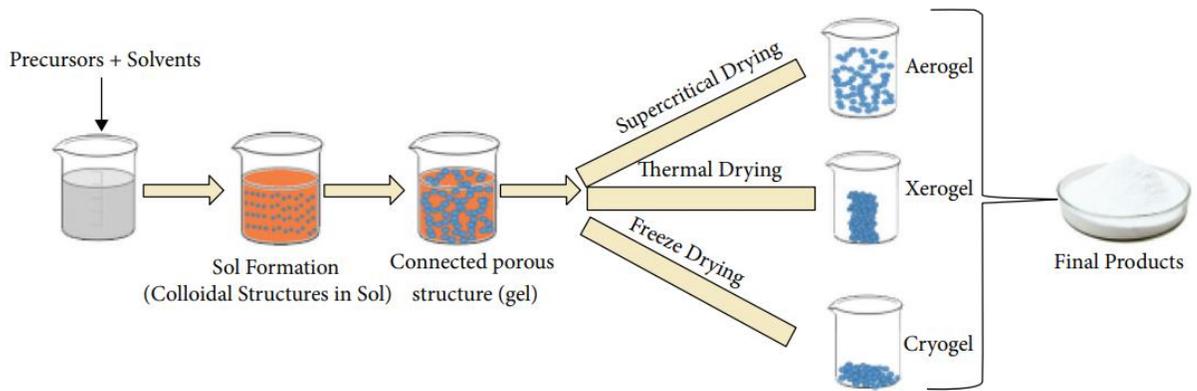
## **2.3 Métodos de síntesis**

Algunos de los métodos de síntesis para la obtención de compósitos cerámicos son: sol-gel, hidrotermal, micro-emulsión, combustión, reducción magnésio térmica, reducción

carbotérmica (precursores metal-carbón), entre otros, entre los cuales nos enfocaremos en los métodos sol-gel y reducción carbotérmica.

### 2.3.1 Método sol-gel

El sol-gel es una técnica muy utilizada para la síntesis de materiales a bajas temperaturas (inferiores a 100 °C). Este proceso consiste en la mezcla de químicos en una solución, gelificación, secado y un posterior tratamiento para la obtención de un producto final como se muestra en la **Figura 5** [8,36].



*Figura 5. Esquema del proceso sol-gel: de precursor a un gel.*

El proceso de obtención del gel consta de dos etapas: en la primera etapa se obtiene la formación de partículas coloidales separadas con dimensiones nanométricas y en la segunda etapa las partículas coloidales del disolvente se unen para formar el gel. El disolvente penetra en el gel y posterior a eso el disolvente es secado. El producto final es un sólido.

El proceso químico del método sol-gel consta de una reacción de hidrólisis y una de condensación. En este proceso se busca producir una solución homogénea de precursores y alcoholes. Para ello primero se mezcla en un recipiente el disolvente (suele ser agua o alcohol) y el precursor hasta obtener una mezcla homogénea. Después sigue la fase de la hidrólisis donde el agua descompone una molécula en moléculas más simples. La presencia del agua activa al precursor para que las partículas de óxido metálico se unan para formar

partículas más finas y sólidas dispersas en el solvente. Al crear interacciones físicas y químicas entre las moléculas suspendidas en la solución y las dispersas, se crea una red tridimensional, dicha red crea una molécula la cual absorbe todo el disolvente y es lo que se llama gel húmedo en este proceso.

Los precursores son los materiales de partida del método sol-gel y estos deben ser solubles en los medios de reacción y lo suficientemente reactivos para participar en la formación del gel. Algunos precursores más utilizados son sales, alcóxidos, hidróxidos y aminas [36].

Varios parámetros como la elección de los precursores, la temperatura, la concentración, el disolvente, entre otros, influyen en gran medida en la microestructura, composición y propiedades de los materiales obtenidos por esta técnica. El tratamiento térmico es muy importante para lograr convertir estos geles híbridos (orgánicos/inorgánicos) en cerámicas [8].

### **2.3.2 Método de reducción carbotérmica**

El método de reducción carbotérmica implica la reducción de sustancias, a menudo óxidos metálicos, usando carbono como agente reductor e involucra temperaturas más bajas que otros métodos (1100-1800 °C) [9].

## **2.4 Energía solar**

El aumento del calentamiento global y la contaminación del aire debido al uso excesivo de combustibles fósiles ha sido una preocupación durante las últimas décadas. Se estima que el consumo mundial de energía aumentará cerca del 50% para el año 2050 y los combustibles fósiles seguirán siendo la principal fuente de energía. La necesidad de reducir la utilización de combustibles fósiles que son los culpables de las emisiones de CO<sub>2</sub> ha impulsado el desarrollo de nuevas fuentes de energías siendo estas renovables. Dentro de las principales fuentes de energía renovables se encuentran energía eólica, energía solar, energía hidroeléctrica, energía geotérmica, entre otras [10].

La energía solar es la fuente renovable más abundante y solo el 0.1 % de la energía solar que llega a la superficie de la tierra sería suficiente para cubrir las necesidades mundiales [38]. Se espera que para 2050 la energía de concentración solar podría generar el 11.3% de la demanda mundial de electricidad, con un 9.6% de energía solar y 1.7% de combustibles fósiles [37].

### 2.4.1 Tecnologías de concentración

Existen dos formas de convertir la energía solar en energía eléctrica: la fotovoltaica debida a capas semiconductoras que la convierten de manera directa y la fototérmica que aprovecha la radiación del sol y de donde se derivan los concentradores de energía solar (CPS) (**Figura 6**).



*Figura 6. Energía solar fotovoltaica y fototérmica.*

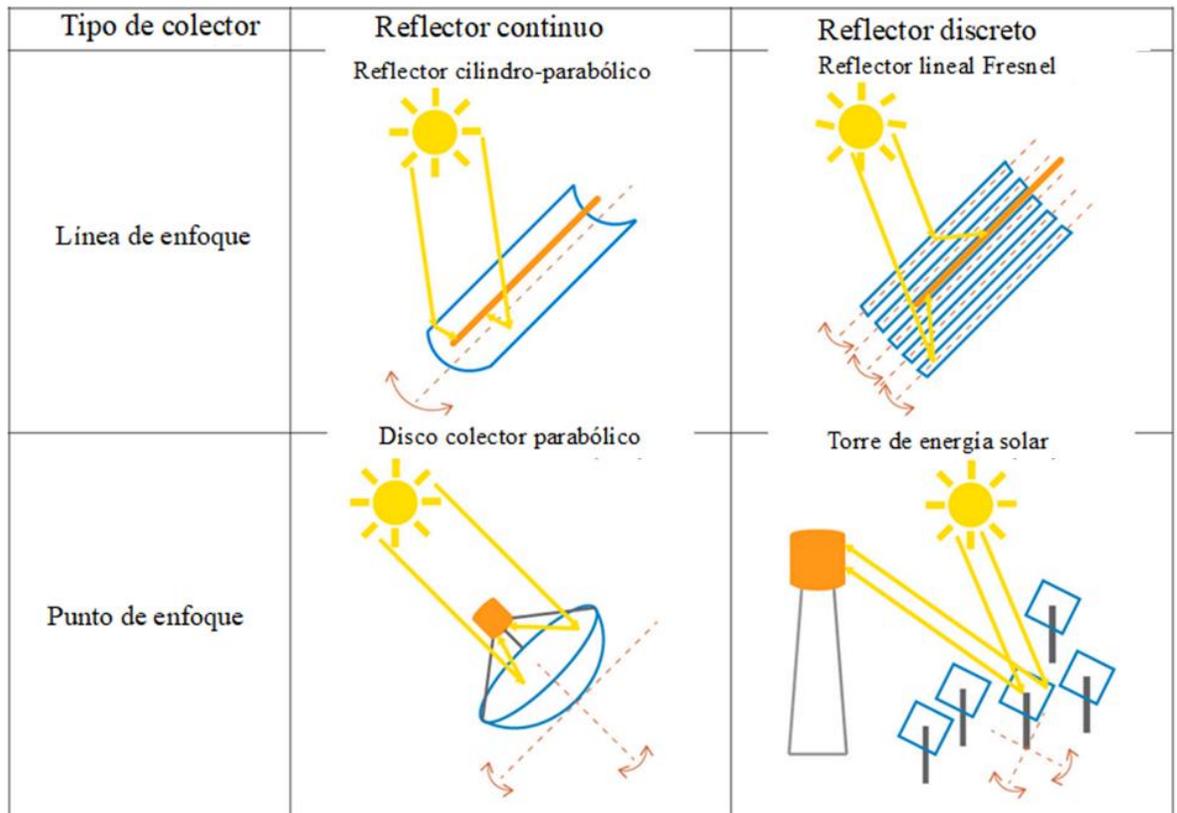
El principio de funcionamiento de los concentradores de energía solar (CPS) es muy simple, se concentra la radiación solar de manera directa para obtener energía térmica a alta temperatura (entre 500 y 1000 °C) que se transforma en energía eléctrica. Estas tecnologías de concentración solar se conforman por los siguientes elementos:

- Un reflector solar (o sistema de reflectores) que recoge y concentra la radiación del sol.

- Un receptor solar, donde se concentra y absorbe la radiación.
- Un sistema de conversión de energía, que convierte el calor solar en energía mecánica.
- Un generador eléctrico, que transforma esa energía mecánica en energía eléctrica.

En la actualidad existen cuatro tipos de sistemas de energía solar concentrada como se muestran en la **Figura 7**, las cuales se diferencian por la forma de concentrar la radiación solar sobre el receptor y son los siguientes:

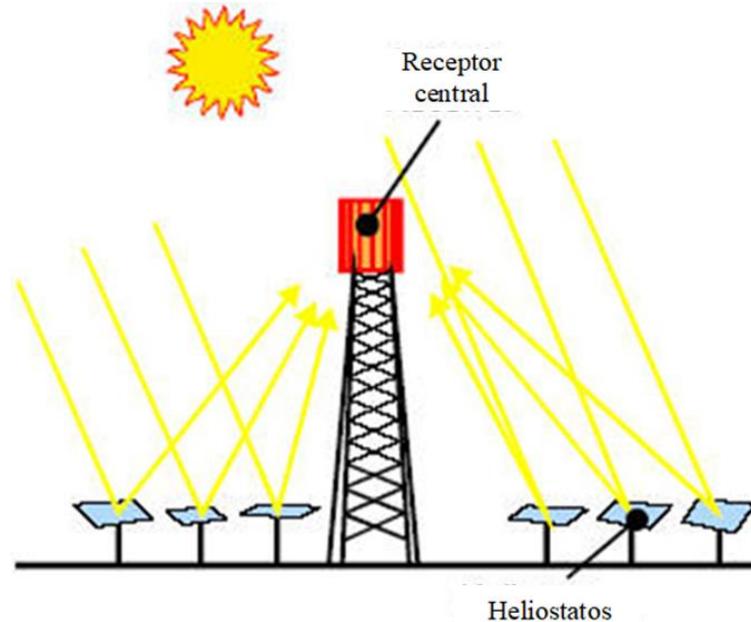
- Los colectores cilindro parabólicos (PTC) están formados por un espejo parabólico que concentra la radiación solar en una línea focal.
- Los reflectores lineales de Fresnel (LFR), enfocan la luz solar en un receptor lineal a través de una serie de espejos planos lineales comportándose como una lente de Fresnel.
- Los colectores parabólicos (PDC) consisten en un espejo parabólico que refleja y concentra el calor del sol en un punto focal del plato.
- Las torres de energía solar (SPT) se conforman por un campo de heliostatos que reflejan la radiación solar a un punto focal de la torre (absorbedor solar), estos heliostatos siguen al sol con dos ejes [37].



**Figura 7.** Clasificación de los sistemas de concentración solar. Las flechas amarillas representan la radiación del sol, las estructuras naranjas simbolizan los receptores, las estructuras azules corresponden a los reflectores y las líneas punteadas el eje de rotación de los reflectores.

La torre de energía solar, también llamadas sistemas de receptor solar, cuyos helióstatos reflejan la radiación del sol y son colocados alrededor de la torre central en forma casi circular como se muestra en la **Figura 8**. Por otro lado, en lo alto de la torre llega la radiación solar concentrada para absorberse en el receptor solar. Los receptores solares pueden ser externos o con abertura de cavidad. En el caso de los receptores de tipo externo son ideales para campos envolventes, si se tiene forma cilíndrica, y para campos polares si se conforman por un panel plano. Los receptores con cavidad presentan una abertura por la que entra la radiación solar y normalmente son empleados en campos polares. Este receptor actúa como absorbedor de la radiación. La mayoría de los absorbedores están hechos de tubos colocados a manera que forman un absorbente cilíndrico, y por lo tanto son llamados también absorbentes tubulares.

En los absorbedores volumétricos el calor del sol entra en el interior de la estructura donde es absorbido por un material poroso. Los materiales más utilizados para los receptores son cerámicas y metales estables a altas temperaturas [38].



*Figura 8. Esquema de las partes de la torre central solar.*

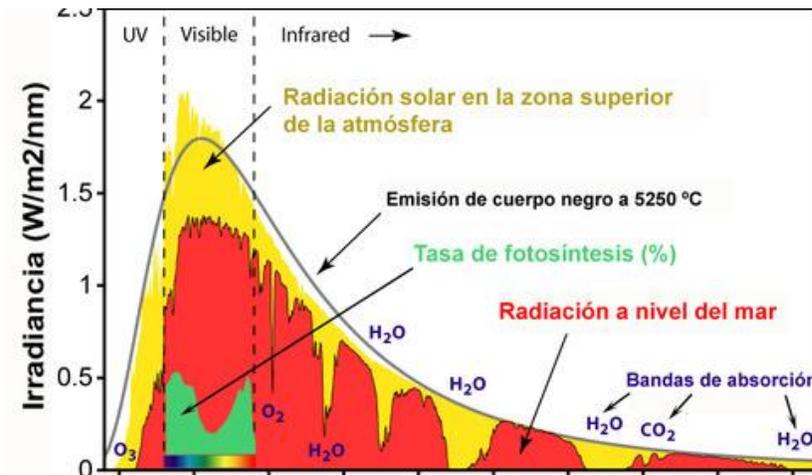
### **2.4.2 Propiedades ópticas**

A pesar de que el sol emite radiaciones que abarcan desde los rayos gamma hasta las ondas de radio del espectro electromagnético, solo una parte de la radiación llega a la tierra. Debido a la absorción atmosférica, la radiación del sol que alcanza a la superficie del planeta tiene un espectro característico de UV a IR ( $0.25 < \lambda < 3.0 \mu\text{m}$ ) de  $0.50 \mu\text{m}$ . Cuando la luz incide sobre un material, ésta puede absorberse, reflejarse o transmitirse según sea su frecuencia y las propiedades ópticas del material.

La absorbancia y la emitancia solar son las propiedades principales que se utilizan para caracterizar un absorbedor solar ideal. La absorbancia es definida como una relación entre la radiación absorbida y la radiación incidente. La absorbancia solar normal de un material calculada a partir del espectro de reflectancia que es obtenido por espectroscopia UV-Vis-

NIR y la irradiancia espectral solar se encuentran en el rango de longitud de onda de 0.28 a 2.5  $\mu\text{m}$ .

La emitancia térmica es definida como la relación entre la radiación emitida por un material y la emitida por un cuerpo negro perfecto a una misma temperatura y dependen de la temperatura del material, su composición, longitud de onda y ángulo de emisión. Este parámetro oscila entre 0 y 1. Se calcula a partir de los espectros de reflectancia obtenidos por IR y el espectro de radiación de un cuerpo negro en un rango de longitud de onda de 2.50 a 30  $\mu\text{m}$  (**Figura 9**). Tanto la absorbancia solar y la emitancia térmica son propiedades esenciales de un material para determinar su potencial eficiencia en el proceso de conversión fototérmico de energía. La relación existente entre la absorbancia y la emitancia se denomina selectividad espectral. Para el caso de la energía solar concentrada el material absorbente debe tener un valor alto de selectividad espectral (baja reflectancia y alta absorptancia) [10].



*Figura 9. Espectro de radiación solar.*

Las fuentes más importantes de incertidumbre en la pirometría de radiación son la estimación de la emisividad de la superficie medida, como es el caso de metales brillantes donde la emisividad está lejos de la unidad y el nivel de incertidumbre es más crítico. Por lo tanto, una medición precisa de la temperatura requiere conocimiento de la emisividad del material por lo que hay diferentes métodos de corrección para reducir la influencia de la emisividad, pero

no existe un enfoque general que garantice un límite e incertidumbre en las mediciones de la temperatura para un cierto material en condiciones específicas. Generalmente no hay datos sobre la dependencia de la temperatura y la longitud de onda en la emisividad de aleaciones comerciales, ni se toma en cuenta la oxidación de la superficie, siendo inevitable cuando se calientan los metales en presencia de oxígeno [17].

La emisividad hemisférica total en todas las longitudes de onda y en todas las direcciones  $\varepsilon(T)$  está dada por la ecuación 1:

$$\varepsilon(T) = \frac{E(T)}{E_b(T)} \text{ ----- Ecuación 1}$$

Donde E(T) representa el poder emisivo total de una superficie real y  $E_b(T)$  el poder emisivo total de un cuerpo negro a la misma temperatura. Un cuerpo negro es un concepto que involucra la absorción de toda la radiación incidente, además para una temperatura y longitud de onda dada, el cuerpo negro es emisor con energía difusa y máxima.  $E_b$  puede expresarse por la Ley de Stefan-Boltzmann descrita por la ecuación 2:

$$E_b = \sigma T^4 \text{ ----- Ecuación 2}$$

Donde  $\sigma$  es la constante de Stefan-Boltzmann ( $5.670 \times 10^{-8} \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}^4$ ) y T la temperatura (K).

Para la mayoría de los cálculos de ingeniería, es deseable trabajar con propiedades de superficie que representen promedios direccionales, por lo tanto, una emisividad espectral hemisférica se define de acuerdo con la ecuación 3:

$$\varepsilon_\lambda(\lambda, T) = \frac{E_\lambda(\lambda, T)}{E_{\lambda,b}(\lambda, T)} \text{ ----- Ecuación 3}$$

Donde  $E_{\lambda,b}$  es el poder emisivo espectral de un cuerpo negro y  $E_\lambda$  el poder emisivo espectral de la superficie real [39].

## 3 METODOLOGÍA

En este capítulo, se detalla la metodología y los materiales requeridos en la fase experimental que se llevó a cabo para la síntesis de los polvos precursores a bajas temperaturas y posteriormente a alta temperatura en horno tubular, así como también se mencionan los equipos utilizados tanto en el proceso experimental como en las caracterizaciones. De manera general, la parte experimental se realizó en dos etapas:

- Etapa 1 a bajas temperaturas 110 °C (método sol-gel)
- Etapa 2 a altas temperaturas 1500 °C (método reducción carbotérmica)

### 3.1 Material requerido

Los materiales que se utilizaron para la síntesis del compuesto  $Ta_4HfC_5/SiC$  son:  $HfCl_4$  (pureza de 98%),  $TaCl_5$  (pureza de 99%),  $SiC$  (pureza de 97.5%) y  $C_6H_{10}O_7$  (pectina, pureza de 74%), marca Aldrich; así como agua destilada como disolvente.

### 3.2 Infraestructura

#### 3.2.1 Laboratorios y equipos

##### Equipo menor

Balanza analítica marca Sartorius, parrilla de agitación magnética y calentamiento marca Yamato modelo AREC, campana de humo y gases marca Fisher Hamilton y mortero de ágata.

##### Equipo mayor

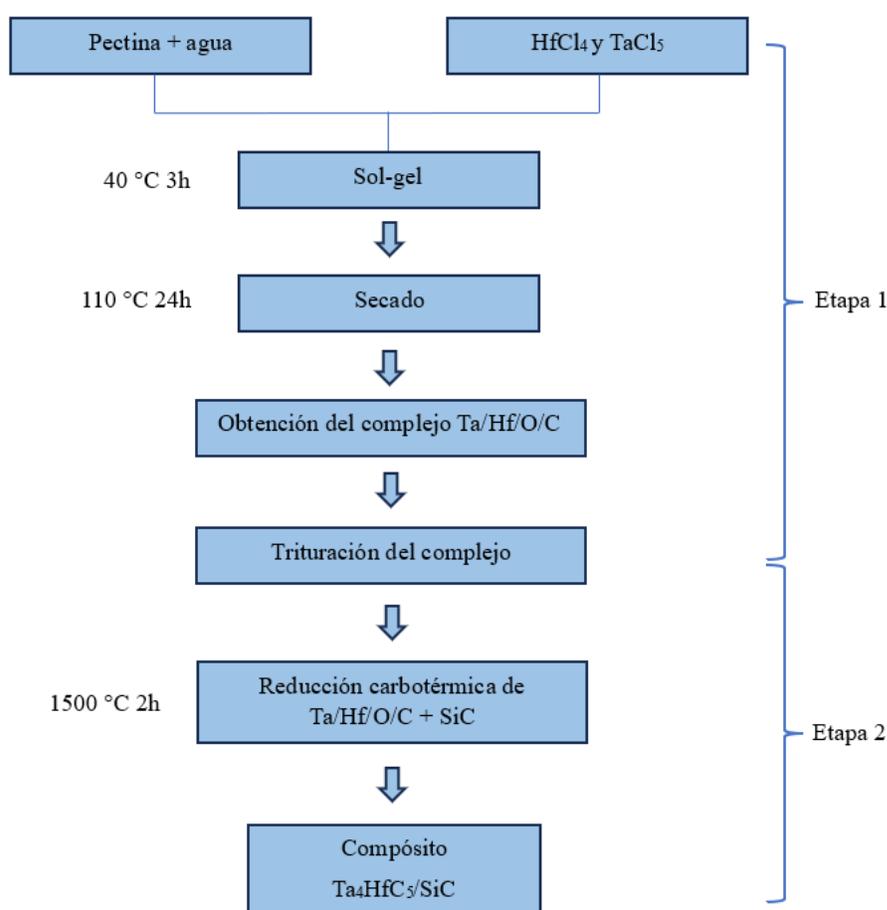
En la Facultad de Ingeniería Mochis se utilizó un horno marca Yamato modelo DX 402 con un rango de funcionamiento de temperatura ambiente a 300 °C para la obtención de los complejos el cual está localizado en el Laboratorio de Química y Ambiental.

En la Universidad de Sonora en el Departamento de Investigación en Polímeros y Materiales se utilizó el horno tubular de alúmina GSL-1800X (laboratorio de nanotecnología y el espectrofotómetro infrarrojo marca PerkinElmer (laboratorio de espectroscopía).

### 3.3 Experimento

Los pasos para la síntesis del compuesto cerámico  $Ta_4HfC_5/SiC$  se muestra en la **Figura 10** y consistieron en dos etapas:

1. Proceso a bajas temperaturas ( $110\text{ }^\circ\text{C}$ ) para la obtención del complejo Ta/Hf/O/C.
2. Proceso a altas temperaturas ( $1500\text{ }^\circ\text{C}$ ) para la síntesis del compuesto cerámico  $Ta_4HfC_5/SiC$ .

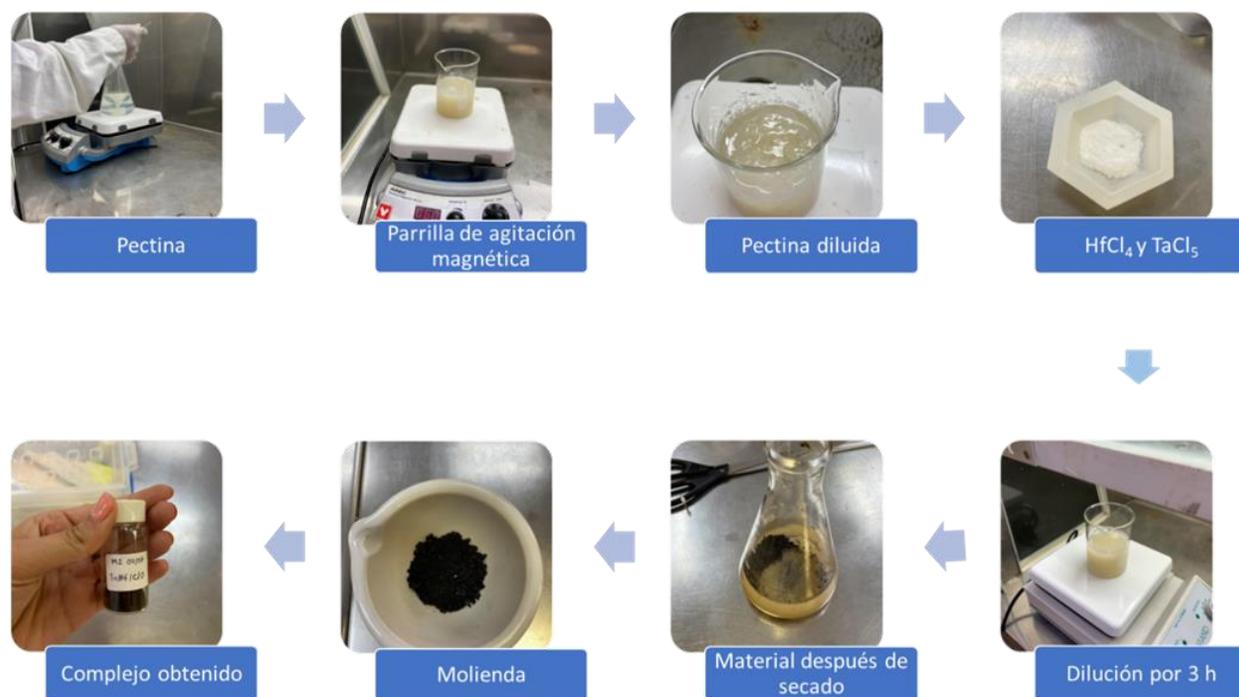


**Figura 10.** Metodología para la síntesis del compuesto  $Ta_4HfC_5/SiC$ .

#### 3.3.1 Etapa 1: sol-gel

Se realizó la obtención de los polvos precursores con la formación del complejo Ta/Hf/O/C a bajas temperaturas por el método sol-gel (**Figura 11**) a partir de muestras con diferentes

relaciones molares de Ta/Hf/C cada una de ellas. Primeramente, se disolvió la pectina con agua destilada en un vaso precipitado para agitarla continuamente en la parrilla de agitación a una temperatura de 45 °C hasta lograr disolver completamente, donde la pectina se agrega poco a poco para evitar que la mezcla se gelifique. Una vez diluida la pectina con el agua se añadió el HfCl<sub>4</sub> y el TaCl<sub>5</sub> a la mezcla verificando que todo estuvo en agitación continua sin gelificar; posteriormente se agitó la solución durante 3 horas a una temperatura de 50 °C logrando que todo se integre completamente. Una vez esto, la muestra se llevó a secado en horno convencional a una temperatura de 110 °C durante 24 horas para retirar el exceso de humedad por evaporación. Finalmente, el material que se obtuvo se trituró con ayuda de mortero de ágata obteniendo así el polvo del complejo Ta/Hf/O/C. Del complejo obtenido se separó una parte para su posterior caracterización por la técnica espectroscopía por transformada de Fourier (FTIR) y la parte restante se pesó para su posterior reducción carbotérmica a una temperatura de 1500 °C, por 2 horas en atmósfera de argón (etapa 2).



**Figura 11.** Método sol-gel para obtención de complejo Ta/Hf/O/C.

### **3.3.2 Etapa 2: reducción carbotérmica**

Esta etapa se realizó en un horno tubular de alúmina en atmósfera de argón, a una temperatura de 1500 °C durante 2 horas para la formación del compuesto Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC, utilizando como portamuestras un crisol de alúmina para los polvos precursores.

#### **3.3.2.1 Horno tubular de alúmina**

Para el encendido y uso del horno tubular se realizaron una serie de pasos, los cuales se describen a continuación:

1. Se procede a abrir el tubo de alúmina del horno quitando los tornillos respectivos.
2. Con una varilla se retiran los cilindros de alúmina que se encuentran dentro del tubo para abrir paso al crisol que contiene la muestra.
3. Una vez que la muestra está dentro, se procede a colocar los cilindros, cuidando de no empujar demasiado la muestra.
4. Se cierra de nuevo el tubo ajustando los tornillos y colocando un empaque al final del tubo.
5. Se procede a realizar la rampa de calentamiento, la cual consta de una serie de temperaturas necesarias para el transcurso del calentamiento del horno y varía con la temperatura y tiempo deseados, en nuestro experimento, se requirió de una temperatura de 1500 °C en un tiempo de 2 h.
6. Se revisa que todas las llaves estén cerradas y que la llave amarilla, correspondiente a la presión de argón, se encuentre abierta.
7. Se procede a abrir la llave de argón con un flujo de 0.5 mL/min.
8. Se abre la llave del tubo de alúmina, la cual debe estar conectada una manguera de plástico que descansa en un frasco con agua con el fin de comprobar que el flujo de argón este pasando normalmente.
9. Se enciende el horno y se programa la rampa de calentamiento.

10. Después de programada la rampa de calentamiento, se encienden los abanicos del horno para su enfriamiento.

Una vez que el horno se enfrió completamente, se sacó la muestra y se procedió a pesarla en la balanza analítica, observando una pérdida del 70% del peso total de la muestra. El procedimiento se repitió para cada una de las muestras de precursores y al final se obtuvieron las muestras que se observan en la **Tabla 1** .

*Tabla 1. Relaciones molares de los complejos y contenido de SiC.*

Muestra	TaCl <sub>5</sub>	HfCl <sub>4</sub>	Pectina	%wt. SiC
M1	0.9	1	8	20
M2	0.9	1	8	66
M3	0.9	1	8	0
M4	0.3	1	6	0
M5	1.1	0.3	6	0
M6	0.9	1	8	2
M7	0.9	1	8	2
M8	0.9	1	8	20
M9	0.9	-	8	0
M5R	1.1	0.30	6	0
M12	0.9	1	12	3

### 3.4 Técnicas de caracterización

La caracterización de materiales brinda información sobre las propiedades físicas y químicas de los materiales. Se caracterizaron los complejos Ta/Hf/O/C y los polvos obtenidos a 1500 °C con el objetivo de obtener los enlaces característicos, conocer la morfología y el tamaño de partícula, así como determinar su estabilidad térmica, identificar las estructuras cristalinas

lo cual fue realizado a través de diversas técnicas de caracterización tales como:, espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR), microscopía electrónica de barrido (SEM) con espectroscopia de energía dispersiva (EDS), difracción de rayos x (DRX) y espectroscopía ultravioleta-visible-infrarrojo cercano (UV-Vis-NIR).

### **3.4.1 Espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)**

Para confirmar la presencia de los enlaces característicos de los polvos precursores y de los polvos sintetizados se analizaron por FTIR. Los espectros se realizaron en un intervalo de 400 a 4000  $\text{cm}^{-1}$  en un espectrofotómetro IR marca PerkinElmer modelo Frontier (**Figura 12**). Las muestras se prepararon con ATR colocando las muestras directamente en una superficie pequeña de diamante y sometiendo a presión la muestra para el contacto óptico.



*Figura 12. Espectrofotómetro FTIR marca PerkinElmer modelo Frontier (Universidad de Sonora).*

### **3.4.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM) con espectroscopía de energía dispersiva (EDS)**

Esta técnica se realizó para conocer la morfología y el tamaño de partícula las muestras se analizaron en un microscopio electrónico de barrido (SEM) HITACHI S-5500 (**Figura 13**). La preparación de la muestra se realizó adhiriendo el material (tal y como se obtuvo después de la síntesis) en una cinta sobre un porta muestras.



*Figura 13. Microscopía electrónica de barrido (Instituto de energías renovables, UNAM).*

### **3.4.3 Difracción de rayos X (DRX)**

Esta técnica se realizó para conocer los picos característicos y confirmar las fases cristalinas de los polvos de  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5/\text{SiC}$ . El patrón de difracción de Rayos X se realizó con el equipo difractómetro de rayos-X Rigaku ULTIMA IV (**Figura 14**) con un láser de excitación Cu ( $\lambda=0.15418$  nm). La preparación de la muestra fue realizada moliendo los polvos de  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5/\text{SiC}$  en un mortero para hacer una pastilla y después ser analizada por DRX.



*Figura 14. Difractómetro de rayos-X Rigaku ULTIMA IV (Instituto de energías renovables, UNAM).*

Los rayos X son radiaciones electromagnéticas con longitudes de onda cortas que se producen cuando se desaceleran los electrones que están en los orbitales internos de los átomos. Un haz de rayos X choca con la superficie del cristal formando un ángulo de difracción, una parte del haz es difundida por la capa de átomos en la superficie del cristal. La porción no dispersada penetra en la segunda capa de átomos y nuevamente una fracción es difundida y así sucesivamente. El efecto acumulativo de esta difusión es la difracción del haz, de la misma manera que la radiación visible se difracta en una red de reflexión.

La ecuación de Scherrer se apoya en el ensanchamiento de picos de los máximos de intensidad de difracción de rayos X. La cristalinidad de la muestra se puede estudiar gracias a que la anchura del pico a la altura media disminuye al aumentar la cristalinidad, es decir, al aumentar el tamaño del cristal. La ecuación que determina este dato es la ecuación de Scherrer:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \text{ ----- Ecuación 4}$$

Donde D es el diámetro de partícula o tamaño de cristalito,  $\lambda$  es la longitud de onda de la radiación,  $\theta$  es el ángulo de difracción, k es la constante de Scherrer que toma un valor medio de 0.90 y  $\beta$  es la anchura del pico a la altura media expresada en radianes.

La ley de Bragg dice que un haz de radiación choca con la superficie del cristal a un ángulo  $\theta$ , la difusión tiene lugar como consecuencia de la interacción de la radiación de los átomos, de ahí parte la ecuación [40]:

$$n\lambda = 2d \sin\theta \text{ ----- Ecuación 5}$$

Donde:

n= es el orden de reflexión (n=1, 2, 3...)

$\lambda$ = longitud de onda de la radiación incidente

d= distancia interplanar

$\theta$ = ángulo de Bragg

En el método de Williamson-Hall el ensanchamiento del pico de difracción de rayos X del polvo se confirma la dimensión de la partícula y la tensión interna. El efecto de la deformación es una distorsión y las imperfecciones se estiman por el mecanismo:

$$\varepsilon = \frac{\beta}{4\tan\theta} \text{ ----- Ecuación 6}$$

Donde  $\varepsilon$  es la microtensión de la red cristalina,  $\beta$  es la anchura del pico a la altura media expresada en radianes y  $\theta$  es el ángulo de difracción [41].

#### **3.4.4 Espectroscopía ultravioleta-visible-infrarrojo cercano (UV-VIS-NIR)**

Para evaluar las propiedades ópticas (absortancia) de las muestras a temperatura ambiente, se llevó a cabo la medición de la reflectancia difusa utilizando un espectrofotómetro UV-VIS-NIR de doble haz (Shimadzu UV3101PC, **Figura 15**) en el rango de longitud de onda de 250 a 2500 nm. La muestra de referencia se realizó usando polvo de sulfato de bario puro.



*Figura 15. Espectrofotómetro UV-VIS-NIR (IER-UNAM).*

## 4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan los resultados de los análisis realizados con las distintas técnicas de caracterización del complejo Ta/Hf/O/C obtenido a bajas temperaturas (110 °C) y del compósito Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC sintetizado a altas temperaturas (1500 °C) en un horno tubular. Los materiales se analizaron mediante diversas técnicas de caracterización tales como: FTIR, SEM, DRX, donde la evaluación de propiedades ópticas fue realizada por espectroscopía UV-Vis-NIR, así como también se realizó la discusión de los resultados.

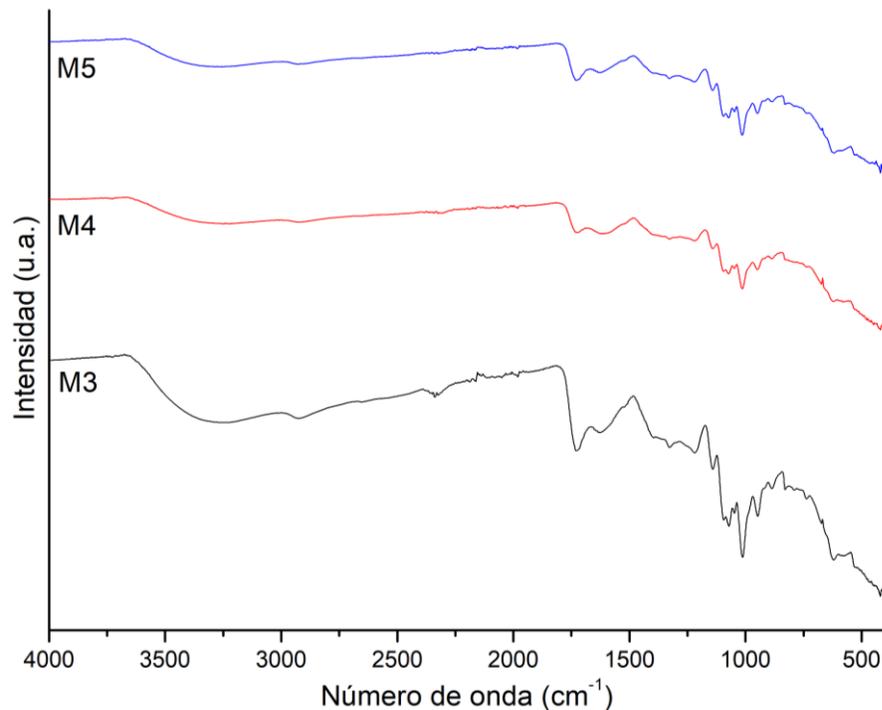
Este capítulo se subdividió de la siguiente manera:

- Complejo Ta/Hf/O/C.
- Compósito Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC.
- Evaluación de propiedades ópticas.

### 4.1 Complejo Ta/Hf/O/C

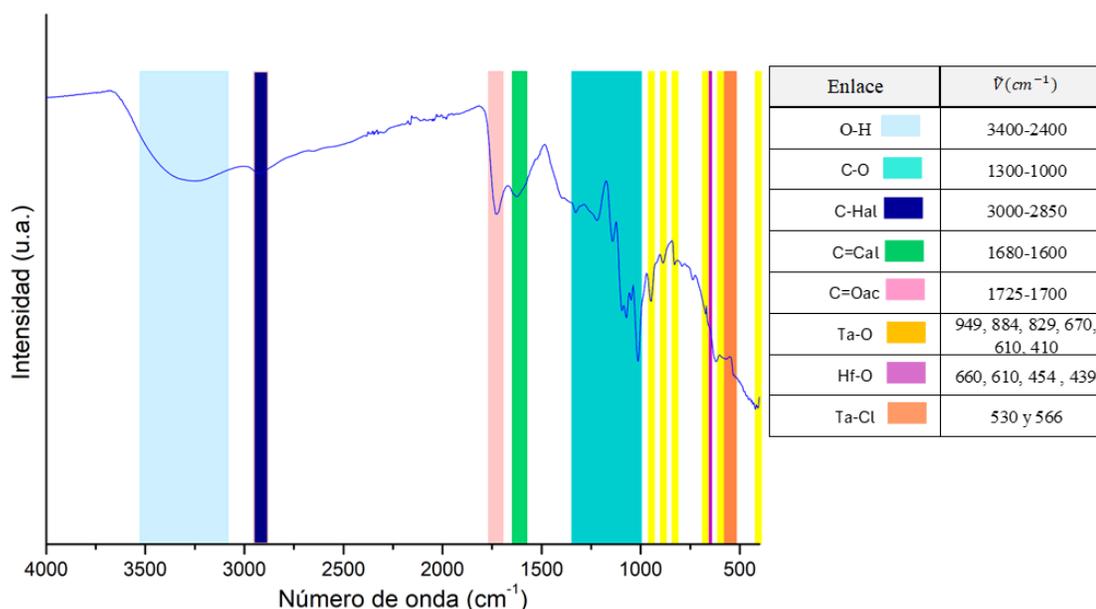
#### 4.1.1 Espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR)

En la **Figura 16** se muestran los espectros infrarrojos de los complejos Ta/Hf/O/C de las muestras M3 (relación molar Ta/Hf/C=0.9/1/8), M4 (Ta/Hf/C=0.3/1.1/8) y M5 (Ta/Hf/C=1.1/0.3/8), los cuales fueron secados a 110 °C, mostrando similitudes en sus bandas características, siguiendo el mismo comportamiento de los enlaces orgánicos e inorgánicos presentes, sin afectar la diferencia de relaciones molares en las muestras.



**Figura 16.** Espectro FTIR de las muestras M1, M2 y M3 (relación molar Ta/Hf/C=0.9/1/8), M4 (Ta/Hf/C=0.3/1.1/8) y M5 (Ta/Hf/C=1.1/0.3/8) obtenidas a 110 °C.

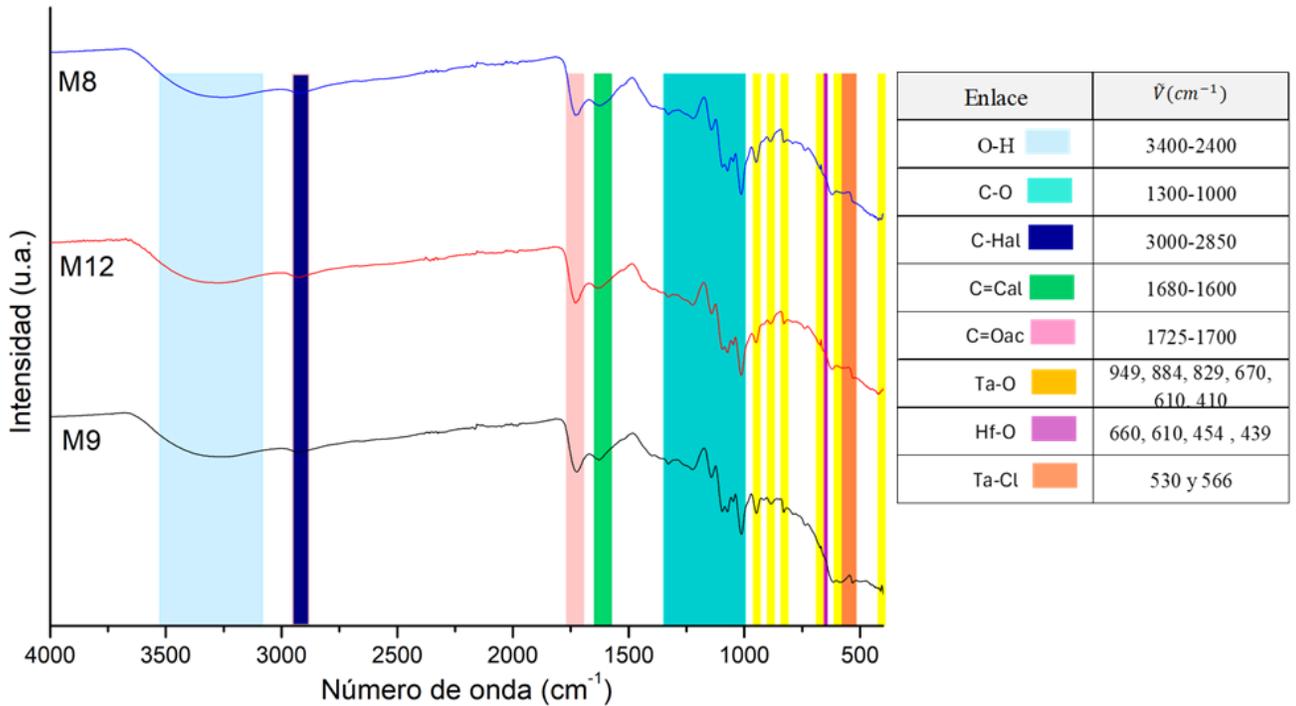
Debido a que la totalidad de muestras tienen el mismo comportamiento en sus bandas características de espectroscopía infrarroja, se describirá una de ellas (M1). La **Figura 17** muestra los resultados de las bandas características de los enlaces orgánicos e inorgánicos de los polvos del complejo Ta/Hf/O/C de la muestra M1 con relación molar Ta/Hf/C=0.9/1/8, observando un pico de absorción en  $610\text{ cm}^{-1}$  correspondiente a las vibraciones de Hf-O y Ta-O, un pico en  $865\text{ cm}^{-1}$  por los enlaces Ta-O y Hf-O. La banda a  $3200\text{ cm}^{-1}$  es debido al enlace O-H por la humedad. Otros picos en 990, 1010, 1050, 1105 y  $1150\text{ cm}^{-1}$ , son atribuidos a los enlaces C-O y C-C correspondientes a los enlaces glucósidos presentes en la pectina. Las bandas en los números de onda de  $1745\text{ cm}^{-1}$  corresponde al grupo carboxílico (C=O) asignado al estiramiento asimétrico, también una pequeña intensidad a  $2875\text{ cm}^{-1}$  corresponde al enlace C-H del grupo metileno de la pectina [19,42].



**Figura 17.** Espectro del complejo Ta/Hf/O/C de la muestra M1 (Ta/Hf/C=0.9/1/8) secado a 110 °C.

En la **Figura 18** se muestran los espectros infrarrojos de los complejos Ta/Hf/O/C de las muestras M8, M12 y M9, cuyas relaciones molares son Ta/Hf/C=0.9/1/8, Ta/Hf/C=0.9/1/12 y Ta/Hf/C=0.9/0/8, respectivamente, las cuales fueron secadas a 110 °C, mostrando similitudes en sus bandas características y siguen el mismo comportamiento de los enlaces orgánicos e inorgánicos presentes. Se observa un pico de absorción en 660, 610, 454 y 439  $\text{cm}^{-1}$  correspondiente a las vibraciones de Hf-O, unas pequeñas bandas en 949, 884, 829, 660 y 410  $\text{cm}^{-1}$  por los enlaces Ta-O-Ta y Ta-O. La banda a 3200  $\text{cm}^{-1}$  es debido al enlace O-H por la humedad. Otros picos en 1010, 1044, 1070, 1095, 1139 y 1220  $\text{cm}^{-1}$ , son atribuidos a los enlaces C-O y C-C correspondientes a los enlaces glucósidos presentes en la pectina. Las bandas en los números de onda de 1725  $\text{cm}^{-1}$  corresponde a la región del grupo carboxílico (C=O) asignado al estiramiento asimétrico, también una pequeña intensidad a 2920  $\text{cm}^{-1}$  corresponden al enlace C-H del grupo metileno de la pectina [15]. En la región de la huella dactilar aparecen unas bandas muy débiles a 530 y 566  $\text{cm}^{-1}$  asignadas al enlace Ta-Cl. A pesar de que la muestra M9 no contiene  $\text{HfCl}_4$ , los espectros presentan un comportamiento muy similar por el traslape del enlace Ta-Cl con un enlace de Hf-O que se presentan en el mismo rango de número de onda. En cuanto a la muestra con mayor cantidad de pectina (fuente de carbón) que es la M12 se observan los mismos picos característicos con la

diferencia de un pequeño desplazamiento en la intensidad atribuido a la diferencia de concentración de la misma[12,13,19].



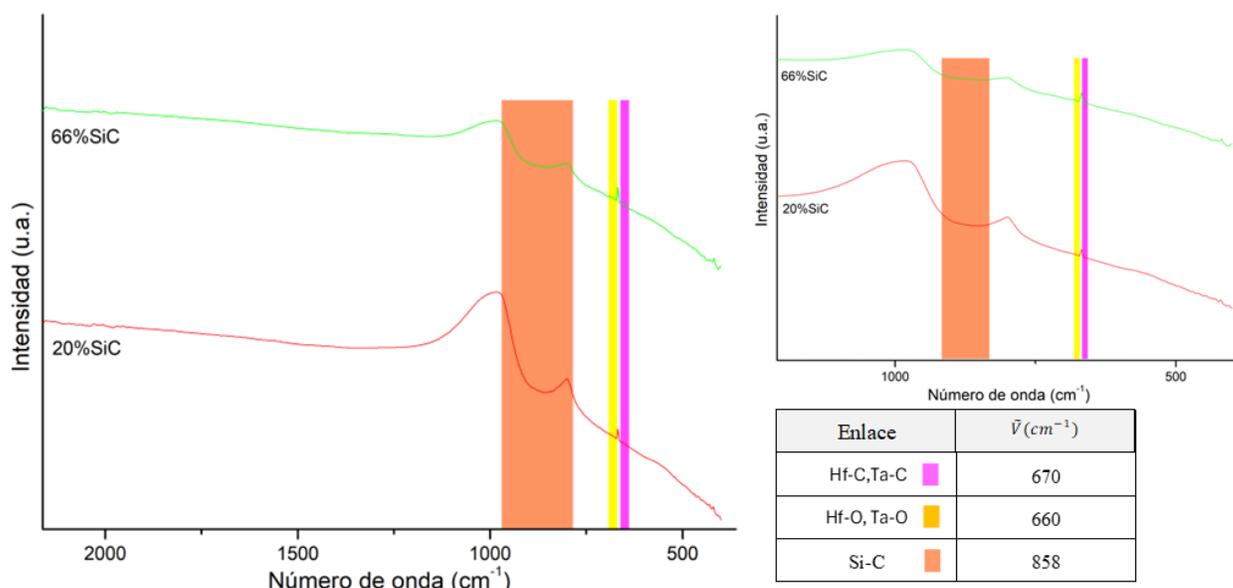
**Figura 18.** Espectros de FTIR de los complejos de las muestras M8 (Ta/Hf/C=0.9/1/8), M12(Ta/Hf/C=0.9/1/12) y M9(Ta/Hf/C=0.9/0/8) secadas a 110 °C.

## 4.2 Compósito Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC

### 4.2.1 Espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR)

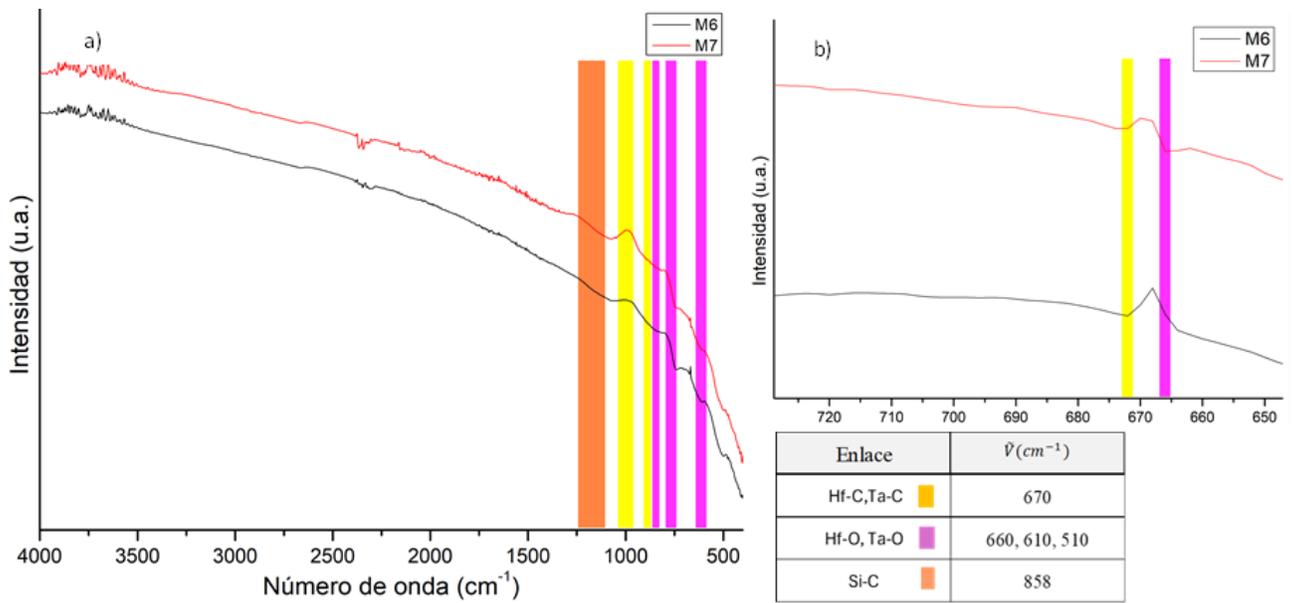
En la **Figura 19** se muestran los espectros infrarrojos de algunas muestras de los compósitos cerámicos (M2 y M8) las cuales tienen una misma relación molar (Ta/Hf/C=0.9/1/8) con diferentes cantidades de SiC (20% y 66%) y sintetizadas a 1500 °C en atmósfera de argón por 2 horas, mostrando similitudes en sus bandas características, siguiendo el mismo comportamiento de los enlaces inorgánicos presentes. Se observan algunos picos muy débiles: en 858 cm<sup>-1</sup> se muestra la presencia del pico más intenso del espectro que se atribuye al enlace Si-C del SiC [43,44], a 760 cm<sup>-1</sup> se observa la interacción del enlace Hf-O y por

último a  $670\text{ cm}^{-1}$  se observa una pequeña banda atribuida a los enlaces Ta-C y Hf-C [12,19,45,46].



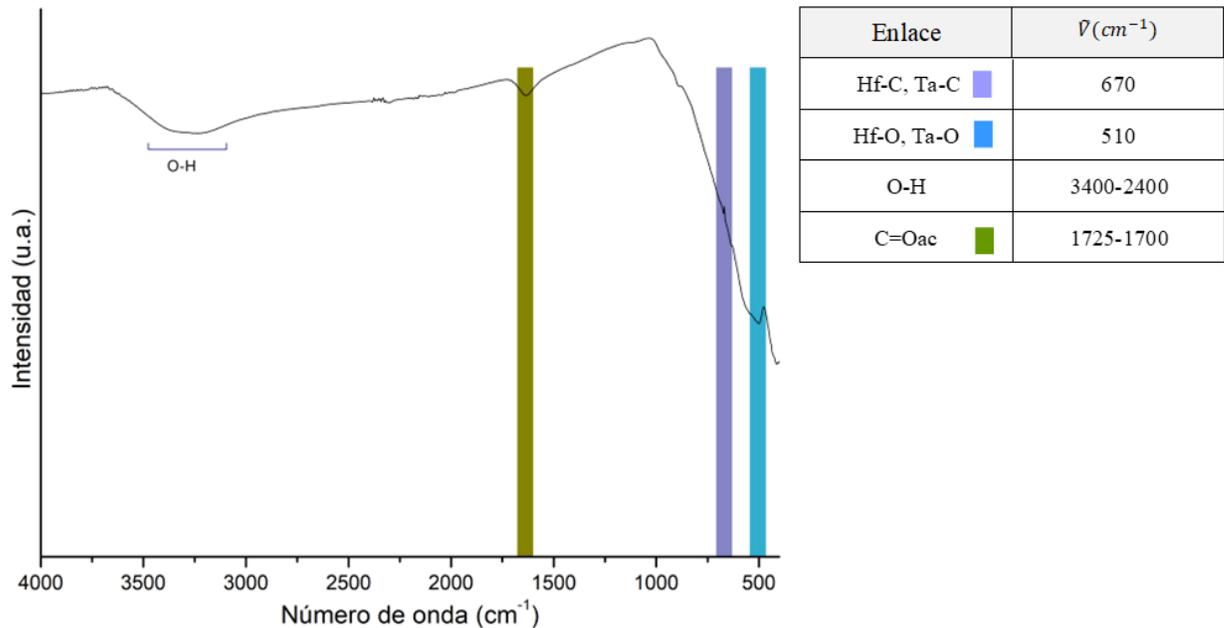
**Figura 19.** Espectros de FTIR en el rango de  $2000\text{ a }400\text{ cm}^{-1}$  de los compósitos  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5/\text{SiC}$  (muestras M8 y M1 con  $\text{Ta}/\text{Hf}/\text{C}=0.9/1/8$ ) con diferentes contenidos de SiC y sintetizadas a  $1500\text{ }^\circ\text{C}$ .

En la **Figura 20** se muestran los espectros FTIR de los compósitos  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5/\text{SiC}$  sintetizados a partir de los complejos Ta/Hf/O/C (muestras M7 y M6) con la misma relación molar  $\text{Ta}/\text{Hf}/\text{C}=0.9/1/8$  y misma cantidad de SiC (2% en peso) pero obtenidos a diferentes temperaturas: la muestra M7 a  $1300\text{ }^\circ\text{C}$  y la muestra M6 a  $1500\text{ }^\circ\text{C}$ , ambas en atmósfera de argón durante 2 horas. Se observan las bandas características débiles de sus enlaces inorgánicos: en  $830\text{ cm}^{-1}$  se observa la presencia de un pico muy débil del espectro que se atribuye al enlace Si-C del SiC [43], en  $760\text{ cm}^{-1}$  y  $510\text{ cm}^{-1}$  se observa la interacción del enlace Hf-O, en  $670\text{ cm}^{-1}$  se observa una pequeña banda atribuida a los enlaces Ta-C y Hf-C. Debido a que las muestras se sintetizaron a diferentes temperaturas es apenas perceptible una atenuación en las bandas de la muestra M6 en comparación de la muestra M7 atribuido a la deshidratación y carbonización del precursor. Se puede observar también una desaparición del pico a  $660$  (Hf-O) presente en la M7 atribuido al aumento de temperatura y la formación del carburo  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5$  [12,13,19,44–46].



**Figura 20.** a) Espectros FTIR de los compósitos  $Ta_4HfC_5/SiC$  (muestras M7 y M6 con  $Ta/Hf/C=0.9/1/8$ ) con 2% de SiC sintetizadas a 1300 y 1500 °C, respectivamente. b) Magnificación de los espectros FTIR en número de onda de 650-720  $cm^{-1}$ .

En la **Figura 21** se muestra el espectro FTIR de la muestra M5R con una relación molar  $Ta/Hf/C= 1.1/0.3/8$  sintetizada a 1500 °C en atmósfera de argón sin SiC. Se observan las bandas características de los enlaces inorgánicos de la muestra: en 3300  $cm^{-1}$  se presenta una banda referida al enlace O-H debido a la presencia de humedad dentro de la muestra, en 1630  $cm^{-1}$  de número de onda se tiene una banda del enlace C=O del grupo carboxilato lo que sugiere que las estructuras quelato de Ta y Hf están presentes en el precursor, en 900  $cm^{-1}$  se tiene una banda del enlace C-O-C [42], en 670  $cm^{-1}$  se observa una pequeña banda atribuida a los enlaces Ta-C y Hf-C y en 510  $cm^{-1}$  se observa la interacción del enlace Hf-O [12,19,45,46].

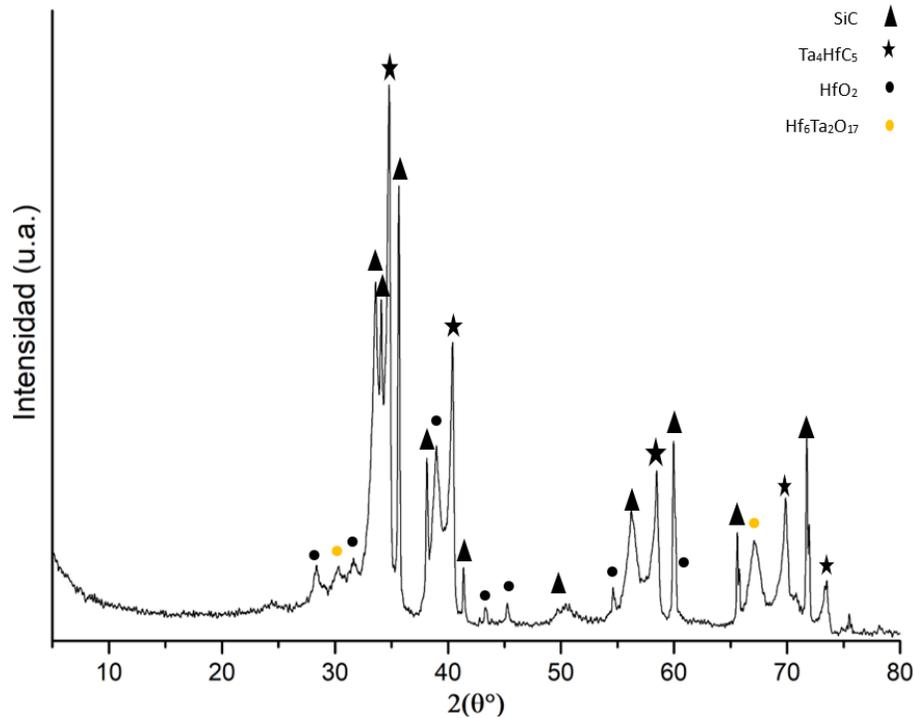


**Figura 21.** Espectro FTIR del carburo  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5$  (muestra M5R con  $\text{Ta}/\text{Hf}/\text{C}=1.1/0.3/6$ ) sintetizado a  $1500\text{ }^\circ\text{C}$ .

#### 4.2.1 Difracción de rayos X (DRX)

La **Figura 22** muestra el patrón de difracción de la muestra M1 con relación molar  $\text{Ta}/\text{Hf}/\text{C}=0.9/1/8$  referente al complejo  $\text{Ta}/\text{Hf}/\text{O}/\text{C}$  con 20% en peso de SiC y tratamiento térmico a una temperatura de  $1500\text{ }^\circ\text{C}$  en horno tubular durante 2 h en atmósfera de argón. En los difractogramas se observan los mismos picos característicos y las fases cristalinas para el SiC,  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5$ ,  $\text{Hf}_6\text{Ta}_2\text{O}_{17}$  y  $\text{HfO}_2$ . Se presentan picos característicos de  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5$  en su fase cúbica [15], SiC en su fase hexagonal (PDF#49-1428, PDF#29-1131), así como pequeñas trazas de hafnia en su fase monoclinica (m- $\text{HfO}_2$ ) (PDF#06-0318) y mínimos residuos de  $\text{Hf}_6\text{Ta}_2\text{O}_{17}$  (PDF#44-0998) en su fase ortorrómbica. Se obtuvieron 35.96% de  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5$ , 52.55% de SiC, 7.67% de  $\text{HfO}_2$  y 2.76% de  $\text{Hf}_6\text{Ta}_2\text{O}_{17}$ . De acuerdo con estos resultados se deduce que se ha formado un compuesto  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5/\text{SiC}$  con residuos de óxidos, estos residuos se atribuyen a la temperatura de síntesis ya que en la literatura [47] a mayor temperatura

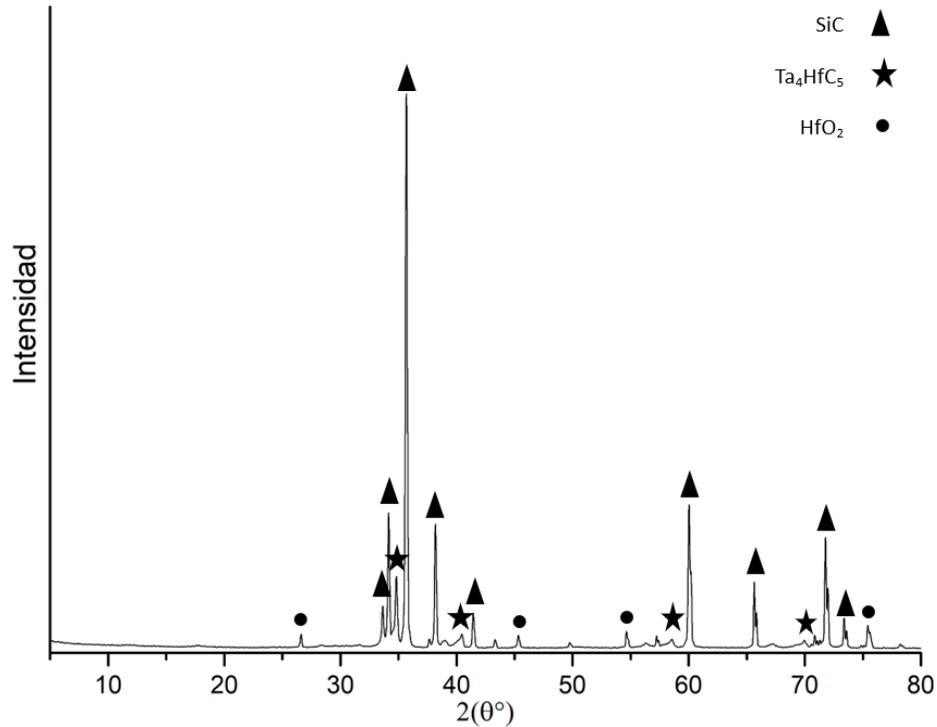
menor contenido de óxidos se obtienen y se puede observar también que la fase de hafnia ( $\text{HfO}_2$ ) es más difícil de desaparecer debido a su alto punto de fusión ( $2758\text{ }^\circ\text{C}$ ) [48].



**Figura 22.** Diffractograma del compuesto  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5/\text{SiC}$  (muestras M1  $\text{Ta}/\text{Hf}/\text{C}=0.9/1/8$ ) con 20% SiC sintetizado a  $1500\text{ }^\circ\text{C}$  por 2 h en atmósfera de argón.

La **Figura 23** muestra el patrón de difracción DRX de la muestra M2 referente al complejo Ta/Hf/O/C con 66% en peso de SiC con tratamiento térmico de  $1500\text{ }^\circ\text{C}$ . En el difractograma se observan las fases cristalinas para SiC,  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5$  y  $\text{HfO}_2$ . Se presentan picos característicos de  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5$  en su fase cúbica [15] y SiC en su fase hexagonal (PDF#49-1428, PDF#29-1131), así como también pequeñas trazas de hafnia en su fase monoclinica (m- $\text{HfO}_2$ ) (PDF#06-0318). Se obtuvo 13.85% de  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5$ , 81.17% de SiC y 4.96% de  $\text{HfO}_2$ . Por lo tanto, se deduce que se ha formado un compuesto  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5/\text{SiC}$ , con residuos de m- $\text{HfO}_2$ . En esta muestra la cantidad de óxido es menor en comparación con otras, esto se atribuye a que el

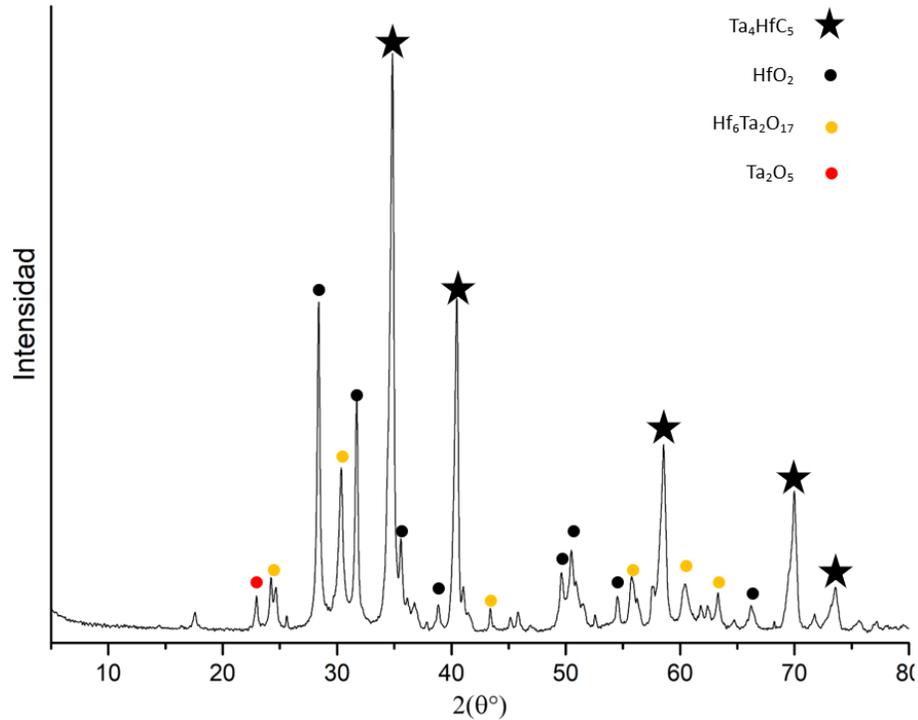
SiC ayuda a que se formen menos óxidos haciendo su función de matriz reforzante y debido a que el contenido de SiC fue del 66% se presenta mayor cantidad de fases de éste.



**Figura 23.** Difractograma del compuesto  $Ta_4HfC_5/SiC$  (muestra M2  $Ta/Hf/C=0.9/1/8$ ) con 66% SiC sintetizada a 1500 °C durante 2h en atmósfera de argón.

La **Figura 24** muestra el patrón de difracción del carburo binario  $Ta_4HfC_5$  (muestra M3) referente al complejo Ta/Hf/O/C (relación molar  $Ta/Hf/C=0.9/1/8$ ) con tratamiento térmico de 1500 °C. En el difractograma se observan las fases cristalinas para  $Ta_4HfC_5$ ,  $Hf_6Ta_2O_{17}$ ,  $Ta_2O_5$  y  $HfO_2$ . Se presentan picos característicos de  $Ta_4HfC_5$  en su fase cúbica [15], trazas de hafnia en su fase monoclinica (m- $HfO_2$ ) (PDF#06-0318) y pequeñas trazas de pentóxido de tantalio ( $Ta_2O_5$ ) (PDF#25-0922) y  $Hf_6Ta_2O_{17}$  en su fase ortorrómbica (PDF#44-0998). Se obtuvo 54.23% de  $Ta_4HfC_5$ , 33.46% de  $HfO_2$ , 8.95%  $Hf_6Ta_2O_{17}$  y 3.36% de  $Ta_2O_5$ . De acuerdo con la literatura[35], la temperatura de síntesis promovió la formación de un solo carburo con ambos metales y a partir del óxido binario  $Hf_6Ta_2O_{17}$  se promueve la consiguiente formación del carburo binario. Los óxidos formados con una mayor temperatura

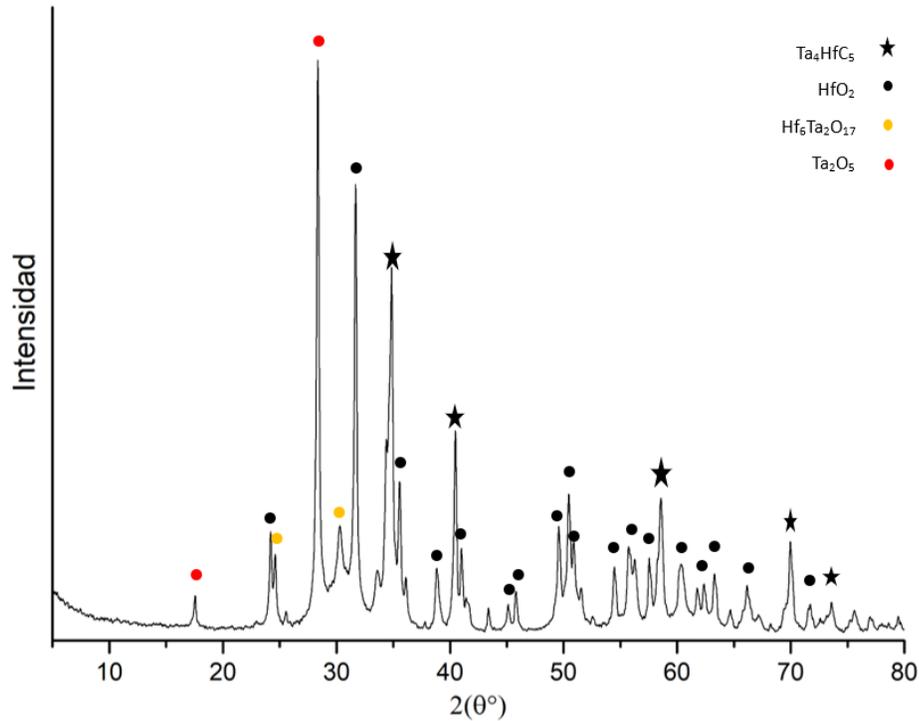
de síntesis lograrán reducirse como se puede comparar con la literatura donde utilizan temperaturas de síntesis superiores a 2000 °C [20].



**Figura 24.** Difractograma del carburo  $Ta_4HfC_5$  (muestra M3 Ta/Hf/C=0.9/1/8) sintetizada a 1500 °C por 2 h en atmósfera de argón.

La **Figura 25** muestra el patrón de difracción de la muestra M4 referente al complejo Ta/Hf/O/C (relación molar Ta/Hf/O/C=0.3/1/6) con tratamiento térmico de 1500 °C en horno tubular durante 2 h en atmósfera de argón. En el difractograma se observa la fase cristalina para el  $Ta_4HfC_5$ ,  $Hf_6Ta_2O_{17}$ ,  $Ta_2O_5$  y  $HfO_2$ . Se presentan picos característicos de  $Ta_4HfC_5$  en su fase cúbica [15], pequeñas trazas de hafnia en su fase monoclinica (m- $HfO_2$ ) (PDF#06-0318), trazas del óxido binario de hafnio y tantalio en su fase ortorrómbica (PDF#44-0998) y de pentóxido de tantalio ( $Ta_2O_5$ ) (PDF#25-0922). Se obtuvo 30.73% de  $Ta_4HfC_5$ , 47.12% de  $HfO_2$ , 3.40% de  $Ta_2O_5$  y 18.63% de  $Hf_6Ta_2O_{17}$ . Por lo tanto, se puede deducir que se ha formado un carburo binario  $Ta_4HfC_5$  con demasiado óxidos lo cual es atribuido a que la cantidad de átomos de hafnio agregados a la muestra fue mayor y de acuerdo con la

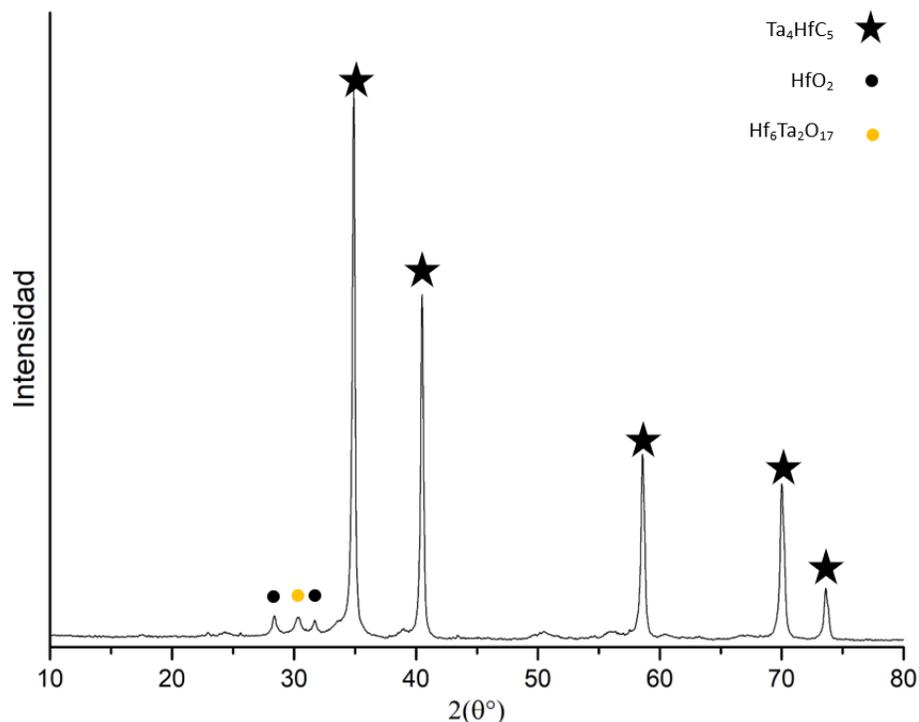
literatura[19] es más difícil que los átomos de tantalio se difundan en la red cristalina del carburo de hafnio por lo cual estos se formaron con mayor facilidad con el oxígeno formando óxidos de tantalio, hafnio y binario (hafnio-tantalio).



**Figura 25.** Difractograma del carburo binario  $Ta_4HfC_5$  (muestra M4 Ta/Hf/C=0.3/1/6) sintetizado a  $1500\text{ }^\circ\text{C}$  por 2 horas en atmósfera de argón.

La **Figura 26** muestra el patrón DRX de la muestra M5(Ta/Hf/C= 1.1/0.3/6) referente al complejo Ta/Hf/O/C con tratamiento térmico de  $1500\text{ }^\circ\text{C}$  en horno tubular durante 2 h en atmósfera de argón. En el difractograma se observa la fase cristalina para el  $Ta_4HfC_5$  y  $HfO_2$ . Se presentan picos característicos de  $Ta_4HfC_5$  en su fase cúbica [15] así como pequeñas trazas de hafnia en su fase monoclinica (m- $HfO_2$ ) (PDF#06-0318) y óxido binario de hafnio y tantalio en su fase ortorrómbica (PDF#44-0998). Se obtuvo 95.87% de  $Ta_4HfC_5$ , 2.73% de  $HfO_2$  y 1.4% de  $Hf_6Ta_2O_{17}$ . Debido a que se logró la formación de una solución sólida de TaC y HfC se observa una sola fase del carburo  $Ta_4HfC_5$  con una mínima cantidad de óxido (~4%) indicando que la relación molar Ta/Hf=1.1/0.3 (aproximadamente 4:1) es la que

presenta mejor formación del carburo sin impurezas. Esta solución de un carburo binario es formada por la difusión de las partículas de Hf en la red de TaC y debido a esto es que también por ello se observa que los picos del carburo binario se acercan más a los ángulos  $2\theta$  del TaC.



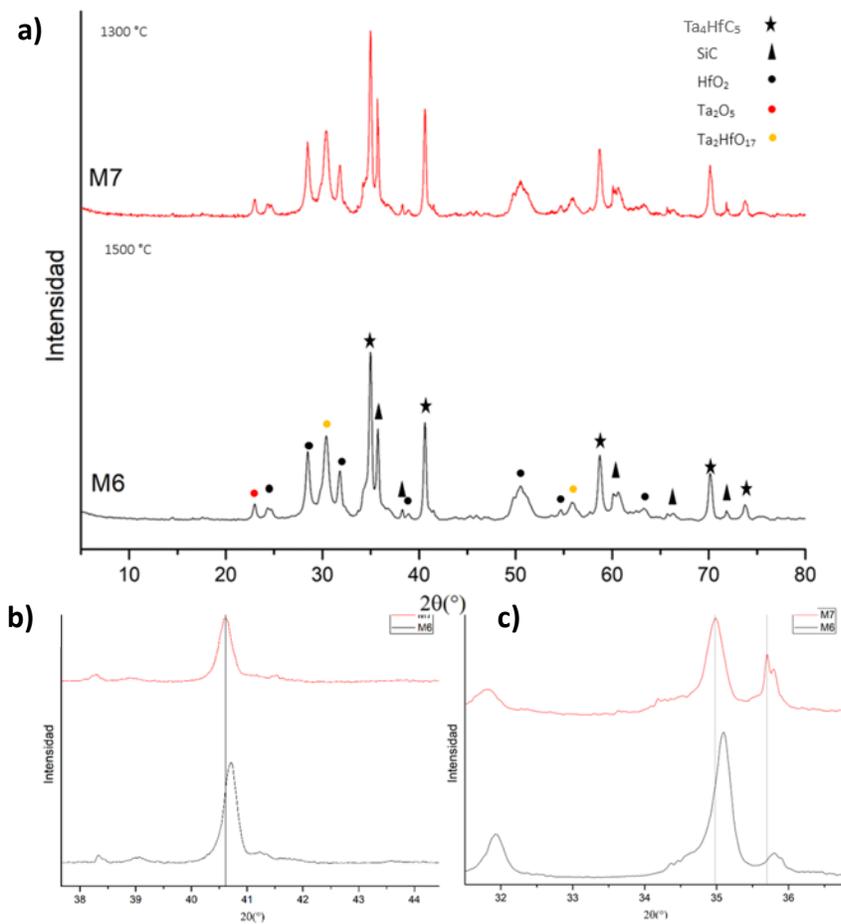
**Figura 26.** Difractograma del carburo  $Ta_4HfC_5$  (muestra M5 Ta/Hf/=1.1/0.3/6) sintetizado a 1500 °C por 2 horas en atmósfera de argón.

La **Figura 27** muestra el patrón de difracción DRX de las muestras M6 y M7 referente al complejo Ta/Hf/O/C (Ta/Hf/C=0.9/1/8) con 2% en peso de SiC con diferente tratamiento térmico: 1500 °C y 1300 °C, respectivamente, en horno tubular durante 2 h en atmósfera de argón. En el difractograma se observan las fases cristalinas para  $Ta_4HfC_5$ , SiC,  $Ta_2O_5$ ,  $Hf_6Ta_2O_{17}$  y  $HfO_2$ . Se presentan los picos de la formación de la solución sólida del carburo binario de  $Ta_4HfC_5$  [15,35], SiC en su fase hexagonal (PDF#49-1428, PDF#29-1131), así como también pequeñas trazas de hafnia en su fase monoclinica (m- $HfO_2$ ) (PDF#06-0318), trazas del óxido binario de hafnio y tantalio en su fase ortorrómbica (PDF#44-0998) y una pequeña traza de pentóxido de tantalio ( $Ta_2O_5$ ) (PDF#25-0922). En la **Tabla 2** se muestran

los porcentajes de las fases obtenidas en ambas muestras, se observa que hubo una disminución del porcentaje total de óxidos y un incremento en el porcentaje de carburo binario con el aumento de la temperatura, ya que a mayores temperaturas se promueve la disminución de los óxidos en los carburos. Por lo tanto, se puede deducir que se ha formado un compuesto  $Ta_4HfC_5/SiC$ , con residuos de óxidos. A medida que aumenta la temperatura se observa un desplazamiento e intensidad de los picos de  $Ta_4HfC_5$  a ángulos mayores debido a la formación de éste ya que se tiene una disminución en el parámetro de red por la solución de los átomos de Hf en la red de TaC. Los óxidos presentes se atribuyen a la probable transformación de los carburos individuales de TaC y HfC en la solución, ya que el HfC tiene una temperatura de formación inicial más alta que TaC lo que indica que la formación del TaC tiene prioridad sobre la formación de HfC y por ello la presencia de hafnia [19,20].

**Tabla 2.** Comparación de las fases presentes en el compuesto  $Ta_4HfC_5/SiC$  en función de la temperatura.

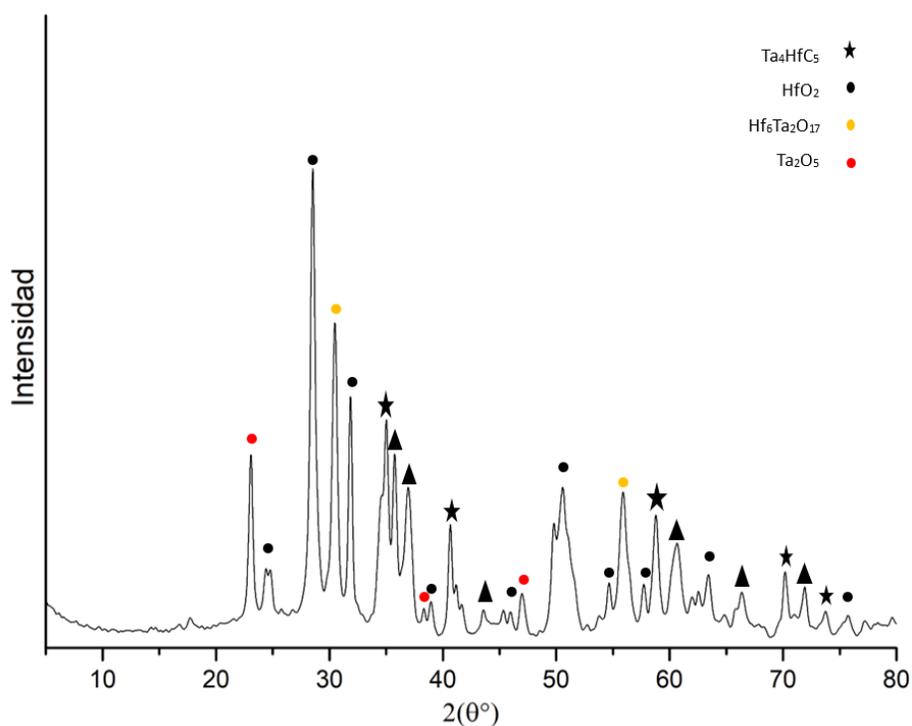
Fase	%M7(1300 °C)	%M6 (1500 °C)
$Ta_4HfC_5$	45.6	53
SiC	17.8	13.3
HfO <sub>2</sub>	21.6	23.9
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1.4	0.9
Ta <sub>2</sub> HfO <sub>17</sub>	13.7	7



**Figura 27.** a) Difractograma de los compósitos  $Ta_4HfC_5/SiC$  (muestras M6 y M7  $Ta/Hf/C=0.9/1/8$ ) sintetizados a 1500 y 1300 °C en atmósfera de argón con 2% de SiC. b) y c) acercamiento de los picos a 40.5 y 35 °.

La **Figura 28** muestra el patrón de difracción DRX de la muestra M12 referente al complejo Ta/Hf/O/C ( $Ta/Hf/C=0.9/1/12$ ) con 3% de peso de SiC y tratamiento térmico de 1500 °C en horno tubular durante 2 h en atmósfera de argón. En el difractograma se observan las fases cristalinas para  $Ta_4HfC_5$ , SiC,  $Ta_2O_5$ ,  $Hf_6Ta_2O_{17}$  y  $HfO_2$ . Se presentan los picos de la formación de la solución sólida del carburo binario de  $Ta_4HfC_5$  [23], [24], SiC en su fase hexagonal (PDF#49-1428, PDF#29-1131), así como picos de hafnia en su fase monoclinica (m- $HfO_2$ ) (PDF#06-0318), picos del óxido binario de hafnio y tantalio en su fase ortorrómbica (PDF#44-0998) y picos de pentóxido de tantalio ( $Ta_2O_5$ ) (PDF#25-0922). Se obtuvo 14.37% de  $Ta_4HfC_5$ , 14.61% de SiC, 42.41 % de  $HfO_2$ , 13.13%  $Ta_2O_5$  y 14.37%

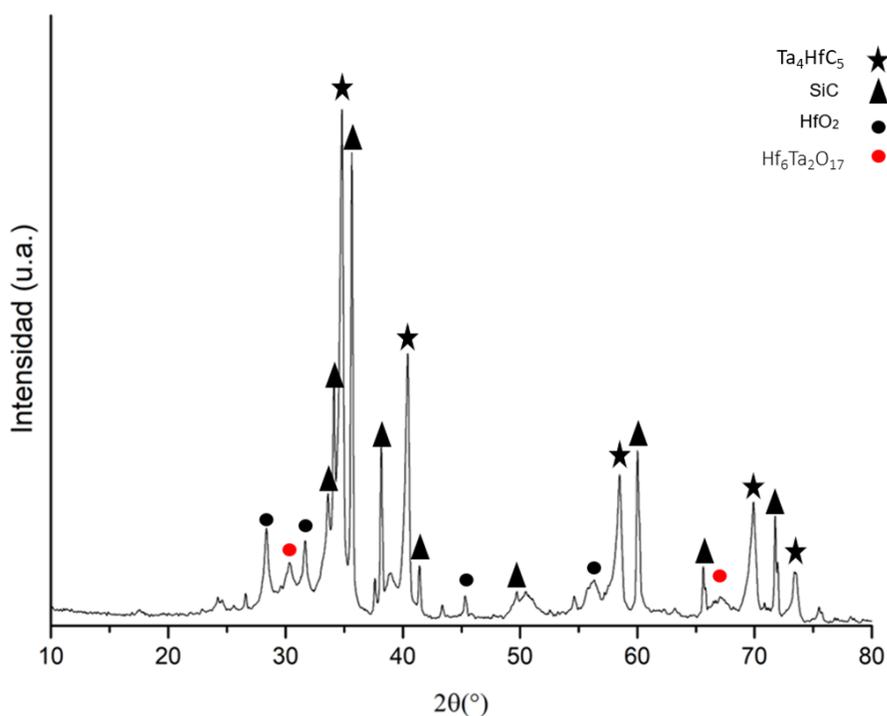
$\text{Hf}_6\text{Ta}_2\text{O}_{17}$ . Por lo tanto, se puede deducir que se ha formado un compuesto  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5/\text{SiC}$  con residuos de óxidos. Se observa mayor porcentaje de óxidos presentes que se atribuyen al aumento de la fuente de carbono (pectina) ya que el contenido de carbono en el material hace que reaccione más con el oxígeno que puede estar presente en el proceso de síntesis y concluyendo que se obtiene menor porcentaje de óxido con la relación de carbono de las muestras anteriores debido a que la relación molar  $\text{Ta}/\text{Hf}/\text{C}=1.1/0.3/8$  es la que mejor resultado presenta y que se ha utilizado con anterioridad en base a la literatura [17], [25].



**Figura 28.** Difractograma del compuesto  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5/\text{SiC}$  (muestra M12  $\text{Ta}/\text{Hf}/\text{C}=0.9/1/12$ ) sintetizado a  $1500^\circ\text{C}$  por 2 horas en atmósfera de argón.

La **Figura 29** muestra el patrón de difracción DRX de la muestra M8 referente al complejo  $\text{Ta}/\text{Hf}/\text{O}/\text{C}$  con 20% en peso de  $\text{SiC}$  con tratamiento térmico de  $1500^\circ\text{C}$  en horno tubular durante 2 h en atmósfera de argón. En el difractograma se observan las fases cristalinas para  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5$ ,  $\text{SiC}$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Ta}_2\text{HfO}_{17}$  y  $\text{HfO}_2$ . Se presentan los picos de la formación de la solución sólida del carburo binario de  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5$  [23], [24],  $\text{SiC}$  en su fase hexagonal (PDF#49-1428, PDF#29-1131), así como también pequeñas trazas de hafnia en su fase monoclinica (m-

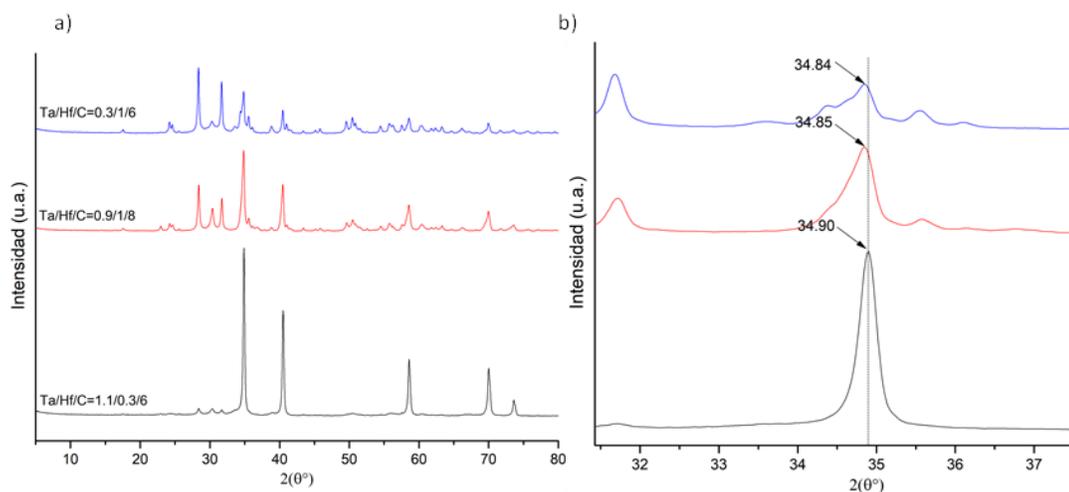
HfO<sub>2</sub>) (PDF#06-0318), trazas del óxido binario de hafnio y tantalio en su fase ortorrómbica (PDF#44-0998) y una pequeña traza de pentóxido de tantalio (Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) (PDF#25-0922). Para la muestra M8 se obtuvo 44% de Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>, 36% de SiC, 14 % de HfO<sub>2</sub> y 6% Ta<sub>2</sub>HfO<sub>17</sub>. Por lo tanto, se puede deducir que se ha formado un compósito Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC con un 20% de residuos de óxidos. A medida que aumenta la temperatura se observa un desplazamiento e intensidad de los picos de Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> a ángulos mayores debido a la formación de éste ya que se tiene un aumento en el parámetro de red por la solución de los átomos de Hf en la red de TaC. Los óxidos presentes se atribuyen a la probable transformación de los carburos individuales de TaC y HfC en la solución, ya que el HfC tiene una temperatura de formación inicial más alta que TaC lo que indica que la formación del TaC tiene prioridad sobre la formación de HfC y por ello la presencia de hafnia [17], [25].



**Figura 29.** Difractograma del compósito Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC (muestra M8 Ta/Hf/C=0.9/1/8) con 20% de SiC y tratamiento térmico de 1500 °C por 2 horas en atmósfera de argón.

La **Figura 30** muestra los difractogramas del carburo Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> sintetizado con diferentes relaciones molares y con tratamiento térmico de 1500 °C en atmósfera de argón por 2 horas observando un cambio constante en los picos en función de la composición de las muestras,

es decir, diferentes relaciones molares (**Figura 30** (a)). El aumento en la posición del pico  $2\theta$  en  $34\text{-}35^\circ$  debido al aumento de contenido de Ta provoca que los picos del carburo  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5$  se desplacen a ángulos mayores como se observa en la *Figura 30* (b). Para la relación  $\text{Ta/Hf/C}=0.9/1/8$  se tiene un parámetro de  $4.4560 \text{ \AA}$  y para la relación  $\text{Ta/Hf/C}=1.1/0.3/6$  un parámetro menor de  $4.449 \text{ \AA}$  cuyos valores fueron calculados de acuerdo con la Ley de Bragg. Esa pequeña disminución es debida a que como el radio atómico de Hf es mayor ( $144 \text{ pm}$ ) que el radio atómico de Ta ( $138 \text{ pm}$ ) a medida que se aumenta el contenido de Ta en las muestras y como los átomos de Hf están disueltos en la red de TaC se disminuye el parámetro de red de la solución sólida  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5$  y en cambio para las muestras con relación  $\text{Ta/Hf/C}=0.3/1/6$  con parámetro de red de  $4.4563$  y  $\text{Ta/Hf/C}=0.9/1/8$  con parámetro de  $4.456$  no se tuvo un cambio considerable debido al radio atómico más pequeño de Ta en comparación con el de Hf y una menor tasa de disolución la cual puede observarse en la **Figura 30** (a) donde la muestra con mayor contenido de Hf presenta más impurezas [49].



**Figura 30.** a) Difractogramas del carburo  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5$  sintetizado con diferentes relaciones molares y con tratamiento térmico de  $1500 \text{ }^\circ\text{C}$  en atmósfera de argón por 2 horas, b) acercamiento de los picos de  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5$  de  $2\theta$  entre  $34$  y  $36^\circ$ .

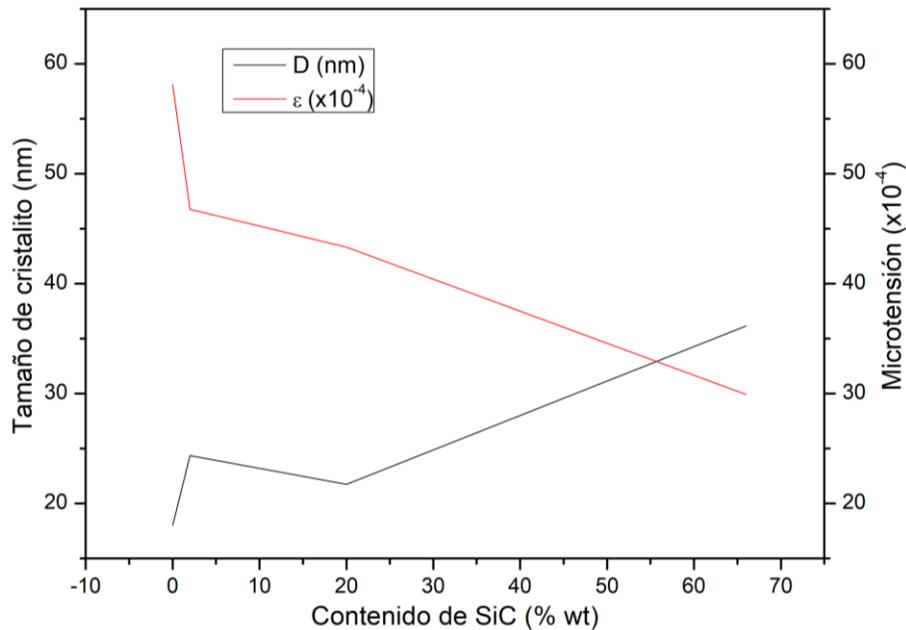
En la **Tabla 3** se presentan los parámetros de red de diferentes muestras con misma relación molar ( $\text{Ta/Hf/C}=0.9/1/8$ ) y diferentes contenidos de SiC y las fases que presentan que es de tipo FCC para este carburo binario  $\text{Ta}_4\text{HfC}_5$ , cuyos valores fueron calculados con las ecuaciones de la ley de Bragg. Se observa que las pequeñas variaciones en los parámetros de

red están relacionadas con las variaciones en el tamaño de cristalito (D) a medida que el tamaño de cristalito aumenta el parámetro de red disminuye debido a que el crecimiento de grano proporciona una mejor redistribución de la red y por lo tanto una pequeña disminución del parámetro de red [50]. Estos parámetros de red son valores similares a los que se han reportado en la literatura sobre este carburo binario [19].

*Tabla 3. Características estructurales en función del contenido de SiC.*

Muestra (Ta/Hf/C=0.9/1/8)	SiC (% wt)	Fase	Parámetro de red (Å)	Tamaño de cristalito D (nm)	Microtensión $\epsilon$ ( $\times 10^{-4}$ )
M3	0	FCC	4.456	18.02	58.12
M6	2	FCC	4.424	24.35	46.77
M8	20	FCC	4.461	21.74	43.3
M2	66	FCC	4.458	36.15	29.91

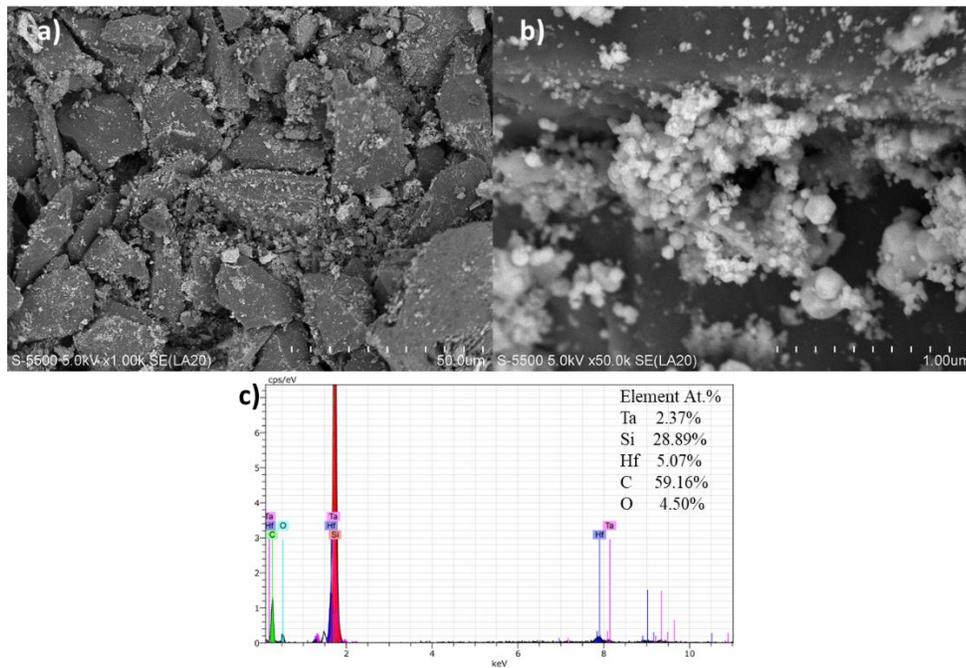
En la **Figura 31** se muestra la gráfica del tamaño de cristalito y las microtensiones del compuesto  $Ta_4HfC_5/SiC$  en función del incremento del contenido de SiC en las muestras con una misma relación molar (Ta/Hf/C=0.9/1/8). Se observa que a medida que aumenta el contenido de SiC disminuye las microtensiones y aumenta el tamaño de cristalito de manera simultánea lo cual es atribuido a la introducción de partículas de SiC en la matriz de  $Ta_4HfC_5$  que al tener granos más grandes se reducen las dislocaciones en los límites de granos promoviendo que se produzcan menos tensiones internas en el material lo cual le da una mejor estabilidad estructural [50,51].



**Figura 31.** Tamaño de cristalito y microtensión del compuesto  $Ta_4HfC_5/SiC$  en función del contenido de SiC.

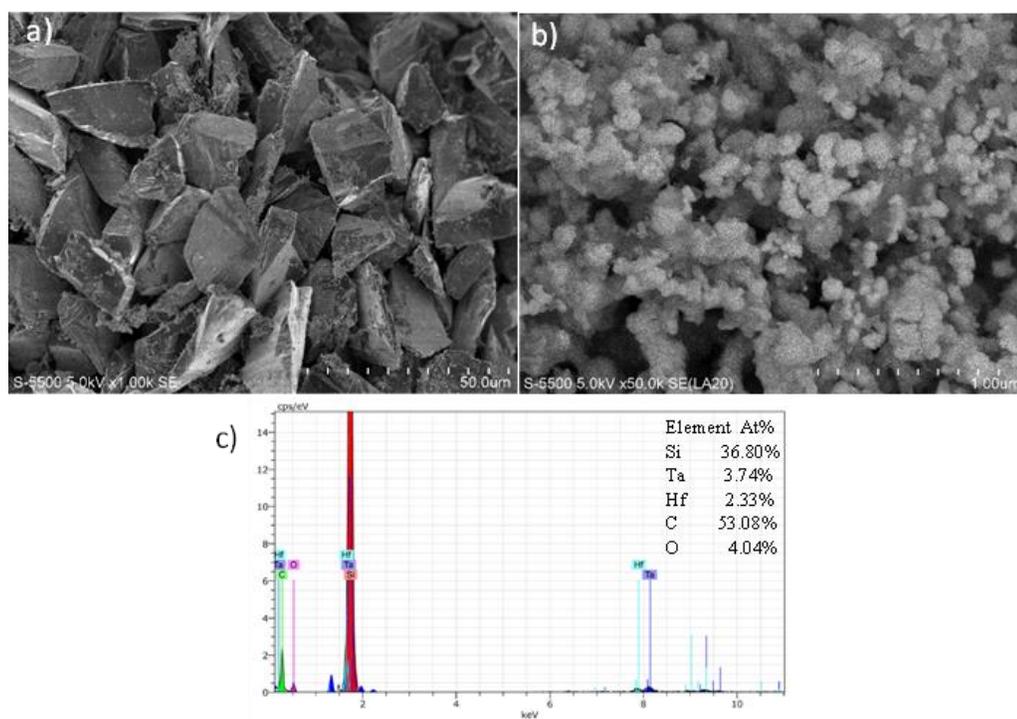
#### 4.2.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM) con espectroscopía de energía dispersiva (EDS)

La **Figura 32** (a-b) muestra micrografías de SEM del compuesto  $Ta_4HfC_5/SiC$  (muestra M1 Ta/Hf/C=0.9/1/8) observando las partículas de  $Ta_4HfC_5$  incrustadas en las partículas de SiC. Las partículas presentan una morfología semiesférica para  $Ta_4HfC_5$  y forma alargada e irregular para SiC. Se obtuvo un tamaño promedio de partícula de  $\approx 15 \mu m$  para SiC y  $\approx 200-300 \text{ nm}$  para  $Ta_4HfC_5$ . La **Figura 32** (c) muestra el análisis de espectroscopía de rayos X de energía dispersa (EDS), el cual indica la presencia de Ta con 2.37%, Hf con 5.07%, Si con 28.89%, C con 59.16% y O con 4.50%. La cantidad de oxígeno se atribuye a la fase de  $HfO_2$  presente en el material. Este resultado coincide con el resultado de las fases cristalinas obtenidas por DRX y corrobora la obtención de un material cristalino con tamaño de partícula nanométrico mediante la formación de un compuesto  $Ta_4HfC_5/SiC$  con residuos de hafnia en fase monoclinica (m- $HfO_2$ ).



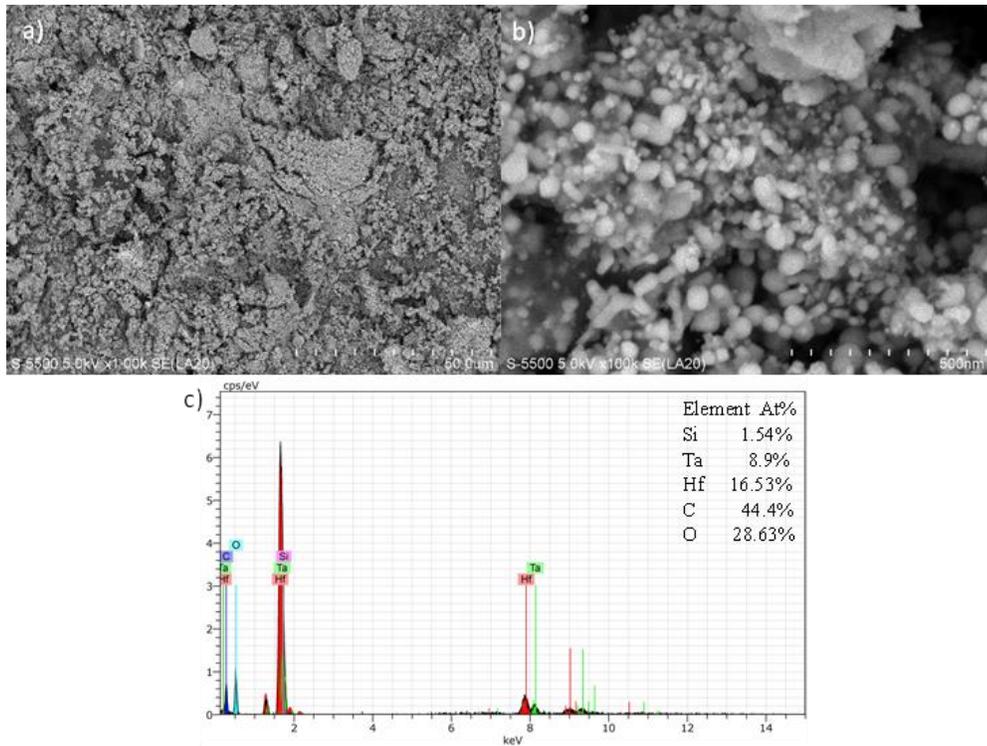
**Figura 32.** Compósito  $Ta_4HfC_5/SiC$  (muestra M1  $Ta/Hf/C=0.9/1/8$ ) con 20% en peso de SiC: (a-b) Micrografías SEM, (c) Análisis EDS.

La **Figura 33** (a-b) muestra las micrografías SEM del compósito  $Ta_4HfC_5/SiC$  (muestra M2  $Ta/Hf/C=0.9/1/8$ ) con 60% de SiC observando las partículas de  $Ta_4HfC_5$  incrustadas en el SiC y presentan una morfología semiesférica para  $Ta_4HfC_5$  y cúbica para  $HfO_2$  con forma alargada e irregular para SiC. Se obtuvo un tamaño promedio de partícula de  $\approx 15 \mu m$  para el SiC y  $\approx 200 nm$  para  $Ta_4HfC_5$ . La **Figura 33** (c) muestra el análisis de espectroscopia de rayos X de energía dispersa (EDS), indicando la presencia de Ta en un 3.74%, Hf con 2.33%, Si con 36.80%, C con 53.08% y O con 4.04%. La cantidad de oxígeno se atribuye a la fase de  $HfO_2$  presente en el material, corroborando los análisis DRX en la formación del compósito de  $Ta_4HfC_5/SiC$  con residuos de m- $HfO_2$ .



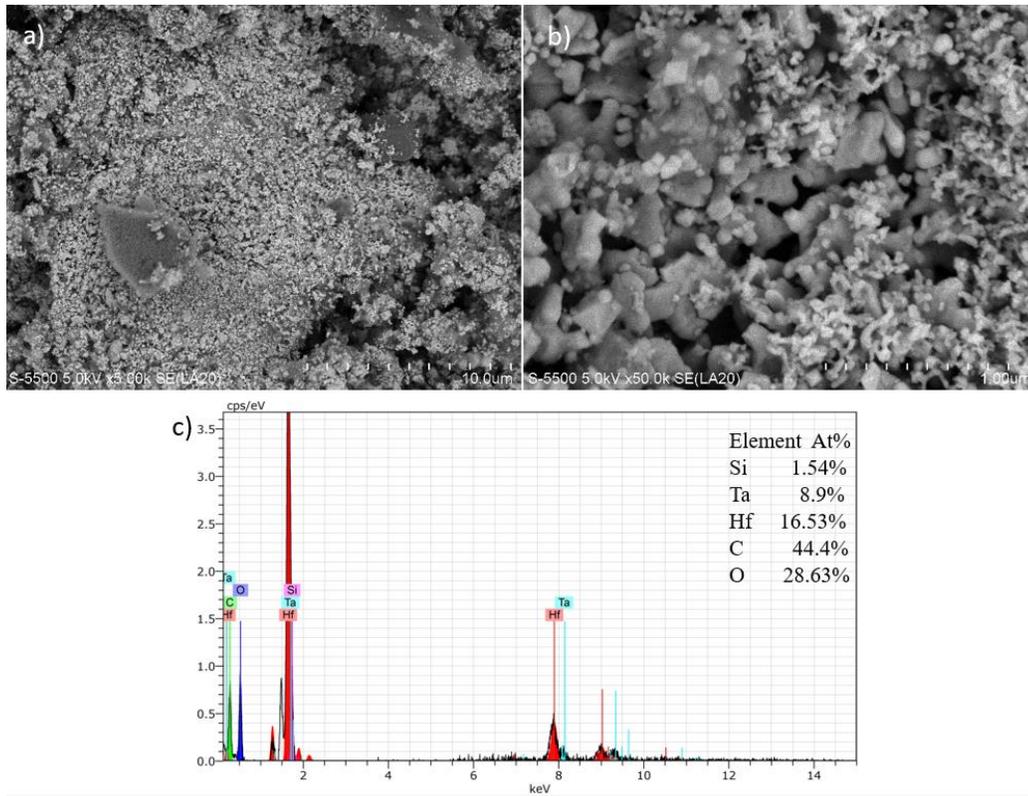
**Figura 33.** Compósito  $Ta_4HfC_5/SiC$  (muestra M2  $Ta/Hf/C=0.9/1/8$ ) con 66% en peso de SiC: (a-b) Micrografías SEM, (c) Análisis EDS.

La **Figura 34** (a-b) muestra micrografías SEM del compuesto  $Ta_4HfC_5/SiC$  (muestra M3  $Ta/Hf/C=0.9/1/8$ ) observando partículas de  $Ta_4HfC_5$  con una morfología semiesférica. Se obtuvo un tamaño promedio de partícula de  $Ta_4HfC_5 \approx 50$  nm. La **Figura 34** (c) muestra al análisis de espectroscopia de rayos X de energía dispersa (EDS), el cual indica la presencia de Ta con un valor de 8.9%, Hf con 16.53%, Si con 1.54%, C con 44.4% y O con 28.63%. El pequeño contenido de silicio puede atribuirse a impureza en el portamuestras, mientras que la cantidad de oxígeno se atribuye a las fases de  $m-HfO_2$  y  $Ta_2Hf_6O_5$  presentes en el material corroborando los resultados de DRX que mostraron la formación de un carburo binario  $Ta_4HfC_5$  con residuos de  $m-HfO_2$  y  $Ta_2Hf_6O_5$ , se observa también mayor cantidad de contenido de oxígeno en comparación que las muestras que tienen SiC concluyendo que la adición de SiC no promueve la formación de óxidos.



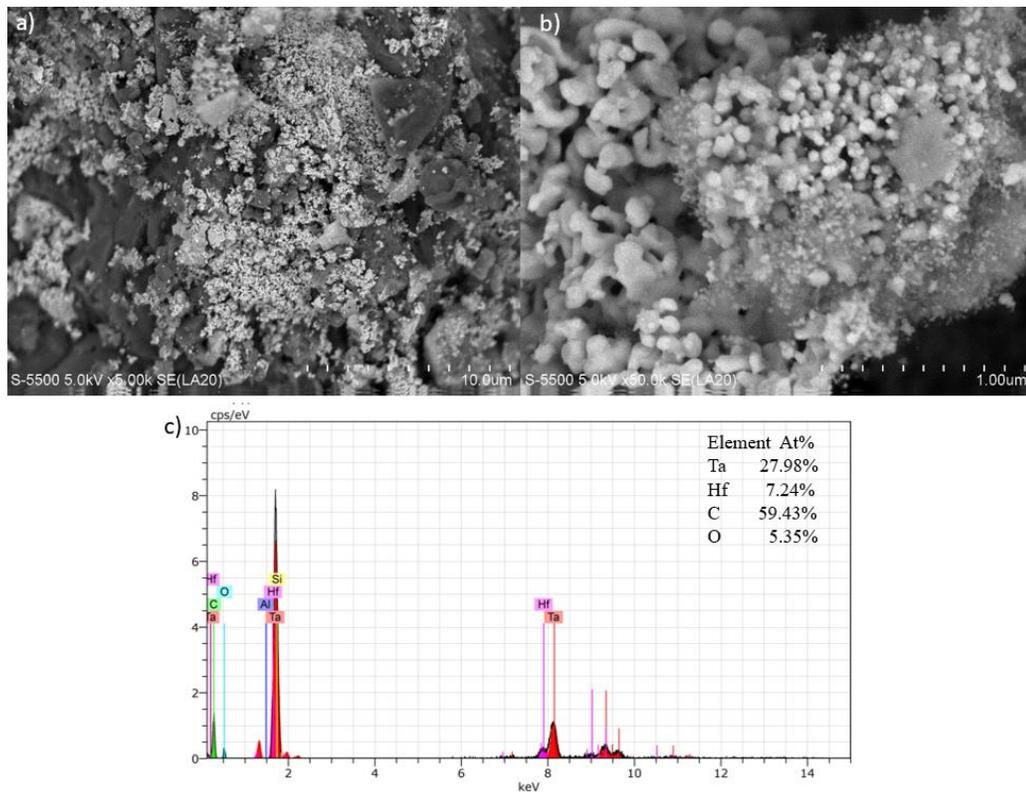
**Figura 34.** Carburo binario  $Ta_4HfC_5$  (muestra M3  $Ta/Hf/C=0.9/1/8$ ): (a-b) Micrografías SEM, (c) Análisis EDS.

La **Figura 35** (a-b) muestra micrografías SEM de la muestra M4 observando partículas de  $Ta_4HfC_5$  y residuos de  $HfO_2$ . Se presenta morfología semiesférica para  $Ta_4HfC_5$  y esférica para las partículas de  $HfO_2$ . Se obtuvo un tamaño promedio de partícula de  $\approx 150$  nm para  $Ta_4HfC_5$  y  $\approx 40$  nm para  $HfO_2$ . La **Figura 35** (c) muestra el análisis de espectroscopia de rayos X de energía dispersa (EDS), el cual indica la presencia de Ta con un valor de 4.35%, Hf con 17.84%, C con 50.56% y O con 25.15%. La cantidad de oxígeno se atribuye a las fases de  $HfO_2$  y  $Hf_6Ta_2O_{17}$  presentes en el material, corroborando estos resultados con los análisis DRX con la formación de un carburo binario  $Ta_4HfC_5$  con residuos de m- $HfO_2$  y  $Hf_6Ta_2O_{17}$ .



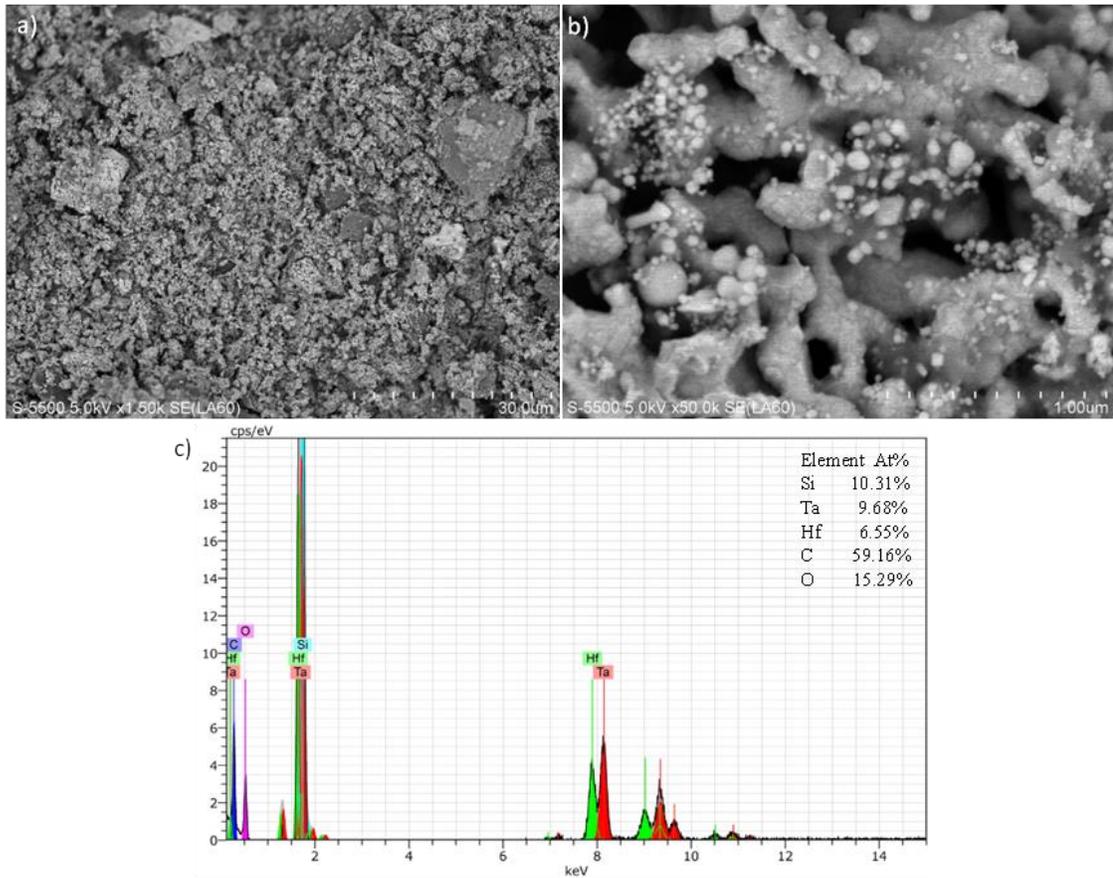
**Figura 35.** Carburo  $Ta_4HfC_5$  (muestra M4 Ta/Hf/=0.3/1/6): (a-b) Micrografías SEM, (c) Análisis EDS.

La **Figura 36** (a-b) muestra micrografías SEM de la muestra M5 observando partículas de  $Ta_4HfC_5$  con una morfología semiesférica y de hafnia (m- $HfO_2$ ) con morfología esférica. Se obtuvo un tamaño promedio de partícula de  $\approx 200$  nm para el  $Ta_4HfC_5$  y un tamaño promedio de partícula de  $\approx 50$  nm. La **Figura 36** (c) muestra el análisis de espectroscopia de rayos X de energía dispersa (EDS), el cual indica la presencia de Ta con un valor de 25.98%, Hf con 7.24%, C con 59.43% y O con 5.35%. La cantidad de oxígeno se atribuye a la fase de  $HfO_2$  presente en el material, corroborando los resultados de DRX con la formación de un carburo binario  $Ta_4HfC_5$  con un pequeño residuo de m- $HfO_2$ .



**Figura 36.** Carburo  $Ta_4HfC_5$  muestra M5  $Ta/Hf/C=1.1/0.3/6$ : (a-b) Micrografía SEM, (c) Análisis EDS.

En la **Figura 37** (a-b) se muestran las micrográficas SEM de la muestra M6  $Ta_4HfC_5/SiC$ , con relación molar  $Ta/Hf/C=0.9/1/8$ , sintetizada a  $1500\text{ }^\circ\text{C}$ , en horno tubular y atmósfera de argón, observando un material con morfología irregular con un promedio de tamaño de partícula de  $\approx 200\text{-}300\text{ nm}$  para el  $Ta_4HfC_5$  y  $\approx 15\text{ }\mu\text{m}$  para el SiC. Se presentan partículas más pequeñas con forma esférica y cúbica atribuidas a los óxidos  $HfO_2$  y  $Ta_2O_5$  con tamaño promedio de partícula de  $\approx 30\text{ nm}$ . La cantidad de oxígeno se atribuye a las fases de  $HfO_2$ ,  $Ta_2O_5$  y  $Ta_2HfO_{17}$  presentes en el material corroborando los resultados de DRX que mostraron la formación de  $Ta_4HfC_5$  con pequeños residuos de óxidos [17].

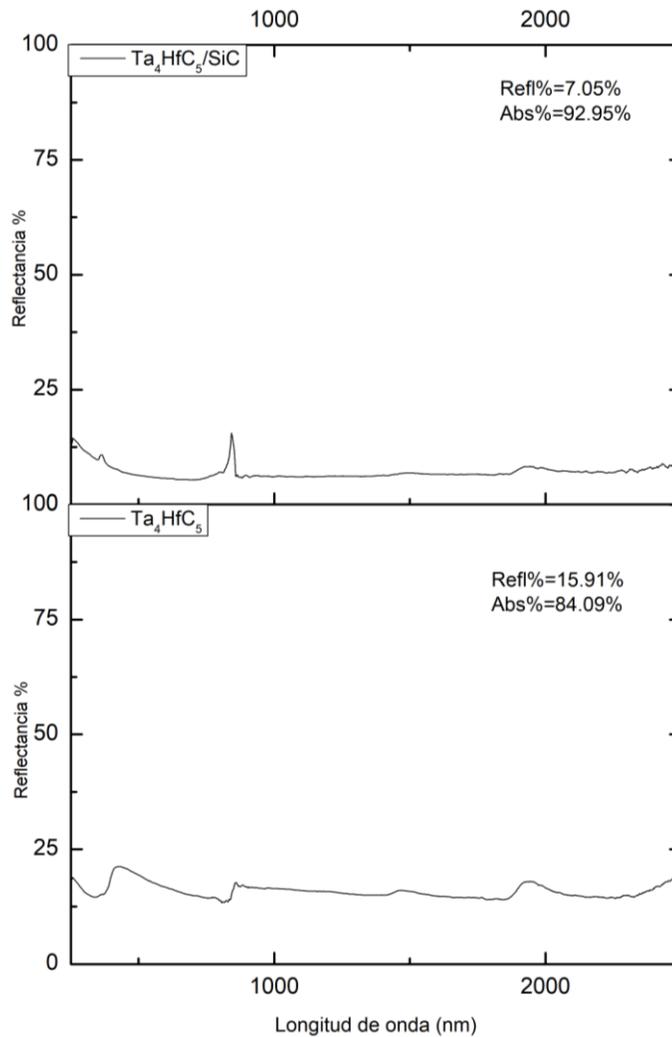


**Figura 37.** Compósito Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC (muestra M6 Ta/Hf/C=0.9/1/8) con 2% en peso de SiC. (a-b) Micrografías SEM y c) análisis EDS.

## 4.3 Propiedades ópticas

### 4.3.1 Espectroscopía ultravioleta-visible-infrarrojo cercano (UV-Vis-NIR)

Un receptor solar ideal que trabaja en altas temperaturas debe presentar alta absorptividad y baja emisividad en el rango del espectro solar (250-2500 nm de longitud de onda). Con el objetivo de evaluar las propiedades ópticas del compuesto cerámico sintetizado se realizó la medición de reflectancia difusa por medio de su análisis con espectrofotómetro UV-Vis-NIR. La **Figura 38** representa el espectro con los resultados obtenidos de reflectancia difusa para el compuesto cerámico  $Ta_4HfC_5/SiC$  (2% SiC) y el carburo binario  $Ta_4HfC_5$ , ambos con una relación molar de  $Ta/Hf/C=0.9/1/8$  realizado en el intervalo UV-Vis-NIR, observando que se obtuvo una reflectancia promedio de 0.06 para el compuesto, es decir, este material absorbe 93.48% de radiación solar y una reflectancia promedio de 0.16 para el carburo binario, absorbiendo un 83.96% de radiación solar. La muestra que presenta valores más bajos de reflectancia es la que tiene SiC, lo que significa que es buen absorbedor de radiación solar y que el SiC es un buen material reforzante. Aun así, la muestra del carburo binario también exhibe buenos valores de absorptancia por lo que tanto el carburo hafnio como el carburo de tantalio son excelentes carburos para aplicaciones como receptores solares donde además de absorber buena cantidad de radiación solar, resisten a ambientes hostiles con temperaturas elevadas. Los compósitos cerámicos son una opción muy eficaz para receptores solares ya que al combinar las propiedades del conjunto de materiales se obtuvieron muy buenos resultados.



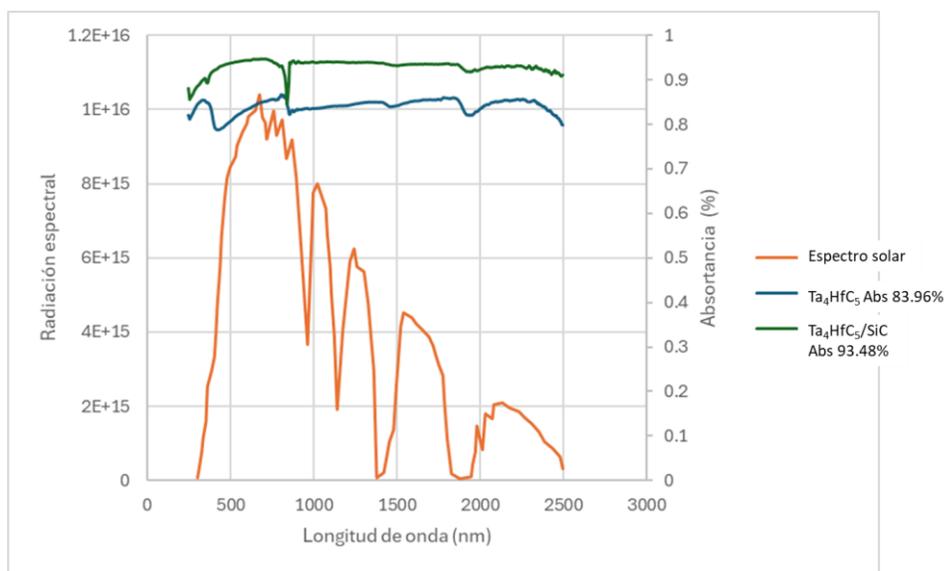
**Figura 38.** Espectro UV-Vis-NIR del compuesto  $Ta_4HfC_5/SiC$  y el carburo  $Ta_4HfC_5$ .

La absorción de una superficie es la cantidad de radiación que logra incidir sobre la superficie de un material que puede absorber. Esta en función de la reflectancia del material y está dada por la fórmula:

$$Absortancia \alpha = \frac{\int_{305 \text{ nm}}^{2500 \text{ nm}} G_{sol}(\lambda)(1-R(\lambda))d\lambda}{\int_{305 \text{ nm}}^{2500 \text{ nm}} G_{sol}(\lambda)d\lambda} \text{----- Ecuación 7}$$

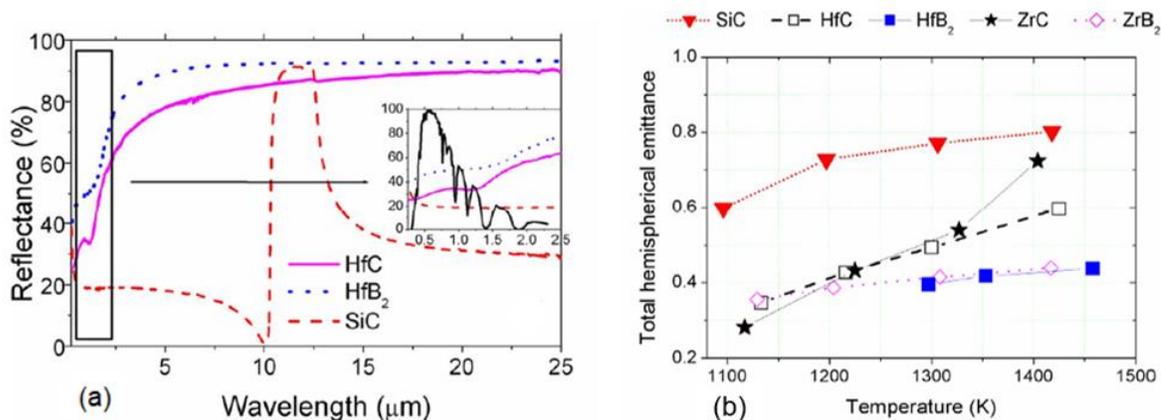
$G_{sol}(\lambda)$ =Irradiación espectral de la radiación solar en la longitud de onda ( $\lambda$ ).

Corroborando los resultados obtenidos por UV-Vis-NIR se calculó la absorptancia solar ( $\alpha$ ) en función de la reflectancia difusa, en un intervalo de 305 nm a 2500 nm, por integración sobre la distribución solar espectral. Los resultados se muestran en la **Figura 39**, la cual corresponde a los espectros de absorptancia del carburo  $Ta_4HfC_5$  ( $Ta/Hf/C=1.1/0.3/6$ ) y del compuesto  $Ta_4HfC_5/SiC$  ( $Ta/Hf/C=0.9/1/8$ ). Los valores obtenidos de la absorptancia con respecto a la integral fueron 83.96% para el carburo y 93.48% para el compuesto, muy similares a los obtenidos a partir de la reflectancia difusa. Estos valores siguen siendo muy buenos para un absorbedor solar.



**Figura 39.** Absorptancia de  $Ta_4HfC_5$  y  $Ta_4HfC_5/SiC$ .

Un grupo de investigadores italianos [26] han realizado estudios de propiedades ópticas de UHTCs para aplicaciones en receptores solares, comparando sus resultados con las propiedades del carburo de silicio, concluyendo que éste tiene mejor absorptancia, pero a la vez su emisividad es alta en comparación con las UHTCs (**Figura 40**), por lo que concluyen que las UHTCs tienen mejores propiedades para estas aplicaciones.



**Figura 40.** Comparación de propiedades ópticas de reflectancia y emitancia de diferentes UHTCs con respecto del SiC (a) Espectro de reflectancia y (b) emitancia.

Carvajal-Campos [18] obtuvo TaC sintetizado tanto en horno solar como en horno tubular a una temperatura de 1200°C en atmósfera de argón por 2 horas, obteniendo una reflectancia promedio de 0.17, lo cual es un buen valor para aplicaciones en receptores solares. Manzanarez-Salazar [12] sintetizó HfC a una temperatura de 1500 °C en atmósfera de argón por 2 horas, obteniendo un excelente valor reflectancia de 0.03. Sani et al. [27] evaluaron las propiedades ópticas por medio de la medición de reflectancia en un intervalo de 0.25 a 16.5 μm de longitud de onda y el cálculo de emisividad, lo cual fue realizado en carburos de ZrC, HfC y TaC con adición de MoSi<sub>2</sub> sinterizados a una temperatura de 1950 °C, obteniendo un tamaño de partícula de 1.5 μm y valores de reflectancia difusa entre 30-80% en un intervalo de 250-2500 nm, concluyendo que el TaC obtuvo un valor de reflectancia más baja ( $\alpha=0.37$ ), con una emisividad de  $\varepsilon=0.13$  y una relación absortancia/emitancia más alta ( $\alpha/\varepsilon=2.8$ ), considerando este carburo con mayor potencial para aplicaciones en receptores solares (con respecto a ZrC y HfC). Otras investigaciones de propiedades ópticas de UHTCs para aplicaciones en receptores solares presentan valores similares [26], [28].

Por lo tanto, considerando que los resultados obtenidos para el compuesto Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>/SiC, a excepción de los valores obtenidos por Manzanarez-Salazar [16], el valor de reflectancia es más bajo (0.07), por lo que se considera a este material cerámico con mejores propiedades

ópticas que los cerámicos obtenidos en la literatura para potencial aplicación en receptores solares de tecnología de Sistemas de Torre Central, absorbiendo más la radiación solar.

## 5 CONCLUSIONES

Se sintetizó el carburo binario  $Ta_4HfC_5$  a partir de los complejos Ta/Hf/O/C obtenidos y de acuerdo a análisis DRX, hay un cambio constante en los picos en función de la composición de las muestras, donde a mayor contenido de Ta los picos se desplazan a ángulos mayores de  $2\theta$  y el parámetro de red disminuye debido a que radio atómico de Hf es mayor que el radio atómico del Ta, resultando la relación molar Ta/Hf/C=1.1/0.3/6 (aproximadamente Ta:Hf=4:1) la que mejor pureza presenta (95.87%) con un pequeño residuo de m-HfO<sub>2</sub>. Este carburo presentó una morfología semiesférica y tamaño promedio de partícula de  $\approx 200$  nm. Se sintetizaron compósitos  $Ta_4HfC_5/SiC$  con relación molar Ta/Hf/C=0.9/1/8 con diferentes contenidos de SiC y en diferentes temperaturas (1300 y 1500 °C) concluyendo lo siguiente:

- Espectros FTIR mostraron los enlaces característicos del carburo binario (Hf-C, Ta-C), impurezas de óxidos (Hf-O, Ta-O) y Si-C.
- Análisis DRX indicaron la formación del compósito  $Ta_4HfC_5/SiC$ , obteniendo un material cristalino con estructura tipo FCC. A pesar de que en la literatura se utilizan temperaturas superiores de síntesis, se logró la formación del compósito a 1500 °C. A mayor contenido de SiC aumenta el tamaño de cristalito y disminuyen las tensiones residuales del material permitiendo mejor estabilidad estructural.
- Imágenes SEM mostraron un material poroso con tamaños de partícula de orden nanométrico debido a la metodología de síntesis utilizada.
- Espectroscopia UV-VIS-NIR mostró que la adición de SiC en el carburo binario mejora la absorptancia ya que se obtuvo un promedio de 93.48% para  $Ta_4HfC_5/SiC$  y 83.96% para  $Ta_4HfC_5$ ; estos valores son mayores que los reportados en la literatura para UHTCs, siendo ambos materiales excelentes candidatos como absorbedores solares.

## 6 BIBLIOGRAFÍA

- [1] D. R. Askeland & W. J. Wright. "*Generalidades Ciencia e ingeniería de materiales Ciencia e ingeniería de materiales*". Cengage Le. México, 1–882, 2013.
- [2] A. Sommers *et al.* "Ceramics and ceramic matrix composites for heat exchangers in advanced thermal systems-A review," *Applied Thermal Engineering*, 30(11–12). 1–15, , Aug. 2010.
- [3] K. Cui *et al.* "Microstructure, mechanical properties, and reinforcement mechanism of carbide toughened ZrC-based ultra-high temperature ceramics: A review," *Composite Interfaces*, 29(7). Taylor and Francis Ltd., 1–21, , 2022.
- [4] H. Liu *et al.* "Temperature-dependent mechanical properties of TaC and HfC". *J. Mater. Sci.* 58(1) 1–13, 2023.
- [5] H. Aréna *et al.* "SiC-TiC nanocomposite for bulk solar absorbers applications: Effect of density and surface roughness on the optical properties". *Sol. Energy Mater. Sol. Cells.* 191(1) 199–208, 2019.
- [6] P. Kondaiah *et al.* "Tantalum carbide based spectrally selective coatings for solar thermal absorber applications". *Sol. Energy Mater. Sol. Cells.* 198(1) 26–34, 2019.
- [7] O. Cedillos-Barraza *et al.* "Sintering behaviour, solid solution formation and characterisation of TaC, HfC and TaC-HfC fabricated by spark plasma sintering". *J. Eur. Ceram. Soc.* 36(7) 1539–1548, 2016.
- [8] F. Li *et al.* "Sol-gel derived porous ultra-high temperature ceramics," *Journal of Advanced Ceramics*, 9(1). Tsinghua University, 1–16, Feb. 01, 2020.
- [9] E. Balomenos *et al.* "Carbothermic Reduction of Alumina Proceedings of EMC". *Carbothermic Reduct. Alumina.* 1(1) 729–744, 2011.

- [10] R. K. Poobalan *et al.* "Recent trends and challenges in developing boride and carbide-based solar absorbers for concentrated solar power". *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*. 245(1) 1–16, 2022.
- [11] C. Prieto *et al.* "Corrosion performance of alloy 800H and alloy 625 for potential use as molten salts solar receiver materials in concentrating solar power tower plants". *J. Energy Storage*. 55(1) 1–13, 2022.
- [12] E. Manzanarez. "Síntesis y caracterización de carburo de hafnio," Universidad Autónoma de Sinaloa, 2017.
- [13] Y. Campos. "Síntesis y caracterización de TaC usando diferentes fuentes de calor y evaluación de sus propiedades ópticas," Universidad Autónoma de Sinaloa, 2020.
- [14] V. Gokul *et al.* "Concentration-Dependent Thermal Duality of Hafnium Carbide Nanofluid for Heat Transfer Applications: A Mode Mismatched Thermal Lens Study". *Int. J. Thermophys.* 42(7) 1–12, 2021.
- [15] J. Jiang *et al.* "Preparation and Characterization of UltraHigh-Temperature Ternary Ceramics Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>". *J. Am. Ceram. Soc.* 99(10) 3198–3201, 2016.
- [16] C. Zhang *et al.* "Thermal analysis of tantalum carbide-hafnium carbide solid solutions from room temperature to 1400 °C". *Coatings*. 7(8) 2017.
- [17] V. V. Kurbatkina *et al.* "Self-propagating high-temperature synthesis of single-phase binary tantalum-hafnium carbide (Ta,Hf)C and its consolidation by hot pressing and spark plasma sintering". *Ceram. Int.* 44(4) 4320–4329, 2018.
- [18] Y. Wang & M. J. Reece. "Oxidation resistance of (Hf-Ta-Zr-Nb)C high entropy carbide powders compared with the component monocarbides and binary carbide powders". *Scr. Mater.* 193(1) 86–90, 2021.

- [19] J. Cheng *et al.* "Synthesis and ceramisation of organometallic precursors for Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> and TaHfC<sub>2</sub> ultra-fine powders through a facile one-pot reaction". *J. Alloys Compd.* 898(1) 162989, 2022.
- [20] D. E. Wolfe *et al.* "Optimized processing of high density ternary hafnium-tantalum carbides via field assisted sintering technology for transition into hypersonic applications". *J. Eur. Ceram. Soc.* 42(2) 327–335, 2022.
- [21] L. Feng *et al.* "Nanostructured HfC-SiC composites prepared by high-energy ball-milling and reactive spark plasma sintering". *J. Eur. Ceram. Soc.* 36(1) 235–238, 2016.
- [22] Y. Chen *et al.* "Microstructure, thermophysical properties, and ablation resistance of C/HfC-ZrC-SiC composites". *Ceram. Int.* 45(4) 4685–4691, 2019.
- [23] J. Hu *et al.* "Sintering Mechanism and Microstructure of TaC/SiC Composites Consolidated by plasma-activated sintering". *Ceram. Int.* 46(3) 2624–2629, 2020.
- [24] B. Wang *et al.* "Microstructural evolution and mechanical properties of in situ nano Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> reinforced SiBCN composite ceramics". *J. Adv. Ceram.* 9(6) 739–748, 2020.
- [25] J. Bernauer *et al.* "Exceptional Hardness and Thermal Properties of SiC/(Hf,Ta)C(N)/(B)C Ceramic Composites Derived from Single-Source Precursor". *Adv. Eng. Mater.* 2301864 1–11, 2024.
- [26] E. Sani *et al.* "Ultra-high temperature ceramics for solar receivers: Spectral and high-temperature emittance characterization". *J. Eur. Opt. Soc.* 7(1) 12052, 2012.
- [27] E. Sani *et al.* "Compositional dependence of optical properties of zirconium, hafnium and tantalum carbides for solar absorber applications". *Sol. Energy.* 131(1) 199–207, 2016.

- [28] X. L. Qiu *et al.* "Enhanced spectral selectivity of HfC based high temperature solar absorbers with the addition of Mo". *Thin Solid Films*. 713(1) 1–6, 2020.
- [29] M. W. Barsoum. "*Fundamentals of Ceramics*", 1. McGraw-Hil. London, 1–603, 1997.
- [30] G. Karadimas & K. Salonitis. "Ceramic Matrix Composites for Aero Engine Applications—A Review". *Appl. Sci.* 13(5) 1–42, 2023.
- [31] E. S. Mirdamadi *et al.* "Metal oxide-based ceramics". *Struct. Biomater. Prop. Charact. Sel.* 301–331, 2021.
- [32] T. Ghaltaghchyan *et al.* "Effect of additives on selective laser sintering of silicon carbide". *Bol. la Soc. Esp. Ceram. y Vidr.* 1–11, 2023.
- [33] B. Zhang *et al.* "Synthesis and toughening properties of hafnium carbide whiskers by combining hydrothermal and carbothermal reduction". *Sch. Integr. Circuits, Huazhong Univ. Sci. Tehnol.* 11(9) 973–981, 2020.
- [34] M. Yang & H. Sun. "Early melting of tantalum carbide under anisotropic stresses: An ab initio molecular dynamics study". *Phys. Rev. B.* 107(10) 1–10, 2023.
- [35] O. Gaballa *et al.* "Reduced-temperature processing and consolidation of ultra-refractory Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub>". *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 41 293–299, 2013.
- [36] D. Bokov *et al.* "Nanomaterial by Sol-Gel Method: Synthesis and Application," *Advances in Materials Science and Engineering*, 2021. Hindawi Limited, 2021.
- [37] R. P. Merchán *et al.* "High temperature central tower plants for concentrated solar power: 2021 overview," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 155. Elsevier Ltd, Mar. 01, 2022.
- [38] R. P. Merchán *et al.* "High temperature central tower plants for concentrated solar

- power: 2021 overview". *Renew. Sustain. Energy Rev.* 155(1) 111828, 2022.
- [39] "Introduction to Heat Transfer 6e c.2011 - Bergman, Incropera". .
- [40] F. J. H. y S. R. C. Douglas A. Skoog. "*Principios de análisis instrumental*". Cengage Le. México, D.F., 1011, 2008.
- [41] J. Madhavi. "Comparison of average crystallite size by X-ray peak broadening and Williamson–Hall and size–strain plots for VO<sub>2</sub>+ doped ZnS/CdS composite nanopowder". *SN Appl. Sci.* 1(11) 1–12, 2019.
- [42] C. Cement *et al.* "*Introduction to spectroscopy*", (February). 1–745, 2016.
- [43] L. G. Ceballos-Mendivil *et al.* "Synthesis of silicon carbide using concentrated solar energy". *Sol. Energy.* 116 238–246, 2015.
- [44] Institute of Electrical and Electronics Engineers *et al.* "*2015 IEEE 42nd Photovoltaic Specialist Conference (PVSC) 14-19 June 2015, New Orleans, LA*".
- [45] Y. Jiang *et al.* "Synthesis and characterization of nano-crystallized HfC based on an aqueous solution-derived precursor". *RSC Adv.* 8(69) 39284–39290, 2018.
- [46] C. Zhang *et al.* "HfC Precursor: Synthesis and Pyrolysis Behavior". *Wuji Cailiao Xuebao/Journal Inorg. Mater.* 32(10) 1095–1101, 2017.
- [47] E. P. Simonenko *et al.* "Effect of nanocrystalline SiC addition on reactive SPS and oxidation resistance of Ta<sub>4</sub>HfC<sub>5</sub> ceramics". *Ceram. Int.* 49(6) 9691–9701, 2023.
- [48] Omar Cedillos Barraza. "Process development and characterisation of (Ta,Hf)C ultra-high temperature ceramics". (May) 197, 2015.
- [49] S. A. Ghaffari *et al.* "Diffusion and solid solution formation between the binary

carbides of TaC, HfC and ZrC". *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 41(1) 180–184, 2013.

[50] A. H. Pakseresht *et al.* "Role of Different Fractions of Nano-size SiC and Milling Time on the Microstructure and Mechanical Properties of Al–SiC Nanocomposites". *Trans. Indian Inst. Met.* 69(5) 1007–1014, 2016.

[51] A. A. Baig *et al.* "Relationships among carbonated apatite solubility, crystallite size, and microstrain parameters". *Calcif. Tissue Int.* 64(5) 437–449, 1999.

## 7 ANEXOS

Participación para la difusión del presente trabajo

- Participación en la XLVII Semana Nacional de la Energía Solar “Evaluación de propiedades microestructurales y ópticas de compósitos cerámicos para potencial aplicación en receptores solares”



- Participación en la jornada virtual de exposición de carteles (3ra edición), ciencia de la ingeniería: acentuación en materiales y estructuras 2023.

- Participación en la Jornada Universitaria del Conocimiento UAS 2023.



**JORNADA UNIVERSITARIA DEL  
CONOCIMIENTO**  
UAS - 2023

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SINALOA**

A TRAVÉS DE LA  
**DIRECCIÓN GENERAL DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO**  
OTORGA LA PRESENTE

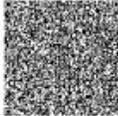
**CONSTANCIA**

**Aimé Lorena Acosta Soto, JESÚS ADRIÁN  
BALDENEBRO LÓPEZ y LAURA GUADALUPE  
CEBALLOS MENDÍVIL**

**A:** \_\_\_\_\_

Por su destacada participación como expositor del cartel de investigación titulado "EVALUACION DE PROPIEDADES MICROESTRUCTURALES Y ÓPTICAS DE COMPÓSITOS CERÁMICOS PARA POTENCIAL APLICACIÓN EN RECEPTORES SOLARES " en el marco de la **Jornada Universitaria del Conocimiento UAS 2023**, llevada a cabo del 16 de Octubre al 19 de Noviembre de 2023.

"Sursum Versus"



**DR. MARIO MÉVES SOTO**  
DIRECTOR GENERAL INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

- Participación en la Reunión Interinstitucional para la Divulgación de la Ciencia en Materiales 2024.



**REUNIÓN INTERINSTITUCIONAL**  
 PARA LA DIVULGACIÓN DE LA CIENCIA EN MATERIALES  
 2024

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SINALOA**  
 A TRAVÉS DE LA  
**FACULTAD DE INGENIERÍA MOCHIS**  
 OTORGA LA PRESENTE

*Constancia*

A: AIME LORENA ACOSTA SOTO, JESÚS ADRIÁN BALDENEBRO LÓPEZ, LAURA GUADALUPE CEBALLOS MENDIYIL, RICARDO ANTONIO PÉREZ ENCISO, CARLOS ALBERTO PÉREZ RABAGO

---

POR SU DESTACADA PARTICIPACIÓN COMO EXPOSITOR DEL CARTEL DE INVESTIGACIÓN TITULADO "SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DEL COMPÓSITO CERÁMICO HfC/TAC/SiC", EN EL MARCO DE LA REUNIÓN INTERINSTITUCIONAL PARA LA DIVULGACIÓN DE LA CIENCIA EN MATERIALES 2024, CELEBRADA DEL 20 AL 22 DE MARZO DE 2024.

ATENTAMENTE  
 "SURSUM VERSUS"

LOS MOCHIS, SINALOA, MÉXICO; A 22 DE MARZO DE 2024.

  
 DR. RODY ABRAHAM SOTO ROJO  
 DIRECTOR



  
 DR. JESÚS ADRIÁN BALDENEBRO LÓPEZ  
 COORDINADOR DE POSGRADO

  
 INSTITUCIONES PARTICIPANTES