



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL

**Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la
Producción**

“Nanocompuestos de mezclas de resinas epóxicas y aminas
alifáticas con organoarcillas modificadas”

TRABAJO FINAL DE GRADUACIÓN
(PROYECTO DE GRADUACIÓN)

Previa a la obtención del Título de:

INGENIERO MECÁNICO

Presentada por:

Christian Heriberto Garzón Malusin

GUAYAQUIL - ECUADOR

Año: 2015

AGRADECIMIENTO

A Dios, por darme la fuerza necesaria para seguir adelante en este proyecto.

A mis padres, mi esposa y mi hija que son parte fundamental de mi vida.

A mis amigos de carrera universitaria y en especial al Dr. Andrés Rigail, por su apoyo incondicional para lograr el objetivo deseado.

DEDICATORIA

A JEHOVA

A MIS PADRES

A MI ESPOSA

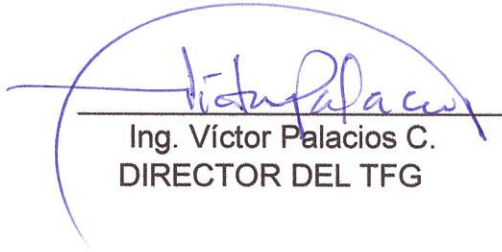
A MI HIJA

A MIS AMIGOS

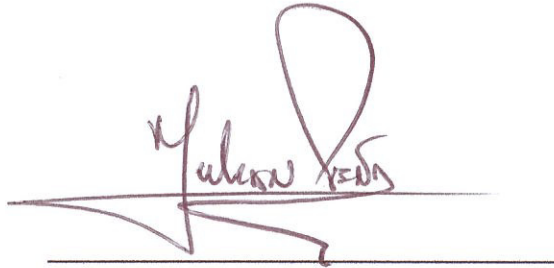
TRIBUNAL DE SUSTENTACIÓN



Ing. Jorge Duque R.
DECANO DE LA FIMCP
PRESIDENTE



Ing. Víctor Palacios C.
DIRECTOR DEL TFG

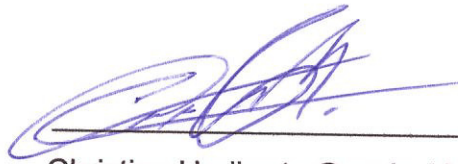


Ing. Julián Peña E.
VOCAL

DECLARACIÓN EXPRESA

"La responsabilidad del contenido desarrollado en el presente Trabajo Final de Graduación me corresponde exclusivamente; y el patrimonio intelectual del mismo a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL"

(Reglamento de Graduación de la ESPOL).



Christian Heriberto Garzón Malusin



CIB - ESPOL

RESUMEN

En este trabajo final de graduación se evaluó el grado de afinidad de la combinación de dos resinas epóxicas con GE-60 a 25, 50 y 75%, RAD-948 a 25, 50 y 75% de la masa total junto a un agente curador como es la amina T-403 que se usó en la mayoría de nanocompuestos durante el avance del proyecto, además de la compatibilidad de la organoarcilla C93A con la resina RAD-948.

En la matriz epóxica tuvo la participación de la resina RAD-948 en el curado de cada sistema durante 168 horas bajo condiciones de humedad relativa y temperatura controlada al agregarse el 25% de la masa total, reforzando con organoarcilla C93A a 5% e inhibidor de corrosión RM-210 a 1% por separado y juntos a la vez para determinar cómo influyó en las propiedades mecánicas de las probetas y realizar recubrimientos anticorrosivos sobre placas metálicas, para los ensayos se usaron equipos de caracterización como espectrometría infrarroja (FTIR), Reómetro, máquina de ensayos universal (MEU), durómetro Shore D y microscopia electrónica de barrido (SEM).

La preparación de muestras para cada prueba y ensayo fue una importante aportación para el desarrollo de este proyecto, así se tiene la prueba de absorción de agua, el cual permite conocer la interacción entre las resinas y

amina en un solvente líquido por medio del monitoreo de sus pesos, se realizó una mezcla de resina organoarcilla para la prueba de asentamiento visual, para la caracterización en el FTIR se prepararon cuatro mezclas con y sin organoarcilla, inhibidor de corrosión y ambos compuestos juntos, con el propósito de obtener su proporción de reducción de amina primaria y epóxico, se combinó dos resinas con y sin organoarcilla para determinar el tiempo de curado, para el ensayo de propiedades mecánicas fueron 22 probetas para el ensayo de tensión y 11 probetas para el ensayo de dureza, junto con la observación estructural de los nanocompuestos por microscopía electrónica de barrido se utilizaron las cuatro mezclas anteriores, finalmente se aplicó un recubrimiento sobre la superficie de placas metálicas normalizadas con su respectivo tratamiento para la prueba de adherencia y dureza al rayado, con el propósito de evaluar la mejor composición para aplicación de pinturas anticorrosivas.

ÍNDICE GENERAL

	Pág.
RESUMEN.....	ii
ÍNDICE GENERAL	iv
ABREVIATURAS	vii
SIMBOLOGÍA	viii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	ix
ÍNDICE DE TABLAS	xv
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPÍTULO 1	
1. INFORMACIÓN GENERAL.....	3
1.1 Antecedentes y Justificación.	3
1.2 Planteamiento del Problema.....	5
1.3 Objetivos.	6
1.3.1 Objetivos Generales.	6
1.3.2 Objetivos Específicos.	6
CAPÍTULO 2	
2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS.....	8
2.1. Resinas epóxicas y aminas alifática	8

2.2. Organoarcillas e inhibidores volátiles de corrosión.....	17
2.3. Asentamiento de organoarcilla en resina epóxica.....	25
2.4. Caracterización de un nanocompuestos de epóxicas-arcillas	29
2.5. Pruebas de nanocompuestos de resinas epóxicas - alifáticas – aminas – organoarcilla.....	45

CAPÍTULO 3

3. PARTE EXPERIMENTAL.....	49
3.1. Materiales, equipos y accesorios	50
3.2. Preparación de las probetas	77
3.3. Pruebas de Hinchamiento	80
3.4. Prueba de asentamiento de organoarcilla Cloisite 93 A en resina epóxica Rad 948	83
3.5. Caracterización del curado de resinas epóxicas GE-60 y Rad 948 – organoarcillas – aminas – inhibidores de corrosión mediante FTIR	86
3.6. Ensayo de reología.....	96
3.7. Propiedades mecánicas de tensión (ASTM 882)	98
3.8. Propiedades mecánicas de dureza (ASTM 2240, SHORE D)	104
3.9. Microscopia de barrido electrónico del curado de resinas epóxicas – amina – arcilla – inhibidor de corrosión	107
3.10. Propiedades mecánicas en placas pintadas.....	110

CAPÍTULO 4

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS.....	117
4.1. Pruebas de hinchamiento al agua	117
4.2. Prueba de asentamiento de organoarcilla Cloisite 93 A en resina epóxica alifática Rad 948	120
4.3. Ensayo del curado de resinas epóxicas GE-60 y Rad 948 – organoarcillas – aminas – inhibidores de corrosión mediante FTIR	127
4.4. Análisis de la Reología de los nanocompuestos	136
4.5. Ensayo de tensión (ASTM 882)	141
4.6. Ensayo de dureza (ASTM 2240, SHORE D).....	150
4.7. Ensayo de microscopia de barrido electrónico del curado de resinas epóxicas – amina – arcilla – inhibidor de corrosión	154
4.8. Prueba de adherencia y rallado al lápiz sobre placas de acero pintadas.....	161

CAPÍTULO 5

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	167
--	-----

APÉNDICES

BIBLIOGRAFÍA

ABREVIATURAS

C93A	Cloisite 93A
RM-210	Inhibidor de Corrosión
FTIR	Espectrometría por Transformada de Fourier Infrarroja
IR	Infrarrojo
NIR	Near Infrared Region
MIR	Middle Infrared Region
SEM	Microscopía de Barrido Electrónico
MEU	Máquina de Ensayos Universal
DGEBA	Diglicil éter de bisfenol
DDM	Diamino diferil metanol
GE-60	Erisys GE-60 Resina Alifática con Densidad 1.28g/ml
RAD-948	Royce RAD-948 Resina Alifática con Densidad 1.12 g/ml
ASTM	Sociedad Americana de Ensayos de Materiales
MMT	Montmorillonita
T-403	Jeffamine Triamina con Densidad 0.97g/ml
A1	Amina Primaria
E	Epóxico

SIMBOLOGÍA

V_a	Velocidad de asentamiento de la arcilla
X_l	Distancia lineal de asentamiento
T_a	Tiempo de asentamiento a una distancia X
g	Aceleración de la gravedad
D_h	Diámetro hidrodinámico de la partícula en el medio viscoso
ρ_p	Densidad de la partícula
ρ_m	Densidad del medio
μ	Viscosidad del fluido
$M(\%)$	Porcentaje de agua absorbida
m_t	Masa de agua absorbida en el tiempo
m_o	Masa inicial antes de absorber agua
A1	Amina Primaria
E	Epóxico
V	Viscosidad Dinámica
m	Metros
seg	Segundos
g	gramos

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 2.1. Estructura de la unidad formadora de epóxido.....	9
Figura 2.2. Estructura molecular característica de una resina DGEBA.....	10
Figura 2.3. Estructura Molecular GE-60.....	11
Figura 2.4. Estructura Molecular RAD-948.....	12
Figura 2.5. Clasificación de las aminas.....	13
Figura 2.6. Estructura molecular de las aminas alifáticas y aromáticas.....	14
Figura 2.7. Amina Alifática.....	15
Figura 2.8. Estructura molecular de Jeffamine T-403.....	17
Figura 2.9. Organoarcilla Modificada.....	18
Figura 2.10. Esquema de la estructura cristalina de la montmorillonita natural.....	19
Figura 2.11. Tipos de asociación de arcillas con cadenas poliméricas.....	21
Figura 2.12. Estructura molecular de Cloisite 93A.....	23
Figura 2.13. Estructura molecular de Carboxilato de Amino RM-210	25
Figura 2.14. Diagrama de Fuerza sobre un cuerpo sólido.....	26
Figura 2.15. Rangos de frecuencia.....	30
Figura 2.16. Diagrama esquemático de un espectrómetro.....	31
Figura 2.17. Gráfica de un Espectro.....	31
Figura 2.18. Interpretación de Espectros IR.....	32
Figura 2.19. Principales aplicaciones de la espectrometría en el infrarrojo.....	33
Figura 2.20. Portamuestra de líquidos para espectrometría Mid-Ir...	34
Figura 2.21. Monitoreo de curado para espectrometría Near-IR.....	35
Figura 2.22. Curva de fluidez para representar la viscosidad dinámica y aparente.....	38
Figura 2.23. Desarrollo del perfil de velocidad.....	38

Figura 2.24.	Esquema de geometría de platos paralelos.....	39
Figura 2.25.	Componentes de un microscopio electrónico de barrido.....	41
Figura 2.26.	Portamuestra en el interior del Microscopio Electrónico de Barrido (SEM).....	42
Figura 2.27.	Ensayo de Tensión (ASTM 882-12).....	43
Figura 2.28.	Ensayo de Dureza (ASTM D2240-05).....	44
Figura 2.29.	Escala de dureza de diferentes tipos de shore.....	45
Figura 2.30.	Prueba de Hinchamiento (ASTM D 570).....	46
Figura 2.31.	Ensayo de adherencia sobre placas normalizadas.....	48
Figura 2.32.	Vista del soporte mecánico con lámina afilada.....	48
Figura 3.1.	Esquema experimental.....	50
Figura 3.2.	Accesorios de seguridad personal.....	51
Figura 3.3.	Laboratorio de síntesis de materiales.....	51
Figura 3.4.	Cloisite 93A.....	52
Figura 3.5.	Carboxilato de amina RM210.....	52
Figura 3.6.	Jeffamine T-403.....	53
Figura 3.7.	Resina Epóxica GE-60.....	53
Figura 3.8.	Resina Epóxica RAD-948.....	54
Figura 3.9.	Deshumidificador.....	55
Figura 3.10.	Higrómetro.....	55
Figura 3.11.	Balanza digital de precisión.....	56
Figura 3.12.	Speed Mixer Dac 400.1 fvz.....	56
Figura 3.13.	Cámara de vacío.....	57
Figura 3.14.	Espectrofotómetro infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)	58
Figura 3.15.	Reómetro y accesorio.....	58
Figura 3.16.	Máquina de Ensayos Universal (MEU).....	59
Figura 3.17.	Durómetro Shore D.....	59

Figura 3.18.	Microscopio Electrónico de Barrido (SEM).....	60
Figura 3.19.	Aplicador de Películas.....	60
Figura 3.20.	Equipo de Adherencia.....	61
Figura 3.21.	Equipo de Rayado de Lápiz.....	62
Figura 3.22.	Guantes.....	62
Figura 3.23.	Mascarilla.....	63
Figura 3.24.	Paños de Limpieza.....	63
Figura 3.25.	Recipiente de Mezclado.....	64
Figura 3.26.	Envases para Almacenamiento.....	64
Figura 3.27.	Envase de Plataforma.....	65
Figura 3.28.	Envase de vidrio.....	65
Figura 3.29.	Vaso de vidrio.....	66
Figura 3.30.	Tubo de ensayo.....	66
Figura 3.31.	Jeringuilla.....	66
Figura 3.32.	Agua des-ionizada.....	67
Figura 3.33.	Acetona.....	67
Figura 3.34.	VpCI-440.....	68
Figura 3.35.	Neo-clear.....	68
Figura 3.36.	Pintura Anticorrosiva.....	69
Figura 3.37.	Desecante Gel de Sílice.....	69
Figura 3.38.	Vidrio delgado.....	70
Figura 3.39.	Lamina de caucho.....	70
Figura 3.40.	Tiras de silicón.....	70
Figura 3.41.	Bincha.....	71
Figura 3.42.	Moldes para muestras.....	71
Figura 3.43.	Placa metálica normalizada.....	72
Figura 3.44.	Espátula.....	72

Figura 3.45.	Cuchara doble.....	72
Figura 3.46.	Pinza.....	73
Figura 3.47.	Estilete.....	73
Figura 3.48.	Tijera.....	73
Figura 3.49.	Soporte de tubo de ensayo.....	74
Figura 3.50.	Corta vidrio.....	74
Figura 3.51.	Regla metálica.....	74
Figura 3.52.	Marcador.....	75
Figura 3.53.	Lijas.....	75
Figura 3.54.	Pinceles.....	76
Figura 3.55.	Secadora.....	76
Figura 3.56.	Algodón.....	76
Figura 3.57.	Preparación de mezclas.....	80
Figura 3.58.	Pesaje de probeta en prueba de Hinchamiento.....	82
Figura 3.59.	Colocación de muestra en el tubo de ensayo y FTIR...	86
Figura 3.60.	Pesaje y mezclado de las muestras.....	95
Figura 3.61.	Colocación de mezcla en portamuestra y Monitoreo....	95
Figura 3.62.	Portamuestra en el FTIR con sus mezclas.....	96
Figura 3.63.	Pesaje de resinas-amina-arcilla e inhibidor.....	102
Figura 3.64.	Mezclado en el Speed Mixer y vertido de muestras en los moldes.....	103
Figura 3.65.	Mezcla en los moldes y descantes para curado.....	103
Figura 3.66.	Colocación de probeta en la MEU y probetas al final del ensayo.....	103
Figura 3.67.	Probetas y ensayo de dureza.....	106
Figura 3.68.	Colocación de probeta en portamuestra y encendido del SEM.....	109
Figura 3.69.	Configuración y visualización de muestra en el SEM....	110
Figura 3.70.	Lijado de placas metálicas normalizada.....	114
Figura 3.71.	Aplicación de recubrimiento sobre las placas y curado	

	de placas pintadas en los desecantes.....	114
Figura 3.72.	Rayado y colocación de cinta adhesiva normalizada....	115
Figura 3.73.	Rayado con diferentes clases de lápices.....	116
Figura 4.1.	Porcentaje de absorción de agua (%) vs tiempo (hr).	118
Figura 4.2.	Comparación de Mt(%) vs T(hr) entre GE60 y GE60/RAD948 con T403.....	119
Figura 4.3.	Distancia vs Tiempo de asentamiento de organoarcilla C93A.....	121
Figura 4.4.	Velocidad de Asentamiento vs Tiempo de organoarcilla C93A.....	122
Figura 4.5.	Diámetro hidrodinámico vs Volumen de Asentamiento.	123
Figura 4.6.	Picos de absorbancia de C93A en RAD948.....	124
Figura 4.7.	Picos normalizados de C93A en RAD948 vs Tiempo...	125
Figura 4.8.	Relación de Asentamiento y Absorbancia de RAD948 con C93A.....	126
Figura 4.9.	Picos característicos de GE60-RAD948-T403.....	128
Figura 4.10.	Conversión de epóxicos y amina primaria vs tiempo de GE60/RAD948/T403.....	130
Figura 4.11.	Picos característicos de GE60-RAD948-T403-C93A....	130
Figura 4.12.	Conversión de epóxicos y amina primaria vs tiempo de GE60/RAD948/T403/C93A.....	132
Figura 4.13.	Picos característicos de GE60-RAD948-T403-RM210..	132
Figura 4.14.	Conversión de epóxicos y amina primaria vs tiempo de GE60/RAD948/T403/RM210.....	134
Figura 4.15.	Picos característicos de GE60-RAD948-T403-C93A- RM210.....	134
Figura 4.16.	Conversión de epóxicos y amina primaria vs tiempo de GE60/RAD948/T403/C93A/RM210.....	136
Figura 4.17.	Viscosidad vs Tiempo de GE60/RAD948/T403.....	137
Figura 4.18.	Viscosidad vs Tiempo de GE60/RAD948/T403/C93A...	138
Figura 4.19.	Comparación de Viscosidad vs Tiempo de sistema epóxico con y sin C93A.....	139
Figura 4.20.	Viscosidad vs Esfuerzo de Corte de sistemas epóxicos	140
Figura 4.21.	Esfuerzo vs Deformación de GE60/RAD948/RAD403..	143

Figura 4.22.	Esfuerzo vs Deformación de GE60/RAD948/T403/C93A.....	143
Figura 4.23.	Esfuerzo vs Deformación de GE60/RAD948/T403/RM210.....	146
Figura 4.24.	Esfuerzo vs Deformación de GE60/RAD948/T403/C93A/RM210.....	146
Figura 4.25.	Diagrama de barras para propiedades mecánicas.....	148
Figura 4.26.	Diagrama de barras para dureza.....	154
Figura 4.27.	Sección de falla a 1000X de GE60/RAD948/T403.....	155
Figura 4.28.	Sección de falla a 5000X de GE60/RAD948/T403.....	156
Figura 4.29.	Sección de falla a 1000X de GE60/RAD948/T403/C93A.....	157
Figura 4.30.	Sección de falla a 5000X de GE60/RAD948/T403/C93A.....	157
Figura 4.31.	Sección de falla a 1000X de GE60/RAD948/T403/RM210.....	158
Figura 4.32.	Sección de falla a 5000X de GE60/RAD948/T403/RM210.....	159
Figura 4.33.	Sección de falla a 1000X de GE60/RAD948/T403/RM210.....	160
Figura 4.34.	Sección de falla a 5000X de GE60/RAD948/T403/C93A/RM210.....	160
Figura 4.35.	Adherencia de resina (GE60) -amina-arcilla.....	162
Figura 4.36.	Adherencia de resina (GE60) -amina-arcilla-inhibidor...	163
Figura 4.37.	Adherencia de resinas (GE60, RAD948) -amina-arcilla.	163
Figura 4.38.	Adherencia de resinas (GE60, RAD948) -amina- arcilla-inhibidor.....	164

ÍNDICE DE TABLAS

		Pág.
Tabla 1	Selección del tipo de Cloisite basado en la química del polímero/monómero.....	22
Tabla 2	Cantidad de placas utilizadas en las pruebas.....	113
Tabla 3	Tiempo de Asentamiento de C93A en RAD948.....	120
Tabla 4	Velocidad de Asentamiento de organoarcilla en RAD948.....	121
Tabla 5	Diámetro hidrodinámico de la organoarcilla en RAD948.....	122
Tabla 6	Área de picos de amina primaria de RAD948 con Cloisite 93A.....	125
Tabla 7	Porcentaje de conversión de GE60/ RAD948/ T403...	129
Tabla 8	Porcentaje de conversión de GE60/ RAD948/ T403/ C93A.....	131
Tabla 9	Porcentaje de conversión de GE60/ RAD948/ T403/ RM210.....	133
Tabla 10	Porcentaje de conversión de GE60/RAD948/T403/C93A/RM210.....	135
Tabla 11	Probetas utilizadas en el ensayo de tensión.....	141
Tabla 12	Ensayo de tensión de probetas curadas de GE60-RAD948-T403 sin y con C93A.....	142
Tabla 13	Ensayo de tensión de probetas curadas de GE60/RAD948/T403 con RM210 y RM210/C93A.....	145
Tabla 14	Comparativo de propiedades mecánicas de las probetas de tensión.....	148
Tabla 15	Probetas utilizadas en el ensayo de dureza.....	151
Tabla 16	Dureza de GE60/RAD948/T403.....	151
Tabla 17	Dureza de GE60/RAD948/T403/C93A.....	152
Tabla 18	Dureza de GE60/RAD948/T403/RM210.....	152
Tabla 19	Dureza de GE60/RAD948/T403/C93A/RM210.....	152
Tabla 20	Comparativo de propiedades mecánicas de las probetas de compresión.....	153
Tabla 21	Resultados de ensayo de adherencia.....	162
Tabla 22	Prueba de rayado al lápiz.....	165

INTRODUCCIÓN

El desarrollo de este Proyecto Final de Graduación contiene lo siguiente:

En el capítulo 1 se describen los antecedentes sobre la combinación de resinas epóxicas han mejorado diferentes propiedades, como las mecánicas, química y de barrera para evitar cualquier indicio de corrosión, los mismos que sirven para trabajar como recubrimientos anticorrosivos usados en la industria de pinturas seguido del respectivo planteamiento del problema, objetivos generales y específicos que se esperan lograr al desarrollar este proyecto.

En el capítulo 2 se describe los fundamentos de los nanocompuestos de las resinas epóxicas y organoarcilla, información técnica de la composición química y datos importantes de los elementos empleados como resinas, nanoarcillas e inhibidor de corrosión para realizar mezclas para formar un nanocompuesto junto con el equipo necesario para cada ensayo y prueba.

En el capítulo 3 se detalla el procedimiento experimental en donde se describirá los materiales, equipos y accesorios que fueron usados para obtener mezclas previas al curado por medio de pesaje de los elementos, mezclado en la centrifugadora, finalmente la prueba y caracterización.

En el capítulo 4 se encuentran los resultados tabulados y graficados de la experimentación, que al final de cada una de ellas se describirá sus respectivos análisis para cada ensayo y prueba.

Finalmente en el capítulo 5 se relata las conclusiones sobre cada resultado obtenido de los ensayos y pruebas junto con las recomendaciones a seguir para mejorar la calidad del trabajo.

CAPÍTULO 1

1. INFORMACIÓN GENERAL.

1.1 Antecedentes y Justificación.

Los problemas actuales de evitar la corrosión conlleva a la investigación de nuevos productos que no generen grandes alteraciones en el entorno teniendo la finalidad de obtener un nanocompuesto ideal para ser usado en la industria de pinturas. Cabe mencionar que se han realizados estudios basándose en métodos y concentraciones epóxica amina que han sido analizadas anteriormente. Los nanocompuestos de polímeros contienen pequeñas láminas de materiales de silicato dispersos en matriz poliméricas. Estos silicatos contienen cientos de láminas de espesor y longitudes nanométricas. Dependiendo del grado de dispersión en los polímeros, el tipo de polímero y organoarcilla; las propiedades mecánicas, estabilidad dimensional, resistencia mecánica,

absorción al agua, propiedades de barrera y ópticas son mejoradas.

(1)

Hoy en día existen investigaciones que indican que el uso de organoarcillas modificadas mejoran las propiedades de los materiales como también al combinar dos clases de resinas cuyos componentes puedan desarrollar nuevos nanocompuestos. Con la adición de inhibidores de corrosión se intercalan entre las capas de las organoarcillas, obteniendo un incremento en el espacio de la red polimérica, lo que indica una mejora entre la resina epóxica y la organoarcilla modificada. (2)

Este proyecto se enfoca en el análisis de estas propiedades basadas en la combinación de dos resinas epóxicas junto con agente curador reforzadas con organoarcillas tipo montmorillonita, combinada con un inhibidor de corrosión para formar un nanocompuesto, se usaron las organoarcillas del grupo Cloisite, las polieteraminas del proveedor HUNTSMAN y las resinas epóxicas del tipo ERISYS y ROYCE, cuyo estudio da a conocer las propiedades físicas, químicas y el grado de compatibilidad de estos recubrimientos al lograr combinar estas dos resinas y la amina, incorporando organoarcillas e inhibidor de corrosión en la matriz polimérica termoestable.(3)

Para analizar la relación que existe entre las resinas y establecer cada una de sus propiedades, se realizaron cuatro mezclas entre resinas epóxicas y amina, con el porcentaje apropiado para determinar la mezcla óptima basándose en las propiedades de barrera, y seguir con el desarrollo del nanocompuesto implementando organoarcillas en la resina para cuantificar con el tiempo de asentamiento la compatibilidad y que da a conocer el diámetro hidrodinámico, con las probetas curadas a base del mismo sistema se evaluó el grado de dispersión de la organoarcilla en la red, módulo de Young, dureza, porcentaje de conversión de amina primaria y epóxica, estudio reológico, adherencia y dureza al rayado

En este proyecto de graduación se pudo determinar que existe buena relación entre las resinas epóxicas, mejorando las propiedades mecánicas de tensión y dureza, además de lograr un recubrimiento anticorrosivo agregando organoarcillas e inhibidor de corrosión.

1.2 Planteamiento del Problema.

Determinar la relación que existe al mezclar dos tipos de resinas: hidrofóbica e hidrofílica, agregando organoarcilla con amina e

inhibidor de corrosión cuyo propósito es conocer los defectos que pueden presentarse en la matriz polimérica y en sus propiedades de dispersión, modulo elástico, y curado a temperatura ambiente por medio de distintos ensayos y pruebas.

1.3 Objetivos.

1.3.1 Objetivos Generales.

Determinar el sistema óptimo en las propiedades de barrera, adherencia y asociación al combinar dos resinas epóxicas: GE-60 y RAD948, la amina alifática T403, la organoarcilla C93A y el inhibidor de corrosión RM210.

1.3.2 Objetivos Específicos.

- Desarrollar las mezclas de resinas epóxicas con amina, organoarcilla e inhibidor variando los componentes
- Analizar la compatibilidad de la mezcla de las dos resinas epóxicas y amina por prueba de hinchamiento
- Analizar la dispersión de la organoarcilla C93A en la resina epóxica RAD948 mediante FTIR
- Analizar la caracterización del curado de los nanocompuestos mediante FTIR

- Analizar la reacción de curado de resinas-amina por estudio reológico
- Analizar el grado de adherencia bajo la norma ASTM D 3359
- Determinar mejoras en propiedades mecánicas por ensayos de dureza y tensión de los nanocompuestos

CAPÍTULO 2

2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS.

2.1. Resinas epóxicas y aminas alifática

Resinas epóxicas

Las resinas epóxicas han sido tradicionalmente utilizadas como matrices para materiales compuestos orientados a diferentes sectores de la industria como: transporte, industria química o campos eléctricos, aeronáuticos y espaciales. (4)

Las resinas epóxicas son polímeros termoestables y se utilizan como adhesivos, revestimientos de alto rendimiento y materiales encapsulantes. Las resinas tienen excelentes propiedades eléctricas, baja contracción, buena adhesión a muchos metales y resistencia a la humedad, choque térmico y mecánico.

La viscosidad, peso equivalente del epóxico y el peso molecular son las propiedades importantes de las resinas epóxicas. (5)

Las resinas epóxicas son un grupo de éteres cíclicos u óxidos de alkenos (alkileno) que poseen un átomo de oxígeno unido a dos átomos de carbono adyacentes (estructura oxirano).

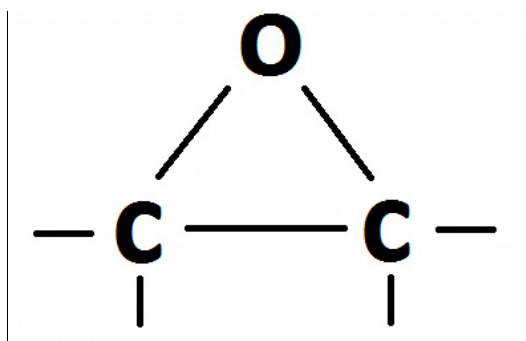


FIGURA 2.1. ESTRUCTURA DE LA UNIDAD FORMADORA DE EPÓXIDO

El enlace del anillo oxirano tiene una tensión muy elevada, por lo que tiene una alta reactividad química como bioquímica, y hace fácilmente atacable por la mayoría de compuestos de adición.

El origen de estos grupos oxiranos están dadas por las resinas epóxicas y se dividen en cinco grupos fundamentales:

- Éteres glicéricos
- Ésteres glicéricos
- Aminas glicéricos
- Alifáticas lineales
- Cicloalifáticas

Según el 95% de las resinas son glicidil-éteres obtenidos por reacción de la Epiclorhidrina con un compuesto polihidroxiado, que es el difenol propano, en particular el compuesto llamado Bisfenol A (2-2-bis [p-hidroxifenil] propano) con formación de molécula de diglicil éter de bisfenol A (DGEBA). (6)

Las propiedades de las resinas DGEBA dependen del valor de n, que es el número de unidades conocidas como grado de polimerización. El número de unidades de repetición dependen de la estequiometria de la reacción de síntesis de la repetición. Típicamente, n va de 0 a 25 en muchos productos comerciales. (5)

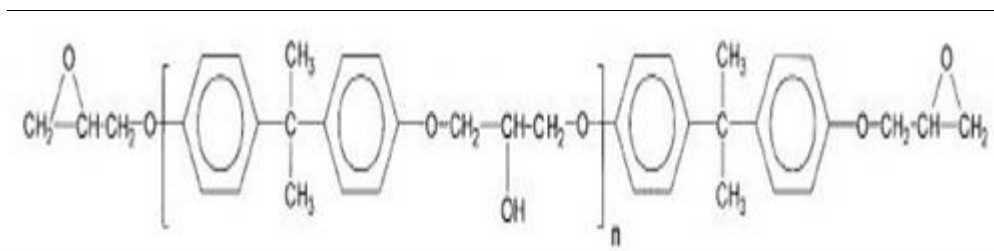


FIGURA 2.2. ESTRUCTURA MOLECULAR CARACTERÍSTICA DE UNA RESINA DGEBA (4)

Curado de la resina epóxica

En el proceso de curado es una reacción química en que la resina epóxica reacciona con un agente de curado (endurecedor) para formar una red altamente reticulado, en tres dimensiones. Con el

propósito de convertir las resinas epóxicas en un material duro y rígido, curándose rápida y fácilmente en cualquier temperatura desde los 5 a 150°C dependiendo de la elección de agente de curado. (5)

Las resinas aplicadas en este proyecto se dividen en dos grupos como es la resina ERISYSTM GE-60 del grupo alifático que pertenece a la familia funcional multi-epóxico de éteres de glicidilo basado en sorbitol éter polyglicidilo cuya estructura presenta 6 oxígenos, según la especificación son productos de bajo peso molecular a base de alcoholes, glicoles y fenoles. (7)

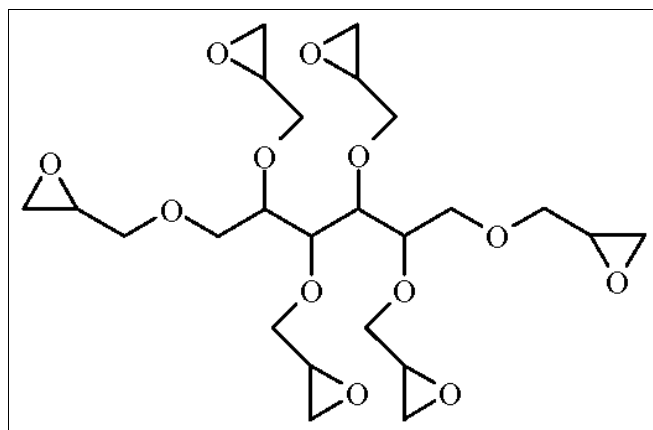


FIGURA 2.3. ESTRUCTURA MOLECULAR GE-60 (3)

La otra resina es ROYCE RAD – 948 del grupo alifático que pertenece a la familia tri-funcional epóxico de éteres diluyente de glicidilo de alifáticos reactiva basado en trimetilolpropano éter triglicidilo. Proporciona un buen cruzado entre sus moléculas, lo que

hace ideal para el 100% de los sólidos, adhesivos y recubrimientos. Se mejora la solubilidad de las resinas epóxicas altamente aromáticas sin reducir su funcionalidad. (8)

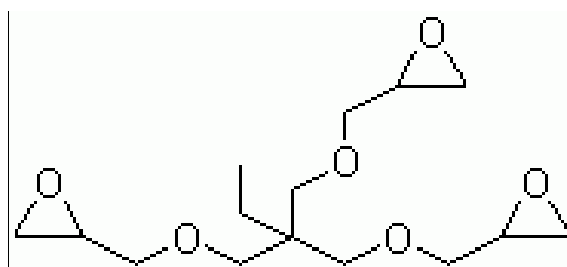


FIGURA 2.4. ESTRUCTURA MOLECULAR RAD-948 (9)

Definición, propiedades y estructura de las aminas

En general las aminas son compuestos que se obtienen cuando los hidrógenos del amoníaco son reemplazados o sustituidos por radicales alcohólicos o aromáticos.

Si son reemplazados por radicales alcohólicos se tienen a las aminas alifáticas. Si son sustituidos por radicales aromáticos entonces se tiene las aminas aromáticas. (10)

Las aminas se pueden clasificar según el número de grupos alquilo que están unidos al nitrógeno. (11)

- **Amina Primaria:** Si existe un grupo alquilo unido al nitrógeno
- **Amina Secundaria:** Si existen dos grupos alquilo unido al nitrógeno
- **Amina Terciaria:** Si existen tres grupos alquilo unido al nitrógeno

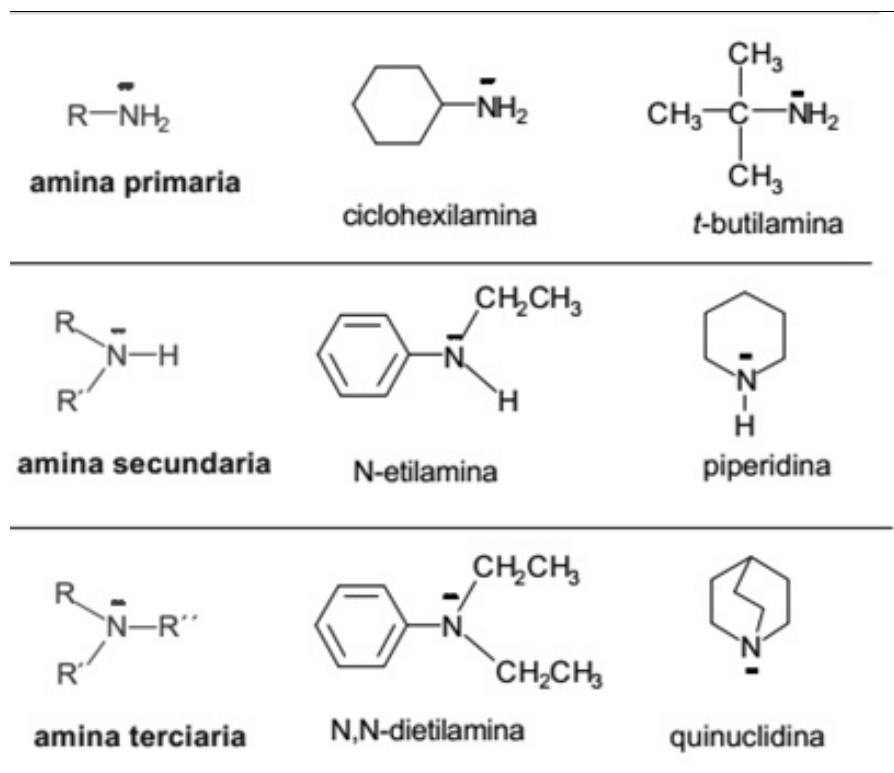


FIGURA 2.5. CLASIFICACIÓN DE LAS AMINAS (11)

Las aminas se dividen, en aminas alifáticas y aromáticas. En una amina alifática, todos los carbonos enlazados directamente con el nitrógeno se derivan de grupos alquilo; en una amina aromática, uno o más de los grupos enlazados directamente con el nitrógeno son grupos arilo. (12)

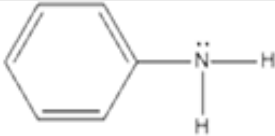
Tipo de amina	Estructura	Estructura General
aminas alifáticas	$\begin{array}{c} \text{CH}_3-\ddot{\text{N}}-\text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{R}-\ddot{\text{N}}-\text{R} \\ \\ \text{R} \end{array}$
amina aromáticas		$\begin{array}{c} \text{Ar}-\ddot{\text{N}}-\text{H} \\ \\ \text{H} \end{array}$

FIGURA 2.6. ESTRUCTURA MOLECULAR DE LAS AMINAS ALIFÁTICAS Y AROMÁTICAS (12)

Amina Alifática

En los sistemas de organoarcilla y epóxica, se han utilizado aminas y agentes de curado a base de anhídridos, la cual rindió diferentes propiedades y morfología a los sistemas epóxicos. Se encontró que cuando el anhídrido fue usado como agente de curado, una morfología exfoliada como el diamino diferil metano (DDM) dio una morfología intercalada, desde que el anhídrido es un líquido se puede usar fácilmente para difusión dentro de la estructura de la arcilla a diferencia del DDM cual es un sólido. Se encontró que el curado epóxico de las aminas alifáticas produce una morfología exfoliada comparada al ciclo de curado epóxico de la amina alifática debida a la mayor reactividad procedente. La velocidad de difusión

y la reactividad del agente de curado también influyen en la exfoliación de la arcilla. (13)

Dentro de las aminas alifáticas se tiene a las primarias (cuando se sustituye un solo átomo de hidrógeno), las secundarias (cuando son dos los hidrógenos sustituidos) y las terciarias (aquellas en las que los tres hidrógenos son reemplazados).

Además las aminas alifáticas no solo se clasifican en primarias, secundarias y terciarias sino que pueden ser simples o mixtas.

- **Simples:** Son las que presentan los mismos radicales alcohólicos
- **Mixtas:** Son las que tienen distintos radicales alcohólicos en la amina. Por ejemplo la metil etil amina y la metil dietil amina mostrada en el figura son mixtas. (10)

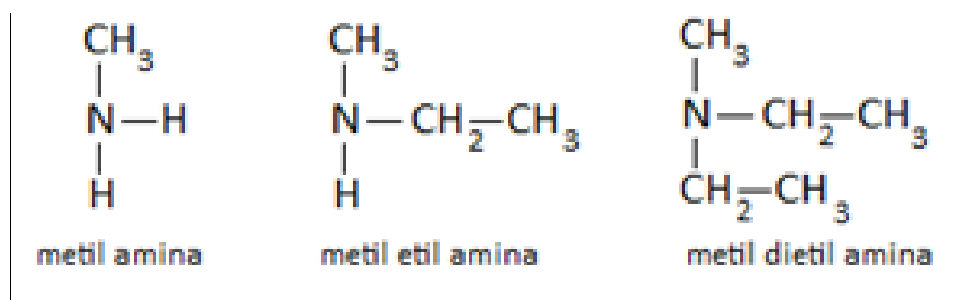


FIGURA 2.7. AMINA ALIFÁTICA

Los nombres comunes de la mayoría de las aminas alifáticas se derivan mencionando los grupos alquilo unidos al nitrógeno por orden alfabético en una palabra que termina con el sufijo -amina; es

decir, se nombran como alquilaminas. Si hay dos o tres grupos diferentes al átomo de nitrógeno, normalmente se escriben sus nombres en forma alfabética seguido por la palabra amina. (12)

La amina aplicada en este proyecto es la JEFFAMINE T-403, fue fabricada por HUNSTMAN que a continuación se describe su propiedad, estructura y su reacción química

JEFFAMINE TRIAMINAS SERIES.- La **JEFFAMINE T – 403** con su inicial T que significa que pertenece al grupo de las triaminas por tener tres aminas primarias y 403 se debe a su peso molecular promedio que se caracteriza por tener unidades de oxipropileno en su cadena principal, este grupo de aminas primarias se ubican en los átomos de carbonos secundarios al final de la cadena poliéter alifático, es un agente de curado para resinas epóxicas, como agente anti flexión en los poliuretanos, y como beneficios posee baja presión de vapor, miscible en agua y solventes, mejora fuerza y flexibilidad. (14)

Jeffamine polieteraminas son una gama de productos muy versátil. Se utiliza principalmente para aumentar la flexibilidad, dureza, hidrofobicidad (dependiendo del producto usado), también ofrecen

diferentes reactividades, buenas estabilidades de temperatura, son esencialmente incoloros y tienen una viscosidad baja. (15)

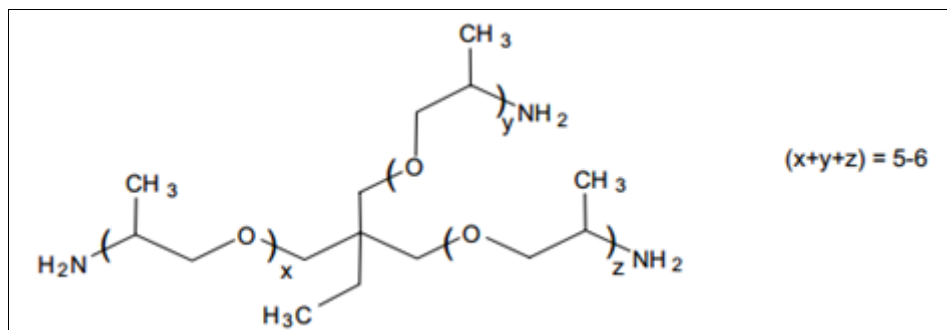


FIGURA 2.8. ESTRUCTURA MOLECULAR DE JEFFAMINE T-403

2.2. Organoarcillas e inhibidores volátiles de corrosión

Generalmente las arcillas son de naturaleza hidrofílica. Con el propósito de hacer compatible con polímeros orgánicos, la superficie de los minerales de arcilla debe ser modificada a organofílicas antes de su uso. Los cationes orgánicos tales como un ion de amonio o un ion fosfonio son los que usualmente usan las organoarcillas modificadas. La modificación implica el intercambio de cationes inorgánicos en la capa intermedia con sales de onio orgánicos. La modificación orgánica provoca la expansión del espacio interlaminar y por lo tanto aumenta el espaciado d en cierta medida (normalmente más de 2 nm). Con esto la modificación orgánica favorece la difusión de polímeros en el espacio entre

capas. En la figura 2.9 muestra la representación esquemática de la organoarcilla modificada. Los iones alquilamonio pueden ser fácilmente intercambiados con los iones situados entre las capas. Dependiendo de la densidad de la carga de capa de arcilla, los iones de alquilamonio pueden adoptar diferentes estructuras entre las capas de arcilla. Estos reducen las interacciones electrostáticas entre las capas de silicato de este modo facilitar la difusión del polímero. En general, cuanto mayor sea la longitud de la cadena surfactante, mas será el espaciado d de las capas de arcilla. (13)

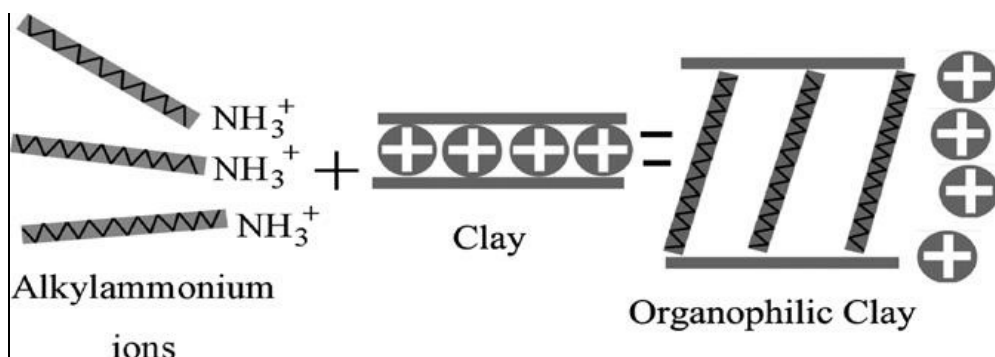


FIGURA 2.9. ORGANOARCILLA MODIFICADA (13)

El tipo de arcilla más utilizada actualmente para la modificación orgánica es la montmorillonita, sin embargo se han realizado estudios donde se han realizado la intercalación química con hectorita, sepiolita y micas sintéticas.

Según su uso comercial se ha catalogado a la montmorillonita como una de las arcillas con mayor potencial para ser modificada

por su carácter hidrofílico a organofílico para luego ser utilizada en la formación de nanocompuestos junto a algún polímero. En contraste con otras arcillas posee excelentes propiedades como: gran capacidad de intercambio catiónico, su capacidad de absorción, comportamiento de hinchamiento y su gran área superficial. (16)

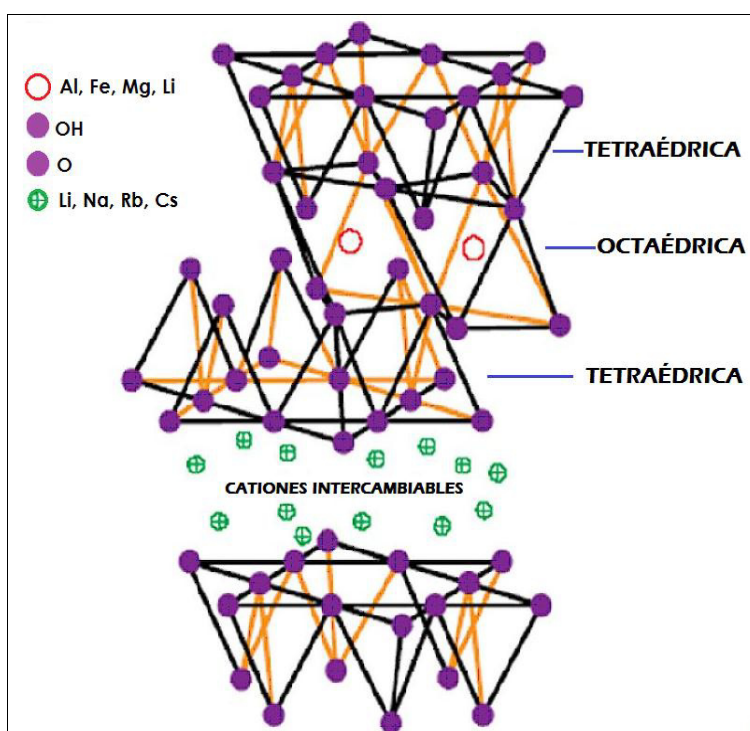


FIGURA 2.10. ESQUEMA DE LA ESTRUCTURA CRISTALINA DE LA MONTMORILLONITA NATURAL (17)

Al tratar de formar un nanocompuesto existen tres posibles casos que la arcilla se asocie con la matriz polimérica, se tiene de la siguiente forma:

Microcompuestos de Fases Separadas.- esto ocurre cuando las cadenas poliméricas no han tenido una buena asociación con los silicatos de las arcillas y se produce un microcompuesto con dos fases, sin variar sus propiedades.

Nanocompuestos Intercalados.- sucede cuando las cadenas poliméricas se asocian con los silicatos de las arcillas, haciendo que los polímeros ingresen en medio de ellos y formen espacios basales en la mezcla.

Nanocompuestos Exfoliados.- se originan cuando las láminas se dispersan de forma aleatoria y uniforme en toda la red polimérica.

(13)

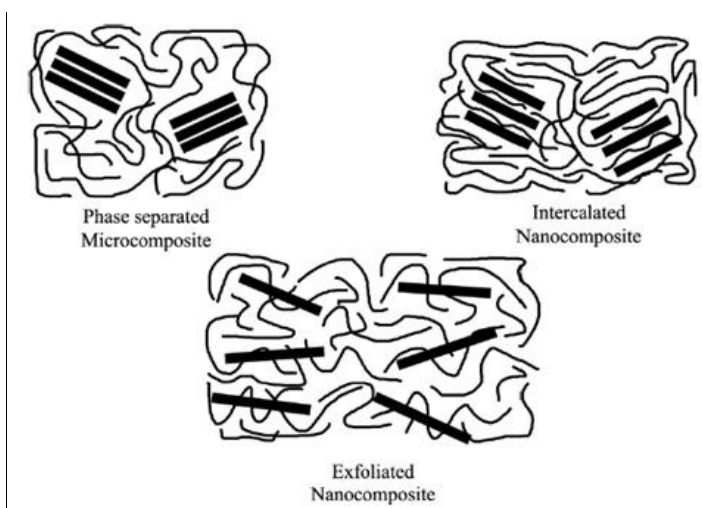


FIGURA 2.11. TIPOS DE ASOCIACIÓN DE ARCILLAS CON CADENAS POLIMÉRICAS (13)

Al agregar la proporción adecuada de arcilla, resultara una buena asociación entre la arcilla y la matriz polimérica proporcionando mejoras en sus propiedades.

Organoarcillas de Southern Clay Products, Inc.

La empresa Southern Clay Products presenta organoarcillas de la línea Cloisite para su aplicación en nanocompuestos con base plástica (Ver Tabla 1). Son productos de la modificación orgánica de la montmorillonita mineral a escala nanométrica, según sus capas o láminas como promedio de 1 nanómetro de espesor y de 70 – 150 nanómetros de longitud.

TABLA 1
SELECCIÓN DEL TIPO DE CLOISITE BASADO EN LA QUÍMICA
DEL POLÍMERO/MONÓMERO (17)

TIPO DE PLÁSTICO	CLOISITE RECOMENDADA
Poliamidas	Cloisite 93 y Cloisite 30B
Polipropileno maleado	Cloisite 20 y Cloisite 15
Polietileno maleado	Cloisite 20 y Cloisite 15
Etileno vinil acetato	Cloisite 20 y Cloisite 15
Resina de intercambio iónico	Cloisite 20 y Cloisite 93
Poliuretano Termoplástico	Cloisite 30B
Emulsión, Látex	Cloisite 116

Estos productos tienen características organofílicas que las hacen miscibles en las matrices poliméricas de termoplásticos logrando una mejor dispersión, mejorando las propiedades mecánicas (módulo de elasticidad y resistencia a la tensión), propiedades de barrera de gases y de olores, disminución de la flamabilidad.

Organoarcilla Cloisite 93A

Es una arcilla orgánicamente modificada de la montmorillonita, su modificado es una sal de amonio ternario denominada M2HT, representando un grupo metilo y dos cadenas de hidrogeno (Metil, bis hidrogenado tallow de amonio), es un compuesto formado por cadenas de carbono (65%C18; 30%C16; 5%C14). Se puede aplicar como aditivo para mejorar las propiedades físicas de los plásticos y cauchos como refuerzo en la temperatura de deflexión térmica, coeficiente lineal de expansión térmica, flamabilidad y de barrera. (18)(19)

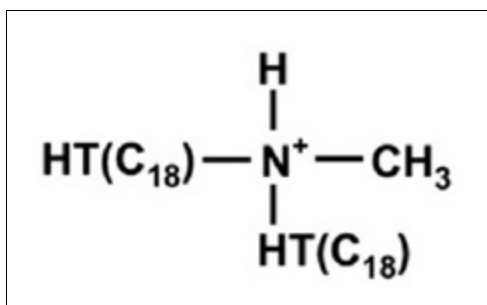


FIGURA 2.12. ESTRUCTURA MOLECULAR DE CLOISITE 93A

Inhibidores volátiles de corrosión

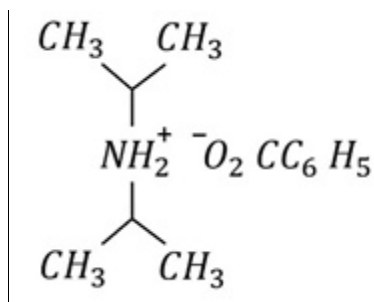
Los inhibidores volátiles de corrosión tienen diversas aplicaciones en diferentes ambientes, tales como acuosos, no acuosos o

gaseosos. Por ejemplo, en calderos los inhibidores de corrosión son transportados con el vapor para evitar la corrosión en los tubos de condensado, estos compuestos inhiben la corrosión al volver alcalino el ambiente o formando capas o películas hidrofóbicas. (20)

Carboxilato de amino

En este proyecto de graduación el Inhibidor de corrosión utilizado fue el carboxilato de amino o también llamado RM-210 que es una molécula mixta que posee cabezales de carga positiva y negativa de carácter hidrofílico y un grupo de cola hidrofóbico. Los ácidos carboxílicos son también llamados ácidos alcanoicos pueden ser neutralizados con algunos cationes (ejemplo Bi), pero reaccionan con NaOH para formar sales de carboxilato de sodio. Estas sales de carboxilato de amino incluyen una amplia gama de ácidos orgánicos que han sido neutralizados con una amina. Estos ácidos orgánicos son generalmente compuestos de cadena lineal terminada por un grupo carboxilo (COOH). Los números de átomos de carbono varían entre uno y 26. (21)

Este compuesto brinda la capacidad de proteger en tres modos, como interfaz, contacto y vapor. Se ha aplicado en pinturas, desengrasantes, fundas plásticas, limpiadores de metales, su estructura molecular se muestra en la figura 2.13 (22)



**FIGURA 2.13. ESTRUCTURA MOLECULAR DE CARBOXILATO
DE AMINO RM-210 (22)**

2.3. Asentamiento de organoarcilla en resina epóxica

Un factor importante que se debe tener en cuenta en la matriz polimérica en mezclas de resinas epóxicas con organoarcillas para la formación de nanocompuestos es evitar el asentamiento, de la cual se debe realizar esta prueba para conocer los tiempos de asentamiento de la organoarcilla y por ende la velocidad de asentamiento, por lo que se permitiría trabajar con normalidad al conocer el estado de asentamiento de las arcillas dentro de la red polimérica. Para este proyecto se va a trabajar con la mezcla de dos resinas y arcilla.

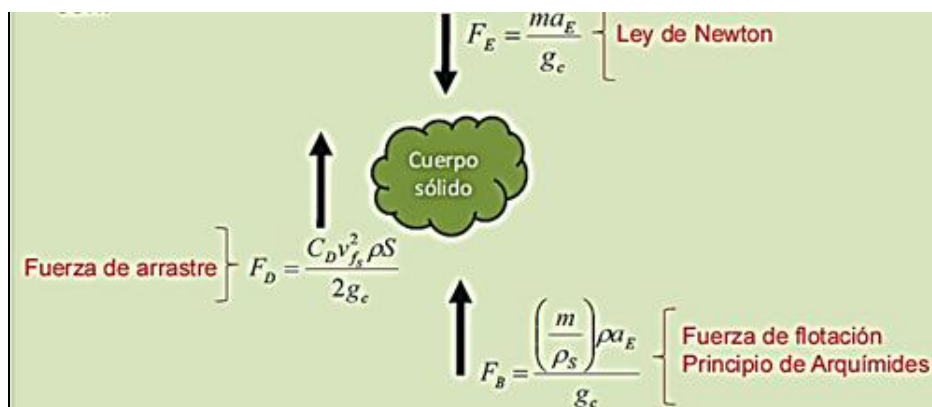


FIGURA 2.14. DIAGRAMA DE FUERZA SOBRE UN CUERPO SÓLIDO (23)

La velocidad de separación está determinada por las propiedades del sólido, del líquido o de la mezcla. Se puede obtener el tiempo de asentamiento y su distancia lineal Ecuación (2.1); esto ayuda a obtener los tiempos límites durante el mezclado de dichos compuestos para evitar errores en el análisis o posibles exfoliaciones. (22)

$$V_a = \frac{X_l}{T_a} \quad (2.1)$$

Donde:

V_a : Velocidad de asentamiento de la arcilla (m/seg)

X_l : Distancia lineal de asentamiento (m)

T_a : Tiempo de asentamiento a una distancia X_t dada (seg)

Propiedades del sólido en la velocidad de asentamiento

- Densidad
- Forma
- Rugosidad superficial
- Condición eléctrica de su superficie
- Distribución granulométrica

Propiedades del líquido en la velocidad de asentamiento

- Densidad
- Viscosidad
- Naturaleza molecular
- Sustancia disuelta

Propiedades de la mezcla en la velocidad de asentamiento

- Concentración de sólidos
- Viscosidad de mezclas

Para la ecuación citada anteriormente la distancia de asentamiento no es la misma a la distancia lineal requerida debido a que viene dada en mililitros (ml), por lo que esta distancia debe ser lineal y se emplea un método equivalente de medición por parte de la persona que realiza el ensayo.

Aplicando la Ley de Stokes; que cita a partículas esféricas que se desplazan sobre un líquido viscoso, experimentan una fuerza de arrastre y gravitatoria. Para determinar los diámetros hidrodinámicos se lo efectúa de las siguiente ecuación (2.2)

$$V_a = \frac{g D_h^2 (\rho_p - \rho_m)}{18\mu} \quad (2.2)$$

Donde:

V_a : Velocidad de asentamiento de la arcilla (m/seg)

g : aceleración de la gravedad (m/s^2)

D_h : Diámetro hidrodinámico de la partícula en el medio viscoso (μm)

ρ_p : Densidad de la partícula (kg/m^3)

ρ_m : Densidad del medio (kg/m^3)

μ : Viscosidad del fluido ($Pa * seg$)

Reemplazando la velocidad de asentamiento se tiene el diámetro hidrodinámico de la partícula en un medio viscoso:

$$D_h = 2 * \sqrt{\frac{4.5\mu X_l}{g(\rho_p - \rho_m)T_a}} \quad (2.3)$$

Los valores se expresaron en micrómetros, de esta forma se emplearon las distancias de desplazamiento de la partícula y el tiempo para calcular la velocidad de asentamiento y diámetro

hidráulico, aplicados como indicadores de compatibilidad. (Ver APÉNDICE A)

2.4. Caracterización de nanocompuestos de epóxicas-arcillas

La caracterización de los nanocompuestos son técnicas empleadas para comprobar y analizar las mejoras de las propiedades físicas y químicas que tiene la matriz polimérica luego de tratar orgánicamente a las arcillas. La aplicación de estas técnicas se requiere conocer la estructura cristalina, los enlaces químicos y su forma física a la nueva sustancia. A continuación se muestran los principales ensayos que se usaron en este proyecto para comprender lo que ocurre en las organoarcillas a nivel molecular.

Espectrometría infrarroja por Transformada de Fourier

La espectroscopia es el estudio de la interacción de la luz con la materia. Esta luz puede reflejarse o transmitirse con un rayo monocromo de luz infrarroja sin cambio de energía a través de una muestra la cual ha sido preparada previamente.

La espectrometría infrarroja ha sido utilizada en la identificación de los elementos de la naturaleza y se basa en las frecuencias específicas que tienen los enlaces químicos de las sustancias. (24)

Existen diversos tipos de movimiento vibracional de los enlaces químicos de una molécula, llamados modos, pueden excitarse por la radiación infrarroja, generalmente en el rango de longitud de onda de 0.1 a 0.11125 cm, o de 10 a 4000 cm^{-1} (número de onda).

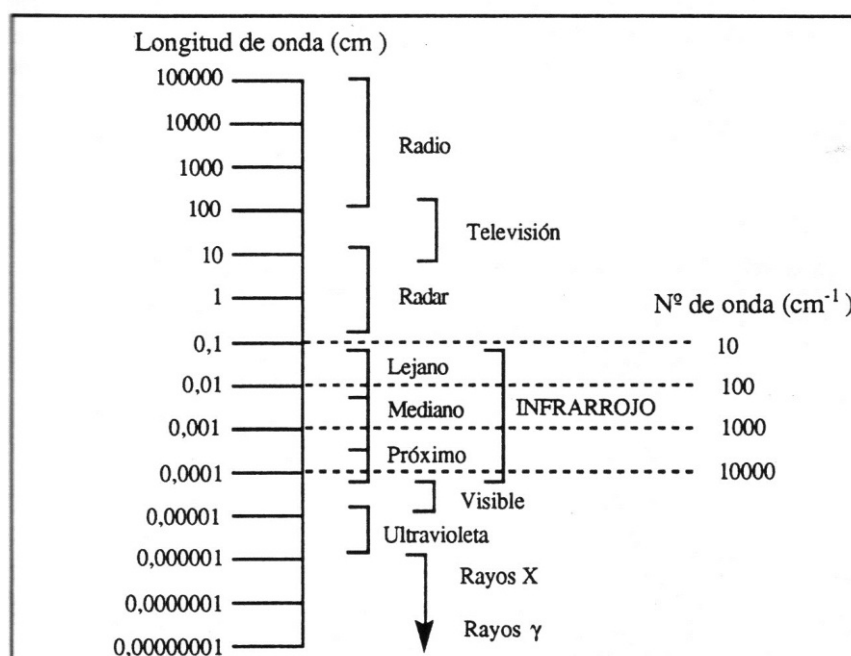


FIGURA 2.15. RANGOS DE FRECUENCIA (25)

Generalmente, la luz o radiación consta de un rango de frecuencias, de la cual algunas serán absorbidas por la muestra. Es necesario determinar cuanta energía de estas frecuencias ha sido absorbida, por lo que se debe dividir la luz de acuerdo con la longitud de onda y medir su intensidad. Este es el principio de la cual trabajan los espectrómetros. (25)

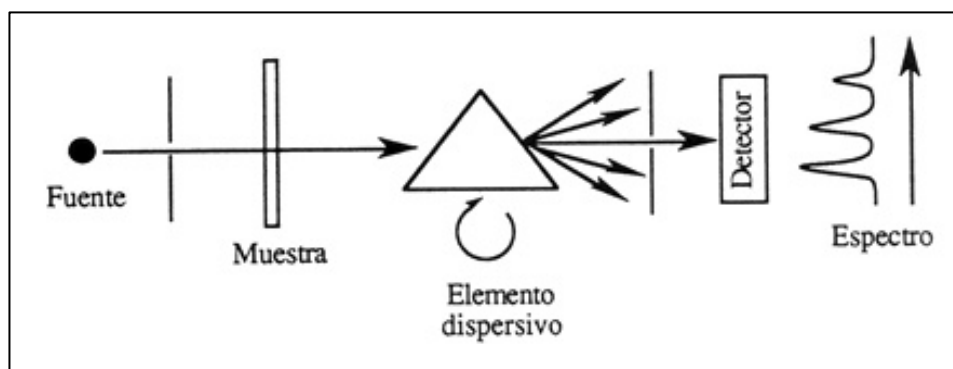


FIGURA 2.16. DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DE UN ESPECTRÓMETRO (25)

En la gráfica del espectro IR de una muestra se la representa con la cantidad de energía IR (eje y) y que es absorbida a determinadas frecuencias (eje x) en la región IR del espectro electromagnético. Ver figura 2.16 (26)

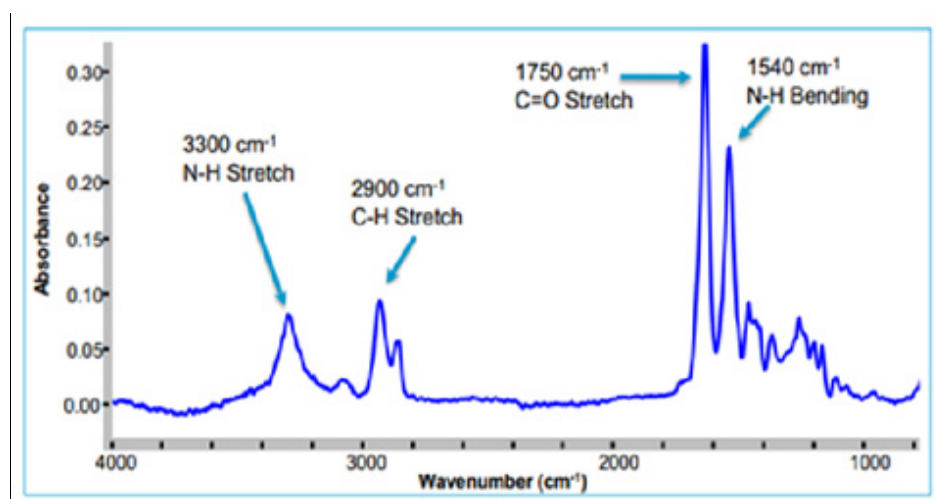


FIGURA 2.17. GRÁFICA DE UN ESPECTRO (26)

Cada muestra tiene un espectro IR único; es decir que el espectro IR es como el código genético de un compuesto (Ver Figura 2.17.)

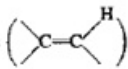
Enlace	Tipo de compuesto	Intervalo de frecuencias, cm^{-1}	Intensidad
C—H	Alcanos	2.850-2.970	Fuerte
		1.340-1.470	Fuerte
C—H	Alquenos 	3.010-3.095	Media
C—H	Alquinos ($-\text{C}\equiv\text{C}-\text{H}$)	675-995	Fuerte
C—H	Alquinos ($-\text{C}\equiv\text{C}-\text{H}$)	330	Fuerte
C—H	Anillos aromáticos	3.010-3.100	Media
		690-900	Fuerte
O—H	Alcoholes y fenoles (monómeros)	3.590-3.650	Variable
	Alcoholes y fenoles (unidos por puentes de hidrógeno)	3.200-3.600	Variable, a veces ancha
	Ácidos carboxílicos (monómeros)	3.500-3.650	Media
	Ácidos carboxílicos (unidos por puentes de hidrógeno)	2.500-2.700	Ancha
N—H	Aminas, amidas	3.300-3.500	Media
C=C	Alquenos	1.610-1.680	Variable
C=C	Anillos aromáticos	1.500-1.600	Variable
C≡C	Alquinos	2.100-2.260	Variable
C—N	Aminas, amidas	1.180-1.360	Fuerte
C≡N	Nitrilos	2.210-2.280	Fuerte
C—O	Alcoholes, éteres, ácidos carboxílicos, ésteres	1.050-1.300	Fuerte
		1.690-1.760	Fuerte
C=O	Aldehídos, cetonas, ácidos carboxílicos, ésteres	1.690-1.760	Fuerte
NO ₂	Nitroderivados	1.500-1.570	Fuerte
		1.300-1.370	Fuerte

FIGURA 2.18. INTERPRETACIÓN DE ESPECTROS IR (27)

En el espectro electromagnético la región infrarroja toma lugar a las frecuencias de 12,800 y 10 cm^{-1} , y a esta región se la ha dividido en tres sub-regiones denominadas: (27)

- Región de Infrarrojo Cercano (NIR Near Infrared Region) que va desde 12800 a 4000 cm^{-1} , puede excitar sobretonos o vibraciones armónicas.

- Región de Infrarrojo Medio (MIR Middle Infrared Region) que va desde los 4000 a 400 cm^{-1} , puede ser usado para estudiar las vibraciones fundamentales y la estructura rotacional vibracional.
- Región de Infrarrojo Lejano (FIR Far Infrared Region) que va desde 400 a 10 cm^{-1} , se encuentra adyacente a la región de microondas, posee baja energía y puede ser usado en espectroscopia rotacional.

Regiones espectrales	Tipo de medida	Tipo de análisis	Tipo de muestras
Infrarrojo cercano	Reflectancia difusa	Cuantitativa	Materiales comerciales sólidos o líquidos
	Absorción	Cuantitativa	Mezclas gaseosas
Infrarrojo medio	Absorción	Cualitativa	Compuestos sólidos, líquidos o gaseosos puros
		Cuantitativa	Mezclas complejas de gases, líquidos o sólidos
	Cromatográfico	Mezclas complejas de gases, líquidos o sólidos	
	Reflectancia	Cualitativa	Compuestos sólidos puros o líquidos
Infrarrojo lejano	Emisión	Cuantitativa	Muestras atmosféricas
	Absorción	Cualitativa	Especies inorgánicas puras u organometálicas

FIGURA 2.19. PRINCIPALES APLICACIONES DE LA ESPECTROMETRÍA EN EL INFRARROJO (27)

Para este proyecto se usó la región de infrarrojo medio (MIR) que es la región más empleada para la caracterización de elementos y compuestos con un rango de 4000 a 500 cm^{-1} , reflejada por picos de absorbancia que aumentaron su amplitud conforme pasaba el tiempo en que la nanoarcilla C93A se asentaba sobre la resina RAD-948.



FIGURA 2.20. PORTAMUESTRA DE LÍQUIDOS PARA ESPECTROMETRÍA MID-IR

También se utilizó la región de infrarrojo cercano (NIR) que es menos útil para la identificación pero sirve para el análisis cuantitativo de compuestos o sustancias que contengan agrupaciones funcionales con hidrógenos unidos a carbonos, nitrógenos y oxígenos. (26)

Curado en FTIR.- Se realizaron las mezclas correspondientes para obtener cuatro tipos de ensayo:

Primer ensayo: Se tiene los sistemas epóxicos-amina obtenidos de la mezcla entre GE-60 a un 75% de la masa total de la resina y RAD-948 a un 25% de la masa total de la resina con la amina T-403.

Segundo ensayo: Se tiene los sistemas epóxicos-amina y se agregó un 5% en masa arcilla del peso total obtenida de la mezcla entre GE-60(75%), RAD-948(25%), T-403 y C93A.

Tercer ensayo: Se tiene los sistemas epóxicos-amina y se agregó el 1% en masa de inhibidor de corrosión RM-210 del peso total obtenida de la mezcla entre GE-60(75%), RAD-948(25%), T-403 y RM210 (Carboxilato de amino)

Cuarto ensayo: Se tiene los sistemas epóxicos-amina y se agregó un 5% en masa arcilla y 1% en masa de inhibidor de corrosión RM-210 del peso total obtenida de la mezcla entre GE-60(75%), RAD-948(25%), T403, C93A y RM210, del cual fueron analizados con el FTIR.

Se realizó un total de 4 probetas formadas por dos placas de vidrio semijuntas y colocada la muestra en su interior según la figura 2.21, las cuales se monitorearon mediante el método Near-IR con un rango de 7500 – 4000 cm^{-1}



FIGURA 2.21. MONITOREO DE CURADO PARA ESPECTROMETRÍA NEAR-IR

Aplicando las ecuaciones para la obtención de los datos de porcentajes de reducción de áreas picos o conversión de amina primaria y epóxico se muestran a continuación.

$$\alpha[A1] = 1 - \frac{A1_n}{A1_0} \quad 2.4$$

$$\alpha[E] = 1 - \frac{E_n}{E_0} \quad 2.5$$

Los subíndices 0 y n denotan el valor inicial y los valores finales refiriéndose al orden y cantidad de ensayos realizados durante el monitoreo de curado por 7 días (168 horas).

Reología

La reología es la ciencia del flujo y la deformación de la materia, describe la relación entre fuerzas, deformaciones y tiempo. La reología tiene gran aplicación a cualquier clase de materiales, desde los gases hasta los sólidos.

La reología de fluidos es usada para describir la consistencia de diferentes fluidos como: la viscosidad y la elasticidad. Por viscosidad se entiende la resistencia a fluir o el “espesamiento” y por elasticidad la “pegajosidad” o “estructura”.

La reología es entonces la rama física que estudia el comportamiento de los fluidos a diferentes tipos de esfuerzos. El

campo de la reología se extiende desde la mecánica de los fluidos Newtonianos por una parte, hasta la elasticidad de Hooke. (28)

Viscosidad.- Es la propiedad que tienen los líquidos de ofrecer una cierta resistencia a la deformación o desplazamiento relativo de dos capas paralelas vecinas.

Tipos de Viscosidad.- Existen tres tipos de viscosidad: la viscosidad dinámica, la viscosidad cinemática y la viscosidad aparente.

La *viscosidad dinámica* o *absoluta*, denominada " μ ". Si se representa la curva de fluidez (esfuerzo cortante vs velocidad de deformación) se define también como la pendiente en cada punto de dicha curva.

La *viscosidad aparente*, también denominada " μ " se define como el cociente entre el esfuerzo cortante y la velocidad de deformación. Se aplica este término para tratar de viscosidad de fluidos no newtonianos

La *viscosidad cinemática*, denominado " ν ". Relaciona la viscosidad dinámica con la densidad del fluido utilizado. (29)

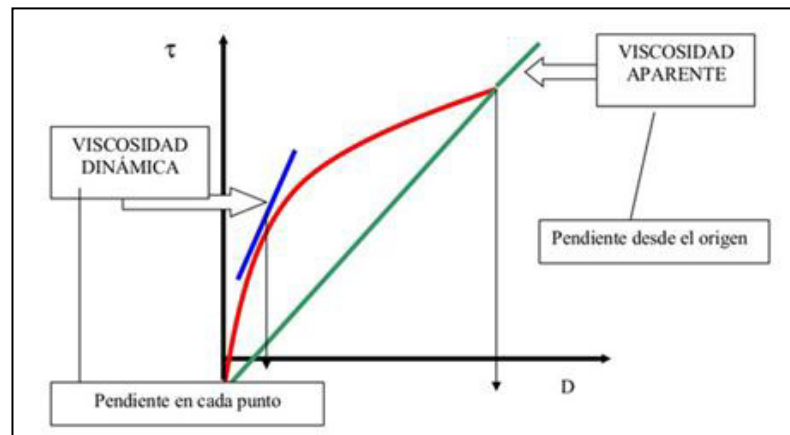


FIGURA 2.22. CURVA DE FLUIDEZ PARA REPRESENTAR LA VISCOSIDAD DINÁMICA Y APARENTE (29)

Ley de Newton de la viscosidad.- es cuando el sistema que esta inicialmente en reposo $t=0$, y al cabo de unos instantes la lámina inferior se pone en movimiento en la dirección de x , con velocidad constante v .

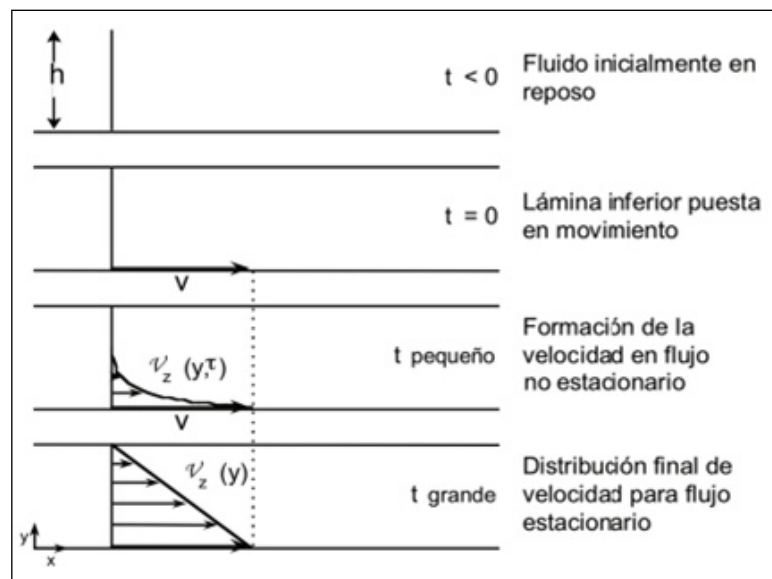


FIGURA 2.23. DESARROLLO DEL PERFIL DE VELOCIDAD (28)

A medida que pasa el tiempo el fluido gana cantidad de movimiento, que finalmente se establece el perfil de velocidad en régimen estacionario. Una vez alcanzado el perfil de velocidad, es preciso aplicar una fuerza constante F para conservar el movimiento de la lámina inferior teniendo en cuenta la constante de proporcionalidad que es la viscosidad. (28)

Para este proyecto se va usar materiales viscoelásticos, cuyo comportamiento es de tipo líquido y sólido, típico de los polímeros termoestables que tienen componente elástica y otra viscosa, que al someter a una tensión se almacena como energía potencial como son los sólidos ideales y otra parte se disipa como los fluidos, para este tipo de ensayo se usa el reómetro. (30)

Reómetro.- es un instrumento que mide tanto el seguimiento del esfuerzo como la deformación de un material del cual no se conoce su relación constitutiva.

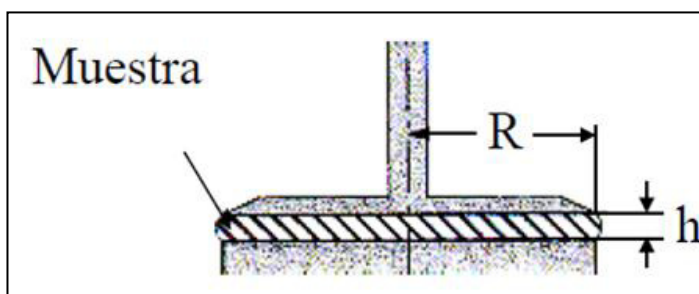


FIGURA 2.24. ESQUEMA DE GEOMETRÍA DE PLATOS PARALELOS (30)

Se va usar el reómetro rotacional cuyos cálculos se realizan a partir de las medidas de la fuerza de torsión de los platos junto con el nanocompuesto, de la velocidad del eje y de sus características que ofrecen una lectura directa de la viscosidad en centipoises o Pas.

(31)

Microscopia electrónica de barrido (SEM)

El fundamento de la microscopía electrónica de barrido (“Scanning Electron Microscope”, SEM) se basa en hacer incidir un delgado haz de electrones acelerados, con energías desde unos cientos de eV hasta unas decenas de Kev (50 KeV), explora la superficie de la imagen punto por punto y un haz focaliza sobre la superficie de un material de forma que realiza un barrido de la misma siguiendo la trayectoria de líneas paralelas. Cada punto leído corresponde a un pixel en un monitor. Cuanto mayor sea el número de electrones aplicados sobre la muestra más brillará el pixel en la pantalla. Los microscopios electrónicos de barrido pueden ampliar los objetos 200.000 veces o más. (32)(33)

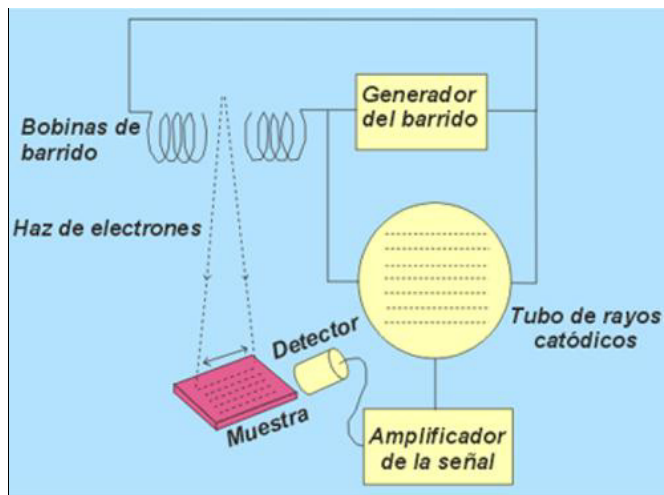


FIGURA 2.25. COMPONENTES DE UN MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO. (33)

En este proyecto se aplicó para determinar la dispersión de la organoarcilla en los sistemas de curado de diferentes muestras, para el análisis visual se escogieron magnificaciones de 500x que permitió ver hasta un tamaño de 200 micras hasta una magnificación de 10000x con un tamaño de visualización de 10 micras. Se tuvo que fracturar las probetas y recubrirse con platino para impregnar una capa de átomos de platino para que puedan ser grabados durante el barrido electrónico.

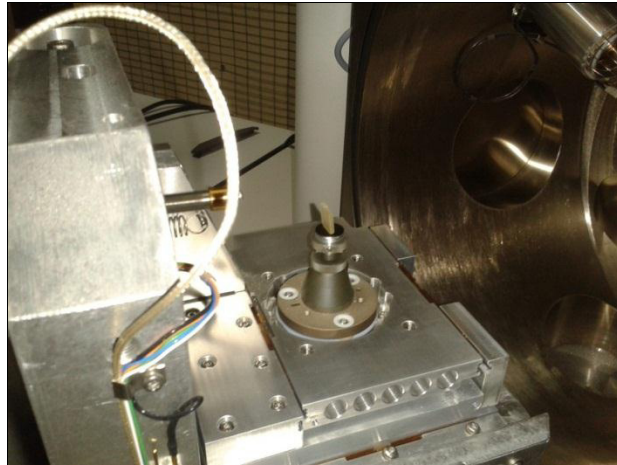


FIGURA 2.26. PORTAMUESTRA EN EL INTERIOR DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (SEM)

Ensayo de Tensión

Según la Norma ASTM 882-12, “Método de prueba estándar para propiedades de tracción de plástico de lámina fina” es un método para encontrar la identificación y caracterización de materiales con propósitos de control y especificación. Las propiedades de tensión pueden variar por el espesor de la muestra, método de preparación, velocidad de estiramiento, tipo de apriete con mordaza, y manera de evaluar la extensión. (34)



FIGURA 2.27. ENSAYO DE TENSIÓN (ASTM 882-12)

Para este proyecto se preparó las probetas curadas durante un tiempo de 168 horas bajo condiciones de temperatura y humedad controlada, para obtener la forma ideal se usó moldes a partir de plantillas normalizadas bajo la norma ASTM D256-B, para la evaluación de este ensayo se tuvo que medir su espesor en tres partes diferentes a lo largo de su longitud y así colocar marcas a las probetas para que sujete las mordazas de manera equidistantes, con sus respectivas medidas promedios de ancho y espesor. Al aplicar TRAPEZIUM2 que es un programa de interfaz con la Máquina de Ensayos universales (MEU) y el ordenador, se obtuvieron datos correspondientes a las propiedades mecánicas del material al ser tensado y gráficos de esfuerzo frente a la deformación.

Ensayo de Dureza

Según la Norma ASTM D2240-05, “Método de prueba estándar para las propiedades del caucho - dureza del durómetro” es un método basado en la penetración de un tipo específico de indentador debido a una fuerza sobre el material bajo condiciones específicas. La dureza de la indentación es inversamente relacionada a la penetración, es dependiente del módulo elástico y comportamiento viscoelástico del material. (35)



FIGURA 2.28. ENSAYO DE DUREZA (ASTM D2240-05)

Se usaron probetas de todos los nanocompuestos realizados en este proyecto, se midió la dureza del material al agregar organoarcillas e inhibidores volátiles de corrosión. Para este tipo de ensayo se aplica el shore D para materiales más duros como:

laminas termoplásticas dura, goma dura y plásticos de alto grado de dureza. En la figura 2.29 se encuentra los diferentes tipos de shore y su escala de dureza.

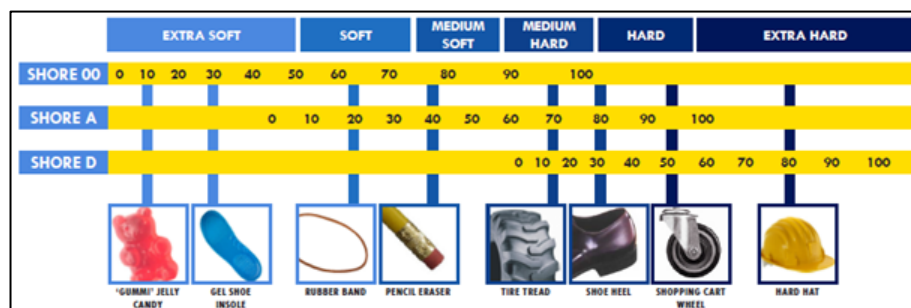


FIGURA 2.29. ESCALA DE DUREZA DE DIFERENTES TIPOS DE SHORE (36)

El durómetro shore tiene un pistón, un indentador o penetrador, un dispositivo electrónico de lectura y un resorte calibrado que aplica una carga en el indentador y la fuerza del muelle calibrado.

2.5. Pruebas de un nanocompuestos de resinas epóxicas alifáticas – aminas – organoarcilla

Las pruebas permiten conocer las propiedades físicas y mecánicas de las probetas con diferentes mezclas desarrolladas en el experimento, con la combinación de dos resinas epóxicas, una amina alifática, la organoarcilla modificada y el inhibidor de corrosión, el cual se realizaron las siguientes pruebas:

Pruebas de hinchamiento

Según la Norma ASTM D 570, “Método estándar para absorción de Agua en Plásticos” es un método para determinar la tasa relativa de absorción de agua de una probeta de material polimérico que está sumergida en agua en un determinado tiempo y temperatura específica.

Esta prueba determina el cambio de masa de los nanocompuestos que están inmersos en líquidos u otros solventes por medio de su peso con respecto al tiempo.



FIGURA 2.30. PRUEBA DE HINCHAMIENTO (ASTM D 570)

La absorción de agua puede ser representada de la siguiente manera: (37)

- La masa de agua absorbida por unidad de superficie.
- Porcentaje de agua absorbida con respecto a la masa original de la probeta de ensayo.

$$M(\%) = \frac{(m_t - m_o)}{m_o} \times 100 \quad 2.6$$

Donde:

$M(\%)$: Porcentaje de agua absorbida

m_t : Masa de agua absorbida en el tiempo (t)

m_o : Masa inicial antes de absorber agua

Prueba de adherencia

Según la Norma ASTM D3359-08, “Método de prueba estándar para la medición de adhesión por prueba de cinta” es un método cuyo procedimiento es evaluar la adhesión de películas de revestimientos a sustratos metálicos mediante la aplicación y eliminación de la cinta sensible a la presión sobre cortes perpendiculares realizados en la película. (38)

Para evaluar el ensayo de adherencia, se debe antes hacer la mezcla correspondiente al nanocompuesto y luego colocar el material con un espesor de 1 mils sobre placas metálicas normalizadas que fueron lijadas para mayor adherencia del nanocompuesto.



**FIGURA 2.31. ENSAYO DE ADHERENCIA SOBRE PLACAS
NORMALIZADAS**

Prueba de Rayado de lápiz

Según la norma ASTM D3363 - 05, “Método de prueba estándar para dureza de película por prueba del lápiz” es un método de bajo costo para la determinación de la dureza de película como recubrimiento orgánico sobre un sustrato o metal con minas de lápiz de dureza conocida.

Este método de ensayo se ha utilizado para determinar también el curado de estos recubrimientos, especialmente aquellos compuestos que son secados con calor. (39)



FIGURA 2.32. VISTA DEL SOPORTE MECÁNICO CON LÁMINA

CAPÍTULO 3

3. PARTE EXPERIMENTAL.

En este proyecto se solicitó los recursos necesarios para la preparación de las probetas, equipos de medición, higiene y seguridad para obtener resultados deseables en la experimentación y determinar el nanocompuesto ideal realizada por distintas pruebas y ensayos, a continuación se muestra un cuadro esquemático del trabajo experimental. Ver figura 3.1

En este cuadro se describe detalladamente el procedimiento empleado en cada prueba y ensayo, se aplica una prueba para escoger el mejor nanocompuesto, así evitar pérdidas de material y tiempo.

Cada prueba y ensayo se realizó con normas y procedimientos requeridos por los equipos para analizar las propiedades físicas y mecánicas de los nanocompuestos. Para ello se usó la metodología que demandan las hojas técnicas de cada muestra.

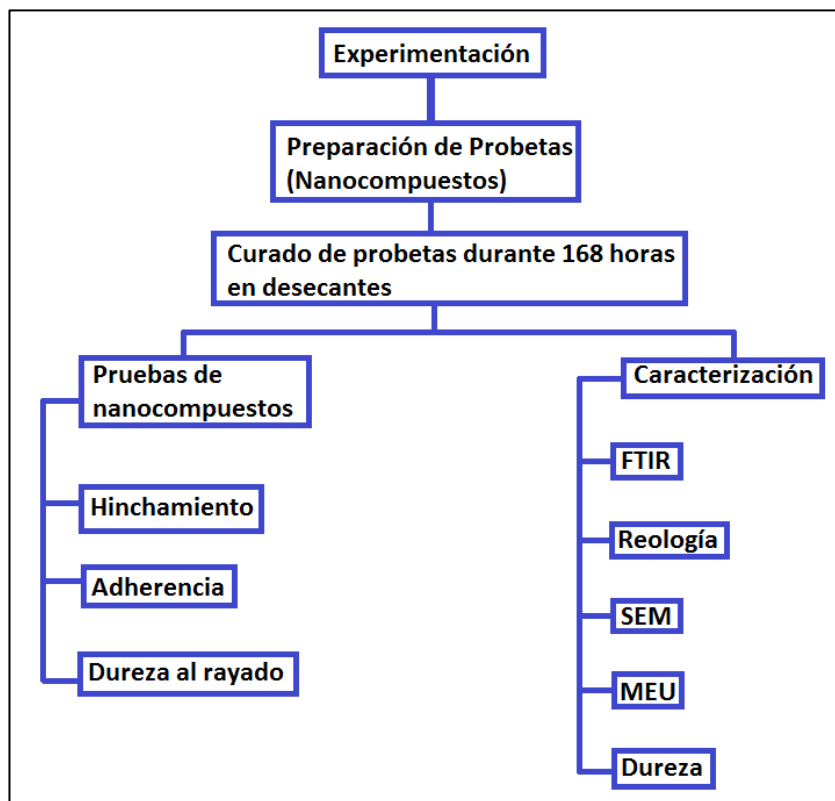


FIGURA 3.1. ESQUEMA EXPERIMENTAL

3.1. Materiales, equipos y accesorios

En este capítulo se presenta todo el desarrollo experimental de la investigación, es necesario que se cuente con los materiales correctos para la preparación de las probetas y equipos en buenas condiciones para su debido análisis.

Antes de comenzar los experimentos se utilizó protecciones adecuadas para la seguridad e higiene al contacto con sustancias que podrían ser peligrosos o causar efectos nocivos a la salud.



FIGURA 3.2. ACCESORIOS DE SEGURIDAD PERSONAL

El lugar donde se realizaron las probetas fue en el laboratorio de síntesis de materiales del cual tiene condiciones favorables para el trabajo.



FIGURA 3.3. LABORATORIO DE SÍNTESIS DE MATERIALES

Materiales.- en esta parte se encuentran la materia prima y herramientas que tuvo que ser procesada para la función requerida según el ensayo a tratar, y estos son:

Cloisite 93A.- arcilla de origen natural perteneciente a la familia Montmorillonita modificada, molida y tamizada a 20 micras. (Ver APÉNDICE F)

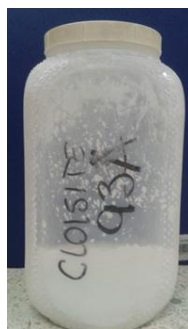


FIGURA 3.4. CLOISITE 93A

Carboxilato de amina (CA) RM210.- es un inhibidor de corrosión volátil, molida y tamizada a 20 micras, usada al 1% en la mezcla epoxi/amina/arcilla.



FIGURA 3.5. CARBOXILATO DE AMINA RM210

Jeffamine T-403.- agente curador trifuncional perteneciente al grupo de las polieteraminas (Ver APÉNDICE E)



FIGURA 3.6. JEFFAMINE T-403

Resina Epóxica GE-60.- pertenece al grupo alifático de los sorbitoles epoxidados multifuncionales. (Ver APÉNDICE D)



FIGURA 3.7. RESINA EPÓXICA GE-60

Resina Epóxica RAD-948.- pertenece al grupo alifático de resinas trifuncionales epóxicos basado en trimetilolpropano éter de triglicidilo. Al mezclarse con otra resina mejora la solubilidad y disminuye la viscosidad proporcionando muy buena reactividad.

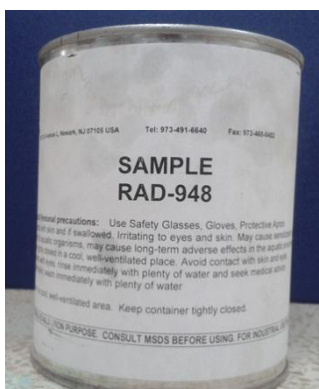


FIGURA 3.8. RESINA EPÓXICA RAD-948

Equipos

Los siguientes equipos fueron utilizados para las pruebas y caracterización de las muestras que se analizaron en este proyecto, se tiene lo siguiente:

Deshumidificador.- mantiene las condiciones necesarias controlando la humedad relativa del ambiente. Debido a las altas temperaturas y humedad que presenta la ciudad de Guayaquil se vio la necesidad de colocar deshumidificadores para evitar que las partículas de vapor dañen las probetas.



FIGURA 3.9. DESHUMIDIFICADOR

Higrómetro.- este equipo mide la temperatura y la humedad relativa. Las condiciones del laboratorio deben estar a temperaturas menores a 25° y humedad relativa menor al 50%.



FIGURA 3.10. HIGRÓMETRO

Balanza digital.- con esta balanza se pesó los diferentes nanocompuestos como: resinas, amina, organoarcilla e inhibidor de corrosión. De marca BOECO de fabricación Alemana, este equipo

tiene una capacidad de máx. 210gr. y tiene una resolución de 0.001 gr.



FIGURA 3.11. BALANZA DIGITAL DE PRECISIÓN

Speed Mixer (Mezclador centrífugo).- equipo utilizada para tener una mejor exfoliación y una buena mezcla entre resina, amina, organoarcilla e inhibidor de corrosión.



FIGURA 3.12. SPEED MIXER DAC 400.1 FVZ

Cámara de vacío.- consta de una bomba de vacío y un recipiente con descante para formar un ambiente seco y de baja presión, con el propósito de extraer todo el aire que se encuentran depositadas en las muestras.

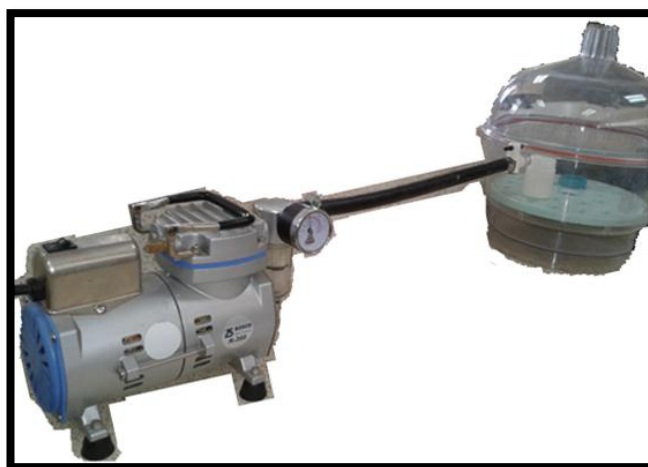


FIGURA 3.13. CÁMARA DE VACÍO

Espectrofotómetro de Rayos Infrarrojos (FTIR).- este equipo emplea el método de las transformadas de Fourier que emite un espectro infrarrojo a la muestra, dando una mayor resolución, sensibilidad y rapidez en la obtención de datos respecto a la longitud de onda que poseen distintas muestras.



FIGURA 3.14. ESPECTROFOTÓMETRO INFRARROJO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

Reómetro.- es un instrumento que mide y analiza los cambios en la estructura reológica de un compuesto como: viscosidad del fluido, módulo de almacenamiento y módulo de pérdidas. Este equipo puede adaptar diferentes piezas para la medición, en este caso se va a usar platos metálicos para analizar el tiempo de curado de nanocompuestos resina/amina y una cuchara plástica para remover la muestra.



FIGURA 3.15. REÓMETRO Y ACCESORIO

Máquina de Ensayos Universal.- este equipo de tensión posee una capacidad de 10kN, que permitió obtener el modulo elástico, esfuerzo y deformación.



FIGURA 3.16. MÁQUINA DE ENSAYOS UNIVERSAL (MEU)

Durómetro.- este equipo de marca QUALITEST se encarga de obtener datos de dureza de un material especialmente de plástico, para este proyecto se va usar un durómetro shore D debido a su espesor mayor a 9mm



FIGURA 3.17. DURÓMETRO SHORE D

Microscopio de Barrido Electrónico (SEM).- este equipo visualiza partículas de dimensiones pequeñas, con una gran resolución y el aumento de este instrumento puede llegar hasta 10000x que permite observar alrededor de 10 micras.



FIGURA 3.18. MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (SEM)

Aplicador de Películas.- es un instrumento que sirve para obtener películas húmedas de espesores de 1 mil hasta 8 mil. Es de acero inoxidable y de marca GARDCO



FIGURA 3.19. APLICADOR DE PELÍCULAS

Equipo de Adherencia.- está compuesto de un mango con 11 cuchillas paralelas, que sirven para rayar el recubrimiento de forma perpendicular. Además cuenta con una cinta adhesiva normalizada que se utiliza para colocar en la parte rayada y luego sacarla con respecto a la norma. Finalmente se tiene un cepillo que se utiliza para limpiar la parte rayada y una lupa para verificar la parte removida por la cinta.



FIGURA 3.20. EQUIPO DE ADHERENCIA

Equipo de rayado de lápiz.- está compuesto de 8 porta minas de lápices distribuidas de forma cilíndrica, sirve para verificar la dureza del recubrimiento respecto al rayado. Tiene además un juego de 14 minas de marca GAROCO que se categorizan según la norma ASTM 1474.



FIGURA 3.21. EQUIPO DE RAYADO DE LÁPIZ

Accesorios

Durante el desarrollo del experimento se utilizó varios accesorios que fueron de ayuda para la obtención y manipulación de las muestras, y estos son:

Guantes.- especialmente de látex empleado para manipulación de las muestras y evitar cualquier reacción de la sustancia al contacto con la piel.



FIGURA 3.22. GUANTES

Mascarilla.- utilizada para evitar que partículas de polvo o sustancias ingresen por las vías respiratorias.



FIGURA 3.23. MASCARILLA

Paños de Limpieza.- se usaron para la limpieza y secado de las herramientas tales como pinzas, espátulas, placas, sustancias, etc.



FIGURA 3.24. PAÑOS DE LIMPIEZA

Recipiente de mezclado.- este es el recipiente que se usó para la debida mezcla y contención de los nanocompuestos.



FIGURA 3.25. RECIPIENTE DE MEZCLADO

Envase para almacenamiento.- estos se aplicaron como desecadores debido a la falta de ellos, por motivo del número de muestras que se empleó en el experimento.



FIGURA 3.26. ENVASES PARA ALMACENAMIENTO

Envase de Plataforma.- se usó como base del Portamuestra para el ensayo de curado en el FTIR, se realizó esto con el propósito de nivelar el eje imaginario del emisor con el centro del Portamuestra.



FIGURA 3.27. ENVASE DE PLATAFORMA

Envase de vidrio.- se utilizó como almacenamiento de agua desionizada con la probeta dentro para la prueba de hinchamiento.



FIGURA 3.28. ENVASE DE VIDRIO

Vaso de Vidrio.- utilizado para mezclar agente anticorrosivo (VpCl-440) y agua destilada o des-ionizada durante el lijado de placas metálicas.



FIGURA 3.29. VASO DE VIDRIO

Tubo de ensayo.- se empleó como contenedor de muestra para la prueba de asentamiento.



FIGURA 3.30. TUBO DE ENSAYO

Jeringuilla.- se utilizó para la colocación de la amina y resina a los recipientes debido a su baja viscosidad.



FIGURA 3.31. JERINGUILLA

Agua Des-ionizada.- este líquido fue empleado para la prueba de absorción de agua (Hinchamiento)



FIGURA 3.32. AGUA DES-IONIZADA

Acetona.- se aplicó como agente de limpieza para las herramientas y moldes de los nanocompuestos.

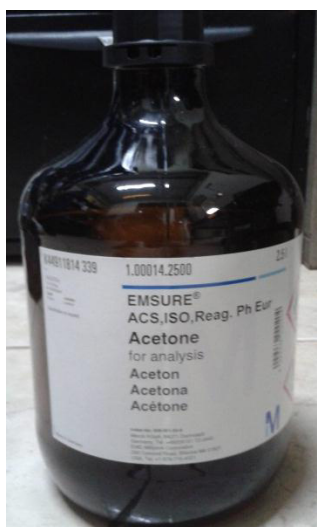


FIGURA 3.33. ACETONA

VpCI-440.- es un agente de protección contra la corrosión. Este agente químico se mezcla con agua destilada o des-ionizada durante el lijado de placas metálicas.



FIGURA 3.34. VPCI-440

Neo-Clear.- es un agente aclarador anticorrosivo usado para proteger y limpiar de manera microscópica a placas metálicas recién lijadas.

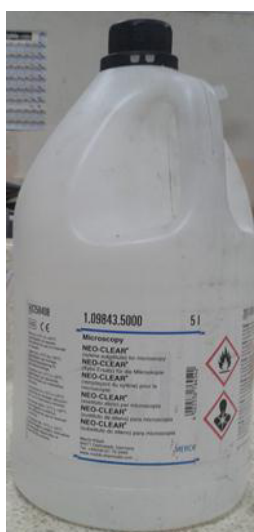


FIGURA 3.35. NEO-CLEAR

Pintura anticorrosiva.- está compuesto de un galón de pintura roja y un aditivo anticorrosivo de uso industrial. Se aplicó pintura en el borde de la placa metálica con el propósito de evitar la corrosión de la placa y el deterioro del recubrimiento.



FIGURA 3.36. PINTURA ANTICORROSIVA

Desecante Gel de Sílice.- es un absorbente de humedad que indica cambiando de color cuando está al límite de absorción.



FIGURA 3.37. DESECANTE GEL DE SÍLICE

Vidrio delgado.- este objeto fue empleado como protector para la elaboración de las portamuestras en el FTIR, del cual se cortaba y se presionaba con dos binchas de metal.



FIGURA 3.38. VIDRIO DELGADO

Lamina de Caucho.- se utilizó como contenedor para la elaboración de los portamuestras en el FTIR.



FIGURA 3.39. LAMINA DE CAUCHO

Tiras de Silicón.- usado para la separación de placas tratadas con recubrimiento y pintura.



FIGURA 3.40. TIRAS DE SILICÓN

Bincha.- se utilizó para la sujeción de los vidrios delgados con la lámina de caucho para la elaboración de portamuestras en el FTIR.



FIGURA 3.41. BINCHA

Moldes para muestras.- fueron utilizados como contenedor de las muestras dando la forma específica dependiendo del ensayo o prueba a realizar.



FIGURA 3.42. MOLDES PARA MUESTRAS

Placa Metálica Normalizada.- se usó para el las pruebas de adherencia y rayado.



FIGURA 3.43. PLACA METÁLICA NORMALIZADA

Herramientas.- parte de los accesorios se encuentran las herramientas de trabajo con las que se usaron para este experimento. Entre ellas están:

Espátula.- esta herramienta se utilizó para remover la mezcla de los recipientes a los moldes y colocación de mezcla a la placa metálica.



FIGURA 3.44. ESPÁTULA

Cuchara doble.- se utilizó para pesaje de masa de las resinas y organoarcillas.



FIGURA 3.45. CUCHARA DOBLE

Pinza.- sirven para la manipulación y levantamiento de las probetas sumergidas en el agua por la prueba de absorción de agua (Hinchamiento).



FIGURA 3.46. PINZA

Estilete.- se empleó para cortar las láminas de caucho en la elaboración de las portamuestras en el FTIR



FIGURA 3.47. ESTILETE

Tijera.- herramienta utilizada para cortar los cauchos para la elaboración del Portamuestra en el FTIR y la cinta para la prueba de adherencia.



FIGURA 3.48. TIJERA

Soporte de tubo de ensayo.- esta tiene una base que soporta una varilla y que a su vez está unida a un brazo con mordaza, que sirve para sostener el tubo de ensayo con la muestra.



FIGURA 3.49. SOPORTE DE TUBO DE ENSAYO

Corta vidrio.- fue utilizado para cortar los vidrios delgados en la elaboración de las portamuestras en el FTIR



FIGURA 3.50. CORTA VIDRIO

Regla Metálica.- se utilizó para medir la distancia de colocación de las probetas en la prueba de tensión.



FIGURA 3.51. REGLA METÁLICA

Marcador.- se empleó marcación de referencia en las probetas para la colocación y sujeción de las mordazas en la prueba de tensión.



FIGURA 3.52. MARCADOR

Lijas.- se aplicaron diferentes clases de lijas (320, 400, 600, 1000) para el desbastado hasta el acabado de las placas metálicas antes de colocar el recubrimiento.



FIGURA 3.53. LIJAS

Pinceles.- se utilizaron para la aplicación y acabado de la pintura roja anticorrosiva sobre los bordes de las placas metálicas.



FIGURA 3.54. PINCELES

Secadora.- fue utilizada para el secado de las placas metálicas después del lijado.



FIGURA 3.55. SECADORA

Algodón.- se usó para la limpieza y recubrimiento con agente anticorrosivo aclarador (Neo-Clear) sobre las placas lijadas.



FIGURA 3.56. ALGODÓN

3.2. Preparación de las probetas

Se realizó una serie de probetas de diferentes formas para distintas pruebas y de caracterización con la finalidad de conocer sus propiedades físicas y mecánicas. Para ello se elaboró curados en los moldes, curado dentro del Portamuestra en el FTIR y curado sobre placas metálicas normalizadas que se explicará más adelante su proceso.

Para la elaboración de probetas en las pruebas de hinchamiento se utilizaron moldes para el respectivo curado de los siguientes nanocompuestos: resina GE60 (25%,50%,75%) con otra resina RAD-948 (75%,50%,25%) y amina T-403, estas se desarrollan para verificar las propiedades de barrera que posee este material.

Se utilizaron las ecuaciones dadas por el fabricante DOW CHEMICAL que determina la cantidad de amina en base a la cantidad de resina y que relaciona los pesos moleculares de las muestras de acuerdo al número de hidrógeno. Estas ecuaciones son válidas para resinas/amina sin organoarcilla.

Para mezclar resinas con amina sin la presencia de organoarcilla se tiene los siguientes cálculos:

La resina GE60 con un EEW de 177,5 gr/eq, y la resina RAD-948 con un EEW de 157.5 gr/eq mezclando con la amina T-403 con un AHEW de 81 gr/eq se tiene lo siguiente:

Aplicando las ecuaciones del proveedor se obtiene el EWW por la ecuación 3.1

$$EWW = \frac{m_{GE60} + m_{RAD948}}{\frac{m_{GE60}}{EEW_{GE60}} + \frac{m_{RAD948}}{EEW_{RAD948}}} \quad (3.1)$$

Luego se calcula el PHR de la composición epóxica/amina con la ecuación 3.2

$$PHR_{T403} = \frac{AHEW_{T403} * 100}{EWW} \quad (3.2)$$

Finalmente se obtiene la cantidad de amina para la mezcla de estas dos resinas por la ecuación 3.3

$$m_{T403} = \frac{(m_{GE60} + m_{RAD948}) * PHR_{T403}}{100} \quad (3.3)$$

Para la preparación de probetas con organoarcilla C93A, se agregó el 5% de la cantidad total de resina, mezclando con un agente curador, cuyo cálculo para determinar EEW de la resina/arcilla está dado por la ecuación 3.4

$$EEW_{Res-Arc} = (EEW_{GE60} + EEW_{RAD948}) * 1.05 \quad (3.4)$$

Después se calcula el PHR de la composición epóxica/amina/organoarcilla por la ecuación 3.5

$$PHR_{T403/C93A} = \frac{AHEW_{T403} * 100}{EEW_{Res-Arc}} \quad (3.5)$$

Finalmente se obtiene la cantidad de amina con relación a la cantidad de organoarcilla agregada al 5%.

$$m_{T403/C93A} = \frac{(m_{GE60} + m_{RAD948}) * PHR_{T403/C93A}}{100} \quad (3.6)$$

Por ultimo para la preparación de probetas con organoarcilla C93A a un 5%, inhibidor de corrosión CA a 1%, mezclado con un agente curador cuyo cálculo para determinar el EEW de la resina/arcilla/inhibidor está dado por la ecuación 3.7, se repite las ecuaciones 5 y 6 para obtener el PHR y la cantidad de amina.

$$EEW_{Res-Arc-Inb} = (EEW_{GE60} + EEW_{RAD948}) * 1.06 \quad (3.7)$$

Los nanocompuestos elaborados fueron curados a una temperatura ambiente de 25°C y una humedad relativa de aproximadamente 44% en el laboratorio.



FIGURA 3.57. PREPARACIÓN DE MEZCLAS

3.3. Pruebas de Hinchamiento

Como ya se mencionó en el capítulo 2 la prueba de hinchamiento o absorción de agua consiste en colocar las probetas en un solvente durante un tiempo determinado y una temperatura específica, para la realización de esta prueba es necesario obtener las probetas con proporciones diferentes de resinas (GE60 y RAD-948) y amina (T-403) que se presentará a continuación.

Preparación de la Mezcla.

Primero se tuvo que limpiar los moldes con acetona y llevarlos al horno con una temperatura de $60^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ durante 1 hora para secarlos, se niveló la balanza digital por medio de dos roscas que están en las partes laterales inferior del equipo y verificar que la burbuja que está en la parte posterior esté dentro del círculo, se

encendió el equipo y se presionó el botón TARE, se usó la cuchara doble para recoger y pesar la resina GE60 a un 75% de la resina total, luego con una jeringuilla se recogió la resina RAD-948 a un 25% de la resina total y con otra se recogió la amina T-403, como medidas de seguridad personal se utilizó mandil, guantes y mascarilla para la manipulación de los nanocompuestos, se repitió el mismo proceso pero ahora se recogió la resina GE60 a un 25%, RAD-948 a un 75% ambas de la resina total y la amina T-403, y por último se recogió la resina GE60 a una 50%, RAD-948 a un 50% ambas de la resina total y la amina T-403.

Procedimiento de Mezclado.

En el laboratorio de síntesis se realizaron tres mezclas que se las llevó una por una al mezclador speedmixer, se encendió el mezclador y se configuró a una rotación de 2500 RPM durante dos minutos, se colocó el envase en el holder o cilindro de soporte, luego se la introdujo dentro del tambor giratorio del mezclador, se cerró la puerta del speedmixer y se inició el mezclado, con esta velocidad se logró una homogenización de sus componentes.

Una vez realizado estos pasos se extrajo el holder con el envase de mezclado y se procedió a llevarlo a los moldes, con una espátula se removió la mezcla y se colocó en cada uno de los cuadritos del

molde que tienen 10mm^2 , estos a su vez se las puso dentro de los desecantes para su debido curado durante 7 días.

Procedimiento del Monitoreo

Para esta prueba se empleó una pinza para sacar las probetas ya curadas hacia los frascos de vidrio con agua des-ionizada, se tomó cuatro probetas de cada muestra se las pesó y se las introdujo en los envases de vidrio que en total fueron 12 probetas para el monitoreo.

Aplicando la Norma ASTM D-570, se determinó el cambio de masa de las probetas de ensayo luego de la inmersión en agua, se procedió a extraer cada probeta que estaba en los envases de vidrio cada 24 a 72horas, con un paño de limpieza se las secó y se las puso en la balanza, se tomó el dato y se aplicó la ecuación de la Norma.



FIGURA 3.58. PESAJE DE PROBETA EN PRUEBA DE HINCHAMIENTO

3.4. Prueba de asentamiento de organoarcilla Cloisite 93 A en resina epóxica Rad 948

En esta prueba consta de dos partes que es la prueba de asentamiento visual con el tubo de ensayo y la otra es el ensayo de espectrometría con el FTIR, cuya preparación y mezclado fue realizado con todas las precauciones posibles para su debido análisis y monitoreo.

Preparación de Mezcla

Inicialmente se niveló la balanza digital, se encendió el equipo y se presionó el botón TARE, como protección personal se usó mandil, mascarilla y guantes, se usó la jeringuilla para recoger y pesar la resina RAD-948 debido a su baja viscosidad, la masa empleada de la resina fue de 12g consideradas como el 100%, con una espátula se recogió la organoarcilla a 5% de la masa total de la resina equivalente a 0.6g, ambos compuestos fueron agregados al envase y pesados en la balanza, además se preparó el soporte metálico y tubo de ensayo previamente alineado en forma vertical en el laboratorio de reología.

Procedimiento de Mezclado.

En el laboratorio de síntesis se pesó la muestra en la balanza digital, se procedió a colocar el envase dentro del holder, luego se la introdujo en el speedmixer previamente encendido y configurado a una revolución de 2500rpm durante dos minutos.

Una vez terminado el proceso de mezclado rápidamente se la extrajo del speedmixer y se la trasladó al laboratorio de reología, donde se encuentra el soporte metálico con el tubo de ensayo y el espectrómetro FTIR para su debido análisis.

Procedimiento para Asentamiento Visual.

En esta prueba se empleó el tubo de ensayo y el espectrómetro FTIR, con una jeringuilla se procedió a remover la mezcla y verterla en el tubo de ensayo a hasta ocupar 10ml marcados, del mismo envase se remueve otra muestra para el portamuestra en el FTIR previamente encendido y encendido, se tuvo que poner la muestra en las dos partes al mismo tiempo.

Con un cronómetro se inició el tiempo de asentamiento visual de la organoarcilla y se empezó el monitoreo en el espectrómetro que está conectado al ordenador, registrando la masa de la organoarcilla en suspensión que se desplazaba 0.4 ml cada 30 minutos debido a la fuerza gravitacional.

Procedimiento para Espectrofotometría.

Para este ensayo se usó el Espectrómetro Infrarrojo por la Transformada de Fourier (FTIR) colocando el accesorio adecuado para muestras en polvo y líquido, en el ordenador se abrió el programa SPECTRUM y se obtuvieron gráficas, configurado con los parámetros de escaneo con un rango de longitud de onda que fue desde los 4000 hasta los 500 cm^{-1} , se escaneó respecto a la figura base o background tomada del portamuestra vacío cuya absorción fue el aire, se empleó una jeringuilla para remover la mezcla del envase y se vertió un mililitro al portamuestra, con la ayuda del reloj del ordenador se tomó el tiempo de asentamiento, se realizó nueve escaneos consecutivos para obtener un promedio de la amina primaria que está en el rango de 3250-3675 cm^{-1} .

Una vez realizado estos pasos se obtuvo nueve escaneos con rangos de tiempo de: cero, uno, tres, cinco, 10, 15, 20, 26 minutos y se tomó otro a las cinco horas, luego se escaneó la muestra cada 0.4ml que se precipitaba la organoarcilla en el fondo del tubo de ensayo.



FIGURA 3.59. COLOCACIÓN DE MUESTRA EN EL TUBO DE ENSAYO Y FTIR

3.5. Caracterización del curado de resinas epóxicas GE-60 y Rad 948 – organoarcillas – aminas – inhibidores de corrosión mediante FTIR

En esta parte se realizó el análisis del monitoreo de curado de cuatro muestras dentro de las portamuestras de vidrio y caucho en el espectrofotómetro FTIR, durante un periodo de 168 horas (7 días) para las mezclas:

- GE60 a 75%/ RAD-948 a 25%/ T-403 (resinas/amina),
- GE60 a 75%/ RAD-948 a 25%/ T-403/C93A a 5%(resinas/amina/organoarcilla),

- GE60 a 75%/ RAD-948 a 25%/ T-403/RM210 a 1%
(resinas/amina/inhibidor)
- GE60 a 75%/ RAD-948 a 25%/ T-403/C93A a 5%/RM210 a 1%(resinas/amina/organoarcilla/inhibidor)

Caracterización del Curado GE60 a 75%/ RAD-948 a 25% con T-403

Preparación de Mezcla.

Se comenzó a pesar el GE60 a un 75% y el RAD-948 a un 25%, dentro del envase por medio de una cuchara y una jeringuilla, la balanza digital previamente encendida y encerada, luego con la ayuda de una jeringuilla se pesó la amina T-403, como protección personal se usó mandil, mascarilla y guantes, con el porcentaje dado la masa de GE60 fue de 1.5g y RAD-948 fue de 0.5g obteniendo una masa total de 2g de resina, cuyo cálculo de la amina dio una masa de 0.94g.

Preparación de Mezclado.

Una vez obtenido el peso correspondiente de la mezcla se procedió a colocar el envase en el holder, luego se introdujo en el speedmixer y se lo configuró a una revolución de 2500rpm durante

dos minutos para que la mezcla tenga una buena homogenización de sus componentes.

Previamente se realizó cinco portamuestras, formado por dos placas cuadradas de vidrio delgado de 2cm^2 , cuya longitud inicial del vidrio era de 6cm de largo, 2cm de ancho y de espesor de 0.5mm que fue rayado y partido por el corta vidrio, luego se cortó caucho de 1mm de espesor dando la forma de u del mismo tamaño de los vidrios cortados, poniendo en el medio de estas placas y asegurando con unas binchas a los lados, sirviendo el caucho como contenedor de la muestra.

Una vez realizado la mezcla se extrajo del holder el envase para trasladarlo rápidamente al laboratorio de reología, donde se encuentran los portamuestras y verter la mezcla con una jeringuilla en el interior, luego se la puso dentro del espectrofotómetro FTIR colocando encima del envase de plástico y alineando con la lente de incidencia del infrarrojo para su debido análisis.

Procedimiento para Espectrofotometría.

Para este ensayo de monitoreo del curado se usó el espectrofotómetro FTIR con el accesorio para el análisis de muestras sólidas, con la ayuda del programa ESPECTRUM se configuró el rango de longitud de onda que fue desde 7500-4000

cm⁻¹, luego se colocó un portamuestra vacío con el propósito de generar una figura base o background cuyo análisis fue aire, después se colocó la muestra para el análisis enfocándose en la variación del pico de la amina primaria (4931 cm⁻¹) y epóxico (4527 cm⁻¹) cuya variación de absorbancia es mínima.

Se tomó el tiempo de asentamiento de la muestra con el reloj del ordenador cuyo registro empezó desde cero y comenzó con tres tomas consecutivas de 0.5 horas, luego con cinco tomas de 1.5 horas y finalmente cada 24 horas hasta completar el ensayo en 168 horas, dando como resultado 20 gráficos obtenidos del análisis del monitoreo, donde las portamuestras utilizadas fueron almacenadas en el laboratorio de síntesis.

Caracterización del Curado GE60 a 75%/ RAD-948 a 25%/ T-403 con C93A a 5%

Preparación de Mezclado

Se procedió a pesar el GE60 a un 75% y RAD948 a un 25%, dentro del envase por medio de una cuchara y una jeringuilla en la balanza digital previamente encendida y encerada, luego con una espátula se pesó el 5% de RM210 de la resina total y con una jeringuilla se pesó la amina T403, como protección personal se usó mandil,

maskarilla y guantes, la masa de GE60 fue de 1.5g, RAD948 fue de 0.5g, y la masa de la organoarcilla fue de 0.1g de la masa total de la resina, cuyo cálculo para la masa de la amina fue de 0.89g respectivamente.

Preparación de Mezclado.

Se obtuvo el peso de la mezcla por medio de la balanza digital y se colocó el envase en el holder, para llevarlo al speedmixer previamente encendido y configurado a una revolución de 2500rpm durante dos minutos.

Luego de terminar el proceso de mezclado se extrajo del holder y se lo trasladó rápidamente al laboratorio de reología, donde se encuentran los portamuestras y se virtió con una jeringuilla la mezcla en su interior, luego se puso dentro del espectrofotómetro FTIR colocando y alineado con la lente del equipo para su correspondiente análisis.

Procedimiento para Espectrofotometría

Se usó el equipo de espectrómetro de infrarrojo FTIR, acoplado el accesorio que se utiliza para muestras sólidas, se ejecuta el programa ESPECTRUM se configuró el rango de longitud de onda que fue desde 7500-4000 cm^{-1} , después se colocó el portamuestra vacío para generar una figura base o background cuyo análisis fue

el aire, luego se colocó la muestra en el FTIR para el análisis, centrándose en la variación del pico de la amina primaria (4931 cm^{-1}) y epóxico (4525 cm^{-1}) cuya variación de absorbancia es mínima.

Con el reloj del ordenador se tomó el tiempo de asentamiento cuyo registro fue de cero, 0.5, 1.5, 3 y cada 24 horas de monitoreo hasta completar un tiempo total de 168 horas, obteniendo como resultado 20 gráficos del análisis de curado, culminado la caracterización se trasladó el portamuestra al laboratorio de síntesis.

Caracterización del Curado GE60 a 75%/ RAD-948 a 25%/ T-403 con RM210 a 1%

Preparación de la Mezcla.

Se empezó a pesar las resinas GE60 a 75% y RAD-948 a 25%, con la ayuda de una cuchara y una jeringuilla se colocaron en el interior del envase, luego se las pesó en la balanza digital, después con una espátula se tomó el inhibidor RM210 a 1% de la resina total y se procedió a pesar, de la misma forma se tomó la amina T-403 y se la pesó, como protección personal se usó mandil, mascarilla y guantes, la masa de GE60 fue de 1.5g y RAD-948 fue de 0.5g, cuya

masa del inhibidor RM210 fue de 0.02g y la amina T-403 fue de 0.45g.

Preparación de Mezclado

Una vez realizado el pesaje de la mezcla en la balanza digital, se procede a insertar el envase en el holder, luego se lo coloca dentro del speedmixer previamente encendido y configurado a una revolución de 2500rpm a un tiempo de dos minutos.

Una vez terminado el proceso de mezclado se procede a extraer el holder con el envase, y este a su vez se lo traslada rápidamente al laboratorio de reología donde se encuentran los portamuestras, que con una jeringuilla se procede a remover la mezcla y verterla en el portamuestra, después se lo puso dentro del espectrofotómetro del FTIR, se colocó y se alineó con la lente del equipo para su determinado análisis.

Procedimiento para Espectrofotometría

Para este ensayo se usó el espectrofotómetro de infrarrojo FTIR, junto con el accesorio que se utiliza para análisis de muestras sólidas, se ejecuta el programa ESPECTRUM cuyo rango de longitud de onda fue configurado de 7500-4000 cm^{-1} , se colocó el portamuestra vacía para generar un background y luego se aplicó

el análisis para la mezcla, obteniendo una variación del pico de la amina primaria (4934 cm^{-1}) y epóxico (4530 cm^{-1}).

Se tomó el tiempo de asentamiento de la mezcla, cuyo tiempo de monitoreo se dio cada media hora las primeras horas, cada hora y media las segundas seis horas y luego cada 24 horas restantes, hasta completar las 168 horas, en este proceso se obtuvo 19 gráficos del análisis de curado, culminado la caracterización se trasladó el portamuestra al laboratorio de síntesis para su debido almacenamiento.

Caracterización del Curado GE60 a 75%/ RAD-948 a 25%/ T-403 con C93A/RM210

Preparación de la Mezcla

En el laboratorio de síntesis se preparó las masas de las resinas GE60 a un 75% y RAD-948 a un 25%, agregando organoarcilla C93A a 5% y combinándolo con inhibidor de corrosión RM210 a 1% de la masa respectivamente, cuya mezcla de 1.5g de GE60, 0.5g de RAD-948, 0.88g de T403, 0.1g de C93A y 0.02g de RM210.

Siguiendo el mismo procedimiento de pesaje y usos de las herramientas para la manipulación de los componentes, como protección personal se usó mandil, mascarilla y guantes.

Preparación de Mezclado.

Se toma el orden seguido de mezclado de las preparaciones anteriores, con la única diferencia de que se mezcla la organoarcilla y el inhibidor en otro envase con la espátula y speedmixer con los mismos parámetros de velocidad siguiendo una línea de homogenización de los componentes, luego se mezcla ambos componentes en un solo envase.

Al finalizar el proceso de mezclado se extrae el envase del holder, y se lo traslada rápidamente al laboratorio de reología donde se encuentran los portamuestras, luego se vierte la mezcla al portamuestra con una espátula debido a su alta viscosidad.

Procedimiento para Espectrofotometría

Se utilizó el espectrofotómetro infrarrojo FTIR con su debido accesorio para analizar muestras sólidas, se ejecutó el programa SPECTRUM configurado con los mismos parámetros anteriores, se enfocó un análisis en la disminución del pico de la amina primaria (4934 cm^{-1}) y epóxico (4527 cm^{-1}), teniendo una variación mínima en su absorbancia y así obtener los espesores en cada tiempo, previamente a este análisis se usó un background para encerrar el equipo y se empleó el reloj del ordenador cuyo intervalo de tiempo

son: 0, 0.5, 1, 1.5, 3, 4.5, 6, 7.5, 9, 10, 21, 24, 27, 30, 48, 72, 96, 120, 144, 168 horas, dio como resultado 20 gráficos del análisis de curado, una vez culminado el proceso de caracterización se trasladó la portamuestra al laboratorio de síntesis.



FIGURA 3.60. PESAJE Y MEZCLADO DE LAS MUESTRAS



**FIGURA 3.61. COLOCACIÓN DE MEZCLA EN PORTAMUESTRA
Y MONITOREO**

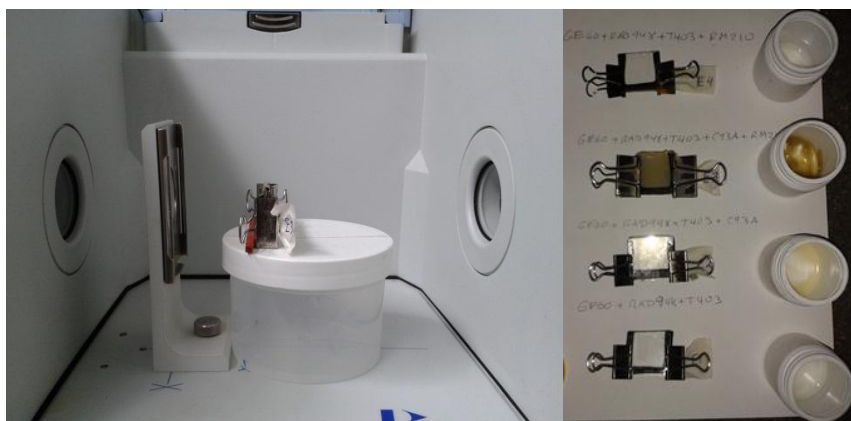


FIGURA 3.62. PORTAMUESTRA EN EL FTIR CON SUS MEZCLAS

3.6. Ensayo de reología

Preparación de mezcla.

En el laboratorio de síntesis se pesó las muestras GE60, RAD-948 y T-403 con la balanza digital, con la ayuda de una cuchara y una jeringuilla se colocaron en el interior del envase, como medidas de seguridad personal se usó mandil, mascarilla y guantes, la masa de la resina GE60 fue de 1.5g, RAD fue de 0.5g y la amina T-403 fue de 0.94g.

Luego se realizó otro pesaje con la resina GE60, RAD-948, T-403 y C93A con el mismo equipo, instrumentos y protección personal, cuya masa de GE60 fue de 1.5g, RAD-948 fue de 0.5g, T-403 fue de 0.89g y la organoarcilla fue de 0.1g.

Procedimiento de Mezclado.

Después de realizar el pesaje de las dos mezclas, se colocaron cada uno dentro del holder para su debido mezclado en el speedmixer, previamente encendido y configurado a una revolución de 2500rpm por dos minutos.

Una vez terminado el mezclado se extrajo el holder con el envase, y este a su vez se lo trasladó al laboratorio de reología, donde se encuentra el reómetro y sus accesorios.

Procedimiento para ensayo reológico

Para este ensayo se usó el reómetro de marca KINEXUS, para el funcionamiento del equipo se procedió primero a encender el compresor a una presión de 5bar para el motor y 3bar para los cojinetes, luego se encendió el equipo y se verificó el botón que se encuentra en la parte superior tenga luz verde para continuar con el ensayo, una vez preparado el equipo se ejecutó el software llamado RSPACE que se encuentra instalado en el ordenador, en el programa se realizó la operación de "Zero gap" para colocar el plato y la geometría deseada, se colocó y se aseguró los platos de medición en el reómetro, una vez terminado el proceso se cerró la cubierta.

Luego para colocar la muestra se ejecutó la operación “Load Sample”, en la cual este reconocerá la geometría que se insertó, entonces el software indicará que se debe abrir la cubierta, se procede a verter la mínima cantidad de mezcla sobre el plato inferior con la ayuda de la cuchara de plástico, se limpió el exceso de muestra ya que podría existir error en la medición, finalmente se cerró la cubierta y se configuró todo los parámetros de operación como la temperatura que fue de 25°C y el rango tiempo de curado que fue de 100 hasta 10E4 segundos, con estos parámetros se obtuvo los datos y graficas de la viscosidad vs esfuerzo de corte.

3.7. Propiedades mecánicas de tensión (ASTM 882)

Preparación de Mezcla.

En el laboratorio de síntesis se realizaron cuatro mezclas para este tipo de ensayos con la misma distribución anterior que son:

- Primera mezcla GE60/ RAD-948/ T-403
- Segunda mezcla GE60/ RAD-948/ T-403 con C93A a 5%
- Tercera mezcla GE60/ RAD-948/ T-403 con RM210 a 1%
- Cuarta mezcla GE60/ RAD-948/ T-403 con C93A/RM210

En todas las mezclas se realizaron el debido pesaje con la balanza digital de capacidad de 210g, se utilizaron herramientas, como

cuchara para la resina, espátula para la organoarcilla/inhibidor, jeringuilla para la resina/amina, y se usaron moldes para elaborar las probetas, como medida de seguridad personal se usó mandil, mascarilla y guantes.

Primera mezcla.- Se utilizó una masa total de resina de 9g, GE60 a 75% con masa de 6.75g, RAD-948 a 25% con masa de 2.25g, T-403 con masa de 4.23g.

Segunda mezcla.- Se utilizó una masa total de resina de 9g, GE60 a 75% con masa de 6.75g, RAD-948 a 25% con masa de 2.25g, T-403 con masa de 4.03g y C93A con masa de 0.45g.

Tercera mezcla.- Se utilizó una masa total de resina de 9g, GE60 a 75% con masa de 6.75g, RAD-948 a 25% con masa de 2.25g, T-403 con masa de 4.19g y RM210 con masa de 0.09g.

Cuarta mezcla.- Se utilizó una masa total de resina de 9g, GE60 a 75% con masa de 6.75g, RAD-948 a 25% con masa de 2.25g, T-403 con masa de 3.99g, C93A con masa de 0.45g y RM210 con masa de 0.09g.

Procedimiento de Mezclado y Curado

Una vez realizado el mezclado se procedió a colocarlos uno por uno en el holder para introducirlo al speedmixer, previamente encendido y configurado a una revolución de 2500rpm por dos minutos, con el

propósito de combinar sus componentes a través de las fuerzas centrífugas de la máquina y así lograr una homogenización ideal de la mezcla.

Luego del mezclado se los llevó a la cámara de vacío con presión manométrica de 80KPa con el propósito de extraer cualquier indicio de aire o burbuja que se haya depositado en la mezcla durante un minuto y así tener un mejor enlace de sus componentes.

Se procedió a colocar la mezcla en los moldes de silicón, con la ayuda de la espátula se removió y virtió de una manera uniforme, después se las colocó en los desecantes para su debido curado en un lapso de 168 horas a una temperatura de 21°C y 44% de humedad relativa, al culminar el curado se las retiraron para ser marcados y numerados previo al ensayo.

Procedimiento para la prueba de Tensión

Se utilizó la máquina de ensayos universal de marca SHIMADZU modelo AG-IS de 10kN de capacidad, aplicando la norma ASTM D882-12 descrita en el capítulo 2, se tomó un espesor promedio de 1.45mm entre 22 probetas, de las cuales cinco corresponden a la primera mezcla, seis a la segunda mezcla, cinco a la tercera mezcla y seis a la cuarta mezcla descritas anteriormente, con una regla se midió y se marcó en las probetas la distancia de separación entre

las mordazas de la maquina medidos desde donde inicia la superficie dentada, cuya longitud de cada probeta fue de 50mm y se marcó a una distancia de 5mm de cada lado, teniendo el centro una longitud de 40mm, se procedió al montaje de todas las probetas a la maquina previamente encendida y configurada a una velocidad de tensión de 2mm/min bajo condición de fallo en el rango de 35 hasta 200 segundos.

Primero para la toma de dato de cada probeta se usó un calibrador o pie de rey, además de una regla para marcar la distancia de separación de cada mordaza respecto a la probeta, con el propósito para calcular el área de la sección en la cual se ingresó estos valores al programa que se detalla más adelante.

Segundo se alineó la probeta entre las mordazas, para que no haya error al momento de ejecutar el programa, además se ajustó las mordazas de una manera correcta para que no haya deslizamiento, después se procedió a encerrar la máquina para que las mordazas se recojan hasta una distancia de tensión inicial con las probetas, es decir hasta que marque cero en la pantalla de la máquina, una vez realizado estos pasos se procede a ejecutar el programa TRAPEZIUM2 del ordenador que está conectada a la máquina,

luego se colocó los parámetros de longitud, ancho, espesor , velocidad, numero de ensayos y la fuerza aplicada fue de 2kN, para dar comienzo a la prueba de fuerza-desplazamiento y con un cronometro se tomó el tiempo de ruptura de la probeta, al terminar la prueba se desmontó las probetas de las mordazas y se las almacenaron en el laboratorio de síntesis.

Finalmente con la ayuda del programa que se encargó de registrar y calcular, se obtuvieron los valores máximos para el esfuerzo, deformación y modulo elástico o de Young, con las respectivas graficas de esfuerzo vs deformación.



**FIGURA 3.63. PESAJE DE RESINAS-AMINA-ARCILLA E
INHIBIDOR**



FIGURA 3.64. MEZCLADO EN EL SPEED MIXER Y VERTIDO DE MUESTRAS EN LOS MOLDES



FIGURA 3.65. MEZCLA EN LOS MOLDES Y DESCANTES PARA CURADO



FIGURA 3.66. COLOCACIÓN DE PROBETA EN LA MEU Y PROBETAS AL FINAL DEL ENSAYO

3.8. Propiedades mecánicas de dureza (ASTM 2240, SHORE D)

Preparación de Mezcla.

En el laboratorio de síntesis se utilizó la misma distribución anterior, solo que varió su masa y en todas las mezclas se utilizó la balanza para su debido pesaje, herramientas para la manipulación de las muestras como cuchara para la resina, espátula para la organoarcilla/inhibidor, jeringuilla para la resina/amina, y se usaron moldes para elaborar las probetas, como medida de seguridad personal se usó mandil, mascarilla y guantes.

Para todas las mezclas se usó una masa total de 5g de resina, con GE60 a 75% y RAD-948 a 25%, en algunas mezclas se utilizó organoarcilla/Inhibidor, con C93A a 5% y RM210 a 1%

Primera mezcla.- Se tiene 3.75g de GE60, 1.25 de RAD-948, 2.35g de T-403

Segunda mezcla.- Se tiene 3.75g de GE60, 1.25 de RAD-948, 2.24g de T-403 y 0.25g de C93A

Tercera mezcla.- Se tiene 3.75g de GE60, 1.25 de RAD-948, 2.33g de T-403 y 0.05g de RM210

Cuarta mezcla.- Se tiene 3.75g de GE60, 1.25 de RAD-948, 2.22g de T403, 0.25g de C93A y 0.05g de RM210.

Procedimiento de mezclado y curado.

Con la ayuda de la balanza digital se obtuvo la masa de las cuatro mezclas, luego se la colocó en el interior del speedmixer, previamente encendido y configurado a una revolución de 2500rpm durante un minuto.

Una vez terminado el tiempo de mezclado se extrajo el holder con el envase de la mezcla, y luego se lo trasladó a la cámara de vacío con una presión manométrica de 80kPa, extrayendo todo el aire que se encuentre en la mezcla.

Rápidamente se colocó la mezcla en los moldes de silicón, se removió y virtió con una espátula de manera uniforme, después se las trasladó a los desecantes de tal forma que permanezcan correctamente tapados para evitar cualquier tipo de humedad, se los dejó curar en un lapso de 7 días a una temperatura de 21°C y 45% de humedad relativa, al culminar el curado se lo trasladó al laboratorio de reología, donde se encuentra el durómetro.

Procedimiento para la prueba de Dureza

En esta prueba se utilizó el durómetro con una placa cuadrada de color negro llamado Shore D de marca QUALITEST, que se usa para la evaluación de plásticos según la Norma ASTM D2240 que requiere un espesor mayor a 9mm de la probeta.

Se tiene las probetas marcadas y numeradas para conocer el tipo de probeta a ensayar, pero antes fue necesario poner a prueba el equipo con materiales de referencia cuyo rango de medición es de 50 a 100 shore D, para comprobar si el equipo se encuentra calibrado.

Para tomar el cálculo de la dureza da cada probeta, se debe primero colocar la probeta en el durómetro y luego hacer la indentación de una manera rápida, esperar hasta que el valor de la maquina se estabilice por motivos de vibración al impacto y después anotar su dureza, por cada probeta se tomó tres medidas de dos caras del cubo.

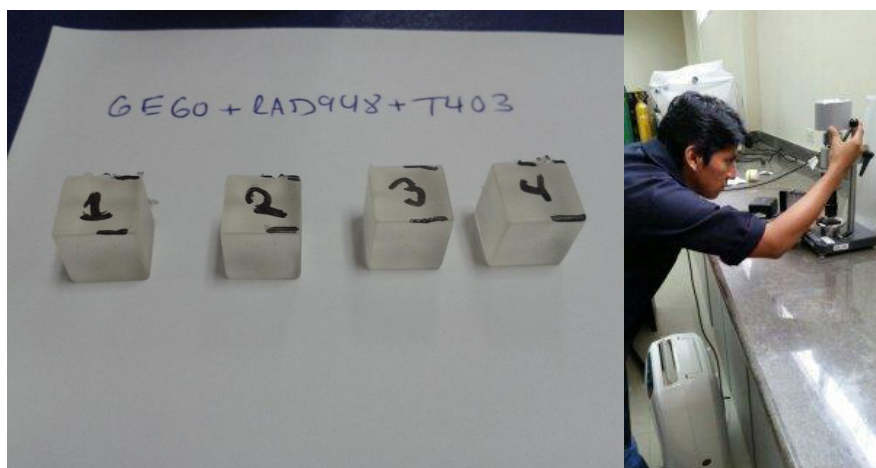


FIGURA 3.67. PROBETAS Y ENSAYO DE DUREZA

3.9. Microscopia de barrido electrónico del curado de resinas epóxicas – amina – arcilla – inhibidor de corrosión

Para este ensayo se procedió primero a elaborar las probetas en forma de palillos con cuatro mezclas diferentes para su respectivo análisis en el microscopio electrónico de barrido o también llamado SEM por sus siglas en inglés, estas probetas fueron:

- GE60/ RAD-948/ T-403
- GE60/ RAD-948/ T-403 con C93A a 5%
- GE60/ RAD-948/ T-403 con RM210 a 1%
- GE60/ RAD-948/ T-403 con C93A/RM210

Con una masa de 2g de resina total, junto con el cálculo de la amina-organoarcilla e inhibidor, previamente pesada y mezclada con los equipos, herramientas y protección mencionados anteriormente, se procedió a colocar la mezcla a los moldes y este en los desecantes para así obtener su curado en un tiempo de 7 días, a una temperatura de 20° C a 50% de humedad relativa.

Luego se los extrajo de los moldes con una pinza y con una tijera se cortó los palillos a una altura aproximada de 3mm, se colocó en un disco negro adhesivo a la superficie del portamuestra de aluminio compatible con el microscopio.

Después de realizar este proceso se preparó el microscopio con mucha precaución debido a que sus componentes son muy sensibles a las perturbaciones, se abrió la compuerta deslizable y con una pinza se colocó el portamuestra en su interior, luego se cerró la compuerta y se ejecutó el software SCANDIUM y XT MICROSCOPE CONTROL y se lo programó para bajo vacío del cual no requiere de ningún recubridor metálico, estos programas tienen sincronización del ordenador al SEM, dentro del equipo se visualizó y se posicionó 2mm antes del nivel de referencia que se muestra en la pantalla con la ayuda de una cámara de video interna , se fue dando la orden al sistema para realizar el respectivo vacío con una presión manométrica de 0.002Pa, una vez realizado esto se procedió hacer el barrido electrónico y así obtener imágenes de la microestructura de la muestra. Se hicieron diferente toma de imagen para todas las probetas, dando los siguientes:

- GE60/ RAD-948/ T-403 se hizo de 1000,2000,5000,10000X
- GE60/ RAD-948/ T-403 con C93A a 5% se hizo de 1000,2000,5000,10000X
- GE60/ RAD-948/ T-403 con RM210 a 1% se hizo de 500,1000,2000,5000,10000X
- GE60/ RAD-948/ T-403 con C93A/RM210 se hizo de 500,1000,2000,3000,5000,10000X

Cada enfoque dio una magnitud como la que se muestra a continuación:

- 500X generó una magnitud de 200um
- 1000X generó una magnitud de 100um
- 2000X generó una magnitud de 50um
- 3000X generó una magnitud de 30um
- 5000X generó una magnitud de 20um
- 10000X generó una magnitud de 10um

Una vez realizado el ensayo de microscopía, se presurizó la cámara con el propósito de llenar la cámara de aire ambiente y así abrir la compuerta, con la pinza se recogió la muestra y se la almacenó en el laboratorio de síntesis.



FIGURA 3.68. COLOCACIÓN DE PROBETA EN PORTAMUESTRA Y ENCENDIDO DEL SEM



FIGURA 3.69. CONFIGURACIÓN Y VISUALIZACIÓN DE MUESTRA EN EL SEM

3.10. Propiedades mecánicas en placas pintadas

Uno de los primeros pasos que se debe seguir es la preparación de placas de acero normalizadas, con su debido tratamiento superficial para que la mezcla realizada logre una buena adherencia y sirva como recubrimiento.

Preparación de las placas

Antes de lijar se procedió mezclar el agua des-ionizada con VpCl-440 para el tratamiento durante el lijado, primero con la lija de 320 se usó para desbastar la superficie, después se usó lija de 400 para obtener un desbaste menor, luego se usó la lija de 600 para obtener un acabado un poco liso y finalmente se usó la lija de 1000 para

conseguir un acabado totalmente liso para la aplicación del recubrimiento, se usó algodón con acetona para limpiar y Neo-Clear para proteger la placa contra la corrosión, por consiguiente se obtuvo un total de 32 placas listas para la aplicación de los nanocompuestos.

Preparación de la Mezcla y procedimiento de Mezclado.

En el laboratorio de síntesis se procedió a pesar las muestras en la balanza digital, se utilizaron herramientas como cuchara para la resina, jeringuilla para la resina/amina y espátula para la organoarcilla/inhibidor, luego se las colocó en el speedmixer para su debido mezclado a una velocidad de 1000rpm por dos minutos, en la última mezcla que contiene la organoarcilla/inhibidor se tuvo que poner estas dos sustancias al horno a una temperatura de 70°C durante 10 minutos con el propósito de dar una buena adherencia. Se obtuvo un total de 8 mezclas que están categorizados por grupos.

Para el primer grupo de mezclas se determinó su proporción con GE60 a 75% y RAD-948 a 25%

- Primera mezcla GE60/ RAD-948/ T-403 para 4 placas
- Segunda mezcla GE60/ RAD-948/ T-403 con C93A a 5% para 4 placas

- Tercera mezcla GE60/ RAD-948/ T-403 con RM210 a 1% para 4 placas
- Cuarta mezcla GE60/ RAD-948/ T-403 con C93A/RM210 para 4 placas

Para el segundo grupo de mezclas se determinó su proporción solo con GE60

- Quinta mezcla GE60/ T-403 para 4 placas
- Sexta mezcla GE60/ T-403 con C93A a 5% para 4 placas
- Séptima mezcla GE60/ T-403 con RM210 a 1% para 4 placas
- Octava mezcla GE60/ T-403 con C93A/RM210 para 4 placas

La cantidad de masa de la resina total fue de 10g para cada mezcla, con las ecuaciones anteriores se obtiene la masa de la amina, de la organoarcilla y del inhibidor de corrosión. Esta cantidad sirvió para aplicar los film para los ensayos de adherencia y dureza al rayado.

Aplicación de recubrimiento para prueba de adherencia y rayado al lápiz.

Una vez obtenido las mezclas se procedió aplicar los nanocompuestos sobre las placas de acero previamente lijadas y limpias superficialmente, se usó un aplicador GARCO y se seleccionó un espesor de 1 mil para la elaboración del film,

deslizando uniformemente hacia abajo y con una velocidad moderadamente alta, luego se colocaron las placas en los desecantes para su debido curado durante 7 días, separando con las láminas de silicona.

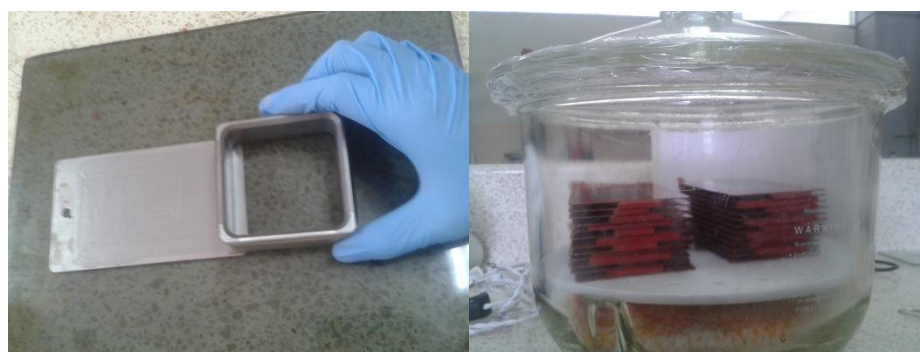
Esta es la distribución de las placas para las pruebas de adherencia y rayado al lápiz como se observa en la tabla 2

TABLA 2
CANTIDAD DE PLACAS UTILIZADAS EN LAS PRUEBAS

Prueba	No de Placas	Mezcla
ADHERENCIA	3	GE60/ RAD-948/ T-403
	3	GE60/ RAD-948/ T-403/ C93A
	3	GE60/ RAD-948/ T-403/ RM210
	3	GE60/ RAD-948/ T-403/ C93A/ RM210
ADHERENCIA	3	GE60/ T-403
	3	GE60/ T-403/ C93A
	3	GE60/ T-403/ RM210
	3	GE60/ T-403/ C93A/ RM210
RAYADO AL LAPIZ	1	GE60/ RAD-948/ T-403
	1	GE60/ RAD-948/ T-403/ C93A
	1	GE60/ RAD-948/ T-403/ RM210
	1	GE60/ RAD-948/ T-403/ C93A/ RM210
RAYADO AL LAPIZ	1	GE60/ T-403
	1	GE60/ T-403/ C93A
	1	GE60/ T-403/ RM210
	1	GE60/ T-403/ C93A/ RM210



FIGURA 3.70. LIJADO DE PLACAS METÁLICAS NORMALIZADA

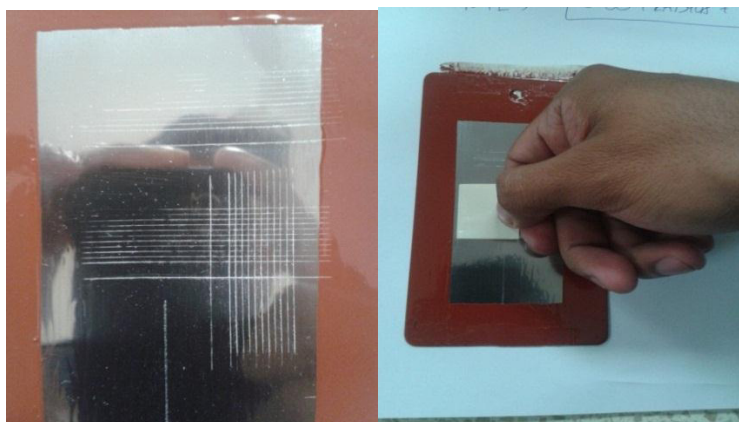


**FIGURA 3.71. APLICACIÓN DE RECUBRIMIENTO SOBRE LAS
PLACAS Y CURADO DE PLACAS PINTADAS EN LOS
DESECANTES**

Prueba de Adherencia

En esta prueba se usó el kit de adherencia para pinturas, aplicando según la norma ASTM D3359 descrita en el capítulo 2, se seleccionó un área libre de imperfecciones que se encuentren en la placa con el recubrimiento, además se verificó que la placa este limpia y seca

(libre de humedad y temperatura ya que podría afectar la adherencia de la cinta), se colocó la placa con el sustrato en una base plana y firme para aplicar el corte cruzado con un ángulo de 90° con la cuchilla de dientes múltiples, hasta recubrimientos que tengan menores de 50 micrómetros de película seca, se usó una cuchilla de 11 dientes, se hizo el corte con un movimiento firme y con una presión suficiente hasta alcanzar el metal, se procedió a limpiar con un cepillo cualquier resto del sustrato, se cortó un pedazo de cinta de adherencia de aproximadamente 70 mm de largo y se colocó al centro de la rejilla formada por el corte, se lo presionó con el dedo hasta que esté totalmente pegado, se esperó un minuto y finalmente se procedió a remover la cinta con un ángulo de 180° a una velocidad moderadamente alta, se inspeccionó y se calificó de acuerdo a la norma. Ver APENDICE G



**FIGURA 3.72. RAYADO Y COLOCACIÓN DE CINTA ADHESIVA
NORMALIZADA**

Prueba de Rayado al Lápiz

Para determinar la dureza de los film se usó el equipo de rayado, que tiene el portaminas de plástico y el juego de lápices con dureza de HB hasta 6H, aplicando según la norma ASTM 1474 descrita en el capítulo 2, se afiló los lápices con el estilete hasta 6mm de punta, se colocó en el porta lápices, se sostuvo con un ángulo de 45° y se lo empuja sobre la película en dirección contraria, se repitió el proceso con los siete lápices restantes comenzando desde el más suave y terminando al más duro, hasta cuando uno de los lápices rompa la película del recubrimiento.



FIGURA 3.73. RAYADO CON DIFERENTES CLASES DE LÁPICES

CAPÍTULO 4

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS.

4.1. Pruebas de hinchamiento al agua

En esta parte del experimento se determinó la compatibilidad de los nanocompuestos sumergidos en un solvente con un monitoreo de ganancia de pesos, en este caso fue de agua des-ionizada que a medida que pasaba el tiempo las probetas ganaban una cierta cantidad de masa, se tomó un tiempo de 1800 horas para determinar el porcentaje de absorción de agua de las probetas con diferentes mezclas. Se empleó programas como MICROSOFT EXCELL Y MICROCAL ORIGIN para tabular y analizar la cuantificación de los resultados.

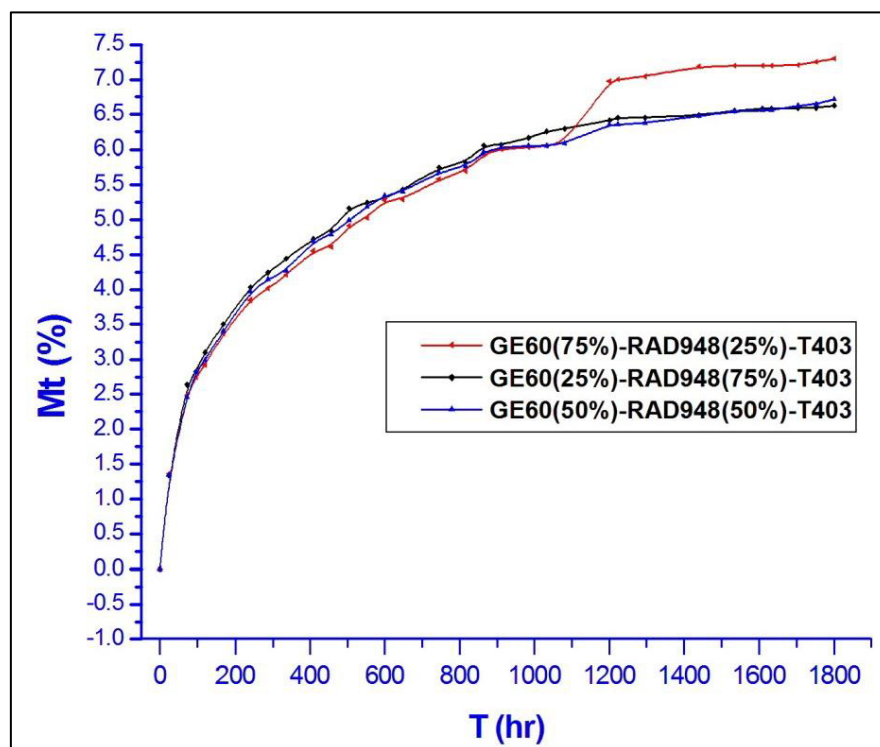


FIGURA 4.1. PORCENTAJE DE ABSORCIÓN DE AGUA (%) VS TIEMPO (HR)

La combinación de la resina GE60 a un 75% con RAD948 a un 25% alcanzó la mayor cantidad de absorción de agua, esto indica que el GE60 presenta propiedades hidrofílicas, mientras que la combinación de GE60 a un 25% con RAD948 a un 75% obtuvo la menor cantidad de agua, esto quiere decir que el RAD948 presenta propiedades hidrofóbicas, además que la amina T403 contiene moléculas de CH₃ por lo que también repele el agua.

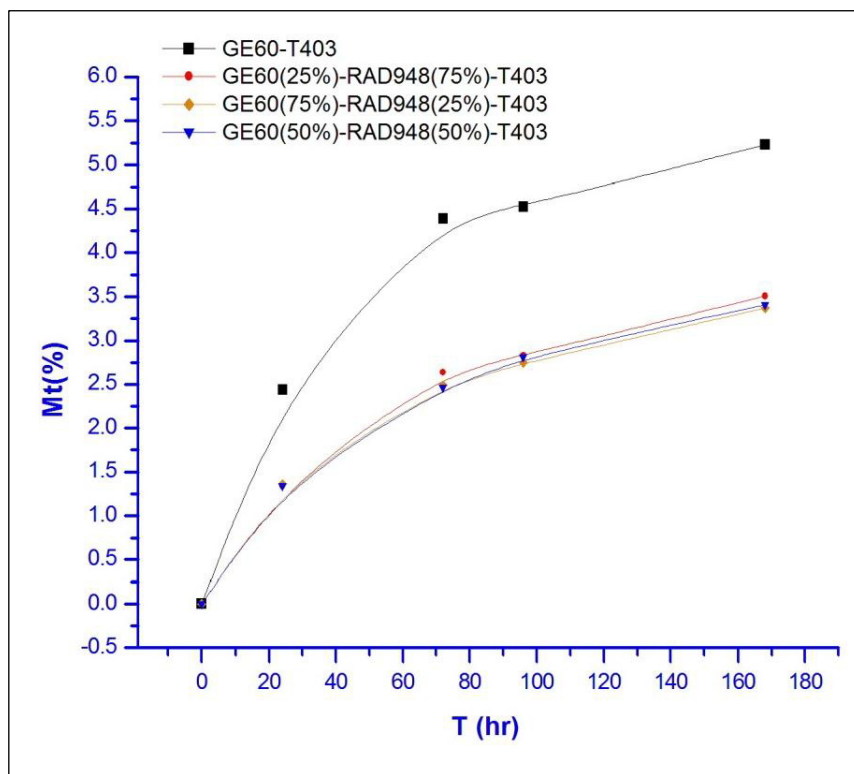


FIGURA 4.2. COMPARACIÓN DE MT (%) VS T (HR) ENTRE GE60 Y GE60/RAD948 CON T403

Se observa en la Figura 4.2 que el mayor porcentaje de absorción de agua la tiene GE60/T403 debido a la polaridad de la resina con la amina y tiene una relación de uno, en cambio la GE60/RAD948 curado con T403 absorben menos por lo que tiene una relación 1.5 de amina a 1 de resina, como se mencionó anteriormente la RAD948 y T403 tienen propiedades que rechazan agua.

4.2. Prueba de asentamiento de organoarcilla Cloisite 93 A en resina epóxica alifática Rad 948

Para la cuantificación del asentamiento de la organoarcilla en un medio líquido, se utilizaron dos ensayos con análisis cuantitativos, por lo que se usó los programas como el OMINIC y MICROCAL ORIGIN para ingresar los datos obtenidos y analizarlos.

Asentamiento Visual.- Este análisis se enfocó en la interacción de la organoarcilla C93A y la resina Rad948 que posee una baja viscosidad, se observó que la organoarcilla descendía por el medio líquido debido a las fuerzas gravitacionales en un volumen de asentamiento de 10ml hasta los 8 ml. Se registró el tiempo de asentamiento y el volumen de arcilla desplazada, cuyos resultados se muestran a continuación:

TABLA 3

TIEMPO DE ASENTAMIENTO DE C93A EN RAD948

RAD948-C93A 5%										
V (ml)	10.0	10.0	9.9	9.9	9.9	9.8	9.8	9.7	9.7	8.0
T (min)	0	1	3	5	8	10	15	20	26	300

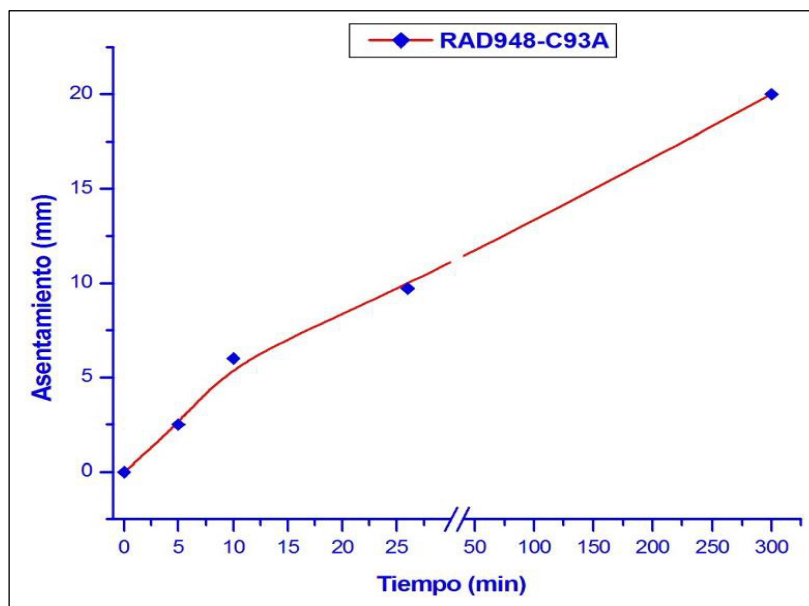


FIGURA 4.3. DISTANCIA VS TIEMPO DE ASENTAMIENTO DE ORGANOARCILLA C93A

Se puede apreciar en la figura 4.3 que a medida que pasa el tiempo de asentamiento o una baja viscosidad en el líquido que la contiene más rápido es la caída de la organoarcilla en ese medio, se puede corroborar estos datos con el espectrofotómetro FTIR para realizar conjuntamente con el ensayo visual, donde se graficará la compatibilidad del C93A con la resina RAD948.

TABLA 4

VELOCIDAD DE ASENTAMIENTO DE ORGANOARCILLA EN RAD948

C93A 5%					
V (ml)	10.0	9.9	9.8	9.7	8
Va (mt/s)	0	8.3E-6	10E-6	6.2E-6	1.11E-6

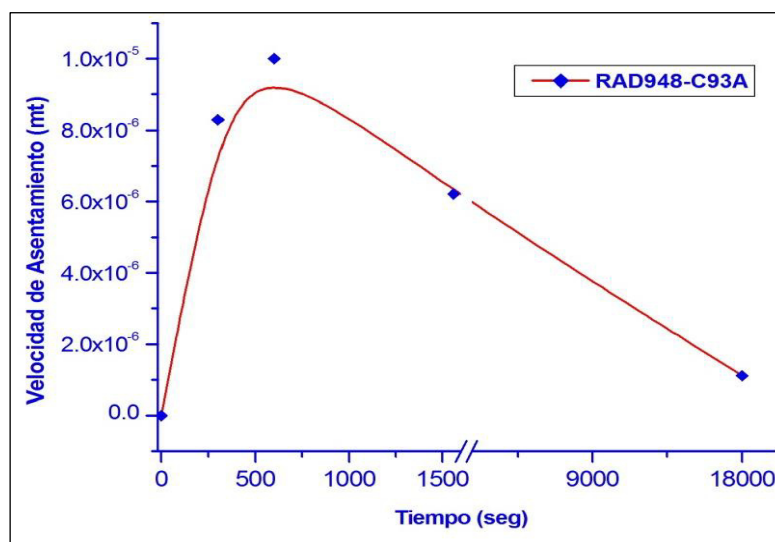


FIGURA 4.4. VELOCIDAD DE ASENTAMIENTO VS TIEMPO DE ORGANOARCILLA C93A

Como se muestra en la figura 4.4 se ve como la organoarcilla C93A comienza con una velocidad moderadamente alta, a medida que pasa el tiempo va disminuyendo la velocidad debido a que las partículas se van acumulando para luego descender por el medio viscoso de la resina RAD948, cabe recalcar que la organoarcilla absorbe agua y que en ese instante las partículas se estabilizan.

TABLA 5

DIÁMETRO HIDRODINÁMICO DE LA ORGANOARCILLA EN RAD948

C93A 5%				
V (ml)	10.0	9.9	9.8	9.7
Dh (mt)	0	59.9631E-6	60.2090E-6	47.4772E-6

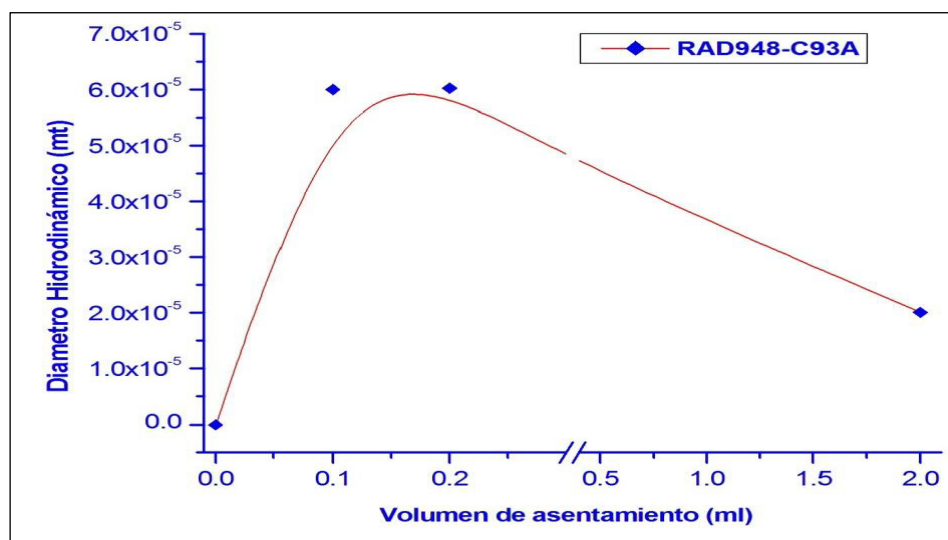


FIGURA 4.5. DIÁMETRO HIDRODINÁMICO VS VOLUMEN DE ASENTAMIENTO

El RAD948 tiene un mayor diámetro hidrodinámico debido a la velocidad y el tiempo de asentamiento, en el inicio el diámetro hidrodinámico iba aumentando hasta que en un momento se estabiliza a un valor de 59.6 micras y comienza a disminuir por motivo de la organoarcilla es poco compatible con la resina.

Ensayo de Espectrometría FTIR.- una vez realizado el experimento del asentamiento visual, se realizó al mismo tiempo la espectrometría para verificar el resultado obtenido anteriormente y para ello se pudo apreciar el cambio de concentración de bandas características de la amina, el barrido para ese análisis estuvo en el rango de 4000 a 400 cm⁻¹ de longitud de onda, y para este análisis

se escogió el rango de 3650 a 3200 cm^{-1} , que corresponde al grupo de las aminas primarias, gracias al programa OMNIC se pudo calcular el área pico de cada tiempo que duró el ensayo, en seguida se muestra el grafico de absorbancia obtenidas en el FTIR con respecto al asentamiento de la organoarcilla, seguida de las tabla 4 donde se muestran las áreas pico de cada tiempo.

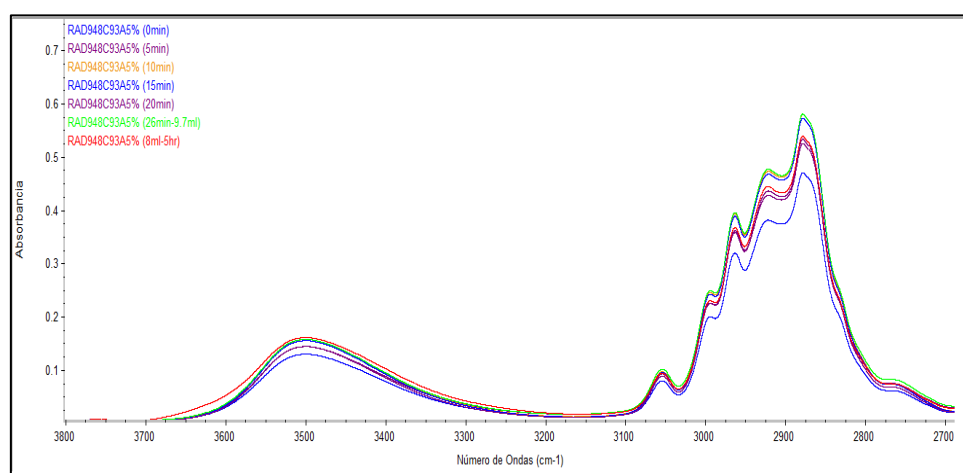


FIGURA 4.6. PICOS DE ABSORBANCIA DE C93A EN RAD948

TABLA 6

ÁREA DE PICOS DE AMINA PRIMARIA DE RAD948 CON
CLOISITE 93A

RAD948 - C93A	
Tiempo	Área pico
0	26.437
1	29.908
3	28.170
5	29.021
10	29.233
15	28.801
20	26.762
26	28.675
300	31.862

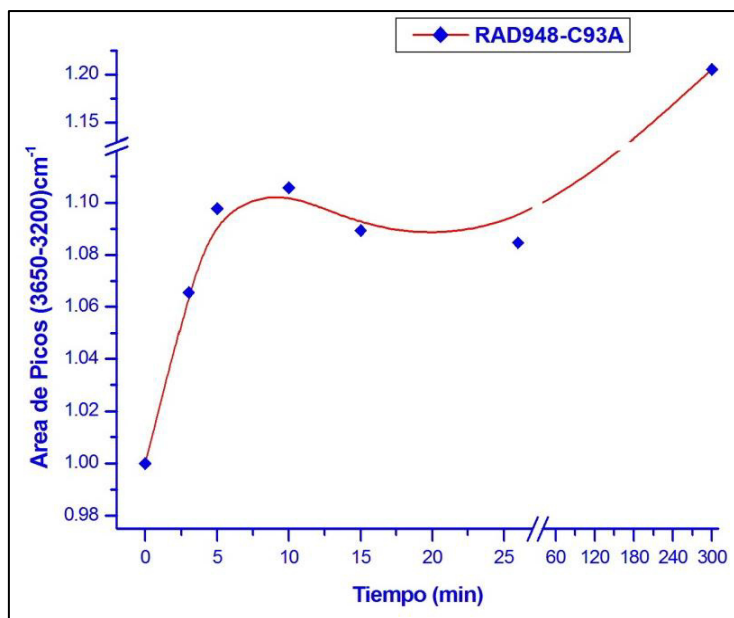


FIGURA 4.7. PICOS NORMALIZADOS DE C93A EN RAD948 VS
TIEMPO

Como se puede observar en la figura que la resina RAD948 tiene una breve interacción molecular con la arcilla C93A en la curva correspondiente de la amina primaria, pero existe una caída de 10 a 26 minutos, dentro de este rango la arcilla se estabilizó y luego comenzó a aumentar la absorbancia a medida que pasaba el tiempo, lo cual quiere decir que la viscosidad influye en el tiempo, velocidad de asentamiento y diámetros hidrodinámico, la representación de la absorbancia fue posible debido a la normalización de estas áreas por la unidad.

En seguida se muestra la figura superpuesta del área de picos de absorbancia con la de asentamiento de esta mezcla.

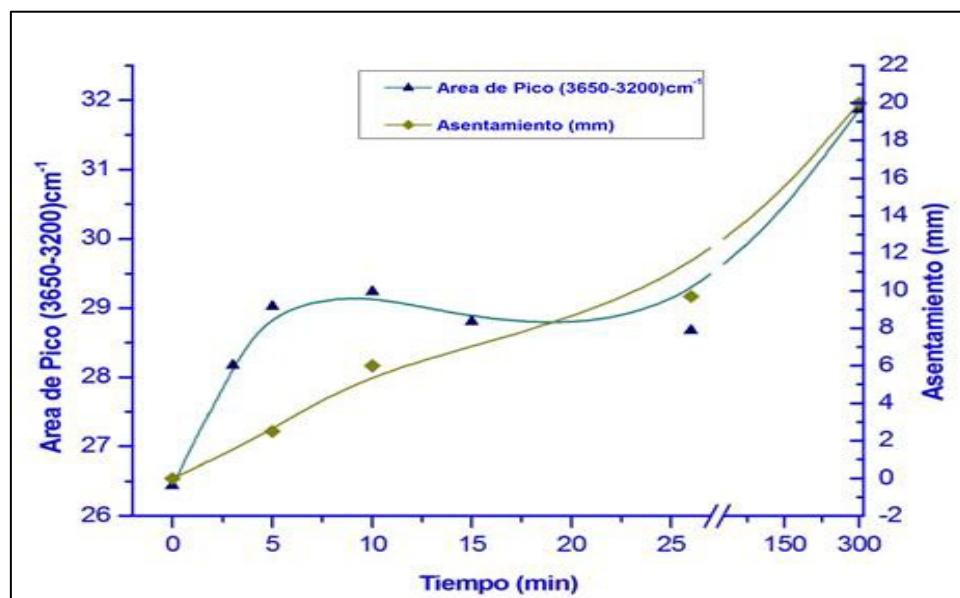


FIGURA 4.8. RELACIÓN DE ASENTAMIENTO Y ABSORBANCIA DE RAD948 CON C93A

En esta figura superpuesta se puede visualizar y analizar que existe una cierta relación con respecto a la línea de crecimiento entre la absorbancia y el asentamiento, por lo que los cambios de concentraciones producidas por la interacción molecular obtenida en el FTIR está asociada con el asentamiento visual y que las fuerzas viscosas influyen en el tiempo, velocidad de asentamiento y diámetro hidrodinámico.

4.3. Ensayo del curado de resinas epóxicas GE-60 y Rad 948 – organoarcillas – aminas – inhibidores de corrosión mediante FTIR

Se realizó el respectivo monitoreo y análisis de los picos característicos que corresponden al grupo de amina primaria y grupo epóxico, estos a su vez se combinaron con la amina que es un agente curador que provoca una reacción química haciendo que su estructura se solidifique, esto se observó en los gráficos producidos por el espectrofotómetro FTIR que los picos de absorbancia disminuían, los rangos que se utilizó fue de 7500 a 4000 cm^{-1} orientándose al análisis en la disminución del pico de la amina primaria (4940 cm^{-1}) y epóxico (4525 cm^{-1}), además del porcentaje de conversión de amina primaria y epóxico, se emplearon dos resinas juntas GE60 y RAD948 con T-403, luego se

realizaron tres mezclas más con esta misma combinación, las resinas y la amina sólo con inhibidor RM210 a 1%, las resinas y amina solo con organoarcilla C93A a 5% y finalmente con RM210/C93A con los mismos porcentajes, los datos adquiridos por el espectrómetro se tabularon y analizaron con los programas OMINIC, MICROCAL ORIGIN y MICROSOFT EXCELL, cuya figuras del NIR-FTIR seguidas de las tablas del porcentaje de conversión que se muestran a continuación.

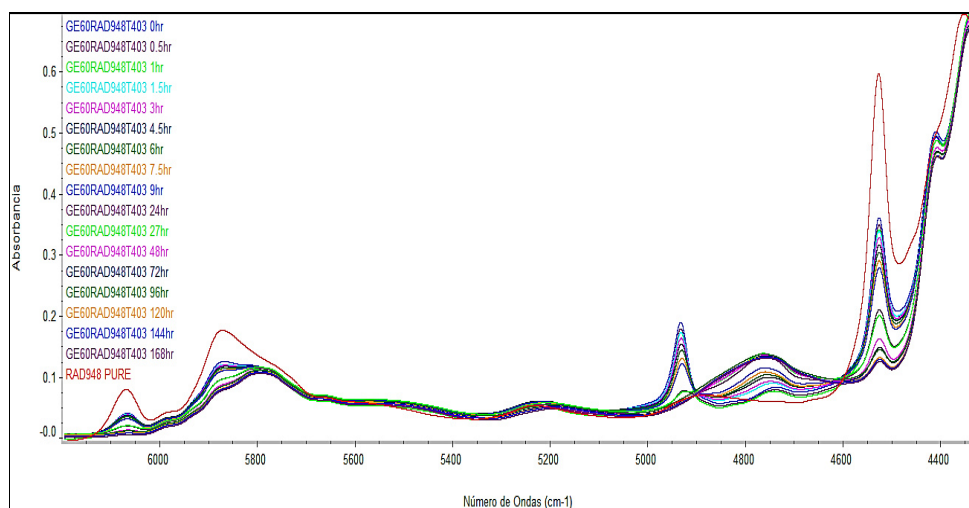


FIGURA 4.9. PICOS CARACTERÍSTICOS DE GE60-RAD948-T403

En la figura 4.9 muestra la variación de picos de absorción que corresponden principalmente a las bandas del grupo epóxico y amina según el método Near-IR, al transcurrir un periodo de tiempo asignado se produce un cambio de amina primaria y epóxica, decreciendo de manera continua las áreas en el transcurso del

tiempo, cuyos valores se emplearon para calcular los porcentajes de reducción de la amina primaria y epóxico, a continuación se muestra la tabla y el grafico correspondiente al porcentaje de conversión

TABLA 7
PORCENTAJE DE CONVERSIÓN DE GE60/ RAD948/ T403

	5070-4858		4576-4489	
	4933		4525	
Tiempo	A1	α [A1]	E	α [E]
0	8.545	0	9.364	0
0.5	8.159	0.045	9.266	0.010
1	7.759	0.092	9.054	0.033
1.5	6.984	0.183	8.563	0.086
3	6.274	0.266	8.174	0.127
4.5	5.411	0.367	7.646	0.183
6	4.753	0.444	7.226	0.228
7.5	3.943	0.539	6.651	0.290
9	3.261	0.618	6.124	0.346
10	2.938	0.656	5.862	0.374
21	0.969	0.887	4.13	0.559
24	0.949	0.889	3.643	0.611
27	0.406	0.952	3.239	0.654
30	0.241	0.972	2.876	0.693
48	0.053	0.994	2.166	0.769
72	0.007	0.999	1.7	0.818
96	0.001	1.000	1.361	0.855
120	0.001	1.000	1.097	0.883
144	0	1.000	1.033	0.890
168	0	1.000	0.967	0.897

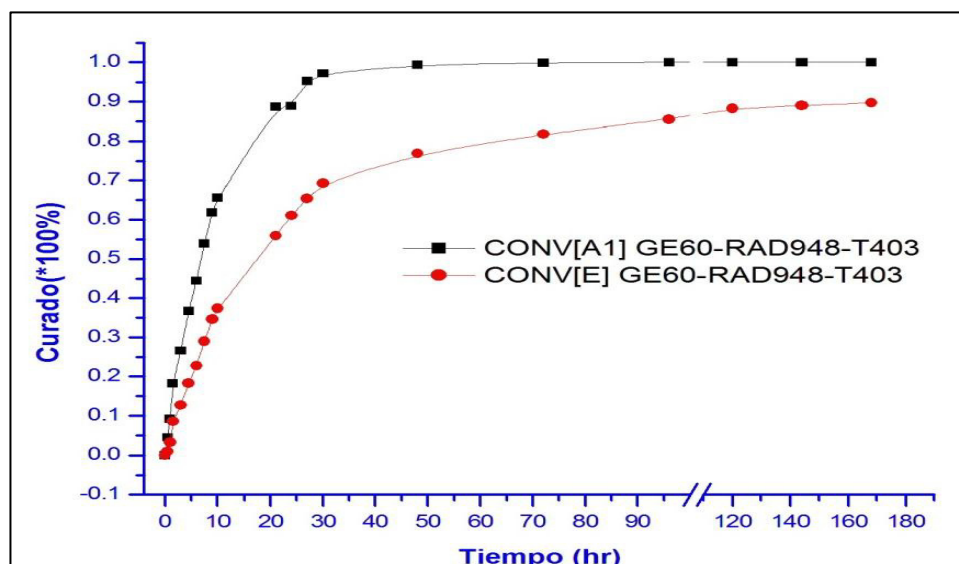


FIGURA 4.10. CONVERSIÓN DE EPÓXICOS Y AMINA PRIMARIA VS TIEMPO DE GE60/RAD948/T403

En la figura 4.10 se observa que la amina primaria T403 en 72 horas adquiere el 99% de curado, en cambio que para el sistema epóxico GE60 y RAD948 en 168 horas adquiere el 90%.

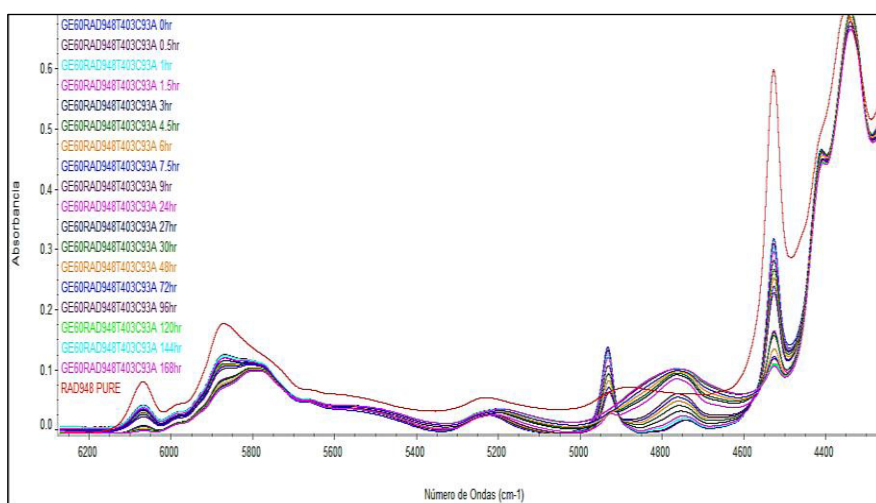


FIGURA 4.11. PICOS CARACTERÍSTICOS DE GE60-RAD948-T403-C93A

En la figura 4.11 muestra la variación de picos de absorbancia que corresponden principalmente a las bandas del grupo epóxico y amina según el método Near-IR, pero a esta mezcla se agregó organoarcilla C93A y se observa cómo afecta al sistema configurando enlaces entrecruzados de la muestra, y estas forman áreas que decrecen en un determinado tiempo, cuyos valores se emplearon para calcular los porcentajes de reducción de la amina primaria y epóxico, a continuación se muestra la tabla y el gráfico correspondiente al porcentaje de conversión.

TABLA 8
PORCENTAJE DE CONVERSIÓN DE GE60/ RAD948/ T403/ C93A

time	5050-4850	4587-4576		
	4933		4528	
	A1	α [A1]	E	α [E]
0	7.309	0	9.01	0
0.5	6.886	0.058	8.819	0.021
1	6.426	0.121	8.57	0.049
1.5	6.054	0.172	8.402	0.067
3	5.12	0.299	7.796	0.135
4.5	4.32	0.409	7.303	0.189
6	3.61	0.506	6.79	0.246
7.5	2.980	0.592	6.265	0.305
9	2.502	0.658	5.944	0.340
10	2.225	0.696	5.711	0.366
21	0.615	0.916	4.010	0.555
24	0.411	0.944	3.665	0.593
27	0.287	0.961	3.391	0.624
30	0.196	0.973	3.158	0.650
48	0.036	0.995	2.379	0.736
72	0	1.000	1.904	0.789
96	0	1.000	1.616	0.821
120	0	1.000	1.318	0.854
144	0	1.000	1.231	0.863
168	0	1.000	1.189	0.868

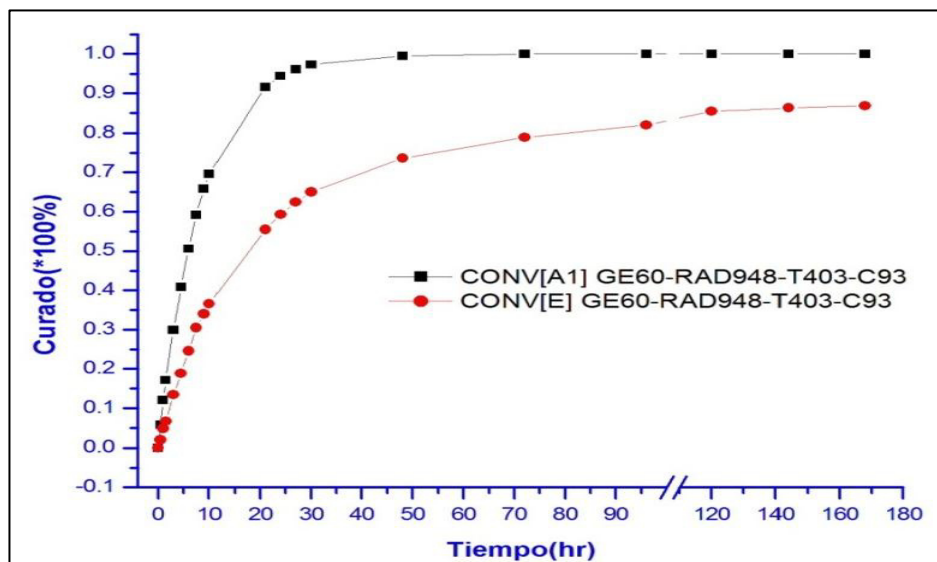


FIGURA 4.12. CONVERSIÓN DE EPÓXICOS Y AMINA PRIMARIA VS TIEMPO DE GE60/RAD948/T403/C93A

En la figura 4.12 se observa que la amina primaria T403 en 48 horas adquiere el 99% de curado, en cambio que para el sistema epóxico GE60 y RAD948 en 168 horas adquiere el 87%.

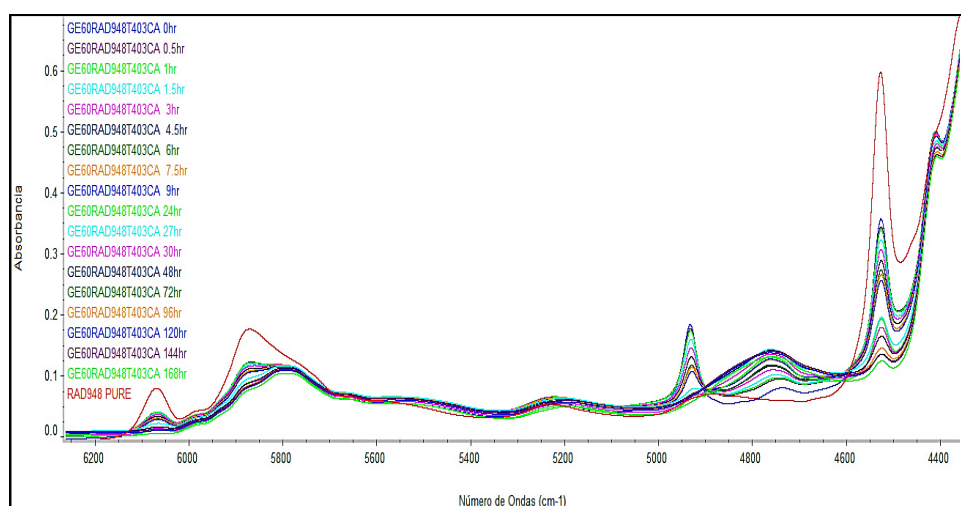


FIGURA 4.13. PICOS CARACTERÍSTICOS DE GE60-RAD948-T403-RM210

La figura 4.13 muestra la variación de picos de absorbancia que corresponden principalmente a las bandas del grupo epóxico y amina según el método Near-IR, donde se agregó inhibidor RM210 o Carboxilato de Amina a 1% de la masa total, se puede apreciar que el área de la amina primaria decrece hasta desaparecer mientras que el sistema epóxico mantiene un pequeño porcentaje durante el curado, los valores de las áreas se usaron para calcular los porcentajes de reducción de la amina primaria y epóxico, a continuación se muestra la tabla y el grafico correspondiente al porcentaje de conversión.

TABLA 9
PORCENTAJE DE CONVERSIÓN DE GE60/ RAD948/ T403/ RM210

time	5050-4850	α [A1]	4587-4576	α [E]
	4933		4528	
	A1		E	
0	8.252	0	9.197	0
0.5	7.018	0.150	8.561	0.069
1	6.549	0.206	8.242	0.104
1.5	5.543	0.328	7.641	0.169
3	4.575	0.446	7.053	0.233
4.5	3.667	0.556	6.430	0.301
6	3.011	0.635	5.9	0.358
7.5	2.475	0.700	5.432	0.409
9	2.128	0.742	5.114	0.444
21	0.607	0.926	3.472	0.622
24	0.437	0.947	3.142	0.658
27	0.304	0.963	2.83	0.692
30	0.209	0.975	2.564	0.721
48	0.049	0.994	1.897	0.794
72	0.008	0.999	1.456	0.842
96	0.001	1.000	1.205	0.869
120	0	1.000	0.937	0.898
144	0	1.000	0.879	0.904
168	0	1.000	0.835	0.909

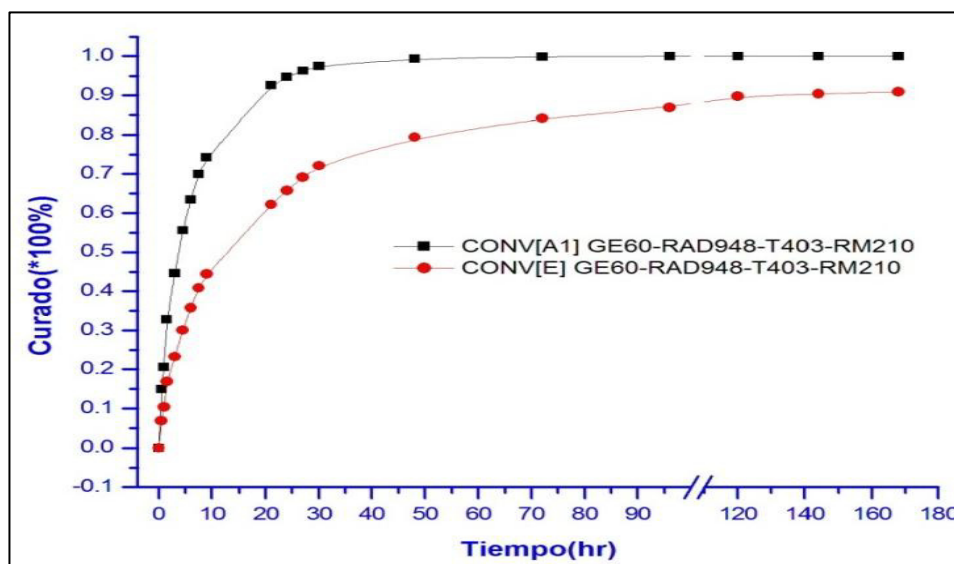


FIGURA 4.14. CONVERSIÓN DE EPÓXICOS Y AMINA PRIMARIA VS TIEMPO DE GE60/RAD948/T403/RM210

En la figura 4.14 se observa que la amina primaria T403 en 72 horas adquiere el 99% de curado, en cambio que para el sistema epóxico GE60 y RAD948 en 168 horas adquiere el 81%.

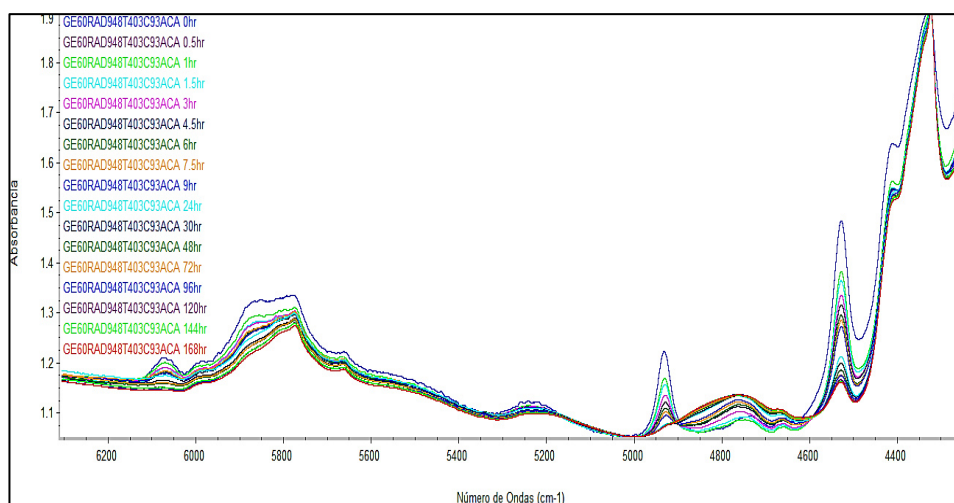


FIGURA 4.15. PICOS CARACTERÍSTICOS DE GE60-RAD948-T403-C93A-RM210

La figura 4.15 muestra la variación de picos de absorbancia que corresponden principalmente a las bandas del grupo epóxico y amina según el método Near-IR, donde se combinan la organoarcilla C93A y el inhibidor de corrosión RM210, se ve que las áreas de amina primaria y epóxico decrecen hasta una pequeña región de amina junto con el sistema epóxico debido a que las nanopartículas afectan en el desarrollo del curado, que podrían causar cambios en las propiedades mecánicas, para obtener el porcentaje de reducción se tabuló y se graficó como se presenta a continuación.

TABLA 10
PORCENTAJE DE CONVERSIÓN DE GE60/RAD948/T403/C93A/RM210

time	5010-4870	α [A1]	4605-4483	α [E]
	4935		4531	
	A1		E	
0	4.363	0	7.727	0
0.5	4.347	0.004	7.432	0.038
1	3.804	0.128	7.328	0.052
1.5	3.459	0.207	7.293	0.056
3	2.61	0.402	6.667	0.137
4.5	2.053	0.529	6.320	0.182
6	1.646	0.623	5.966	0.228
7.5	1.253	0.713	5.434	0.297
9	0.956	0.781	5.159	0.332
10	0.796	0.818	4.865	0.370
21	0.260	0.940	3.592	0.535
24	0.213	0.951	3.462	0.552
27	0.173	0.960	3.284	0.575
30	0.138	0.968	3.166	0.590
48	0.105	0.976	2.68	0.653
72	0.085	0.981	2.473	0.680
96	0.077	0.982	2.338	0.697
120	0.056	0.987	2.098	0.728
144	0.053	0.988	2.035	0.737
168	0.051	0.988	2.033	0.737

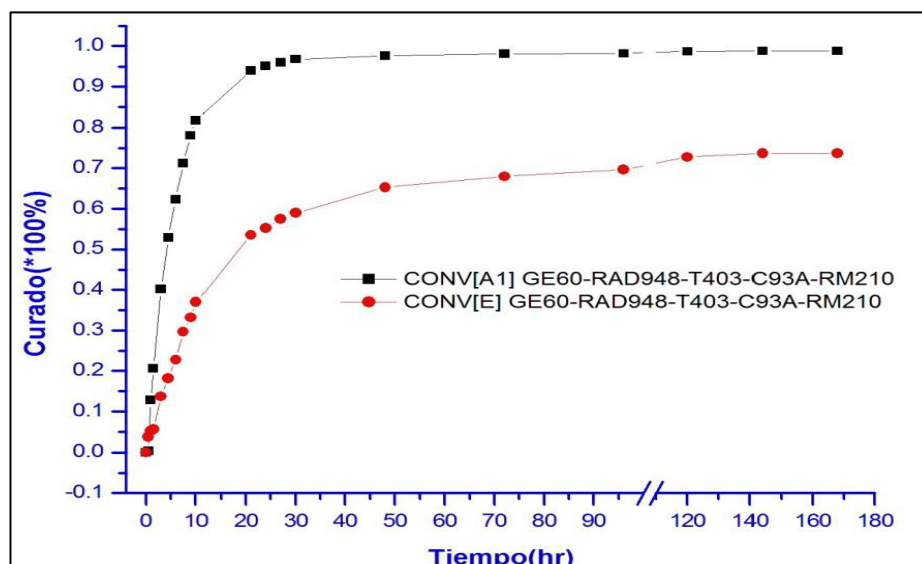


FIGURA 4.16. CONVERSIÓN DE EPÓXICOS Y AMINA PRIMARIA VS TIEMPO DE GE60/RAD948/T403/C93A/RM210

En la figura 4.16 se observa que la amina primaria T403 en 120 horas adquiere el 99% de curado, en cambio que para el sistema epóxico GE60 y RAD948 en 144 horas adquiere el 74%.

4.4. Análisis de la Reología de los nanocompuestos

Para realizar este análisis se prepararon las muestras justo antes de cargar al reómetro mezclando las resinas con el agente curador y se hizo otra mezcla con el mismo sistema epóxico pero agregando arcilla a 5% de la masa total de las resinas cuyo procedimiento se describe en el capítulo anterior.

Se ingresó los datos reológicos dinámicos isotérmicos al programa usando la geometría de platos paralelos en el reómetro de marca KINEXUS, luego se colocó la muestra en los platos cuya separación entre platos es de 5mm y se comenzó a iniciar el barrido de tiempo a una temperatura ambiente, permitiendo determinar el tiempo de curado del sistema epóxico con distintos resultados para cada mezcla, con la ayuda de programas como RSPACE, MICROSOFT EXCELL y MICROCAL ORIGIN se pudo tabular y analizar las muestras (Ver APENDICE H).

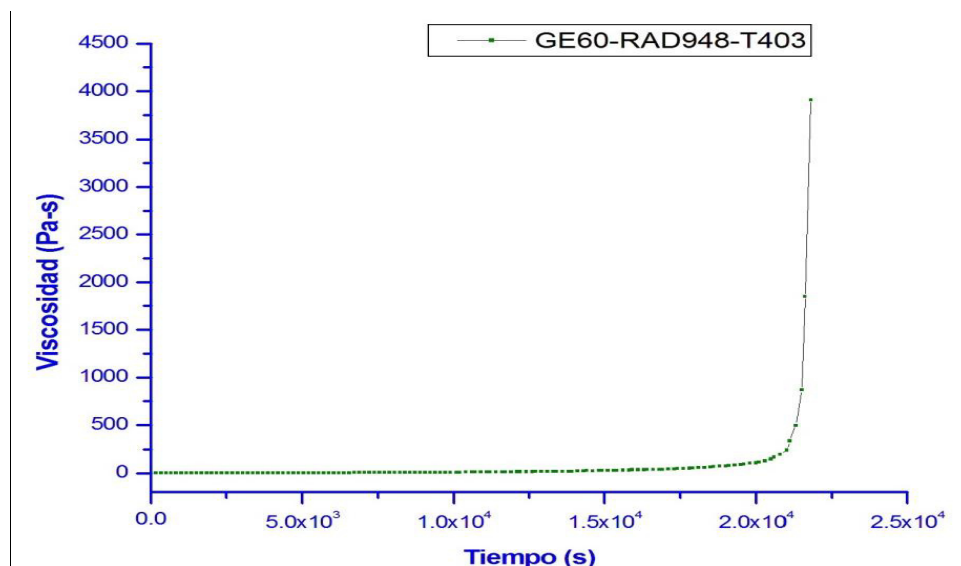
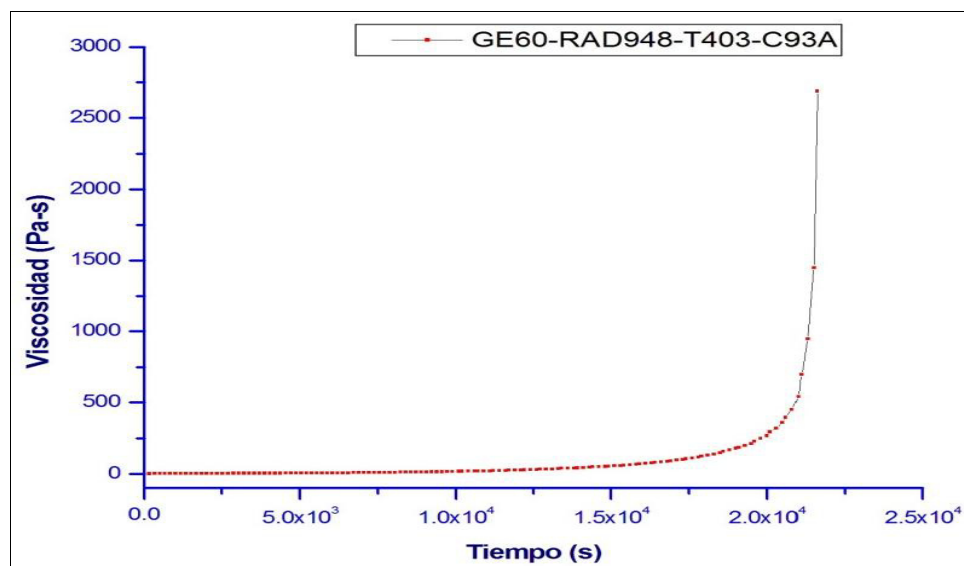


FIGURA 4.17. VISCOSIDAD VS TIEMPO DE GE60/RAD948/T403

En la figura 4.17 se muestra que la viscosidad de la mezcla de GE60-RAD948-T403 comienza a crecer lentamente a medida que pasa el tiempo, hasta luego empinarse a una viscosidad de

496.3Pa.s a un tiempo de 5.9 horas, lo cual quiere decir que ese es el periodo las resinas junto con la amina comienza a solidificarse.



**FIGURA 4.18. VISCOSIDAD VS TIEMPO DE
GE60/RAD948/T403/C93A**

Se puede observar en la figura que la mezcla GE60-RAD948-T403 con C93A se eleva con una viscosidad de 540.5 Pa.s cuyo tiempo de curado fue de 5.82 horas, lo que se determinó que la organoarcilla cubre los intersticios de la red polimérica proporcionando un curado más rápido.

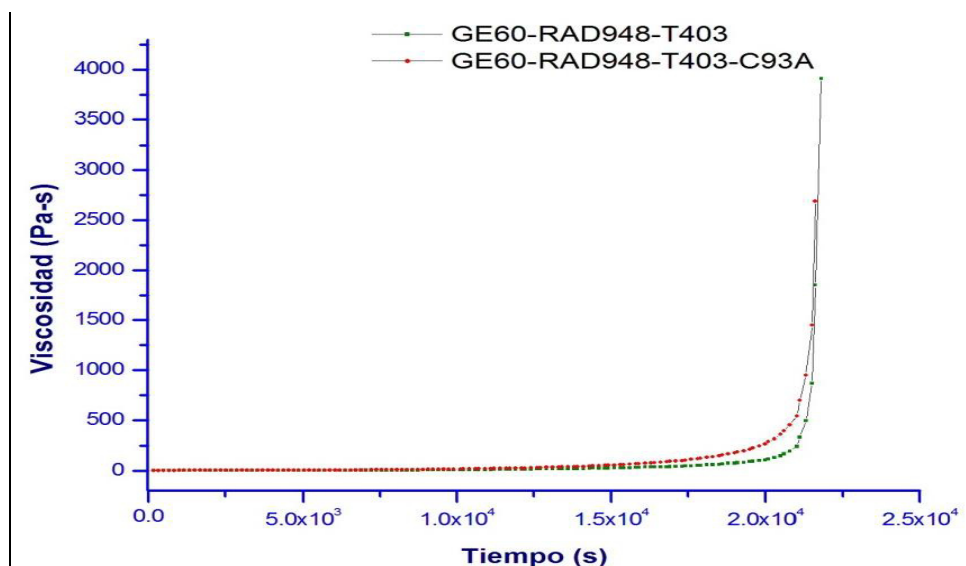


FIGURA 4.19. COMPARACIÓN DE VISCOSIDAD VS TIEMPO DE SISTEMA EPÓXICO CON Y SIN C93A

En este análisis se verificó que los estados iniciales de ambos sistemas permanecen constantes y no existe algún cambio, hasta un tiempo determinado que ocurre un crecimiento súbito de viscosidad debido al mecanismo de reacción que se produce internamente por la alta eficacia de co-monomeros de producir una polimerización, hacer que se forme y se distribuya la masa molecular hasta llegar a un punto crítico de gelación, en esta figura se interpreta como aumentó en un 38% con respecto al otro sistema sin arcilla y que ésta transformación va desde un líquido viscoso a un gel elástico dando las propiedades mecánicas a cada muestra.

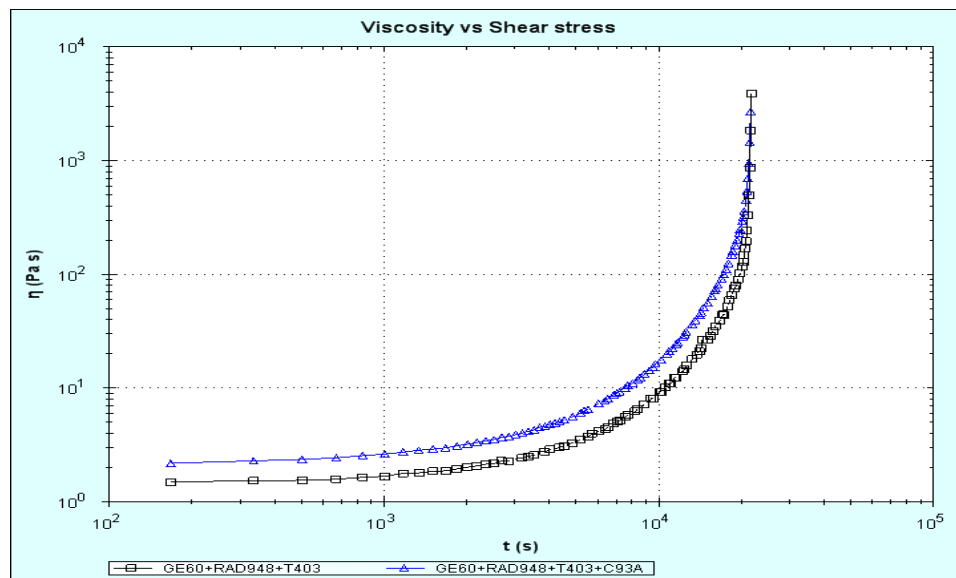


FIGURA 4.20. VISCOSIDAD VS ESFUERZO DE CORTE DE SISTEMAS EPÓXICOS

En la figura 4.20 se establece la viscosidad con respecto al esfuerzo de corte en un tiempo determinado, donde el esfuerzo que se ejerce en los platos junto con la resina epóxica sufre una deformación, cuyas uniones moleculares tratan de estar en contacto con los platos, por lo que se relaciona con la densidad de energía, flexibilidad de las cadenas poliméricas y flexibilidad de su estructura al contacto, y se observa el aumento de viscosidad con C93A cuya matriz sufre un proceso de cohesión entre sus moléculas, proporcionando un mejor comportamiento mecánico.

4.5. Ensayo de tensión (ASTM 882)

En este proyecto se utilizó la maquina universal de ensayos la cual se obtuvo valores y se analizó las propiedades mecánicas como el módulo de Young, esfuerzo de tensión máximo, deformación máxima, esfuerzo ultimo de rotura, se tensionaron de cinco a seis probetas por sistema hasta romperse, antes se curaron por siete días en los moldes normalizados con una temperatura y humedad relativa baja, en la siguiente tabla se muestra los componentes utilizados para realizar las probetas.

TABLA 11

PROBETAS UTILIZADAS EN EL ENSAYO DE TENSIÓN

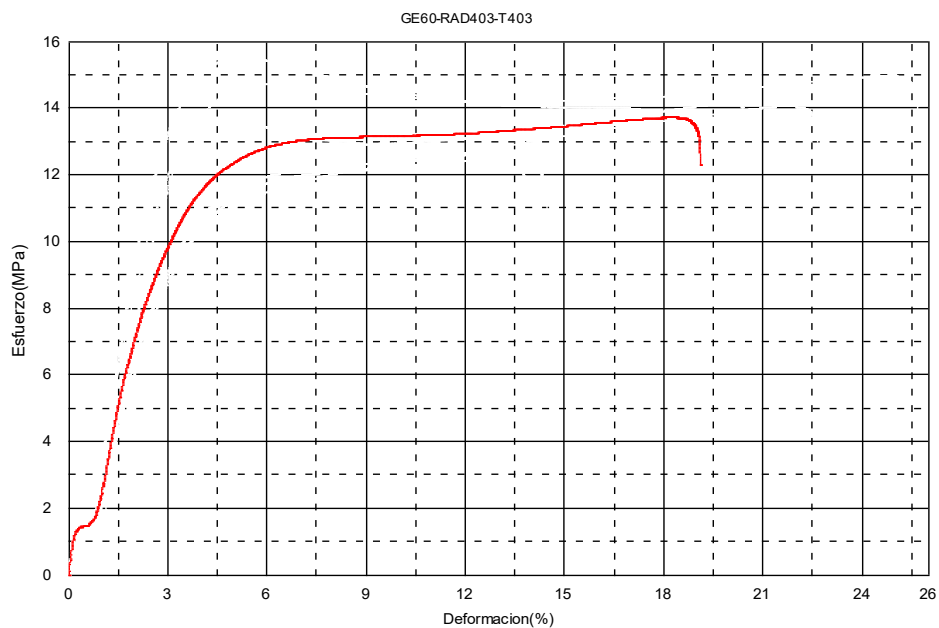
TIPO DE PROBETA	CANTIDAD
GE60-RAD948-T403	5
GE60-RAD948-T403-C93A	6
GE60-RAD948-T403-RM210	5
GE60-RAD948-T403-C93A-RM210	6
TOTAL	22

Los datos obtenidos se tabularon y analizaron con los programas TRAPEZIUM, MICROSOFT EXCELL y MICROCAL ORIGIN, con estos datos se realizó la respectiva comparación de sus propiedades mecánicas, cabe recalcar que solo se escogió las probetas que fallaron dentro de su rango permitido, ya que algunas probetas no cumplieron con la norma previamente descrita, a continuación se detalla los valores de las probetas sometidas a tensión.

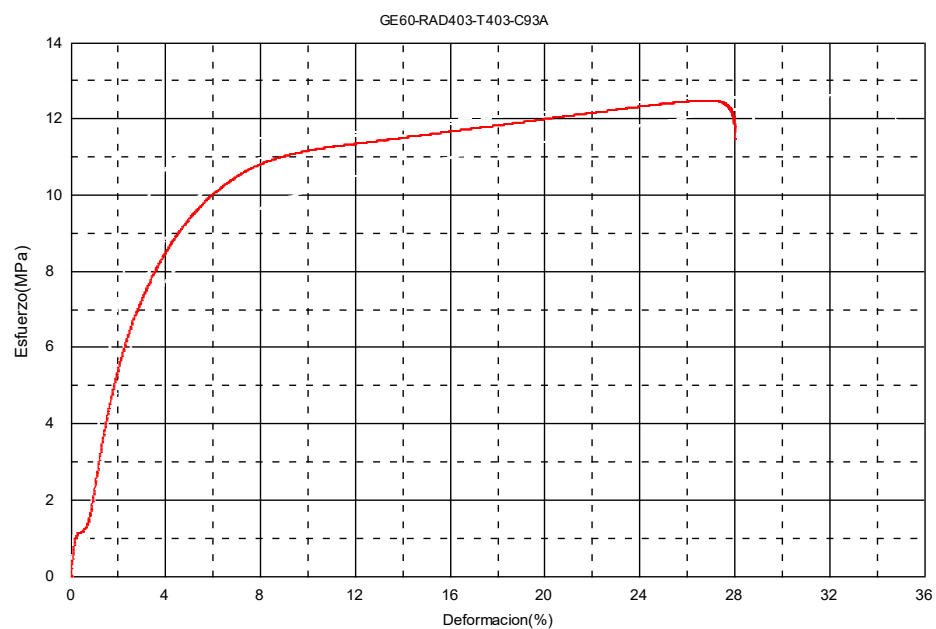
TABLA12

**ENSAYO DE TENSIÓN DE PROBETAS CURADAS DE GE60-
RAD948-T403 SIN Y CON C93A**

Muestra No.	Max. Esf. (MPa)	Max. Def (%)	Esf Rotura (Mpa)	Energía rotura (J)	Mod. Elástico (MPa)
GE60/RAD948/T403					
1-1	14.23	5.14	12.41	2.50	1060.06
1-2	12.71	21.78	12.88	2.03	965.14
1-3	12.54	24.63	13.87	1.63	919.11
1-3-1	15.55	20.07	13.29	3.45	1171.46
1-4	14.09	13.04	11.23	3.83	955.11
1-5	14.99	13.48	10.23	4.58	1344.21
Media	14.02	16.36	12.32	3.00	1069.18
Desv. Están.	1.20	7.17	1.36	1.14	162.81
COVx100%	9%	44%	11%	38%	15%
GE60/RAD948/T403/C93A					
4-2	12.63	27.32	11.88	4.35	427.31
4-3	12.77	33.97	12.02	4.62	302.70
4-5	12.20	19.14	10.59	2.58	591.93
Media	12.53	26.81	11.50	3.85	440.65
Desv. Están.	0.30	7.43	0.79	1.11	145.07
COVx100%	2%	28%	7%	29%	33%



**FIGURA 4.21. ESFUERZO VS DEFORMACIÓN DE
GE60/RAD948/RAD403**



**FIGURA 4.22. ESFUERZO VS DEFORMACIÓN DE
GE60/RAD948/T403/C93A**

Se puede observar en las Figuras 4.21 y 4.22 el esfuerzo máximo de tensión y la deformación cuando se está con y sin C93A en las probetas, ya que en la Tabla 12 se presenta los datos tabulados de cada una de las probetas, realizándose comparaciones y se obtuvo lo siguiente:

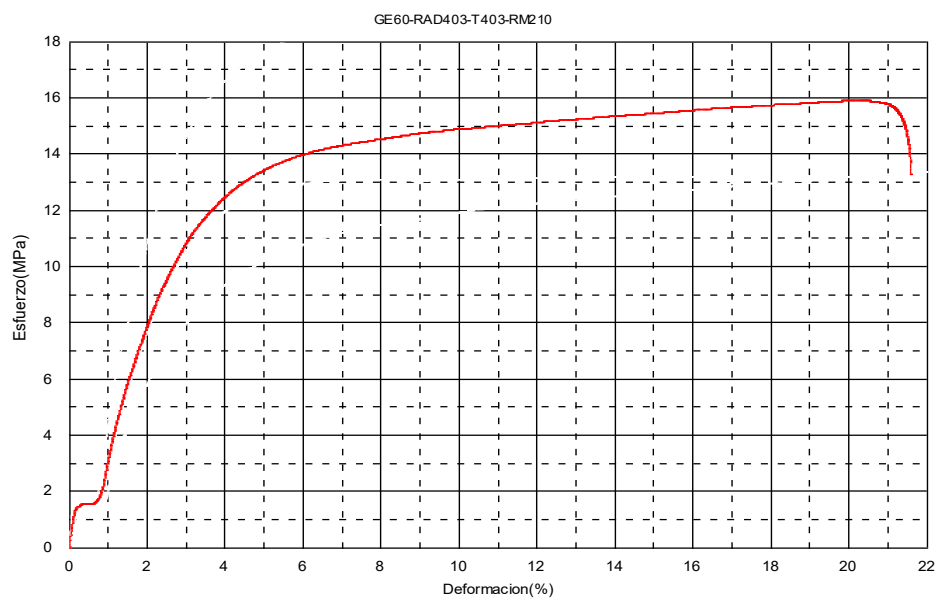
- El esfuerzo máximo de tensión disminuyó en un 11%
- La máxima deformación por tensión aumentó en un 39%
- El esfuerzo de rotura disminuyó en un 7%
- La energía de rotura aumentó en un 22%
- El modulo elástico disminuyó en un 60%

De acuerdo al gráfico y a las tablas obtenidas se puede ver que la organoarcilla C93a tiene influencia en el sistema epóxico que produce rigidez al disminuir el módulo de elástico, esfuerzo máximo por tensión y esfuerzo de rotura, subiendo su ductilidad al aumentar la máxima deformación y la energía de rotura.

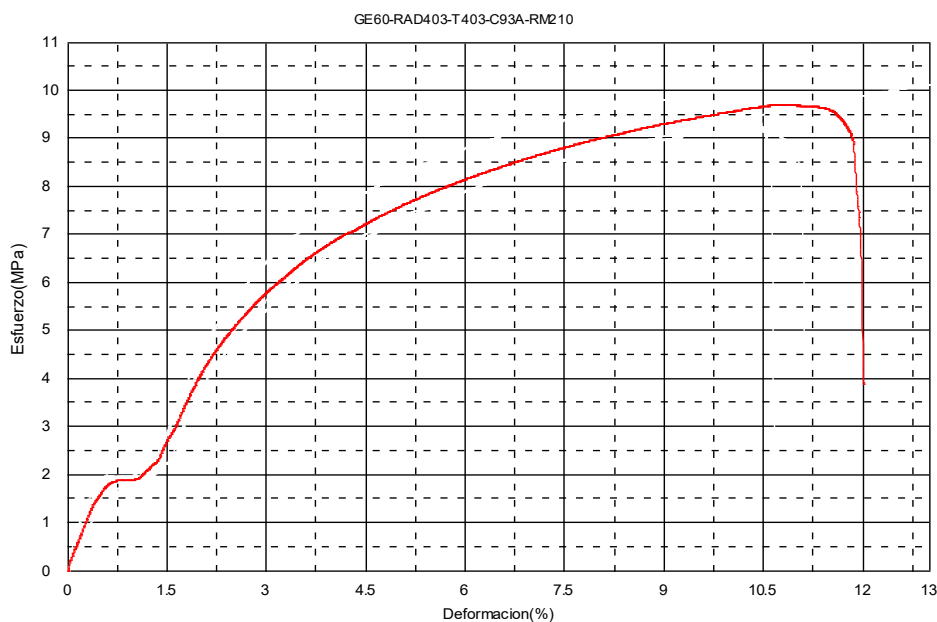
TABLA 13

**ENSAYO DE TENSIÓN DE PROBETAS CURADAS DE
GE60/RAD948/T403 CON RM210 Y RM210/C93A**

Probeta No.	Max. Esf (MPa)	Max. Def (%)	Esfuerzo Rotura (Mpa)	Energía de rotura (J)	Mod. Elástico (MPa)
GE60/RAD948/T403/RM210					
3-3	13.46	22.70	10.37	3.07	503.24
3-4	13.22	13.58	12.21	2.89	689.19
3-5	21.22	22.21	17.37	3.51	955.07
Media	15.97	19.49	13.31	3.15	715.84
Desv. Están.	4.55	5.13	3.63	0.32	227.09
COVx100%	28%	26%	27%	10%	32%
GE60/RAD948/T403/C93A/RM210					
2-4	9.91	9.47	2.64	0.78	452.18
2-5	10.18	13.33	4.13	1.17	403.77
2-6	9.23	10.31	4.96	0.73	371.30
Media	9.77	11.04	3.91	0.89	409.09
Desv. Están.	0.49	2.03	1.18	0.24	40.70
COVx100%	5%	18%	30%	27%	10%



**FIGURA 4.23. ESFUERZO VS DEFORMACIÓN DE
GE60/RAD948/T403/RM210**



**FIGURA 4.24. ESFUERZO VS DEFORMACIÓN DE
GE60/RAD948/T403/C93A/RM210**

Se puede observar en las Figuras 4.23 y 4.24 el esfuerzo máximo de tensión y la deformación cuando se está con RM210 y RM210/C93A en las probetas, ya que en la Tabla 13 se presenta los datos tabulados de cada una de las probetas, realizándose comparaciones y se obtuvo lo siguiente:

- El esfuerzo máximo por tensión disminuyó en un 39%
- La máxima deformación por tensión disminuyó en un 43%
- El esfuerzo de rotura disminuyó en un 70%
- La energía de rotura disminuyó en un 71%
- El modulo elástico disminuyó en un 42%

Esto quiere decir que al agregar RM210 o Carboxilato de amina (CA) en el sistema epóxico produce una incompatibilidad entre partículas al combinar la organoarcilla con el inhibidor, produciendo una baja en la resistencia mecánica de este último sistema.

TABLA 14
COMPARATIVO DE PROPIEDADES MECÁNICAS DE LAS
PROBETAS DE TENSIÓN

CURADO	Max. Esf. (MPa)	Max. Def. (%)	Esfuerzo Rotura (Mpa)	Energía de rotura (J)	Mod. Elástico (MPa)
	G/R/T	14.02±1.20 n=6	16.36±7.17 n=6	12.32±1.36 n=6	3.00±1.14 n=6
G/R/T/C	12.53±0.30 n=3	26.81±7.43 n=3	11.50±0.79 n=3	3.85±1.11 n=3	440.65±145.07 n=3
G/R/T/CA	15.97±4.55 n=3	19.49±5.13 n=3	13.31±3.63 n=3	3.15±0.32 n=3	715.84±227.09 n=3
G/R/T/C/CA	9.77±0.49 n=3	11.04±2.03 n=3	3.91±1.18 n=3	0.89±0.24 n=3	409.09±40.70 n=3

G: GE60; R: RAD948; T: T-403; C: C93A; CA: RM210

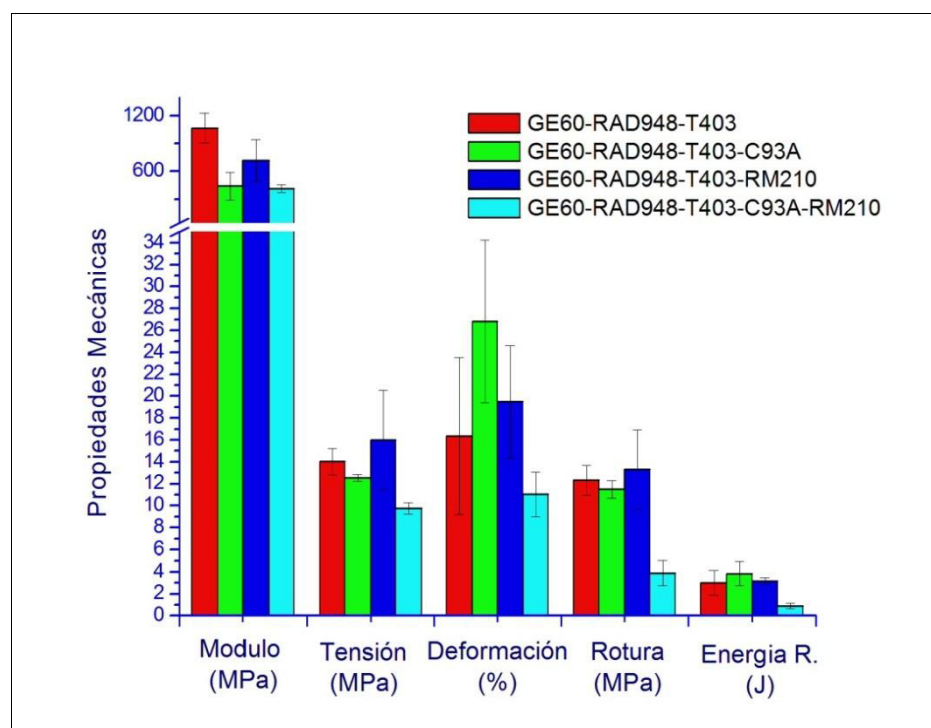


FIGURA 4.25. DIAGRAMA DE BARRAS PARA PROPIEDADES
MECÁNICAS

En la figura 4.25 al comparar las propiedades mecánicas de todos los sistemas se pudo contrastar una breve mejora al aplicar la organoarcilla C93A, pero también se observa que el inhibidor tiene una gran influencia como nanopartícula, con la tabla comparativa se encontraron las siguientes observaciones:

- El sistema curado solo con amina T-403 posee mayor módulo de tensión con respecto a las demás combinaciones.
- En el sistema con RM210 posee un aumento en el esfuerzo máximo por tensión de un 13% con respecto al que tiene sólo T-403.
- En el sistema con C93A posee un aumento en la deformación por tensión de un 27% con respecto al que tiene RM210.
- El esfuerzo de rotura con RM210 fue mayor en un 7% comparado con el sistema que sólo tiene T-403.
- La energía de rotura del sistema con C93A supera en un 18% al que tiene RM210 y todas las demás
- El sistema epóxico con C93A/RM210 posee las menores resistencias mecánicas de todas las probetas realizadas.

De esta tabla comparativa y con la ayuda del diagrama de barras se pudo determinar que al combinar distintos componentes proporciona diferentes propiedades mecánicas, esto se debe a la inclusión de la RAD948 que interactúa de manera distinta con las

nanopartículas previamente descritas. Las figuras se obtuvieron con el programa TRAPEZIUM2, que permite representar los valores y gráficos correspondientes para el análisis de tensión. Al realizar la comparación entre las 4 combinaciones se tiene que el mayor módulo de Young tiene la GE60/RAD948/T403, el mayor esfuerzo máximo por tensión y esfuerzo de rotura tiene la GE60/RAD948/T403/RM210 y la mayor deformación por tensión y energía de rotura tiene la GE60/RAD948/T403/C93A.

4.6. Ensayo de dureza (ASTM 2240, SHORE D)

Para este ensayo se usó el durómetro en escala Shore D que permitió calcular la dureza de los nanocompuestos, las probetas fueron de forma cúbica y se tomó cinco medidas para cada cubo para calcular su dureza total, esta prueba se realizó con el propósito de encontrar las propiedades mecánicas con respecto a la combinación de resinas epóxicas junto con la inserción de nanopartículas, en la siguiente tabla se muestra los componentes utilizados para realizar las probetas.

TABLA 15

PROBETAS UTILIZADAS EN EL ENSAYO DE DUREZA

TIPO DE PROBETA	CANTIDAD DE CUBOS
GE60-RAD948-T403	4
GE60-RAD948-T403-C93A	2
GE60-RAD948-T403-RM210	2
GE60-RAD948-T403-C93A-RM210	3
TOTAL	11

Los datos obtenidos se tabularon y se graficaron con los programas MICROSOFT EXCELL Y MICROCAL ORIGIN, con estos valores se realizó la debida comparación de sus durezas, a continuación se detalla los valores de las probetas sometidas a compresión.

TABLA 16

DUREZA DE GE60/RAD948/T403

Cubo	1	2	3	4
Shore D	75.5	75.9	73.2	74.5
	75.3	76	73.5	74.9
	76.8	76.7	73.1	74.8
	76.5	76.2	73.9	74.1
	77	76.8	73.8	75
MEDIA	Desv. Estand		Coef. Varian.	
75.18	1.29		2%	

TABLA 17

DUREZA DE GE60/RAD948/T403/C93A

Cubo	1	2
Shore D	74	72.4
	74.3	72.6
	74	72.4
	74.2	72.7
	74.1	73.1
MEDIA	Desv. Estand	Coef. Varian.
73.38	0.81	1%

TABLA18

DUREZA DE GE60/RAD948/T403/RM210

Cubo	1	2
Shore D	70.2	73.1
	71.1	69.8
	71.6	74.1
	70.8	74.2
	70.9	74.7
MEDIA	Desv. Estand	Coef. Varian.
72.05	1.81	3%

TABLA 19

DUREZA DE GE60/RAD948/T403/C93A/RM210

Cubo	1	2	3
Shore D	69.9	72.6	72.5
	70.5	73.2	72.1
	70.9	74	72
	71	73.6	73.1
	71.2	73.6	73.3
MEDIA	Desv. Estand	Coef. Varian.	
72.05	1.51	2%	

En las tablas se tabularon los valores obtenidos por la compresión de la indentación Shore D, la cual se realizó comparaciones y se obtuvo los siguientes resultados.

- La inclusión de la organoarcilla C93A en el sistema epóxico GE60 y RAD948 disminuyó su dureza en 2%
- Al agregar Inhibidor de corrosión en sistema epóxico GE60 y RAD948 disminuyó su dureza en 4%
- Finalmente al mezclar C93A y RM210 junto con el sistema epóxico GE60 y RAD948 disminuye su dureza en un 4%.

Con estos resultados se puede realizar un breve cuadro comparativo para determinar cuál es el mejor nanocompuesto con respecto a su dureza.

TABLA 20

**COMPARATIVO DE PROPIEDADES MECÁNICAS DE LAS
PROBETAS DE COMPRESIÓN**

CURADO	SHORE D
GE60-RAD948-T403	75.18±1.29
GE60-RAD948-T403-C93A	73.38±0.81
GE60-RAD948-T403-RM210	72.05±1.81
GE60-RAD948-T403-C93A-RM210	72.05±1.51

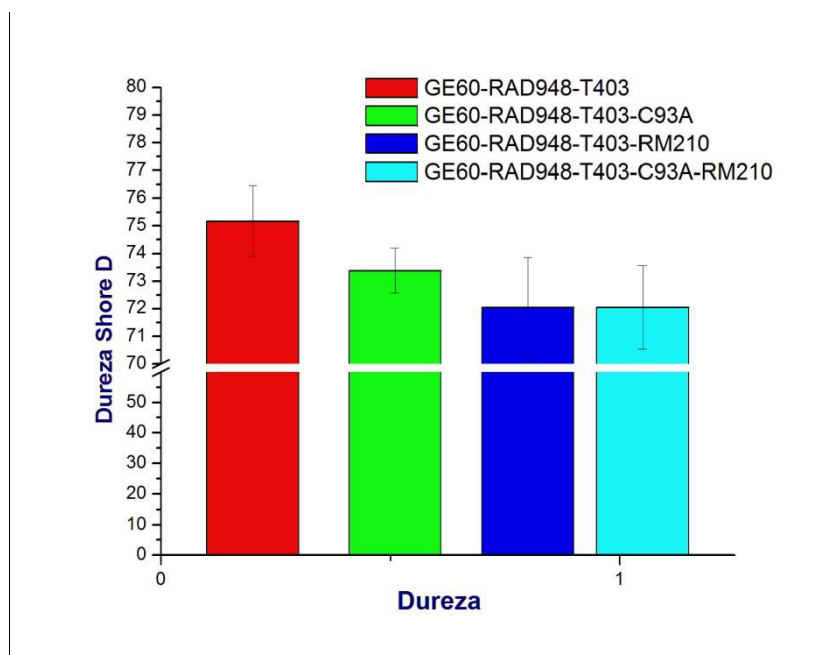


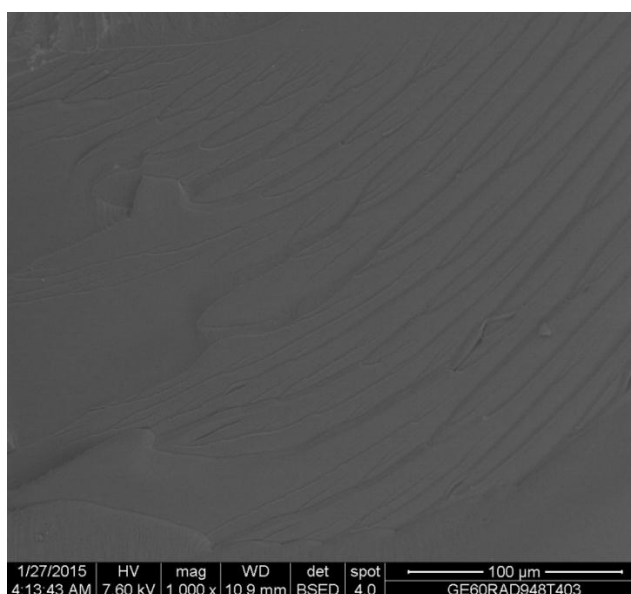
FIGURA 4.26. DIAGRAMA DE BARRAS PARA DUREZA

Con la ayuda de la tabla comparativa y el diagrama de barras se pudo determinar que el sistema de resinas epóxicas GE60 y RAD948 sin organoarcilla e inhibidor de corrosión tiene más dureza, con esto quiere decir que la inclusión de las nanopartículas a la red polimérica no es de mayor aportación sobre este tipo de curado, pero puede mejorar a otras propiedades mecánicas.

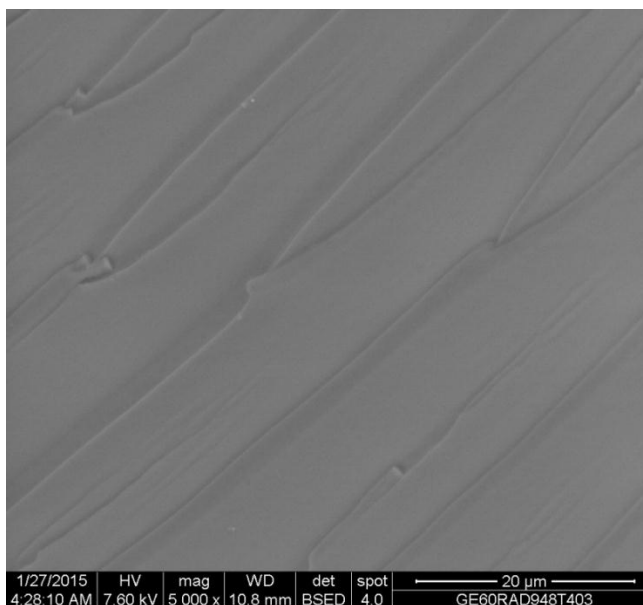
4.7. Ensayo de microscopia de barrido electrónico del curado de resinas epóxicas – amina – arcilla – inhibidor de corrosión

Para esta parte se analizó las secciones de falla de los palillos previamente curados y partidos por una fuerza aplicada en los

laterales, se seleccionaron cuatro probetas para el ensayo con la misma combinación y proporción anterior, se realizó la visualización de la probeta sin recubrimiento metálico por lo que se trabajó en el modo de bajo vacío en el microscopio electrónico de barrido y se configuró en el modo BSED que permite ver diferente totalidad según su peso atómico o su densidad, así se visualizó las líneas de falla del sistema epóxico y la dispersión de la organoarcilla e inhibidor en la red polimérica, se generó imágenes desde 500 a 10000X de aumento que permitió analizar la forma de su microestructura molecular, pero se tomó de 1000 y 5000X por considerarse de mejor resolución, a continuación se presentan las figuras captadas para cada probeta.



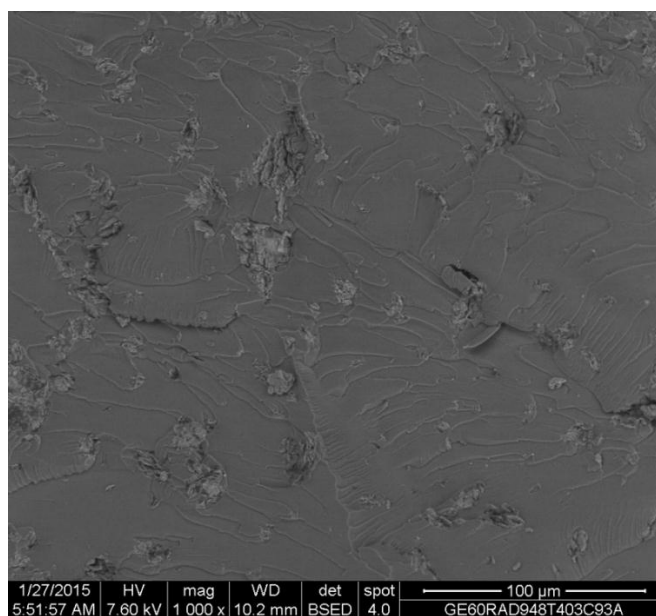
**FIGURA 4.27. SECCIÓN DE FALLA A 1000X DE
GE60/RAD948/T403**



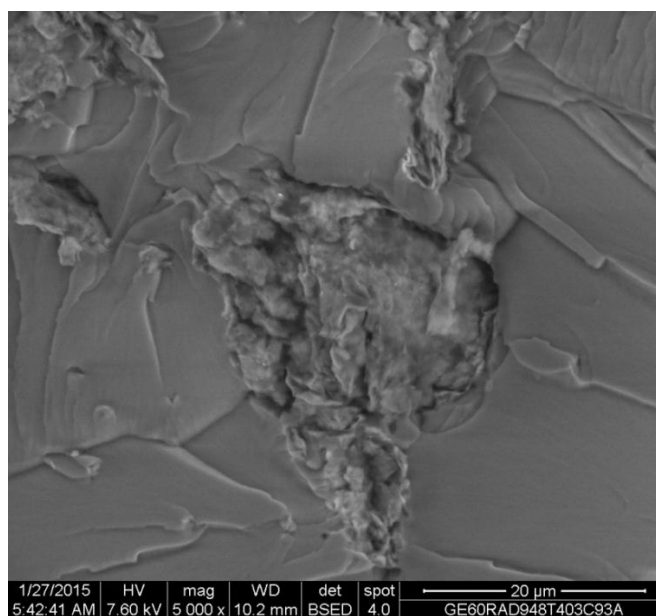
**FIGURA 4.28. SECCIÓN DE FALLA A 5000X DE
GE60/RAD948/T403**

Se puede observar en la figura 4.28 que presentan líneas continuas casi paralelas en la sección de la microfalla, en la figura se puede visualizar a mayor detalle cómo se inician y se abren en forma de Y estas líneas uniformes, no presentan mayores punto de imperfecciones con esta probeta.

Si al mismo sistema de resinas epóxicas se le añade organoarcilla C93A en un 5% de la masa total se puede corroborar los resultados de las propiedades mecánicas con las figuras obtenidas del SEM.

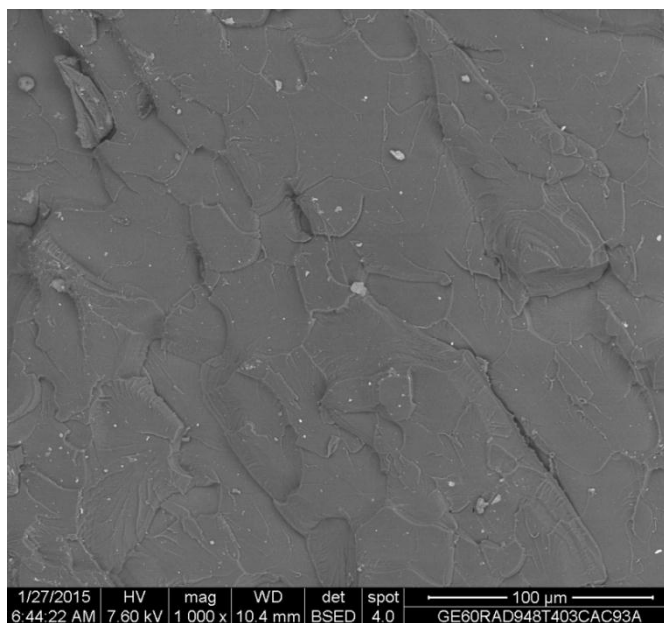


**FIGURA 4.29. SECCIÓN DE FALLA A 1000X DE
GE60/RAD948/T403/C93A**

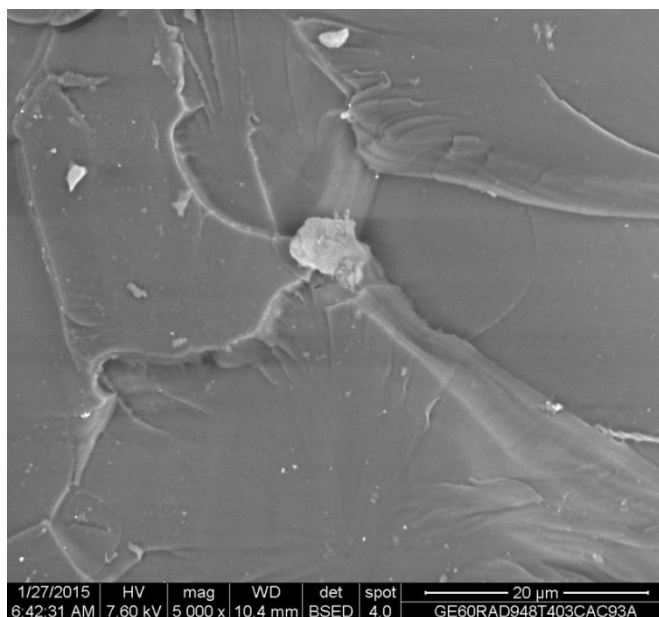


**FIGURA 4.30. SECCIÓN DE FALLA A 5000X DE
GE60/RAD948/T403/C93A**

Se puede ver la figura 4.29 y se observa la presencia de algún tipo de nanopartícula que en este caso en la organoarcilla C93A, que modifica la red polimérica aumentando ciertas propiedades mecánicas, al tener una aproximación en la figura 4.29 se puede mostrar como la organoarcilla varía la forma paralela en ramificada, provocando una alteración en la matriz con microfallas y esto hace que la probeta tenga una buena deformación al ser tensionada, cabe recalcar que los diámetros hidrodinámicos tiene una cierta similitud con la figura 4.30.

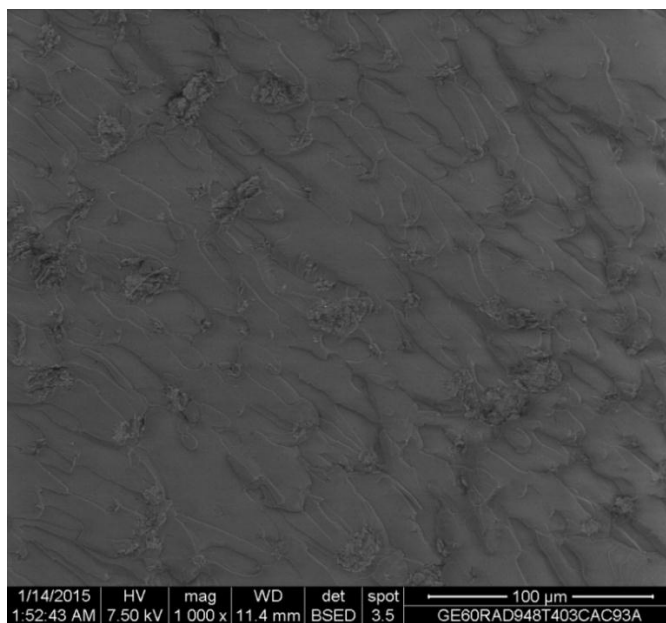


**FIGURA 4.31. SECCIÓN DE FALLA A 1000X DE
GE60/RAD948/T403/RM210**

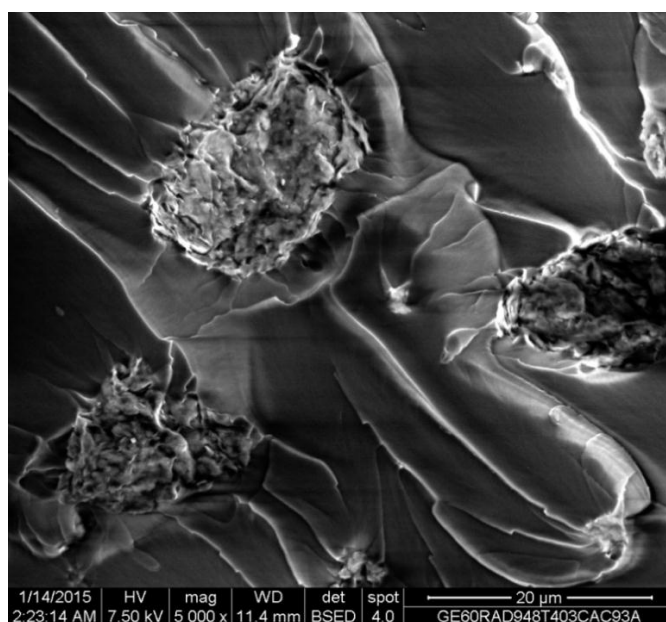


**FIGURA 4.32. SECCIÓN DE FALLA A 5000X DE
GE60/RAD948/T403/RM210**

Se puede observar en la figura 4.31 una vista panorámica de la dispersión del inhibidor en la matriz polimérica modificada, formando pequeños cúmulos cuya densidad de la misma comienza aparecer, esto indica que existen cambios en la forma y distribución en los sectores poliméricos que pueden afectar la resistencia mecánica como el caso del esfuerzo por tensión. Se hace un acercamiento en la figura 4.32 y se puede visualizar el tamaño del inhibidor a 20 micras que es pequeña en comparación a la organoarcilla observada anteriormente.



**FIGURA 4.33. SECCIÓN DE FALLA A 1000X DE
GE60/RAD948/T403/C93A/RM210**



**FIGURA 4.34. SECCIÓN DE FALLA A 5000X DE
GE60/RAD948/T403/C93A/RM210**

En la figura 4.33 se observa una distribución distorsionada de la organoarcilla y el inhibidor en la red polimérica formando grandes cúmulos, esta morfología hace que el sistema tenga una composición crítica con respecto a sus propiedades mecánicas, al hacer una aproximación se observa más claramente como la organoarcilla y el inhibidor influye en la red polimérica formando valles que emergen radialmente y se distribuyen de una manera discontinua.

4.8. Prueba de adherencia y rallado al lápiz sobre placas de acero pintadas

Prueba de Adherencia

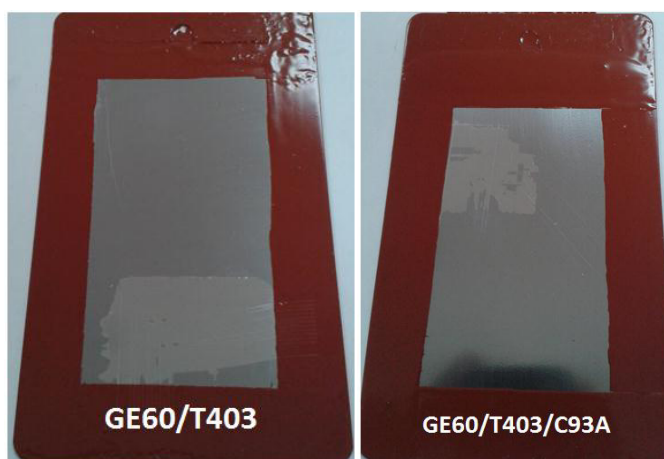
Una vez analizadas sus propiedades mecánicas con pruebas y ensayos previamente realizados, se procedió al recubrimiento de placas metálicas y protección del mismo con pintura anticorrosiva, para luego proceder a la prueba de adherencia aplicando según la norma ASTM D 3359, lo cual da una pauta al momento de aplicar estas mezclas. Se usaron dos clases de mezclas con sus debidas combinaciones, una con GE60/T403 y otra la GE60/RAD948/T403 previamente descrito en el capítulo anterior.

La prueba de adherencia reveló el porcentaje de área removida del recubrimiento, el cual se utilizaron 24 placas para la prueba y aplicando la tabla comparativa de adherencia se procedió a verificar lo siguiente.

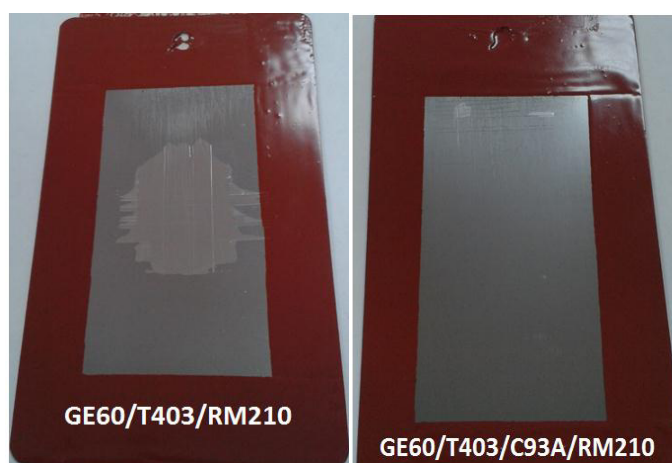
TABLA 21

RESULTADOS DE ENSAYO DE ADHERENCIA

Muestra	Clasificación	% de AREA Removida
GE60/ T-403	0B	>65%
GE60/ T-403/ C93A	0B	>65%
GE60/ T-403/ RM210	0B	>65%
GE60/ T-403/ C93A/ RM210	2B	20%
GE60/ RAD-948/ T-403	0B	>65%
GE60/ RAD-948/ T-403/ C93A	0B	>65%
GE60/ RAD-948/ T-403/ RM210	0B	>65%
GE60/ RAD-948/ T-403/ C93A/ RM210	1B	50%



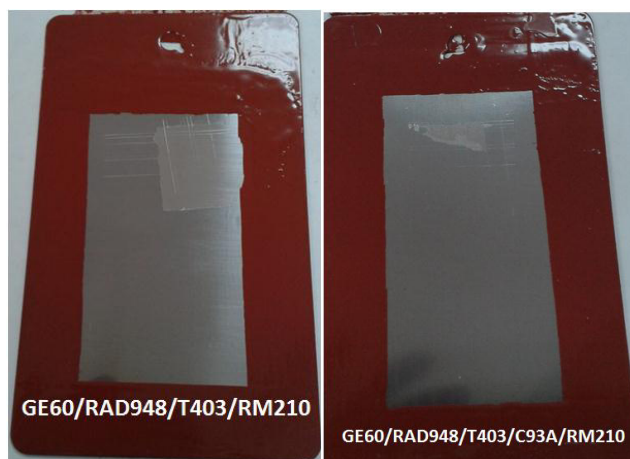
**FIGURA 4.35. ADHERENCIA DE RESINA (GE60) -AMINA-
ARCILLA**



**FIGURA 4.36. ADHERENCIA DE RESINA (GE60) -AMINA-
ARCILLA-INHIBIDOR**



**FIGURA 4.37. ADHERENCIA DE RESINAS (GE60, RAD948) -
AMINA-ARCILLA**



**FIGURA 4.38. ADHERENCIA DE RESINAS (GE60, RAD948) -
AMINA-ARCILLA-INHIBIDOR**

La adherencia en la superficie metálica debe ser buena para la protección contra la corrosión, es por eso que se hizo esta prueba para determinar el mejor recubrimiento anticorrosivo, en primer lugar están los sistemas epóxicos y amina que en ambos tienen una clasificación de 0B y un área removida de 65% lo cual se desprende totalmente , luego se mezcló arcilla C93A con ambos sistemas epóxicos lo que dio una clasificación de 0B no aptos para su utilización en pinturas anticorrosivas, después se aplicó la cinta adhesiva normalizada en los sistemas epóxicos con RM210 y dio una clasificación de 0B lo que quiere decir que no tiene buena adherencia entre la placa y la mezcla, finalmente se realizó la prueba de adherencia en los sistemas epóxicos con C93A/RM210 y este presenta una cierta compatibilidad dentro de la red polimérica

produciendo una adherencia aceptable con clasificación de 1B a 2B con un área removida de un 20 y 50%.

Prueba de rayado al lápiz sobre placas de acero pintadas

Esta prueba sirve para determinar la dureza de recubrimientos sobre la superficie en placas metálicas, se realizó el proceso de limpieza y de aplicación de mezcla para su debido curado previamente descrito en el capítulo anterior. Se utilizaron ocho placas para la prueba y se aplicó según la Norma ASTM D1474, cuyos resultados fueron los siguientes:

TABLA 22

PRUEBA DE RAYADO AL LÁPIZ

MUESTRA	DUREZA
GE60/ T-403	6H
GE60/ T-403/ C93A	>6H
GE60/ T-403/ RM210	5H
GE60/ T-403/ C93A/ RM210	>6H
GE60/ RAD-948/ T-403	5H
GE60/ RAD-948/ T-403/ C93A	6H
GE60/ RAD-948/ T-403/ RM210	5H
GE60/ RAD-948/ T-403/ C93A/ RM210	5H

En la prueba de dureza por rayado al lápiz dio como resultado que los sistemas epóxicos tienen una dureza aceptable pero el mayor valor lo tiene la GE60/T403 con 6H, luego están los sistemas

epóxicos con arcilla C93A en un 5% de la masa total, cuya resina GE60/T403/C93A sobrepasa la escala de 6H con respecto al que tiene la resina RAD948, en ambos sistemas epóxicos con RM210 a 1% tienen una dureza de 5H, finalmente el sistema GE60/ T-403/ C93A/ RM210 posee la mayor escala de 6H sobrepasando por completo a la resina GE60/ RAD-948/ T-403/ C93A/ RM210 que tiene una escala de 5H lo cual quiere decir que la resina RAD948 no ha mejorado en las propiedades de dureza al rayado.

CAPÍTULO 5

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

1. Se encontró que existe una cierta relación entre las resinas por ser del grupo epóxico y que ambas forman una cadena de epóxicos que combinados con los hidrógenos de la amina se obtiene moléculas como CH₃, CH₂ cuyo vínculo hace que las propiedades de hinchamiento sea mayor.
2. Los resultados obtenidos indican que al combinar RAD948 con GE60 junto con la amina T403 hace que sus que su compuesto sea más hidrofóbico debido a la relación molecular de esta resina es compatible con la amina y el porcentaje de agua disminuye con respecto al GE60 con T403.
3. Se realizó una serie de combinaciones de la cual se determinó que la GE60 a un 75% y RAD948 a un 25% con su respectiva amina T403 presenta la mejor propiedad de barrera.

4. Se aplicó la ley de Stokes para partículas en suspensión que permitió obtener diámetros hidrodinámicos en el ensayo de asentamiento visual.
5. El tiempo de asentamiento entre el RAD948 y C93A fue mayor, por lo que existe una breve compatibilidad por lo que mejora ciertas propiedades en el curado.
6. Existe cierta relación entre las áreas picos de absorbancia infrarroja en el FTIR y la prueba de asentamiento visual lo cual presentan una forma de línea paralela creciente, ambas por un determinado tiempo.
7. La adición de organoarcillas modificadas de tipo montmorillonítico en la matriz epóxica de RAD948 resulta un sistema con poca afinidad.
8. La espectrometría de infrarrojo es una técnica para realizar estudios de curados de resinas epóxicas y entre otras a diferentes condiciones de curado, por lo que se encuentran

restringidos por la posición de las bandas de vibración y desplazamientos.

9. Al añadir la organoarcilla C93A se observó efectos decrecientes en las áreas picos de las aminas primarias y los sistemas epóxicos en el momento de curado, produciendo una disminución del porcentaje de conversión del epóxico a un 87% y con tiempo de conversión de la amina a un 99%.
10. El efecto del inhibidor es de aumentar el porcentaje de conversión del sistema epóxico a un 91%, mientras que al agregar el RM210 y C93A provoca una disminución de porcentaje en un 73%, por lo que la combinación de GE60+RAD948+T403 con RM210 es el de mayor porcentaje de reducción en el sistema epóxico.
11. Al realizar el estudio reológico de GE60+RAD948+T403 con C93A se determinó que posee mayor viscosidad que la mezcla sin organoarcilla en un mismo tiempo de curado, debido por lo que tuvo una mayor exfoliación cubriendo espacios dentro de toda su matriz polimérica.

12. El sistema GE60+RAD948+T403 posee la mayor resistencia del esfuerzo por unidad de deformación o también llamado módulo de Young con respecto a las demás probetas.
13. Al agregar C93A en las probetas aumenta la deformación del material pero su tensión disminuye, en cambio el RM210 aumenta la tensión pero disminuye su deformación, por lo que al agregar nanopartículas a este compuesto de GE60+RAD948+T403 varían sus propiedades mecánicas.
14. La combinación de GE60+RAD948+T403 con C93A+RM210 presentan las menores propiedades mecánicas del ensayo de tensión.
15. La dureza disminuyó al agregar organoarcilla e inhibidor de corrosión a GE60+RAD948, quiere decir que las nanopartículas no proporcionaron ninguna mejora con la RAD948 y las propiedades mecánicas disminuyeron.
16. Las probetas del sistema GE60+RAD948+T403 con una magnificación de 1000x permitió observar las fallas cuya líneas se distribuían de forma paralela, mientras con la magnificación

de 5000x se observó que las líneas se abrían cuya característica se corroboró en su módulo de elasticidad.

17. Las probetas del sistema GE60+RAD948+T403 agregando C93A con magnificación de 1000x permitió ver la distorsión de líneas provocado por la arcilla, mientras con la magnificación de 5000x se observó a la arcilla en la superficie de la resina cuyo resultado modifica la estructura del sistema epóxico.

18. La morfología observada en las probetas GE60+RAD948+T403 con RM210 con magnificación de 1000x se observó una pequeña alteración en las líneas de falla debido a su tamaño, con la magnificación de 5000x se vio forma de raíces en la región interfacial.

19. En las probetas GE60+RAD948+T403 con C93A+RM210 con magnificación de 1000x se observó la distribución de nanopartículas y polímeros que era de forma distorsionada con líneas irregulares que podría provocar transformación en la estructura de la matriz produciendo efectos en sus propiedades mecánicas, con la magnificación de 5000x la organoarcilla

junto con el inhibidor provocan cambios notables en la superficie generando líneas radiales al sistema.

20. El propósito de un recubrimiento es proteger y adherirse por la vida útil esperada.

21. Los nanocompuestos GE60+RAD948+T403 y GE60+T403 agregándole a ambas con C93A+RM210 a espesores de ± 1 mils se obtuvieron aceptables adherencias comparados con los demás sistemas que no tuvieron compatibilidad con el sustrato.

22. El efecto de la organoarcilla C93A y el inhibidor de corrosión RM210 en las probetas que contienen RAD948 producen una disminución en la dureza al rayado del recubrimiento con valores de 5H.

Recomendaciones.

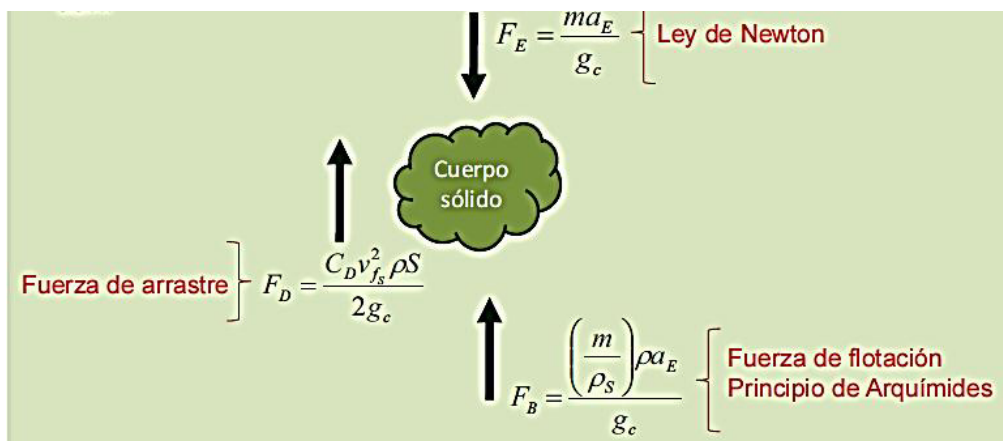
1. Es importante utilizar los equipos de seguridad personal antes de realizar un trabajo que tenga que ver con sustancias nocivas o peligrosas para la salud humana, cumpliendo con las normas establecidas en el laboratorio.
2. Una vez realizado el experimento, se recomienda almacenar los envases o muestras en lugares cerrados sin presencia de humedad para obtener un buen curado.
3. Mantener los moldes siempre limpios, libres de impurezas para evitar cambios en la estructura molecular de las probetas.
4. En el ensayo de tensión se debe colocar las probetas de manera lineal con las mordazas para obtener resultados favorables.
5. La placa debe tener una superficie lisa para aplicar el recubrimiento sin imperfecciones.
6. La aplicación del recubrimiento debe de ser a una velocidad moderada, para que logre la adherencia del material en la placa.

APÉNDICES

APÉNDICE A

CÁLCULO PARA EL DIAMETRO HIDRODINÁMICO DEL ASENTAMIENTO

En este ejemplo muestras los cálculos representativos del diámetro hidrodinámico de la organoarcilla Cloisite 93A mezclada con la resina RAD948



Cuyo diagrama muestra las fuerzas actuantes sobre el cuerpo o partícula de organoarcilla, donde se obtiene la velocidad de asentamiento:

$$V_a = \frac{X_l}{T_a}$$

Según la Ley de Stokes se obtiene:

$$V_a = \frac{g D_h^2 (\rho_p - \rho_m)}{18\mu}$$

Al despejar los términos se tiene el diámetro hidrodinámico:

$$D_h = 2 * \sqrt{\frac{4.5\mu X_l}{g(\rho_p - \rho_m)T_a}}$$

$$t = 5 \text{ min} = 300 \text{ seg}; \mu = 0.15 \text{ Pa} * \text{seg}; h = 2.5 \text{ mm};$$

$$g = 9.8 \frac{\text{m}}{\text{seg}}; \rho_s = 1.88 \frac{\text{g}}{\text{ml}}; \rho_l = 1.12 \frac{\text{g}}{\text{ml}};$$

$$D_h = 2 * \sqrt{\frac{4.5 * 0.15 * 0.0025}{9.8 * (1.88 - 1.12) * 1000 * 300}}$$

$$D_h = 2 * \sqrt{\frac{0.0016875}{2234400}}$$

$$D_h = 2 * \sqrt{7.5524 \times 10^{-10}} = 2 * 27.4816 \times 10^{-6}$$

$$D_h = 54.9631 \mu\text{m}$$

Con esto se obtiene el diámetro hidrodinámico y se aplicará para cada tiempo de asentamiento.

APÉNDICE B

CÁLCULOS PARA MEZCLAR RESINAS Y AMINA CON ORGANOARCILLA E INHIBIDOR DE CORROSIÓN

Mezcla resinas con amina: GE60 + RAD948 + T403

Se escoge con GE60 a 75% y RAD948 a 25% de la masa total.

$$m_{GE60} = 1.5g; \quad m_{RAD948} = 0.5g; \quad AHEW_{T403} = 81 g/eq$$

$$EEW_{GE60} = 177.5 g/eq; \quad EEW_{RAD948} = 157.5 g/eq$$

$$EWW = \frac{m_{GE60} + m_{RAD948}}{\frac{m_{GE60}}{EEW_{GE60}} + \frac{m_{RAD948}}{EEW_{RAD948}}} = \frac{1.5 + 0.5}{\frac{1.5}{177.5} + \frac{0.5}{157.5}} = 172 g/eq$$

$$PHR_{T403} = \frac{AHEW_{T403} * 100}{EWW} = \frac{81 * 100}{172} = 47.09$$

$$m_{T403} = \frac{(m_{GE60} + m_{RAD948}) * PHR_{T403}}{100} = \frac{(1.5 + 0.5) * 47.09}{100} = 0.942 g$$

**Mezcla de resinas con amina y 5% de arcilla: GE60 + RAD948 + T403 +
C93A**

$$m_{GE60} = 1.5g; \quad m_{RAD948} = 0.5g; \quad m_{C93A} = 0.1g$$

$$EEW_{GE60} = 177.5 g/eq; \quad EEW_{RAD948} = 157.5 g/eq; \quad AHEW_{T403} = 81 g/eq$$

$$EEW_{Res-Arc} = (EEW_{GE60} + EEW_{RAD948}) * 1.05 = (177.5 + 157.5) * 1.05$$

$$EEW_{Res-Arc} = 351.75 \text{ g/eq}$$

$$PHR_{T403/C93} = \frac{AHEW_{T403} * 100}{EEW_{Res-Arc}} = \frac{81 * 100}{351.75} = 23.02$$

$$m_{T403/C93A} = \frac{(m_{GE60} + m_{RAD948}) * PHR_{T403/C93A}}{100} = \frac{(1.5 + 0.5) * 23.02}{100} = 0.46g$$

Mezcla de resinas con amina y 1% de inhibidor: GE60 + RAD948 + T403 + RM210

$$m_{GE60} = 1.5g; \quad m_{RAD948} = 0.5g; \quad m_{RM210} = 0.02g$$

$$EEW_{GE60} = 177.5 \text{ g/eq}; \quad EEW_{RAD948} = 157.5 \text{ g/eq}; \quad AHEW_{T403} = 81 \text{ g/eq}$$

$$EEW_{Res-Arc} = (EEW_{GE60} + EEW_{RAD948}) * 1.01 = (177.5 + 157.5) * 1.01$$

$$EEW_{Res-Arc} = 338.35 \text{ g/eq}$$

$$PHR_{T403/RM210} = \frac{AHEW_{T403} * 100}{EEW_{Res-Inb}} = \frac{81 * 100}{338.35} = 23.94$$

$$m_{T403/C93A} = \frac{(m_{GE60} + m_{RAD948}) * PHR_{T403/RM210}}{100} = \frac{(1.5 + 0.5) * 23.94}{100}$$

$$m_{T403/C93A} = 0.4788g$$

Mezcla resinas, amina, 5% de arcilla y 1% de inhibidor: GE60 + RAD948 + T403 + C93A + RM210

$$m_{GE60} = 1.5g; m_{RAD948} = 0.5g; m_{RM210} = 0.02g; m_{C93A} = 0.1g$$

$$EEW_{GE60} = 177.5 \text{ g/eq}; \quad EEW_{RAD948} = 157.5 \text{ g/eq}; \quad AHEW_{T403} = 81 \text{ g/eq}$$

$$EEW_{Res-Arc-Inb} = (EEW_{GE60} + EEW_{RAD948}) * 1.06 = (177.5 + 157.5) * 1.06$$

$$EEW_{Res-Arc-Inb} = 355.1 \text{ g/eq}$$

$$PHR_{T403/C93A-RM210} = \frac{AHEW_{T403} * 100}{EEW_{Res-Arc-Inb}} = \frac{81 * 100}{355.1} = 22.81$$

$$m_{T403/C93A-RM210} = \frac{(m_{GE60} + m_{RAD948}) * PHR_{T403/C93A-RM210}}{100}$$

$$m_{T403/C93A-RM210} = \frac{(1.5 + 0.5) * 22.81}{100} = 0.456 \text{ g}$$

APENDICE C

CÁLCULO PARA PORCENTAJE DE CONVERSIÓN DE AMINA PRIMARIA Y EPÓXICO

Para hallar el porcentaje de reducción de las Áreas picos de la amina primaria y el epóxico en un mismo intervalo se tiene:

$$\alpha[AP] = 1 - \frac{AP_{0.5}}{AP_0} = 1 - \frac{7.018}{8.252} = 1 - 0.857 = 0.159$$

$$\alpha[EP] = 1 - \frac{EP_{0.5}}{EP_0} = 1 - \frac{9.266}{9.364} = 1 - 0.989 = 0.01$$

Así se realizan los cálculos para todas las muestras en el FTIR para cada intervalo hasta finalizar.

APENDICE D

HOJA TÉCNICA DE RESINA EPÓXICA GE-60



TECHNICAL BULLETIN

ERISYS™ GE-60 Sorbitol Glycidyl Ether - Aliphatic Polyfunctional Epoxy Resin CAS NO. 68412-01-1

DESCRIPTION

ERISYS GE-60, epoxidized sorbitol, is an aliphatic multifunctional epoxy resin. This resin will impart both higher reactivity and crosslink density to epoxy resin formulations.

Additionally, ERISYS GE-60 can be used to crosslink acid functional polyurethane and acrylic resins for improved chemical resistance in light stable coatings.

APPLICATIONS

- Crosslinker for Acrylic and Polyurethane Resins
- Accelerator for Epoxy Resins

TYPICAL PROPERTIES

Appearance	Clear, Clean
Viscosity @ 25°C, cps	8,000 – 18,000
Epoxide Equivalent Weight, g/eq	160 - 195
Gardner Color, max	2
Residual Epichlorohydrin, max ppm	50
Hydrolyzable Chloride, max %	0.50
Weight per Gallon, @ 25°C lbs.	10.7 ± 0.1
Flash Point, °C (°F)	>160 (>320)

HEALTH & SAFETY PRECAUTIONS

ERISYS GE-60 is not a primary skin irritant or sensitizer. However, as with any epoxy material, irritation can result from repeated or prolonged contact. The symptoms of this irritation may appear as a mild reddening or a more pronounced rash. It is, therefore, important to avoid skin contact where possible. Butyl rubber gloves, full eye protection and protective clothing are recommended.

Refer to CVC Thermoset Specialties Material Safety Data Sheet on ERISYS GE-60 for additional safety and health information. The MSDS is revised as new data becomes available.

PACKAGING & AVAILABILITY

ERISYS GE-60 is available in 55 gal. non-returnable steel drums (net weight 480 lbs.) and 5 gal. plastic pails (45 lbs. net). Bulk shipments are available with adequate lead-time. Drum inventory is available at most CVC regional warehouses. Check with your local sales representative for the shipping location nearest you.

CVC Thermoset Specialties

844 North Lanola Road / Moorestown, NJ 08057 / Phone: 856-533-3000 / Fax: 856-533-3003 / www.emeraldmaterials.com

APENDICE E

HOJA TÉCNICA DE AMINA T403

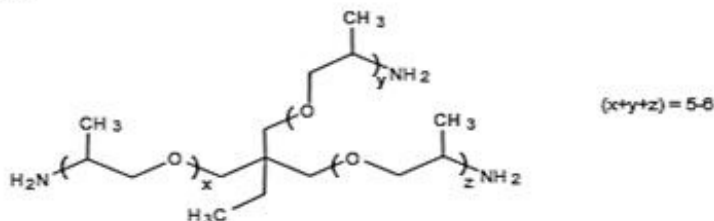
HUNTSMAN

Enriching lives through innovation

Technical Bulletin

JEFFAMINE® T-403 Polyetheramine

JEFFAMINE T-403 polyetheramine is characterized by repeating oxypropylene units in the backbone. As shown by the structure, JEFFAMINE T-403 is a trifunctional primary amine having an average molecular weight of approximately 440. Its amine groups are located on secondary carbon atoms at the ends of aliphatic polyether chains.



- APPLICATIONS**
- Epoxy curing agent
 - Anti-sag agent for polyurethanes

- BENEFITS**
- Low color and vapor pressure
 - Completely miscible with a wide variety of solvents, including water
 - Improves flexibility and strength

SALES SPECIFICATIONS

Property	Specifications	Test Method*
Appearance	Colorless to pale yellow with slight haze	ST-30.1
Color, Pt-Co	50 max.	ST-30.12
Primary amine, % of total amine	90 min.	ST-5.34
Total acetylatables, meq/g	6.5 min. – 7.1 max.	ST-31.39
Total amine, meq/g	6.1 min. – 6.6 max.	ST-5.35
Water, wt%	0.25 max.	ST-31.53, 6

*Methods of Test are available from Huntsman Corporation upon request.

ADDITIONAL INFORMATION

Regulatory Information

DOT/TDG Classification	Corrosive liquids, toxic, N.O.S. (polyoxypropylenetriamine)
HMS Code	3-1-0
CAS Number	39423-51-3
US, TSCA	Listed
Canadian WHMIS Classification	D1B, E
Canada, DSL	Listed
European Union, EINECS/ELINCS	Polymer Exempt
Australia, AICS	Listed
Japan, ENCS	Contact Huntsman Regulatory
Korea, ECL	Listed
China, IECSC	Listed

Typical Physical Properties

AHEW (amine hydrogen equivalent wt.), g/eq	81
Viscosity, cSt, 25°C (77°F)	72
Density, g/ml (lb/gal), 25°C	0.978 (8.12)
Flash point, FMCC, °C (°F)	106 (385)
pH, 5% aqueous solution	11.6
Refractive index, n _D ²⁰	1.48
Vapor Pressure, mmHg/°C	1/181
	5/207

TOXICITY AND SAFETY

For additional information on the toxicity and safe handling of this product, consult the Material Safety Data Sheet (Safety Data Sheet in Europe) prior to use of this product.

HANDLING AND STORAGE

Materials of Construction

At temperatures of 75-100°F (34-38°C)

Tanks	Carbon steel
Lines, valves	Carbon steel
Pumps	Carbon steel
Heat exchange Surfaces	Stainless steel
Hoses	Stainless steel, polyethylene, polypropylene, and TEFLON [®]
Gaskets, packing	Polypropylene or TEFLON [®] (elastomers such as neoprene, Buna N, and VITON [®] should be avoided)
Atmosphere	Nitrogen or dry air

At temperatures above 100°F (38°C)

Tanks	Stainless steel or aluminum
Lines, Valves	Stainless steel
Pumps	Stainless steel or Carpenter 20 equivalent
Atmosphere	Nitrogen

JEFFAMINE[®] T-403 polyetheramine may be stored under air at ambient temperatures for extended periods. A nitrogen blanket is suggested for all storage, however, to reduce the effect of accidental exposure to high temperatures and to reduce the absorption of atmospheric moisture and carbon dioxide. It should be noted that pronounced discoloration is likely to occur at temperatures above 140°F (60°C), whatever the gaseous pad.

Cleanout of lines and equipment containing JEFFAMINE T-403 polyetheramine can be accomplished using warm water and steam. In the event of spillage of this product, the area may be flushed with water. The proper method for disposal of waste material is by incineration with strict observance of all federal, state, and local regulations.

AVAILABILITY

JEFFAMINE T-430 polyetheramine is available in tank cars, tank wagons, 55-gallon (208L) drums of 440 pounds (200kg) net weight, and 5-gallon (19L) cans. Samples are available in North America and Asia by contacting our sample department at 1-800-862-0924. Samples in other locations, including Europe, are available by contacting any Huntsman Corporation sales office.

Copyright © 2007, 2006 Huntsman Corporation or an affiliate thereof. All rights reserved.
JEFFAMINE[®] is a registered trademark of Huntsman Corporation or an affiliate thereof in one or more, but not all, countries.
VITON[®] and TEFLON[®] are registered trademarks of DuPont.

5235-0208

Huntsman Performance Products warrants only that its products meet the specifications stated in the sales contract. Typical properties, where stated, are to be considered as representative of current production and should not be treated as specifications. Other than the information contained in this document, we do not warrant and do not represent the use or storage of these products. NO WARRANTY, MERCHANTABILITY, OR REPRESENTATION IS MADE BY HUNTSMAN OR SUPPLIER AS TO THE CORRECTNESS OR SUFFICIENCY OF ANY INFORMATION, DATA, OR THE MERCHANTABILITY OR FITNESS FOR PURPOSES OF ANY CHEMICAL COMPOUNDS FOR ANY PARTICULAR USE OR PURPOSE, OR THAT ANY CHEMICAL COMPOUNDS OR USE THEREOF ARE NOT SUBJECT TO A CLAIM BY A THIRD PARTY FOR INFRINGEMENT OF ANY PATENT OR OTHER INTELLECTUAL PROPERTY RIGHT. HUNTSMAN SHOULD CONDUCT A SUFFICIENT INVESTIGATION TO DETERMINE THE SUFFICIENCY OF ANY PRODUCT FOR THE INTENDED USE. Liability of Huntsman Performance Corporation and its affiliates for all claims is limited to the purchase price of the material. Products may be toxic and require special precautions in handling. For all products used, user should obtain detailed information on toxic, together with proper storage, handling and safety procedures, and comply with all applicable safety and environmental standards.

Main Office USA: Huntsman Corporation, 10033 Houston Road Dr., The Woodlands, Texas 77380 / 281-719-6000
Technical Service USA: 4602 Seabury Road / The Woodlands, Texas 77381 / 281-719-7700

Main Office Europe: Huntsman Belgium B.V., Gansseker 42 / 3-0276 Sebring, Belgium / 304-759-6211
Technical Service Europe: Technical Service Representative / Sebring Office / 304-759-6260

Main Office Asia Pacific: Huntsman Singapore PTE, 112 Seach Road 07-02 Seabury House / Singapore 64702 / 65 6267 3363
Technical Service Asia Pacific: Huntsman Performance Products, 61 Viner Road, Sebring, Victoria, Australia 3015 / 61 3 8600 0888

www.huntsman.com

APENDICE F

HOJA TÉCNICA DE ARCILLA CLOISITE 93A

BYK Cloisite® 93A Nanoclay

Categories: [Other Engineering Material](#), [Additive/Filler for Polymer](#), [Polymer](#)

Material Notes: Cloisite® 93A is an additive for plastics to improve various plastic physical properties, such as reinforcement, HDT, CLTE and barrier.

Information provided by Southern Clay Products

Southern Clay Products is now a part of BYK Additives.

Key Words: Ternary ammonium salt modified natural montmorillonite polymer additive.

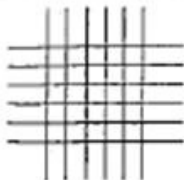
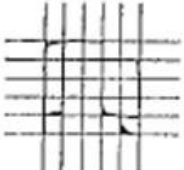


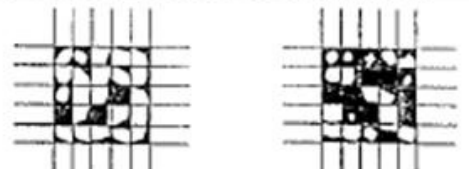
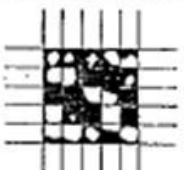
Vendors: No vendors are listed for this material. Please [click here](#) if you are a supplier and would like information on how to add your listing to this material.

Physical Properties	Metric	English	Comments
Specific Gravity	1.88 g/cc	1.88 g/cc	
Bulk Density	0.1692 g/cc	0.006111 lb/in ³	Loose
	0.2889 g/cc	0.01043 lb/in ³	Packed
Loss On Ignition	40 %	40 %	
Particle Size	<= 2.0 µm	<= 2.0 µm	10%
	<= 6.0 µm	<= 6.0 µm	50%
	<= 13 µm	<= 13 µm	90%
Mechanical Properties	Metric	English	Comments
Hardness, Shore D	83	83	5% Cloisite® reinforced Nylon 6
Tensile Strength, Ultimate	101 MPa	14600 psi	5% Cloisite® reinforced Nylon 6
Elongation at Break	8.0 %	8.0 %	5% Cloisite® reinforced Nylon 6
Modulus of Elasticity	4.657 GPa	675.5 ksi	5% Cloisite® reinforced Nylon 6
Flexural Modulus	3.78 GPa	548 ksi	5% Cloisite® reinforced Nylon 6
Izod Impact, Notched	0.270 J/cm	0.506 ft-lbin	5% Cloisite® reinforced Nylon 6
Thermal Properties	Metric	English	Comments
Deflection Temperature at 0.46 MPa (66 psi)	96.0 °C	205 °F	5% Cloisite® reinforced Nylon 6
Processing Properties	Metric	English	Comments
Moisture Content	<= 2.0 %	<= 2.0 %	
Descriptive Properties			
Modifier Concentration, meq/100g clay		90	
Organic Modifier	methyl, dihydrogenated tallow ammonium		
X-Ray Diffraction d-Spacing (001)		23.6 Angstroms	

Some of the values displayed above may have been converted from their original units and/or rounded in order to display the information in a consistent format. Users requiring more precise data for scientific or engineering calculations can click on the property value to see the original value as well as raw conversions to equivalent units. We advise that you only use the original value or one of its raw conversions in your calculations to minimize rounding error. We also ask that you refer to MatWeb's [Terms of Use](#) regarding this information. [Click here](#) to view all the property values for this datasheet as they were originally entered into MatWeb.

APENDICE G

CLASIFICACIÓN DE PRUEBA DE ADHERENCIA

CLASSIFICATION OF ADHESION TEST RESULTS		
CLASSIFICATION	PERCENT AREA REMOVED	SURFACE OF CROSS-CUT AREA FROM WHICH FLAKING HAS OCCURRED FOR SIX PARALLEL CUTS AND ADHESION RANGE BY PERCENT
5B	0% None	
4B	Less than 5%	
3B	5 - 15%	
2B	15 - 35%	
1B	35 - 65%	
0B	Greater than 65%	

APENDICE H

TABLA H

TIEMPO DE CURADO DE GE60-RAD948-T403 CON Y SIN C93A

GE60+RAD948+T403		GE60+RAD948+T403+C93A	
VISCOCIDAD (Pa-s)	Tiempo (s)	VISCOCIDAD (Pa-s)	Tiempo (s)
1.496	167.7	2.185	167.7
1.949	1.85E+03	3.113	1.85E+03
2.52	3.35E+03	4.171	3.35E+03
3.105	4.53E+03	5.261	4.53E+03
5.84	7.71E+03	10.59	7.71E+03
8.069	9.56E+03	15.27	9.56E+03
10.38	1.07E+04	20.05	1.07E+04
15.75	1.26E+04	31.29	1.26E+04
19.72	1.38E+04	40.61	1.38E+04
24.83	1.46E+04	51.19	1.46E+04
30.17	1.56E+04	64.42	1.56E+04
38.31	1.66E+04	77.77	1.63E+04
40.64	1.69E+04	84.09	1.66E+04
46.13	1.74E+04	91.54	1.69E+04
54.22	1.79E+04	105.7	1.74E+04
65.32	1.85E+04	124.7	1.79E+04
79.65	1.91E+04	148.5	1.85E+04
94.79	1.96E+04	186.5	1.91E+04
128.8	2.03E+04	229.4	1.96E+04
195.5	2.08E+04	316.5	2.03E+04
242.2	2.10E+04	451.2	2.08E+04
334	2.11E+04	540.5	2.10E+04
496.3	2.13E+04	696.7	2.11E+04
867.3	2.15E+04	948.2	2.13E+04
1.85E+03	2.16E+04	1.45E+03	2.15E+04
3.91E+03	2.18E+04	2.69E+03	2.16E+04

BIBLIOGRAFÍA

1. ERICK AGUILAR, ANDRÉS F. RIGAIL; Propiedades Anticorrosivas de un recubrimiento nanocompuesto de epóxica/amina/nanoarcillas, 2006, 125.
2. Ronald Muñoz Suarez. Evaluación de Propiedades Mecánicas y Resistencia a la Corrosión en Recubrimientos basados en Nanocompuestos bio-epóxicos, 2013, 7.
3. JOE TAPIA OLAYA; Evaluación de la Dispersión, Propiedades Mecánicas, Ópticas y su Relación con el Grado de Curado de Pinturas a Base de Epóxicas y Nanoarcillas, 2015, 4.
4. ISAAC JARAMILLO, CAROLINA MORALES, ARGEMIRO BETANCUR, JAVIER CRUZ, PIEDAD GAÑÁN; Estudio del curado de resinas epóxicas empleando espectroscopia infrarroja Dyna, vol. 71, núm. 143, noviembre, 2004, pp. 67-80,
5. Epoxy Resins en Línea:
[<http://sunilbhangale.tripod.com/epoxy.html>]
6. Ibermutuamur. Riesgos en el empleo de resinas epoxi en Línea:
[http://www.ibermutuamur.es/IMG/pdf/Seguridad_bip20.pdf]

7. Hoja Técnica (ERISYS GE) en Línea:
[http://www.cvc.emeraldmaterials.com/cms/cvc/page.html?p_name=Multi-Epoxy%20Functional%20-%20Glycidyl%20Ethers]
8. Hoja Técnica (ROYCE) en Línea:
[<http://www.royceintl.com/pdf/page4.pdf>]
9. Trimethylolpropane triglycidyl ether CAS NO.30499-70-8 en Línea:
[<http://chemlin.lookchem.com/products/CasNo-30499-70-8-Trimethylolpropane-triglycidyl-ether-12112762.html>]
10. Aminas, propiedades e importancia en Línea:
[<http://www.quimicayalgomas.com/quimica-organica/aminas/#more-602>]
11. Química Orgánica, Aminas en Línea:
[<http://www.sinorg.uji.es/Docencia/QO/tema5QO.pdf>]
12. Tutorial de Aminas y Amidas en Línea:
[<http://www.guatequimica.com/tutoriales/aminas/Aminas.htm>]
13. ASIF ABDUL AZEEZ, KYONG YOP RHEE; Epoxy clay nanocomposites – processing, properties and applications. 2012, 3
14. Hoja técnica de JEFFAMINE T-403 en Línea:
[<http://www.huntsman.com/portal/page/portal/C348531D1BCDA9A2E040EBCD2B6B7B06>]

15. JEFFAMINE® Polyetheramines en Línea:
[www.alfa-chemicals.co.uk]
16. BEALL, G, & GOSS, M. (2004). Self-assembly of organic molecules on montmorillonite *Applied Clay Science*, 27.179-186
17. LOIDA ESPINOZA, MANUEL SALVATIERRA; Caracterización de Organoarcillas tratadas con Inhibidores Volátiles de Corrosión. 2014, 16-20.
18. Hoja Técnica Cloisite 93A en Línea:
[<http://www.matweb.com/search/datasheet.aspx?MatGUID=3181d0899a0b46a592eb37c47f0f841b>]
19. YOUNGJAE YOO, RAJKIRAN TIWARI, YOUNG-TAI YOO, DONALD PAUL, *Polymer*, 2010, 51, 4908-4909
20. MADEJOVÁ, J. (2003). FTIR techniques in clay mineral studies. *ELSEVIER*, 31, 1-10
21. QUITMEYER, J.A., Amine carboxylates: additives in metalworking fluids, *Lubr. Eng.*, 52(11), 835-839, 1996
22. ARROYO HUGO E.; MACÍAS FERNANDO K.; MIRANDA JOSÉ M.; *Análisis de la Dispersión de Arcillas y Organoarcillas en Resinas Bio-*

Epóxicas y Aminas Alifáticas en Presencia de Inhibidores Volátiles de Corrosión, 2012, 24.

23. Sedimentación en Línea:
[<http://sgpwe.izt.uam.mx/files/users/uami/sho/Sedimentacion.pdf>]
24. JULIO CÁCERES, ALEXIS GARCÍA; Caracterización de Nanocompuestos de Polietileno de Baja Densidad Usando Organoarcilla e Inhibidores de Corrosión en Fase de Vapor. 2013, 73
25. PAINTER P., COLEMAN M.; Fundamentos de ciencias de polímeros, Technomic Publishing Co., 1996, Cap. 6
26. AMPARO VILLAR, División de Espectroscopia; Sistema FTIR para la caracterización de polímeros: control de calidad y análisis estructural.
27. Aplicaciones y criterios de uso de la espectroscopia de absorción molecular: Espectroscopia IR en Línea:
[www.uhu.es/tamara.garcia/quiml/apuntes/TEMA%204.pdf]
28. ORLANDO ROJAS, MARÍA ISABEL BRICEÑO, Y JORGE AVENDAÑO; FUNDAMENTOS DE REOLOGÍA. 2012, 1-6
29. INTRODUCCIÓN A LA REOLOGÍA;
[<http://www.slideshare.net/quautequetztliquotzin5/reologia-polimeros>]

30. JUAN CARLOS DOMÍNGUEZ T.; Comportamiento viscoelástico de resinas resol y ligno-resol. Químico-reología de la cinética del curado de una resina resol. 2009, 35-57
31. GUEVARA – MURGUEITIO; Características reológicas presentes en la masa de pan con harina de arroz. 2013, 36-52
32. ESTER ROJO RECIO; Formulación y caracterización de materiales compuestos de matriz fenólica reforzados con fibra celulósicas modificadas tipo viscosa. 2011, 55
33. JOSÉ MARÍA ARROYO; Estudio de la morfología interfacial en materiales compuestos de matriz epoxi modificada y fibra de vidrio. 2010, 28
34. Norma ASTM D882-12 en Línea: [\[http://tankpaint.com/wp-content/uploads/D882-02-Thin-Plastic-Sheeting.pdf\]](http://tankpaint.com/wp-content/uploads/D882-02-Thin-Plastic-Sheeting.pdf)
35. Astm D2240-05 en línea; [\[http://wenku.baidu.com/view/58e4858371fe910ef12df88b.html\]](http://wenku.baidu.com/view/58e4858371fe910ef12df88b.html)
36. SHORE HARDNESS SCALES en Línea: [\[http://www.smooth-on.com/pdf/durometer_with_logo.pdf\]](http://www.smooth-on.com/pdf/durometer_with_logo.pdf)
37. ERICK AGUILAR JARRÍN; Evaluación de pinturas anticorrosivas de nanocompuestos a base de resinas epóxicas y nanoarcillas 2006, 46-49
38. ASTM D3359-08 en Línea: [\[http://wenku.baidu.com/view/3dabc473f242336c1eb95e86.html\]](http://wenku.baidu.com/view/3dabc473f242336c1eb95e86.html)
39. ASTM D3363 – 05 en Línea: [\[http://wenku.baidu.com/view/13a2e581ec3a87c24028c4b1.html\]](http://wenku.baidu.com/view/13a2e581ec3a87c24028c4b1.html)