



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL
INSTITUTO DE CIENCIAS QUÍMICAS Y AMBIENTALES

“Evaluación de las Propiedades de Nanocompuestos de Pinturas Epóxicas y Arcillas conteniendo Inhibidor en Fase de Vapor para protección del Acero contra la Corrosión”

TESIS DE GRADO

Previa la obtención del Título de:

INGENIERO QUÍMICO

Presentado por:

OTILIA ESTEFANIE BURGOS SUÁREZ
MÓNICA ISABEL CHÁVEZ YAGUAL
GRACE ANDREA VERA PAUTA

GUAYAQUIL - ECUADOR

2012

AGRADECIMIENTO

A Dios, a nuestros padres y familiares, a nuestros amigos, que permitieron que culminemos esta etapa de nuestra vida con amor y éxito.

El más profundo agradecimiento a nuestro director de Tesis, Msc. Andrés Rigail Cedeño, por su guía, sus enseñanzas y su paciencia.

Al LEMAT por su apoyo académico y amistad sincera que nos brindaron durante y después de la elaboración de esta investigación.

A nuestros profesores y todos los que conforman el ICQA por el apoyo brindado no sólo en lo profesional sino también en lo personal.

DEDICATORIA

Dedico esta tesis a el Magnífico Instructor, Jehová Dios; por haberme permitido culminarla con éxito, brindándome cada día la fortaleza física y emocional, sin perder la motivación aun en los momentos difíciles, reconozco que por mis propias fuerzas no habría podido superar las dificultades del camino.

Infinitamente en deuda con mi familia y amigos por el apoyo, constancia y la confianza depositada en mí.

OTILIA E. BURGOS SUÁREZ

DEDICATORIA

A mis padres, mi hermano y mi familia, por brindarme su apoyo de manera incondicional para llegar a la culminación de mis estudios y de todo lo que me he propuesto realizar.

A mis amigos (Ma. Gabriela Yagual, Sofía Perasso P., Verónica Salas G., Erika Aragundy H., Alberto Fernández R., Diana Vélez M.), que gracias a su amistad sincera y palabras de ánimo, me ayudaron a nunca darme por vencida a pesar de las adversidades.

Todos ellos son mi motivación para seguir día a día creciendo como persona.

MÓNICA I. CHÁVEZ YAGUAL

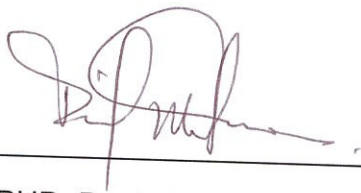
DEDICATORIA

Esta tesis, la cual encierra un sin número de anécdotas y un esfuerzo grande, te la dedico a ti papá por haber sido mi mayor ejemplo de paciencia y dedicación, y a ti mamá porque tú has sido la única responsable de que este edificio tenga bases fuertes.

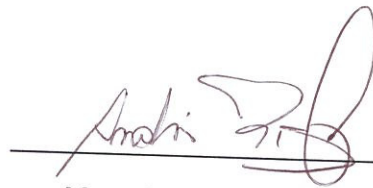
Definitivamente ustedes amados padres están en mi “tesis diaria” donde cada página lleva sus nombres.

GRACE A. VERA PAUTA

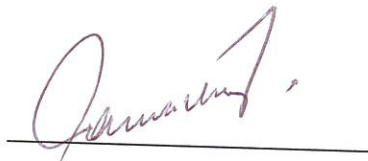
TRIBUNAL DE GRADUACIÓN



PHD. David Matamoros
DIRECTOR ICQA



Msc. Andrés Rigail C.
DIRECTOR DE
PROYECTO TESIS



Ing. Xavier Villacís.
VOCAL

DECLARACIÓN EXPRESA

“La responsabilidad del contenido de este Proyecto de Tesis de Grado, nos corresponde exclusivamente; y el patrimonio intelectual de la misma a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL”
(Reglamento de Graduación de la ESPOL)

Estefanie Burgos

Otilia E. Burgos Suárez



Mónica I. Chávez Yagual

Mónica I. Chávez Yagual

Grace A. Vera Pauta

Grace A. Vera Pauta

RESUMEN

En este trabajo se ha sintetizado y caracterizado compuestos termoestables de resina epóxica con compuestos de arcillas naturales y tratadas, además de otros agentes como inhibidor de corrosión y aditivo, que en conjunto desarrollan un recubrimiento para el acero con propiedades más óptimas que el compuesto convencional, el cual está hecho de resina epóxica (Epoxy Epon 828) curado con amina (Jeffamine D-230).

Para la fabricación de los recubrimientos o nanocompuestos como lo llamaremos en esta investigación, ya que contiene compuestos tratados a nivel nano, se ha modificado el carácter inorgánico de las arcillas agregando carboxilato de amina o también llamado inhibidor volátil de corrosión a diferentes concentraciones, 0.1 CEC, 0.5 CEC y 1 CEC CA, este procedimiento provoca que entre las arcillas y la matriz epóxica exista compatibilidad.

Cabe recalcar que la arcilla Cloisite Na es totalmente inorgánica y la arcilla Cloisite 20A está previamente tratada con sales de alkylamonium, la función del carboxilato de amina además de modificar ligeramente la compatibilidad tiene como función principal proteger el acero contra la corrosión.

Se fabricaron en total trece tipos de recubrimientos, el convencional llamado EA por sus compuestos bases Epóxica y Amina (con una concentración de 32 phr), el compuesto EA BYK306 que además de Epóxica y Amina contiene aditivo BYK306 con una concentración fija de 0.1% en peso, por ello no se menciona su concentración en la nomenclatura. Se desarrolló tres tipos de recubrimientos, 0.1 CEC, 0.5 CEC y 1 CEC CA dentro de EA BYK306, cuatro con arcilla Cloisite Na (3% en peso), los cuales son: EA Na BYK306, EA Na 0.1 CEC CA BYK306, EA Na 0.5 CEC CA BYK306 Y EA Na 1 CEC CA BYK306 y así de manera similar con la arcilla Cloisite 20A; EA 20A BYK306, EA 20A 0.1 CEC CA BYK306, EA 20A 0.5 CEC CA BYK306 Y EA 20A 1 CEC CA BYK306.

Todos los nanocompuestos fueron analizados en diferentes equipos, el Difractómetro de Rayos X (XRD) indicó que la presencia del BYK306 provoca una exfoliación ya que no existen espacios basales leídos en las gráficas del difractómetro.

La Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) indicó que el ambiente corrosivo no modificó la composición química del recubrimiento, pero sí se obtuvo un incremento de grupos oxidrilos, indicadores de humedad.

Con el análisis Termogravimétrico (TGA) se observó que la presencia de todos estos nanocompuestos no modifica la temperatura de degradación, el

comportamiento térmico de cualquier nanocompuesto desarrollado en esta investigación es el que se da con el compuesto convencional.

Se analizó la variación del módulo de Young de cada uno de los materiales con el fin de conocer el efecto que tienen las nanoarcillas y aditivo dentro de la matriz polimérica. Se observó que con sólo agregar el aditivo BYK306 el módulo de Young creció en un 13.23% con respecto al compuesto convencional, la buena afinidad o compatibilidad está reflejada en los compuestos que incrementan su resistencia a la fractura ya que esto indica que existe una red más resistente, dando una idea de que existe una excelente relación intermolecular. De igual manera se obtuvo un aumento ligeramente mayor al agregar las nanoarcillas, aclarando que la matriz que en su interior tenía Cloisite 20A con inhibidor presentó mejores resultados del módulo de Young, demostrando la elevada compatibilidad de esta nanoarcilla orgánica con la matriz.

El estudio del efecto de barrera de cada uno de los nanocompuestos se lo realizó mediante pruebas de transmisión de vapor de agua y absorción de agua. Se observó en ambas pruebas que la presencia de BYK306 en la matriz reduce la transmisión de vapor y absorción de agua aproximadamente a la sexta parte del valor normal, mientras que matrices con nanoarcillas Cloisite Na y Cloisite 20A la que presenta mejores resultados es la organoarcilla Cloisite 20A debido a su estructura con sales

de alkylamonium las cuales crean un efecto de barrera mayor que los otros nanocompuestos.

El ensayo de dureza demostró el aumento de la resistencia que adquiere la película al presentar nanocompuestos ya que el compuesto convencional EA y EA BYK306 mantienen una dureza de 3H , un valor característico de estos compuestos, mientras que compuestos con inhibidor y con Cloisite Na en las concentraciones estudiadas aumentaron su dureza a 4H y aquellos compuestos con Cloisite 20A a 5H, resultados que corroboran indirectamente con los observados en el módulo de Young ya que ambas pruebas están relacionadas con la resistencia del material.

Se realizó un ensayo de corrosión en una cámara salina durante 336 horas, se colocaron dos probetas por tipo de nanocompuesto, una placa sin rayar y la otra con dos cruces. Se observó que el ambiente salino 5% de NaCl puede llegar a corroer la placa luego de 72 horas de exposición, la placa que resultó afectada luego de las horas mencionadas fue la que tenía como recubrimiento el convencional EA seguido del EA BKY306 a 96 horas. La resistencia a la corrosión aumentó con la presencia de carboxilato de amina pero su incremento en la concentración no fue significativo a diferencia de las que contenían arcillas. Con Cloisite Na y carboxilato de amina a las diferentes concentraciones se observa que se induce a la corrosión, pero el nanocompuesto EA Na 0.5 CEC CA BYK306 tiene un comportamiento

diferente ya que alcanza una resistencia de hasta 312 horas. La mayor resistencia fue de 336 horas que correspondieron a EA 20A BYK306 y EA 20A 1 CEC CA BYK306.

Una característica importante de las arcillas es la capacidad ignífuga, por lo que se consideró realizar un ensayo de flamabilidad de los compuestos dando resultados de retardancia en aquellos compuestos con nanoarcillas como era de esperarse. El nanocompuesto EA Na 0.5 CEC CA BYK306 presentó los mejores resultados corroborando su carácter inorgánico.

A diferencia de las otras pruebas donde el mejoramiento de las propiedades son notorias se analizó la adherencia de las películas sobre la placa de acero y se observó que el área removida incrementa hasta un 15%, considerando que las resinas epóxicas tienen una excelente adherencia ya que la EA y EA BYK306 no presentaron área removida se concluyó que esta propiedad se ve afectada por la presencia de nanoarcillas e inhibidor, cabe recalcar que incluso se obtuvieron áreas removidas hasta un 35% pero este dato fue descartado debido a las fallas que presentaba la probeta.

ABREVIATURAS

PVA	Alcohol Polivinílico
A	Amina
TGA	Análisis Termogravimétrico
ASTMD	ASTM estándares internacionales
Bkg	Background
CEC	Capacidad de Intercambio Catiónica
CA	Carboxilato de Amina
CIDNA	Centro Ecuatoriano de Investigación y Desarrollo en Nanotecnología
20A	Cloisite 20A
Na	Cloisite Na
CLTE	Coefficiente Lineal de Expansión Térmica
XRD	Difracción de Rayos X
DGBA	Diglicidil Éter de Bisfenol A
ESPOL	Escuela Superior Politécnica del Litoral
FTIR	Espectroscopía Infrarroja por Transformadas de Fourier
FIMCP	Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción

OH	Grupo Oxhidrilo
R	Humedad Relativa
VCI	Inhibidor Volátil de Corrosión
ICQA	Instituto de Ciencias Químicas y Ambientales
LEMAT	Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales
MMT	Montmorillonita
PEO	Óxido de Polietileno
WVP	Permeancia al Vapor de Agua
PS	Poliestireno
PE	Polietileno
PP	Polipropileno
pH	Potencial de Hidrógeno
Sp	Presión de Saturación de Vapor
PIB	Producto Interno Bruto
E	Resina Epóxica
Smp	Sample
HDT	Temperatura de Distorsión en Caliente ó Temperatura de Deflexión por Calor
Tg	Temperatura de Transición Vítrea
PET	Tereftalato de Polietileno
TTT	Tiempo – Temperatura – Transformación
WVTR	Velocidad de Transmisión de vapor de Agua

SIMBOLOGÍA

H_2SO_4	Ácido Sulfúrico
Al	Aluminio
NH_3	Amoníaco
Å	Amstrong
A	Área
Q	Calor
C	Carbono
cm	Centímetro
cSt	Centistoke
NaCl	Cloruro de Sodio
HCl	Cloruro de Hidrógeno
Cu	Cobre
Δp	Diferencia de presión
SO_2	Dióxido de asufre
Gr	Gramos
g/cc	Gramo por centímetro cúbico
g/eq	Gramo por peso equivalente
°C	Grados Centígrados

°F	Grados Farenheit
NH ₂	Grupo funcional amina
-OH	Grupos Hidroxilos
Fe	Hierro
h	Hora
Ca ⁺²	Ión Calcio
Na	Ión Sodio
K ⁺	Ión Potasio
Mg ⁺²	Ión Magnesio
kN	Kilonewton
kPa	Kilopascal
kV	Kilovoltio
Λ	Lamda
L	Longitud
Mg	Magnesio
MPa	Megapascal
μm	Micrométros
meq/100g	Miliequivalentes por cien
Mils	Milésima de pulgada
ml	Mililitro
mm	Milímetro
mmHg	Milímetro de mercurio

mg	Miligramo
min	Minuto
nm	Nanómetro
N/m ²	Newton por metro cuadrado
phr	Partes por resina
Pa-s	Pascal - segundo
%	Porcentaje
Rad	Radián
rpm	Revoluciones por minutos
Si	Silicio
Na	Sodio
Θ	Theta
t	Tiempo
V	Volumen
W	Watts

ÍNDICE GENERAL

AGRADECIMIENTO	II
DEDICATORIA	III
RESUMEN	VIII
SIMBOLOGÍA	XV
ÍNDICE GENERAL	XIX
ÍNDICE DE FIGURAS	XXIV
ÍNDICE DE TABLAS	XXXI
INTRODUCCIÓN	XXXV
CAPÍTULO 1	1
1 INFORMACIÓN GENERAL	2
1.1 Antecedentes y Justificación	3
1.2 Planteamiento del Problema	10
1.3 Objetivos	12
1.3.1 Objetivo General	12
1.3.2 Objetivos Específicos	12
1.4 Metodología Utilizada	13
CAPÍTULO 2	17
FUNDAMENTOS TEÓRICOS	17
2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS	18
2.1 Corrosión	18
2.1.1 Corrosión del acero	18
2.2 Descripción de Resinas Epóxicas	19
2.2.1 Propiedades Físicas y Químicas de las Resinas Epóxicas	22
2.2.2 Aplicaciones de las Resinas Epóxicas	27
2.3 Descripción de Agentes de Curado	29
2.3.1 Descripción de Aminas	30
2.3.1.1 Poliaminas	30
2.3.1.1.1 Polieteramina	31
2.3.2 Reacciones de Curado de Epóxico-Aminas	31
2.3.2.1 Diagrama de Curado Isotérmico Tiempo-Temperatura- Transformación (TTT) de Resinas Epóxicas	33
2.4 Montmorillonita	36
2.5 Modificadores Orgánicos	40
2.5.1 Carboxilato de Amina	43
2.6 Aditivo Superficial de Silicona	47

2.7 Descripción de Nanoarcillas	47
2.7.1 Propiedades Físicas y Químicas de las Nanoarcillas	48
2.7.2 Aplicaciones de Nanoarcillas	51
2.7.3 Cloisite 20A	53
2.7.4 Cloisite Na	54
2.8 Nanocompuestos de Resinas Epóxicas y Nanoarcillas	56
2.8.1 Propiedades Físicas y Químicas de Nanocompuestos de Resinas Epóxicas y Nanoarcillas	59
CAPÍTULO 3	63
PARTE EXPERIMENTAL.....	63
3 PARTE EXPERIMENTAL	64
3.1 Descripción de materiales y reactivos	64
3.2 Descripción de Equipos y accesorios:	82
3.2.1 Reómetro de Torsión para mezclado.....	90
3.2.2 Difractómetro de rayos X	91
3.2.3 Espectrómetro Infrarrojo por Transformadas de Fourier	95
3.2.4 Analizador Termogravimétrico	96
3.2.5 Máquina Universal de Ensayos	98
3.2.6 Cámara de Corrosión para ensayos de Niebla Salina	100
3.3 Procedimiento para obtención de Nanocompuestos de Resinas Epóxicas y Nanoarcillas.	101
3.3.1 Lavado de Arcilla	101
3.3.2 Mezclado de arcilla con inhibidor Carboxilato de Amina (CA) por calentamiento	105
3.3.3 Preparación de Placas Metálicas	109
3.3.4 Preparación del Nanocompuesto	111
3.4 Ensayos y Pruebas a realizarse	127
3.4.1 Métodos para producir probetas y films para ensayos	127
3.4.2 Análisis de Difractometría de Rayos X (XRD).....	129
3.4.3 Análisis de Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR).....	131
3.4.4 Análisis Termogravimétrico (TGA)	134
3.4.5 Análisis de Tensión Mecánica según Norma ASTM D 882.....	136
3.4.6 Ensayo de Transmisión de Vapor de Agua según Norma ASTM D 1653.....	138
3.4.7 Ensayo de Absorción de Agua según Norma ASTM D 570	142
3.4.8 Ensayo de Dureza según Norma ASTM D 1474	144

3.4.9	Ensayo de Corrosión en Cámara Salina según Norma ASTM B 117 & D 1654	145
3.4.10	Ensayo de Flamabilidad de Oxígeno según Norma ASTM D 2863.....	149
3.4.11	Ensayo de Adherencia según Norma ASTM D 3359	150
CAPÍTULO 4	154
ANÁLISIS Y RESULTADOS	154
4	ANÁLISIS Y RESULTADOS.....	155
4.1	Difracción de Rayos X (XRD)	155
4.1.1	Difracción de Rayos X de Todos los Nanocompuestos con Cloisite Na.....	159
4.1.2	Difracción de Rayos X de Todos los Nanocompuestos con Cloisite 20A.....	162
4.2	Espectrometría Infrarroja por Transformadas de Fourier (FTIR).....	166
4.2.1	Espectrometría Infrarroja por Transformadas de Fourier del Compuesto Convencional	172
4.2.2	Espectrometría Infrarroja por Transformadas de Fourier de Compuestos con Carboxilato de Amina.....	174
4.2.3	Espectrometría Infrarroja por Transformadas de Fourier de Nanocompuestos con Cloisite Na	178
4.2.4	Espectrometría Infrarroja por Transformadas de Fourier de Nanocompuestos con Cloisite 20A	184
4.3	Análisis Termogravimétrico (TGA).....	190
4.4	Tensión Mecánica Según Norma ASTM D 882.....	201
4.4.1	Propiedades Mecánicas del Compuesto Convencional.....	204
4.4.2	Propiedades Mecánicas de Compuestos con Carboxilato de Amina.....	205
4.4.3	Propiedades Mecánicas de Nanocompuestos con Cloisite Na ...	207
4.4.4	Propiedades Mecánicas de Nanocompuestos con Cloisite 20A .	209
4.4.5	Propiedades Mecánicas de Nanocompuestos con Cloisite Na y 20A.....	212
4.5	Ensayo de Transmisión de Vapor de Agua según Norma ASTM D 1653.....	214
4.5.1	Transmisión y Permeación de Vapor de Agua del Compuesto Convencional	229
4.5.2	Transmisión y Permeación de Vapor de Agua de Compuestos con Carboxilato de Amina	229

4.5.3	Transmisión y Permeación de Vapor de Agua de Nanocompuestos con Cloisite Na	231
4.5.4	Transmisión y Permeación de Vapor de Agua de Nanocompuestos con Cloisite 20A	233
4.5.5	Transmisión y Permeación de Vapor de Agua de Nanocompuestos con Cloisite Na y 20A.....	234
4.6	Ensayo de Absorción de Agua según Norma ASTM D 570	237
4.6.1	Absorción de Agua del Compuesto Convencional	237
4.6.2	Absorción de Agua de Compuestos con Carboxilato de Amina ..	238
4.6.3	Absorción de Agua de Nanocompuestos con Cloisite Na	240
	La Tabla LIV muestra el efecto del inhibidor en los compuestos elaborados con Cloisite Na.	241
4.6.4	Absorción de Agua de Nanocompuestos con Cloisite 20A	241
4.6.5	Absorción de Agua de Nanocompuestos con Cloisite Na y 20A	245
4.7	Ensayo de Dureza según Norma ASTM D 1474.....	248
4.7.1	Dureza del Compuesto Convencional	248
4.7.2	Dureza de Compuestos con Carboxilato de Amina	248
4.7.3	Dureza de Nanocompuestos con Cloisite Na	249
4.7.4	Dureza de Nanocompuestos con Cloisite 20A	250
4.7.5	Dureza entre Nanocompuestos Cloisite Na – Cloisite 20A	251
4.8	Ensayo de Corrosión en Cámara Salina ASTM B 117 & D 1654.....	252
4.8.1	Corrosión en Cámara Salina del Compuesto Convencional.....	254
4.8.2	Corrosión en Cámara Salina de Compuestos con Carboxilato de Amina.....	256
4.8.3	Corrosión en Cámara Salina de Nanocompuestos con Cloisite Na.....	258
4.8.4	Corrosión en Cámara Salina de Nanocompuestos con Cloisite 20A.....	260
4.9	Ensayo de Flamabilidad según norma ASTM D 635-10.....	265
4.9.1	Flamabilidad del Compuesto Convencional.....	267
4.9.2	Flamabilidad de Compuestos con Carboxilato de Amina	268
4.9.3	Flamabilidad de Nanocompuestos con Cloisite Na	269
4.9.4	Flamabilidad de Nanocompuestos con Cloisite 20A	271
4.9.5	Flamabilidad de Nanocompuestos con Cloisite Na y 20A.....	272
4.10	Ensayo de Adherencia según Norma ASTM D 3359	274
4.10.1	Adherencia del Compuesto Convencional	275
4.10.2	Adherencia de Compuestos con Carboxilato de Amina	276
4.10.3	Adherencia de Nanocompuestos con Cloisite Na	277

4.10.4 Adherencia de Nanocompuestos con Cloisite 20A.....	279
4.10.5 Adherencia entre Nanocompuestos Cloisite Na y20A	281
CAPÍTULO 5	282
5 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	283
5.1 Conclusiones	283
5.2 Recomendaciones.....	295
APÉNDICES.....	298
BIBLIOGRAFÍA	325

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1: Metodología utilizada	16
Figura 2.1: Estructura de la unidad formadora de epóxido	20
Figura 2.2: Reacción entre el Bisfenol A y la Epiclorhidrina para formar una resina epóxica	21
Figura 2.3: Estructura de la polieteteramina	31
Figura 2.4: Reacciones de curado epoxi – amina	33
Figura 2.5: Diagrama de curado isotérmico tiempo-temperatura-transformación (TTT) de un termoestable	34
Figura 2.6: Estructura de una arcilla esmectita tipo montmorillonita	37
Figura 2.7: Fuerzas de Van Der Waals en la galería de la montmorillonita ...	38
Figura 2.8: Proceso de transformación de arcilla sódica a nanoarcilla mediante el uso de sales de alkylamonium	40
Figura 2.9: Orientación del alkylamonium en las galerías de los silicatos con diferentes orientaciones y posiciones en las capas	42
Figura 2.10: Estructura molecular del carboxilato de amina	43
Figura 2.11: Acción iónica del inhibidor volátil de corrosión.....	44
Figura 2.12: Recubrimiento tradicional con pigmentos metálicos	45
Figura 2.13: Recubrimiento con inhibidores de corrosión basado en carboxilato de amina.....	46
Figura 2.14: Proceso de intercambio de cationes inorgánicos por cationes orgánicos	48
Figura 2.15: Estructura química de la nanoracilla Cloisite 20A	54
Figura 2.16: Proceso de transformación de arcilla sódica organoarcilla mediante tratamiento superficial con sales de alkylamonium.....	55
Figura 2.17: Niveles de dispersión de partículas (líneas) en un nanocompuesto de matriz epóxica.....	57
Figura 2.18: Camino de los gases a través de un film de nanocompuesto intercalado	59
Figura 2.19: Ganancia de peso de desecante en test de permeación de humedad para tres muestras con 0,3% y 5% de Cloisite 20A.....	61
Figura 2.20: Variación de la permeabilidad de vapor de agua y la absorción de humedad de nanocompuestos epóxicos con respecto a la concentración de nanoarcilla.....	62
Figura 3.1: Estructura de la montmorillonita	65
Figura 3.2: Nanoarcilla Cloisite Na	65

Figura 3.3: Estructura química de la nanoarcilla Cloisite 20A.....	66
Figura 3.4: Nanoarcilla 20A	67
Figura 3.5: Carboxilato de Amina	67
Figura 3.6: Estructura química de la resina EPON828	68
Figura 3.7: Resina Epon 828	69
Figura 3.8: Jeffamine D230.....	71
Figura 3.9: Aditivo BYK306	73
Figura 3.10: Desecante gel de sílice	74
Figura 3.11: Fórmula molecular del alcohol etílico	75
Figura 3.12: Etanol	75
Figura 3.13: Agua Destilada	76
Figura 3.14: Vaso de precipitación de 250ml	77
Figura 3.15: Pinza metálica	77
Figura 3.16: Espátula	78
Figura 3.17: Agitador.....	79
Figura 3.18: Placas de acero	80
Figura 3.19: Recipientes plásticos	80
Figura 3.20: Mortero y Pistilo	81
Figura 3.21: Placas de Teflón.....	82
Figura 3.22: Deshumidificador	83
Figura 3.23: Vaciado del tanque del deshumidificador	83
Figura 3.24: Balanza Analítica	84
Figura 3.25: Higrómetro digital	84
Figura 3.26: Desecador	85
Figura 3.27: Mufla	86
Figura 3.28: Selladora de plásticos	86
Figura 3.29: Aplicador de película Gardco	87
Figura 3.30: Equipo prueba de adherencia	88
Figura 3.31: Equipo de rayado	88
Figura 3.32: Agitador magnético y mecánico.....	89
Figura 3.33: Mechero de bunsen.....	90
Figura 3.34: Equipo de torsión	90
Figura 3.35: Equipo Difractómetro de Rayos X	91
Figura 3.36: Difracción del Rayo incidente en los planos de la red cristalina	94
Figura 3.37: Espectrofotómetro Infrarrojo.....	96
Figura 3.38: Analizador Térmico	98
Figura 3.39: Máquina universal de ensayos	100
Figura 3.40: Cámara de niebla salina	101

Figura 3.41: Peso de arcilla	102
Figura 3.42: Agitación	102
Figura 3.43: Decantación	103
Figura 3.44: Retiro de sobrenadante	103
Figura 3.45: Arcilla seca	104
Figura 3.46: Molienda de arcilla	104
Figura 3.47: Almacenaje de arcilla	105
Figura 3.48: Pulverización.....	107
Figura 3.49: Alimentación del reómetro	108
Figura 3.50: Retiro de mezcla	108
Figura 3.51: Conservación de mezcla	109
Figura 3.52: Compuesto EA	114
Figura 3.53: Compuesto EA BYK306	114
Figura 3.54: Compuesto EA BYK306	116
Figura 3.55: Compuesto EA Na BYK306	119
Figura 3.56: Compuesto EA Na 0.1 CEC CA BYK306.....	120
Figura 3.57: Compuesto EA 20A	122
Figura 3.58: Compuesto EA 20A 1 CEC CA BYK306	124
Figura 3.59: Proceso de preparación de compuestos EA y EA BYK306	124
Figura 3.60: Proceso de preparación de los	125
Figura 3.61: Proceso de preparación de	125
Figura 3.62: Proceso de preparación de compuestos # 7, 8 y 9 de mezclas con Cloisite Na	126
Figura 3.63: Proceso de preparación del	126
Figura 3.64: Proceso de preparación de compuestos # 11, 12 y 13 de mezclas con Cloisite 20A	127
Figura 3.65: Cortadora de moldes rectangulares	128
Figura 3.66: Moldes rectangulares y cuadrados	129
Figura 3.67: Análisis de Difractometría de Rayos X	131
Figura 3.68: Icono col bkg y modelo de background	132
Figura 3.69: Icono col smp	133
Figura 3.70: Análisis de Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier	133
Figura 3.71: Descripción programa utilizado para TGA	134
Figura 3.72: Análisis Termogravimétrico	136
Figura 3.73: Análisis de tensión mecánica	138
Figura 3.74: Análisis de transmisión de vapor de agua	141
Figura 3.75: Análisis de absorción de agua	144

Figura 3.76: Rayado de placas metálicas	147
Figura 3.77: Placas y probetas en la cámara salina	148
Figura 3.78: Análisis de resistencia a la corrosión en cámara salina	149
Figura 3.79: Análisis de adherencia	153
Figura 4.1: Nanocompuestos intercalados y exfoliados.....	156
Figura 4.2: Difractograma del recubrimiento epóxica amina (EA).....	157
Figura 4.3: Difractograma de Cloisite Na	158
Figura 4.4: Difractograma de Cloisite 20A	159
Figura 4.5: Difractograma de los nanocompuestos con Cloisite Na	160
Figura 4.6: Difractograma de los nanocompuestos con Cloisite 20A	162
Figura 4.7: Difractograma de arcillas	164
Figura 4.8: Difractograma epóxica amina (Jeffamine D230).....	165
Figura 4.9: Difractograma de nanocompuestos	165
Figura 4.10: Espectroscopía FTIR de la resina Epoxy DGBA EPON 828 con picos característicos	167
Figura 4.11: Espectroscopía FTIR del agente curador Jeffamine D-230	168
Figura 4.12: Espectroscopía FTIR del aditivo superficial con silicona BYK306	170
Figura 4.13: Espectroscopía FTIR del surfactante carboxilato de amina	171
Figura 4.14: Espectroscopía FTIR del compuesto convencional	172
Figura 4.15: Espectroscopía FTIR del compuesto convencional con aditivo BYK306	173
Figura 4.16: Espectroscopía FTIR del compuesto convencional con 0.1 CEC CA BYK306	174
Figura 4.17: Espectroscopía FTIR del compuesto convencional con 0.5 CEC CA BYK306	176
Figura 4.18: Espectroscopía FTIR del compuesto convencional con 1 CEC CA BYK306	177
Figura 4.19: Espectroscopía FTIR de la Cloisite Na	179
Figura 4.20: Espectroscopía FTIR del nanocompuesto con Cloisite Na y BYK306	180
Figura 4.21: Espectroscopía FTIR del nanocompuesto con Cloisite Na 0.1 CEC CA BYK306	181
Figura 4.22: Espectroscopía FTIR del nanocompuesto con Cloisite Na 0.5 CEC CA BYK306	182
Figura 4.23: Espectroscopía FTIR del nanocompuesto con Cloisite Na 1 CEC CA BYK306	183
Figura 4.24: Espectroscopía FTIR de la Cloisite 20A.....	185

Figura 4.25: Espectroscopia FTIR del nanocompuesto con Cloisite 20A y BYK306	186
Figura 4.26: Espectroscopia FTIR del nanocompuesto con Cloisite 20A 0.1 CEC CA BYK306	187
Figura 4.27: Espectroscopia FTIR del nanocompuesto con Cloisite 20A 0.5 CEC CA BYK306	188
Figura 4.28: Espectroscopia FTIR del nanocompuesto con Cloisite 20A 1 CEC CA BYK306	189
Figura 4.29: Relación entre compuesto convencional, BYK306, carboxilato de amina y Cloisite Na	191
Figura 4.30: Relación entre compuesto convencional, BYK306, carboxilato de amina y Cloisite 20A	192
Figura 4.31: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA	193
Figura 4.32: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA BYK306	194
Figura 4.33: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA 0.1 CEC CA BYK306	194
Figura 4.34: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA 0.5 CEC CA BYK306	195
Figura 4.35: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA 1 CEC CA BYK306	195
Figura 4.36: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA Na BYK306	196
Figura 4.37: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA Na 0.1 CEC CA BYK306	196
Figura 4.38: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA Na 0.5 CEC CA BYK306	197
Figura 4.39: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA Na 1 CEC CA BYK306	197
Figura 4.40: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA 20A BYK306	198
Figura 4.41: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA 20A 0.1 CEC CA BYK306	198
Figura 4.42: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA 20A 0.5 CEC CA BYK306	199
Figura 4.43: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA 20A 1 CEC CA BYK306	199

Figura 4.44: Temperatura de descomposición	200
Figura 4.45: Relación: Esfuerzo y Alargamiento	203
Figura 4.46: Módulo de Young del compuesto convencional	204
Figura 4.47: Módulo de Young de los compuestos con carboxilato de amina	206
Figura 4.48: Módulo de Young de los compuestos con Cloisite Na y carboxilato de amina	208
Figura 4.49: Módulo de Young del compuesto con Cloisite 20A y carboxilato de amina	210
Figura 4.50: Módulo de Young del compuesto con Cloisite 20A y Cloisite Na	212
Figura 4.51: Módulo de Young de todos los nanocompuestos desarrollados	213
Figura 4.52: Agua ganada vs tiempo: EA.....	216
Figura 4.53: Agua ganada vs tiempo: EA BYK306	217
Figura 4.54: Agua ganada vs tiempo: EA 0.1 CEC CA BYK306	218
Figura 4.55: Agua ganada vs tiempo: EA 0.5 CEC CA BYK306	219
Figura 4.56: Agua ganada vs tiempo: EA 1 CEC CA BYK306	220
Figura 4.57: Agua ganada vs tiempo: EA Na BYK306	221
Figura 4.58: Agua ganada vs tiempo: EA Na 0.1 CEC CA BYK306	222
Figura 4.59: Agua ganada vs tiempo: EA Na 0.5 CEC CA BYK306.....	223
Figura 4.60: Agua ganada vs tiempo: EA Na 1 CEC CA BYK306	224
Figura 4.61: Agua ganada vs tiempo: EA 20A BYK306.....	225
Figura 4.62: Agua ganada vs tiempo: EA 20A 0.1 CEC CA BYK306.....	226
Figura 4.63: Agua ganada vs tiempo: EA 20A 0.5 CEC CA BYK306.....	227
Figura 4.64: Agua ganada vs tiempo: EA 20A 1 CEC CA BYK306.	228
Figura 4.65: WVTR y WVP del compuesto convencional.....	229
Figura 4.66: WVTR y WVP del compuesto con carboxilato de amina.....	230
Figura 4.67: WVTR y WVP del compuesto con Cloisite Na	232
Figura 4.68: WVTR del compuesto con Cloisite 20A	233
Figura 4.69: WVTR y WVP del compuesto con Cloisite Na Y Cloisite 20A.	235
Figura 4.70: WVTR de los nanocompuestos	236
Figura 4.71: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos EA y EA BYK306	238
Figura 4.72: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con CA	239
Figura 4.73: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite Na y los convencionales	240

Figura 4.74: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite Na y convencionales	243
Figura 4.75: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite Na	244
Figura 4.76: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite 20A	245
Figura 4.77: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite Na y 20A	246
Figura 4.78: Posición de las placas en cámara salina	253
Figura 4.79: Proceso de preparación de la solución salina y llenado del reservorio	254
Figura 4.80: Placas P1 (arriba) y P2 (abajo) correspondiente a matriz epóxica EA BYK306 (72 H)	255
Figura 4.81: Falla de placas P1 (arriba) y P2 (abajo): nanocompuestos con Cloisite Na (312 horas).....	260
Figura 4.82: Falla de placas P1 (arriba) y P2 (abajo): Nanocompuestos con Cloisite 20A (336 horas).....	262
Figura 4.83: Resistencia promedio a la corrosión	264
Figura 4.84: Tiempo consumido para la matriz epóxica y EA BYK306	268
Figura 4.85: Tiempo consumido para los nanocompuestos con carboxilato de amina	269
Figura 4.86: Tiempo consumido para los nanocompuestos con Cloisite Na	270
Figura 4.87: Tiempo consumido para los nanocompuestos con Cloisite 20A	272
Figura 4.88: Tiempo consumido para los nanocompuestos con Cloisite Na y 20A.....	273

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla I: Cambio de coloración de sílica gel	74
Tabla II: Cantidad de inhibidor para cada concentración	106
Tabla III: Simbología de los compuestos	112
Tabla IV: Clasificación de los compuestos elaborados	112
Tabla V: Cantidad de inhibidor para cada concentración	118
Tabla VI: Presión de saturación de vapor de agua	141
Tabla VII: Clasificación de los resultados del Test de adherencia	153
Tabla VIII: Datos obtenidos del espectro de la resina Epoxy DGBA EPON 8828	167
Tabla IX: Datos obtenidos del espectro del agente curador Jeffamine D 230	169
Tabla X: Datos obtenidos del espectro del aditivo superficial con silicona BYK306	170
Tabla XI: Datos obtenidos del espectro del surfactante carboxilato de amina	171
Tabla XII: Datos obtenidos del espectro del compuesto convencional	172
Tabla XIII: Datos obtenidos del espectro del compuesto convencional con aditivo NYK306	173
Tabla XIV: Datos obtenidos del espectro del compuesto convencional con 0.1 CEC CA BYK306	175
Tabla XV: Datos obtenidos del espectro del compuesto convencional con 0.5 CEC CA BYK306	176
Tabla XVI: Datos obtenidos del espectro del compuesto convencional con 1 CEC CA BYK306	177
Tabla XVII: Datos obtenidos del espectro de la Cloisite Na	179
Tabla XVIII: Datos obtenidos del espectro del nanocompuesto con Cloisite Na y BYK306	180
Tabla XIX: Datos obtenidos del espectro del nanocompuesto con Cloisite Na 0.1 CEC CA BYK306	182
Tabla XX: Datos obtenidos del espectro del nanocompuesto con Cloisite Na 0.5 CEC CA BYK306	183
Tabla XXI: Datos obtenidos del espectro del nanocompuesto con Cloisite Na 1 CEC CA BYK306	184
Tabla XXII: Datos obtenidos del espectro de la Cloisite 20A	185

Tabla XXIII: Datos obtenidos del espectro del nanocompuesto con Cloisite 20A y BYK306	186
Tabla XXIV: Datos obtenidos del espectro del nanocompuesto con Cloisite 20A 0.1 CEC CA BYK306	187
Tabla XXV: Datos obtenidos del espectro del Nanocompuesto con Cloisite 20A 0.5 CEC CA BYK306	189
Tabla XXVI: Datos obtenidos del espectro del nanocompuesto con Cloisite 20A 1 CEC CA BYK306	190
Tabla XXVII: Temperatura de descomposición	200
Tabla XXVIII: Propiedades mecánicas: Compuesto convencional	204
Tabla XXIX: Propiedades mecánicas: Compuestos con carboxilato de amina	205
Tabla XXX: Propiedades mecánicas: Compuestos con Cloisite Na y Carboxilato de Amina	207
Tabla XXXI: Propiedades mecánicas: Compuestos con Cloisite 20A y carboxilato de amina	210
Tabla XXXII: Propiedades mecánicas: Compuesto con Cloisite Na y Cloisite 20A	212
Tabla XXXIII: Peso de agua ganada por el desecante	215
Tabla XXXIV: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA	216
Tabla XXXV: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA BYK306	217
Tabla XXXVI: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA 0.1 CEC CA BYK306	218
Tabla XXXVII: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA 0.5 CEC CA BYK306	219
Tabla XXXVIII: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA 1 CEC CA BYK306	220
Tabla XXXIX: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA Na BYK306	221
Tabla XL: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA Na 0.1 CEC CA BYK306	222
Tabla XLI: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA Na 0.5 CEC CA BYK306	223
Tabla XLII: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA Na 1 CEC CA BYK306	224
Tabla XLIII: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA 20A BYK306	225

Tabla XLIV: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA 20A 0.1 CEC CA BYK306	226
Tabla XLV: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA 20A 0.5 CEC CA BYK306	227
Tabla XLVI: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA 20A 1 CEC CA BYK306	227
Tabla XLVII: WVTR y WVP del compuesto convencional	229
Tabla XLVIII: WVTR y WVP del compuesto con carboxilato de amina	230
Tabla XLIX: WVTR y WVP del nanocompuesto con Cloisite Na	231
Tabla L: WVTR y WVP del nanocompuesto con Cloisite 20A	233
Tabla LI: WVTR y WVP del nanocompuesto con Cloisite Na y Cloisite 20A	234
Tabla LII: Promedio de Absorción de agua de la matriz epóxica y EA BYK306	237
Tabla LIII: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con CA	239
Tabla LIV: Promedio de Absorción de agua de los nanocompuestos con Na y CA	240
Tabla LV: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite 20A y CA	242
Tabla LVI: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite Na	243
Tabla LVII: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite 20A	244
Tabla LVIII: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite Na y 20A	246
Tabla LIX: Resumen de absorción de agua máxima relativa	247
Tabla LX: Valores de dureza de compuesto convencional	248
Tabla LXI: Valores de dureza de compuestos con carboxilato de amina ...	248
Tabla LXII: Valores de dureza de nanocompuestos con Cloisite NA	249
Tabla LXIII: Valores de dureza de nanocompuestos con Cloisite 20A.....	250
Tabla LXIV: Valores de dureza entre nanocompuestos de Cloisite Na y 20A	251
Tabla LXV: Valores de ensayos de corrosión para placas recubiertas con la matriz epóxica y EA BYK306	255
Tabla LXVI: Valores de ensayo de corrosión en cámara salina para placas recubiertas con concentraciones de CA.....	256

Tabla LXVII: Valores de ensayo de corrosión para probetas con compuestos que contienen Cloisite Na	258
Tabla LXVIII: Valores de ensayo de corrosión para placas con compuestos que contienen Cloisite 20A	261
Tabla LXIX: Resistencia a la corrosión (Horas).....	263
Tabla LXX: Longitud y tiempo consumido para la matriz epóxica y EA BYK306	267
Tabla LXXI: Longitud y tiempo consumido para los nanocompuestos con carboxilato de amina	268
Tabla LXXII: Longitud y tiempo consumido para los nanocompuestos que contienen cloisite Na.....	270
Tabla LXXIII: Longitud y tiempo consumido para los nanocompuestos con Cloisite 20A	271
Tabla LXXIV: Longitud y tiempo consumido para los nanocompuestos con Cloisite Na y 20A	272
Tabla LXXV: Velocidad de combustión lineal de todos los nanocompuestos	274
Tabla LXXVI: Adherencia placas recubiertas con matriz epóxica y EA BYK306	275
Tabla LXXVII: Adherencia placas recubiertas con compuestos con carboxilato de amina	276
Tabla LXXVIII: Adherencia placas recubiertas con Cloisite Na	277
Tabla LXXIX: Adherencia placas recubiertas con Cloisite 20A	279
Tabla LXXX: Adherencia placas recubiertas con Cloisite Na y Cloisite 20A.....	281

INTRODUCCIÓN

Los recubrimientos a base de resina epóxica son utilizados en nuestro medio en diferentes áreas como las pinturas anticorrosivas, sin embargo debido a la necesidad de mejorar propiedades para obtener un compuesto más eficiente sin afectar los costes de los productos se han realizado varios estudios con este propósito.

Las arcillas se han convertido en el principal tema de estudio ya que gracias a su morfología de láminas de filosilicatos si se logra la separación entre ellas pueden convertirse en láminas individuales y dispersas dentro de la matriz polimérica creando un efecto barrera a los gases o vapores que causan la corrosión.

En tesis anteriores se han investigado las propiedades mecánicas y térmicas de nanocompuestos formados por resina epóxica con nanoarcillas, pero la necesidad de evaluar la corrosión directamente en placas metálicas utilizando el film de nanocompuesto se ha convertido en objeto de nuestra investigación, ya que la aplicación de estos nanocompuestos tal como se ha desarrollado en las tesis mencionadas no han sido evaluados directamente sobre el metal frente a ambientes corrosivos debido a los problemas de aplicación que presenta.

Se ha incorporado una nueva sustancia a los nanocompuestos desarrollados llamada comercialmente aditivo BYK306, sustancia que debido a su carácter orgánico ha modificado las propiedades estudiadas anteriormente, lo que conlleva a un nuevo tema de investigación donde se evalúan las propiedades que se analizan generalmente como Difracción de Rayos X, Análisis Termogravimétrico, Espectroscopía Infrarroja, Tensión Mecánica; además se ha incorporado nuevos análisis de barrera como Absorción de Agua y Transmisión de Vapor de Agua, otras características mecánicas como Adherencia y Dureza. Se analiza también el efecto de ignición de los nanocompuestos con un ensayo de flamabilidad y finalmente un ensayo de corrosión en cámara de niebla salina NaCl.

CAPÍTULO 1

INFORMACIÓN GENERAL

1 INFORMACIÓN GENERAL

Este proyecto de investigación brinda información acerca de las propiedades que se mejoran mediante el tratamiento molecular de arcillas para su aplicación en pinturas anticorrosivas. Actualmente las arcillas son objeto de investigación gracias a su aporte en mejoramiento de propiedades en otros compuestos, o su aplicación directa en procesos de depuración.

La arcilla es un mineral terroso, el cual generalmente está constituido por hidrosilicatos de alúmina en gran porcentaje, su obtención es mediante un proceso natural de largo tiempo. Es un proceso geológico donde existe un envejecimiento continuo del planeta. En tiempos remotos la corteza terrestre se formó al enfriarse la materia fundida que existía debido a sus altas temperaturas, es ahí donde se formaron los diferentes minerales que son resultado de las diferentes temperaturas y velocidades de enfriamiento, todos estos son de composición química definida.

La corteza terrestre está formada por rocas que en su gran mayoría son formadas de feldespato un mineral muy común en la Tierra. Las arcillas provienen de la descomposición de rocas feldespáticas, esta descomposición se debe a la acción del agua como disolvente y a su capacidad abrasiva provocando cambios en las rocas como la caolinización, la formación de depósitos de caolín con agua en

movimiento termina en un producto con impurezas debido a la capacidad que tiene el agua en transportar otras sustancias, existe otro proceso más puro, éste es mediante el desgaste de las rocas por acción del vapor caliente que emana la Tierra [1].

Debido a todos estos procesos de obtención de arcillas y a la gran cantidad de materia prima que existe en la Tierra, la arcilla se convierte en un material abundante en la corteza terrestre y las investigaciones que se han desarrollado sobre arcillas dan una base fuerte para realizar aplicaciones con estas sustancias tratadas, el desarrollo de materiales a nivel molecular crece actualmente. La aplicación de los conceptos de ingeniería molecular permite obtener nuevos materiales con un amplio rango de propiedades predeterminadas [2].

El objetivo o alcance de esta investigación es brindar un estudio para mejorar la calidad y duración de los compuestos utilizados en protección de superficies metálicas o no, mediante la aplicación de nanoarcillas. Para esto se desarrollan los compuestos y se realiza los diferentes análisis tanto de caracterización como de evaluación de propiedades.

1.1 Antecedentes y Justificación

Debido a los problemas socioeconómicos que se dan por procesos corrosivos u otra clase de deterioro en materiales, este proyecto de tesis está orientado a evaluar propiedades que presentan los

nanocompuestos desarrollados, con la finalidad de brindar un estudio comparativo de características de los nanocompuestos contra las resinas comunes para que éstos sean usados en el sector industrial.

El sector industrial es el área más afectada en temas de corrosión, generando grandes pérdidas económicas, esto ha llevado a desarrollar nuevos productos, pero las sustancias que actualmente utilizan para combatir este proceso presentan propiedades tóxicas.

Las pinturas actuales tienen una durabilidad limitada y esto ocasiona repintados y mantenimientos continuos lo que origina gastos innecesarios y daños al ambiente debido a la emisión frecuente de solventes. Generalmente las pinturas industriales existentes se encuentran elaboradas a base de pigmentos de plomo u óxidos metálicos y estos conllevan a otro problema.

El plomo puede entrar en el agua y suelos a través de la corrosión de las tuberías de plomo, en los sistemas de transportes y a través de la corrosión de pinturas que contienen plomo. Este se acumula en los cuerpos de los organismos acuáticos y organismos del suelo, éstos experimentarán efectos en su salud por envenenamiento por plomo.

Los efectos sobre la salud de los crustáceos pueden tener lugar incluso cuando sólo hay pequeñas concentraciones de plomo

presente. El uso de estas sustancias o pigmentos son contaminantes que afectan al hombre y al ambiente.

Los problemas que se mencionan conllevan al estudio de nuevos productos que no generen grandes alteraciones en el entorno. Además los productos a desarrollarse utilizan sustancias como las arcillas, las cuales tienen un escaso uso en Ecuador, dando un valor agregado a este tipo de material.

Las formulaciones desarrolladas en este proyecto son mejoradas a nivel nanotecnológico, basándose en métodos y concentraciones epóxica amina que han sido temas de estudio anteriormente, evaluar las propiedades de éstos nanocompuestos, que a su vez se varían sus componentes, permite caracterizarlos para realizar un estudio comparativo que concluye cuál es el film óptimo para que sea desarrollado por las industrias involucradas.

Las arcillas han sido utilizadas tradicionalmente en la industria como materia prima para la elaboración de cerámicas, éstas constituyen un gran porcentaje en la corteza terrestre, por lo que su uso debido a la cantidad presente y propiedades es amplio, figurando como el mineral más importante, tanto por la cantidad explotada como por su producción.

Un 90% de la producción se dedica, preferentemente a la fabricación de materiales de construcción y agregados. Sólo un 10% se dedica a otras industrias (fabricación de papel, caucho, pinturas, absorbentes, decolorantes, arenas de moldeo, productos químicos y farmacéuticos, agricultura, etc.)

Según el producto a obtener existen dos clases de arcillas; arcillas para la construcción o arcillas comunes que son compuestas por dos o más minerales que son utilizadas para construcción y agregados, la segunda clase de arcillas son constituidas por un solo tipo de mineral cuyas propiedades depende de éste material, estas a pesar de ser mucho menos importantes en volumen, suponen más del 70% del valor de las arcillas comerciales, y son objeto de comercio internacional [3].

Los datos numéricos mencionados indican el uso tradicional de las arcillas para elaborar cerámicas, pero también se conoce que su uso se ha ampliado para la elaboración de papel, hule, refractarios, plásticos, insecticidas, adhesivos, petróleos, etc. Por este motivo su investigación crece para ampliar aún más sus aplicaciones, obteniendo beneficios para el sector industrial, un ejemplo de aplicación de arcillas tratadas o nanoarcillas es para purificar aguas residuales contaminadas, entre otras que existen y se estudian.

El estudio de nanoarcillas se ha desarrollado en la última década, de hecho existen varias empresas internacionales que se han dedicado a investigar, producir y comercializar, tal como lo hace Nanocor , una empresa mundial proveedora de nanoarcillas diseñadas específicamente para nanocompuestos plásticos; y, Southern Clay Products, ambas empresas americanas.

En nuestro país no hay empresas donde se produzcan esta clase de arcillas modificadas, a pesar de que Ecuador se encuentra con extensos yacimiento de arcillas, uno de estos se encuentra en la provincia de Santa Elena, en la región costera de nuestro país.

Las arcillas que se han desarrollado mediante un tratamiento nano consiste en modificarlas mediante moléculas orgánicas las cuales se ubican en los espacios de intercapas de las arcillas de tipo montmorillonita, esto le da la propiedad de moléculas orgánicas y además no llega a disolverse en agua, permitiendo su aplicación en tratamiento de aguas residuales o contaminadas con hidrocarburos.

Debido a este tratamiento y al producto obtenido se las conoce como organoarcillas, es decir arcillas orgánicas, también se las conoce como nanoarcillas debido a la escala en que se las modifica.

Existen muchos usos para los que las nanoarcillas pueden presentarse como una solución alternativa tanto en precio como con

resultados bastante competitivos con respecto a la tecnología tradicional.

En investigaciones anteriores se realizaron métodos óptimos para la obtención de nanoarcillas utilizando arcillas locales [4] y extranjeras [5], con el objeto que en el futuro se pueda implementar su producción a nivel industrial, también se utilizaron las nanoarcillas locales para la elaboración de nanocompuestos a base de resinas epóxicas donde se determinó los efectos de diferentes proporciones de nanoarcillas en el sistema epóxico-poliamida-nanoarcillas concluyendo la composición óptima de nanoarcilla en el compuesto [6].

En otro trabajo de investigación local se investigó el uso de nanoarcillas extranjeras para mejorar la resistencia a la corrosión, transmisión de vapor de agua y absorción de agua de sistemas epóxicos-poliamidas y epóxicos-aminas, donde la resina epóxica fue fabricada por Pinturas Unidas [7], sin embargo se obtuvieron ciertos problemas en su aplicación, es por esto que en esta investigación se agrega una nueva sustancia, denominada comercialmente como aditivo BYK306 con el objeto de facilitar la aplicación, transformándose en un nuevo tema de investigación y en un nuevo análisis de las propiedades físicas, mecánicas, químicas y

especialmente el efecto que tiene en el tiempo antes que inicie la corrosión.

Se han desarrollado otras investigaciones donde se analiza las concentraciones óptimas de modificadores orgánicos para las nanoarcillas [8], a su vez se ha continuado con la investigación partiendo como base la mezcla óptima encontrada por los estudios anteriores, donde se han analizado las propiedades que esta concentración brinda, variando los componentes epóxico-amina-arcilla-inhibidor [9].

Las propiedades que estos compuestos desarrollan al modificarlos a nivel nano mejoran, pero varían según la concentración y los componentes a utilizarse, por ello su continuo estudio en estas composiciones brinda una información más amplia del comportamiento de estas sustancias y las variaciones de sus propiedades, para que en el futuro se pueda reproducir el compuesto con seguridad en calidad y en precio.

En esta investigación se desarrolla compuestos partiendo de las composiciones óptimas estudiadas en otras investigaciones, donde se varía sus componentes epóxico-amina-arcilla-inhibidor, y se elabora un análisis mediante la caracterización y evaluación de propiedades adicionales para un conocimiento más amplio de las

mismas, también se aplica un compuesto más, un aditivo BYK306 el cual es una especie de dispersante y a la vez un modificador orgánico, el cual fue facilitado por Pinturas Unidas, el objeto de utilizar este nuevo componente es mejorar las propiedades ayudando al modificador orgánico carboxilato de amina ya estudiado en tesis anteriores.

1.2 Planteamiento del Problema

La baja eficiencia de barrera que presentan las pinturas utilizadas en la actualidad como sistemas de protección para superficies industriales permiten que se presenten casos de corrosión, los cuales generan grandes pérdidas económicas a los sectores involucrados.

Se puede definir como corrosión a la destrucción o deterioro de un material causado por su reacción con el ambiente. Generalmente el término corrosión es utilizado como el ataque destructivo que sufre un metal producido por mecanismo electroquímico y por lo común se inicia sobre la superficie. Esta degradación está sujeta a condiciones ambientales y del tipo de material al cual ataca.

El desarrollo de la industria y el uso de combustibles han cambiado la composición de la atmósfera tornándola más corrosiva, debido a esto la corrosión es un problema común en el sector industrial, teniendo una gran repercusión en el campo económico y de seguridad de los

trabajadores, ya que existen casos de accidentes de gran magnitud que han ocasionado pérdidas humanas, como es el caso de BHOPAL (1984).

A pesar de que el proceso de corrosión es inevitable al ser un proceso natural, se busca controlar la velocidad de corrosión, de esta manera se incrementa el tiempo de uso y la optimización en el uso de recursos. Entre los materiales más afectados por este fenómeno está el acero, para el cual el 25% de su producción mundial anual es destruida [10].

En los países industrializados, las pérdidas económicas causadas por la corrosión son elevadas, recientemente se estimó el costo directo en 276 mil millones de dólares por año, lo que representa el 3,1 por ciento del producto interno de 1998.

En Gran Bretaña en 1971, las pérdidas anuales causadas por la corrosión están comprendidas entre el 2 y el 4% del P.I.B. En Perú las pérdidas ascienden a 1200 millones de dólares (8% del PIB) [11].

Debido al gran impacto que la corrosión tiene tanto en la parte económica, como social, se ha desarrollado compuestos que permitan retrasar su efecto en el material; como son las pinturas con propiedades anticorrosivas.

Sin embargo estas pinturas basan su función en el uso de pigmentos; generalmente óxidos metálicos, los cuales a más de no presentar una alta eficiencia en su protección anticorrosiva, son un potencial de contaminación del ambiente y daños en la salud de las personas si no son manejados apropiadamente.

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo General

- Mejorar la calidad y duración de los compuestos utilizados como sistemas de protección de superficies metálicas en la industria mediante el uso de nanoarcillas en su composición.

1.3.2 Objetivos Específicos

- Desarrollo de los nanocompuestos variando los componentes.
- Analizar propiedades de intercalamiento de la nanoarcilla tratada con un inhibidor orgánico volátil utilizando FTIR, XRD, TGA.
- Comparar las propiedades de los nanocompuestos elaborados y elección del compuesto que presenta las mejores propiedades.

1.4 Metodología Utilizada

- **FASE 1. PREPARACIÓN**

Esta fase comprende la observación del problema, recopilación y evaluación de información que sea necesaria y esté de acuerdo con el tema que se está desarrollando, se ha tomado en cuenta información de tesis desarrolladas en nanocompuestos y nanoarcillas las cuales han llegado a conclusiones que se deben tomar en cuenta por ejemplo la concentración del inhibidor carboxilato de amina de 0.5CEC CA, sin embargo el hecho de agregar un compuesto nos obliga a analizar a otras concentraciones como 0.1, 0.5 y 1 CEC CA.

Anteriormente se ha concluido que la relación de la amina con respecto a la resina epóxica es de 32phr en 100gr de solución ya que a esta relación no existe exceso de amina en la superficie de las probetas desarrolladas, por lo cual se continuará esta investigación utilizando esta relación estequiométrica.

Por otro lado se utiliza una molienda con calentamiento para un mezclado de la nanoarcilla – inhibidor carboxilato de amina homogéneo y evitar de esta manera que la mezcla contenga burbujas, gránulos sin moler, lo cual afecta posteriormente en la

elaboración de las probetas para los ensayos, método desarrollado en tesis anteriores [12].

Finalmente esta fase comprende la disposición de equipos y sustancias, difractor de rayos X, analizador termogravimétrico, máquina universal de ensayos para la prueba de tensión mecánica, estos son equipos que se encuentran en el Centro Ecuatoriano de Investigación y Desarrollo en Nanotecnología (CIDNA), donde se realizará los ensayos en los equipos mencionados.

- **FASE 2. DESARROLLO Y VERIFICACIÓN**

Se desarrollan las probetas para su posterior análisis, a continuación se da un breve procedimiento de la elaboración de estas muestras.

Se empieza con el lavado de la Cloisite 20A ya que esta posee cloruros en su estructura y se necesita eliminarlos para que no altere los resultados, la Cloisite Na no contiene cloruros por ello no se lava. Una vez secas se mezcla al caliente con el inhibidor si estas están destinadas a la elaboración del nanocompuesto (Epóxica – amina –Organoarcilla Cloisite 20A o Arcilla Cloisite Na inhibidor –aditivo.).

Posteriormente se elaborarán 2 mezclas bases, EA y EA BYK306 0.1% y 11 tipos de nanocompuestos todos con 0.1% de aditivo BYK306, estos nanocompuestos son: tres a distintas concentraciones de carboxilato de amina EA 0.1 CEC CA BYK306 0.1%, EA 0.5 CEC CA BYK306 0.1%, EA 1 CEC CA BYK306 0.1%, uno con arcilla Cloisite Na y adicionalmente a las concentraciones de carboxilato de amina, EA Na BYK306, EA Na 0.1 CEC CA BYK306 0.1%, EA Na 0.5 CEC CA BYK306 0.1%, EA Na 1 CEC CA BYK306 0.1%, de igual manera con la Cloisite 20A EA 20A BYK306, EA 20A 0.1 CEC CA BYK306 0.1%, EA 20A 0.5 CEC CA BYK306 0.1%, EA 20A 1 CEC CA BYK306 0.1%.

Luego de 7 días de curado se verifica si estas probetas cumplen con las especificaciones que sean necesarias para los ensayos, si estas no cumplen se procede a realizar nuevamente el nanocompuesto analizando cuál podría haber sido el error que se cometió.

- **FASE 3. RESULTADOS Y REDACCIÓN DE TESIS**

Consiste en la realización de los ensayos para la evaluación de las propiedades, análisis de los resultados y las conclusiones en

cuanto a la comparación de las propiedades. Finalmente la redacción del proyecto de tesis.

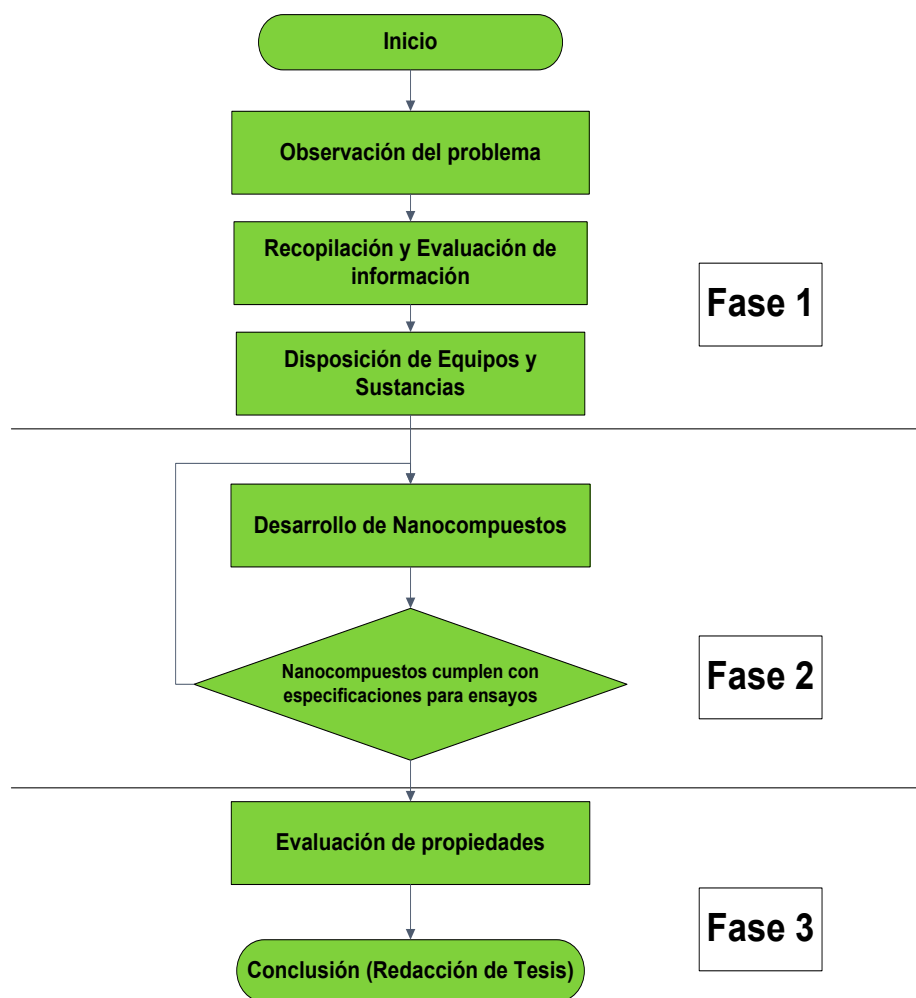


Figura 1.1: Metodología utilizada

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

CAPÍTULO 2

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2.1 Corrosión

La *corrosión* es un término que se puede definir como la degradación de un material a causa de la acción a la que se encuentre inmerso, ya sea por la interacción de una reacción química o electroquímica del material con el medio ambiente, y no al simple deterioro por causas físicas ya que la corrosión comprende un cambio químico, que puede estar acompañado de un deterioro físico.

La oxidación de los metales y sus aleaciones por la reacción química directa del oxígeno en el aire se debe a la formación de óxidos estables.

En algunos metales, el recubrimiento del óxido es tenaz y proporciona protección ante un ataque adicional del ambiente. En otros, el recubrimiento tiende a agrietarse y no los protege.

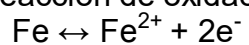
2.1.1 Corrosión del acero

El acero es una aleación de hierro y carbono, algunas veces se añaden otros elementos para diferentes propósitos. El acero contiene una concentración de carbono que oscila entre 0.05%

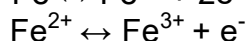
y 2%, y el resto de hierro. Debido a que el hierro reacciona fácilmente con el oxígeno como resultado el óxido de hierro, este es un fenómeno que se da en el ambiente constantemente por lo que no se encuentra en la naturaleza el hierro puro [13].

Las reacciones que tienen lugar en el proceso de corrosión son:

Ánodo (reacción de oxidación)

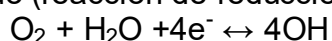


Ecuación 2.1



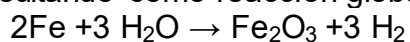
Ecuación 2.2

Cátodo (reacción de reducción)



Ecuación 2.3

Resultando como reacción global



Ecuación 2.4 [13]

2.2 Descripción de Resinas Epóxicas

Epóxido es un grupo de éteres cíclicos u óxidos de alqueno (alquileno) que poseen un átomo de oxígeno unido a dos átomos de carbono adyacentes (estructura oxirano), (C-O-C) formando un anillo de tres miembros, son sustancias muy reactivas con un principio de reacción de sustitución nucleofílica con los grupos amina, oxhidrilo y carboxilo (endurecedor), así como con los ácidos inorgánicos, para dar compuestos relativamente estables [14].

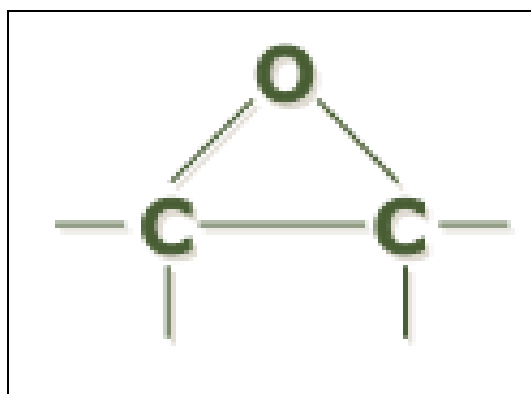


Figura 2.1: Estructura de la unidad formadora de epóxido

Fuente: Lidering S.A.[14]

Resina epóxica, llamada también poliepóxido, es un polímero termoestable que se endurece cuando se mezcla con un agente de curado o “endurecedor”, está constituida por dos componentes con una polimerización rápida, la proporción de mezcla entre la resina base y el agente de curado en esta tesis es una relación 100:32 g, valor que se estudió en una investigación anterior [8].

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

Según el origen de estos grupos oxiranos, las resinas epóxicas se dividen en cinco grupos fundamentales:

- Éteres glicéricos
- Ésteres glicéricos

- Aminas glicéricos
- Alifáticas lineales
- Cicloalifáticas

El 95% de las resinas utilizadas son glicidil-éteres obtenidos por reacción de la Epiclorhidrina con un compuesto polihidroxilado, que normalmente es el difenol propano, en particular el compuesto llamado Bisfenol A (2-2-bis [p-hidroxifenil] propano) con formación de una molécula de diglicidil éter de bisfenol A [15].

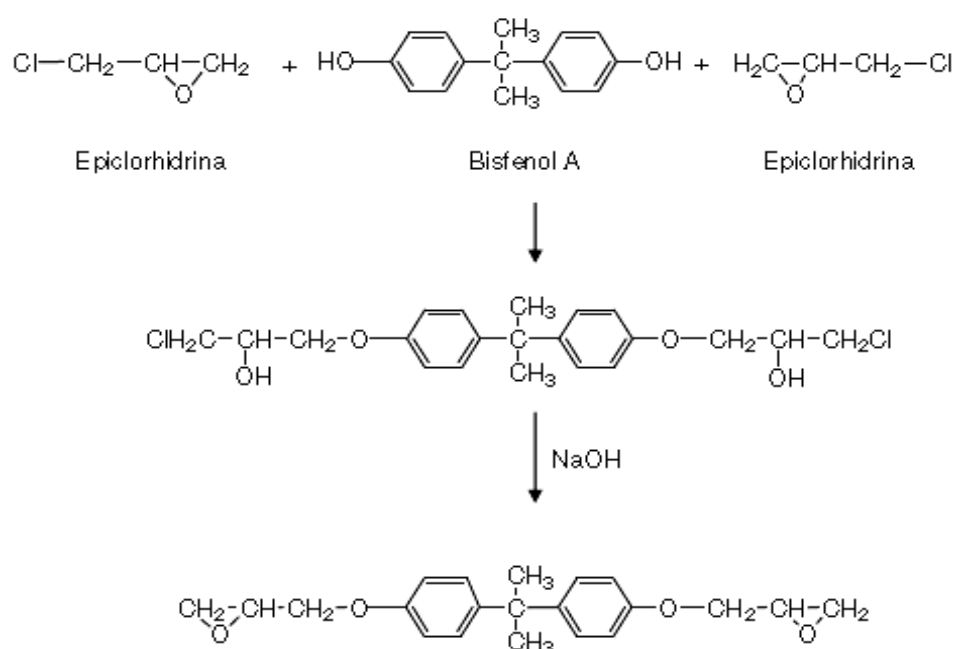


Figura 2.2: Reacción entre el Bisfenol A y la Epiclorhidrina para formar una resina epóxica
 Fuente: Hormisol [16].

Su uso es debido a la alta reactividad de la epiclorhidrina que permite su combinación con cualquier molécula portadora de

hidrógenos activos. El bisfenol A es un compuesto polar, razón por la cual la resina también es polar, lo que asegura su adhesión a superficies metálicas o polares, aparte es comparativamente barato ya que los productos de partida para su síntesis son: acetona y fenol. Variando las reacciones estequiométricas entre la epiclorhidrina y el bisfenol A [16].

Las resinas comerciales de tipo DGEBA son mezclas de diferentes pesos, si son de alto peso molecular son sólidas y si son de bajo peso molecular estas son líquidas o semisólidas, de manera que suele conocerse el peso molecular promedio pero no la distribución de los oligómeros en la muestra. En nuestra investigación usaremos de bajo peso molecular conocida comercialmente como EPON 828.

2.2.1 Propiedades Físicas y Químicas de las Resinas Epóxicas

Las características finales que puede poseer un recubrimiento epóxico no solamente dependerán del tipo de resina a utilizar, sino también del tipo de agente de curado o endurecedor, de los modificadores, sean estos cargas, pigmentos, solventes, etc. añadidos a la mezcla y de la temperatura a la cual se realiza el proceso de curado, los cuales proveen diferentes propiedades a la resina, *propiedades físicas* que se pueden

describir principalmente para las resinas epóxicas curadas mediante poliaminas.

Entre las propiedades físicas tenemos las siguientes:

- Alta resistencia a la humedad, y a la intemperie.
- Buena resistencia a la abrasión y al ataque de fluidos corrosivos.
- Tienen un cierto grado de permeabilidad al agua.
- Buena adherencia a la mayoría de sustratos.
- Gran tenacidad.
- Elevada dureza superficial y en profundidad.
- Buena resistencia a elevadas temperaturas.
- Alto grado de impermeabilidad permaneciendo inalterable ante la exposición o inmersión en agua dulce, salada y vapor de agua.
- Tienen un acabado opaco o de bajo brillo.
- Resistencia al calor hasta los 120°C en seco y hasta los 80°C en inmersión aproximadamente.
- Bastante durabilidad.
- Bajo porcentaje de encogimiento o contracción durante y después del curado.

- Alto rango de viscosidad, dependiendo del tipo de resina epóxica y del agente de curado.

En nuestro caso, las principales propiedades a ser analizadas son la resistencia a la absorción de agua, la transmisión de vapor, adherencia y rayado, en cuyo caso la resistencia de los recubrimientos basados en resinas epóxicas es sobresaliente.

Las *propiedades químicas* de las resinas epóxicas y de los sistemas que forman de acuerdo al tipo de agente endurecedor con que son curadas son muy variadas. Sus principales propiedades químicas se encuentran descritas en forma general a continuación:

- Elevada resistencia a químicos, tanto ácidos como alcalinos, y a la inmersión en gran cantidad de productos químicos.
- Buena resistencia a la mayoría de los ácidos inorgánicos no oxidados; sin embargo, la concentración y la temperatura son factores limitantes para su resistencia. Generalmente, si el recubrimiento va a estar sujeto a exposición continua se recomienda espesores de recubrimiento de 6mils de espesor, a fin de que sea efectivo en su protección contra la corrosión [17].

- Ácidos orgánicos, en forma general los recubrimientos de resinas epóxicas son resistentes al contacto con ácidos grasos excepto a altas temperaturas.
- Resinas epóxicas curadas mediante poliaminas presentan generalmente una buena resistencia a los álcalis y a las sales alcalinas, inclusive en periodos largos de inmersión continua en soluciones de soda cáustica concentrada a altas temperaturas (aproximadamente 93°C). Los sistemas epóxicos curados mediante poliamidas no son recomendados ya que no presentan gran resistencia a los álcalis.
- Soluciones salinas, los recubrimientos de resinas epóxicas presentan buena resistencia a la mayoría de las soluciones salinas y pueden ser usados a temperaturas hasta los 82°C aproximadamente [17], siendo la resistencia a la solución salina la de mayor importancia.
- Solventes, los sistemas curados al ambiente mediante poliaminas tienen una buena resistencia a los alcoholes, solventes alifáticos, aromáticos y cetonas, pero no se recomienda una prolongada exposición a solventes más activos, este sistema sólo puede soportar salpicaduras o

derramamiento de solventes activos. La resistencia de los sistemas epóxicos curados mediante poliamidas depende del tipo de ácido graso con que la resina es modificada.

- Aceites, los recubrimientos de resinas epóxicas, en general, son resistentes a todos los aceites comunes ya sean minerales, animales o vegetales y no sufren alteraciones al contacto con gasolina, diesel, lubricantes y otros hidrocarburos alifáticos.
- En lo que respecta a la toxicidad, esta depende de la formulación del fabricante, pero curados adecuadamente, los films de resinas epóxicas no son tóxicos y son apropiados para usar con productos alimenticios.

Propiedades típicas, después de siete días de curado, están:

- Resistencia a la flexión máxima (KPa) 87.56.
- Resistencia a la rotura a la compresión (KPa) 8550.
- Resistencia a la tracción (KPa) 38.610.
- Alargamiento de rotura (%) 2.0 [18].

Al igual que todos los materiales, las resinas epóxicas poseen algunas propiedades indeseables las cuales dan limitaciones:

- Precisan buena preparación de superficie.

- Temperatura mínima de polimerización: 10°C para la mayoría, hasta 0°C para formulaciones especiales.
- Tienen intervalo máximo de repintado, aunque existen formulaciones especiales "no-max".
- Tendencia a amarillear y a perder el brillo (calear) a la intemperie.
- Dos componentes, con una vida de mezcla limitada [13].

2.2.2 Aplicaciones de las Resinas Epóxicas

Las resinas epóxicas tienen una gran variedad de aplicaciones, dependiendo del tipo de resina, del agente de curado y del tipo de modificadores a utilizar, entre las cuales podemos citar las siguientes:

- Al tener propiedades dieléctricas se las utiliza como revestimiento e impregnación aislante.
- Por su estructura química con gran cantidad de grupos polares hidroxilos y éteres, las resinas epóxicas son excelentes adhesivos.
- Gracias a su resistencia a ambientes húmedos, al agua, a elementos químicos como ácidos y alcalinos, a sus propiedades mecánicas como alta flexibilidad, resistencia a

la abrasión y estabilidad térmica, las resinas epóxicas son muy utilizadas en recubrimientos industriales, aplicación que es ampliamente estudiada en este trabajo.

Nos centraremos en el uso de resinas epóxicas DGEBA como recubrimiento para la protección de acero contra la corrosión, específicamente en las propiedades de barrera que brindan estos recubrimientos. Como agente de curado usaremos una poliamida tipo poliéter de baja viscosidad y curado rápido a temperatura ambiente. Ambas serán detalladas en el siguiente capítulo.

Siendo la corrosión atmosférica de sustratos de hierro en general es el resultado de su reacción con oxígeno y agua o vapor de agua, si uno de esos elementos puede ser eliminado completamente la corrosión no ocurrirá. Por tal motivo se analizará la transmisión de vapor de agua y las placas se someterán a ambientes húmedos en presencia de cloruro de sodio para acelerar la corrosión.

En sus inicios las resinas epóxicas eran utilizadas como recubrimientos con la inserción de modificadores como pigmentos y solventes, pero desde los años 60 ha sido muy utilizado como matriz en compuestos llamados composites,

tanto con refuerzos de fibras como de partículas. Desde 1971 hasta 1984, su uso en Estados Unidos se incrementó de 21 a 86.8 millones para esta finalidad [19]. En la actualidad su uso se ha incrementado debido a su fácil compatibilidad con rellenos o nanomateriales inorgánicos para incrementar sus propiedades considerablemente.

2.3 Descripción de Agentes de Curado

Anteriormente se mencionó que las resinas epóxicas son capaces de reaccionar activamente con otros compuestos químicos portadores de hidrógenos activos, que son los llamados agentes de curado o endurecedores.

En la actualidad existe una gran variedad de agentes de curado, y su selección depende de las características y propiedades que se quiere proporcionar al recubrimiento, lo que permite obtener productos de propiedades específicas determinadas.

Existen en el mercado agentes de curado como aminas, anhídridos, resinas fenólicas, resinas de urea-formaldehído y de melamina, isocianatos y ácidos de Lewis. De este conjunto el agente curador más utilizado son las aminas, por ende nos vamos a centrar en este tipo de agente de curado, por permitir el desarrollo de reticulado o curado a temperatura ambiente.

2.3.1 Descripción de Aminas

Compuestos químicos orgánicos que se consideran como derivados del amoníaco y resultan de la sustitución de los hidrógenos de la molécula por los radicales alquilo. Según se sustituyan uno, dos o tres hidrógenos, las aminas serán primarias, secundarias o terciarias, respectivamente.

Las aminas terciarias y algunas secundarias catalizan la autopolimerización de las resinas epoxídicas a temperatura ambiente en presencia de los grupos hidroxilos ya presentes en la resina epóxica o formados a partir de la reacción.

Las aminas deben ser polifuncionales para reaccionar con varias moléculas epoxicas y producir la reticulación por unión de unas moléculas con otras [20]. Las aminas pueden ser divididas en aminas aromáticas, aminas convertidas (poliamidas y amidoaminas) y poliaminas (alifáticas, cicloalifáticas, aminas terciarias e imidazoles).

2.3.1.1 Poliaminas

Aminas alifáticas: Son las más utilizadas. Poseen la habilidad de curar a temperatura ambiente. Tienen vida limitada de mezcla o tiempo de vida de

aproximadamente 30 minutos, y necesitan de 4 a 7 días para curar completamente a 25°C, dependiendo de la resina epóxica a utilizar.

Pueden ser calentadas a 150°C para disminuir el tiempo de curado hasta 1-2 horas.

2.3.1.1.1 Polieteramina

Polieteramina es una diamina simétrica sin restricciones y de alta reactividad; al igual que otras poliaminas, imparte la flexibilidad y la resistencia a los polímeros termoestables [7].

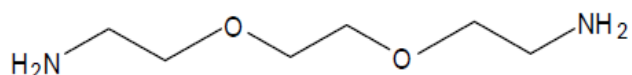


Figura 2.3: Estructura de la polieteramina
Fuente: Aguilar E. [7]

2.3.2 Reacciones de Curado de Epóxico-Aminas

El proceso de curado de resinas epóxicas puede realizarse a temperatura ambiente o aplicando calor, formando una estructura tridimensional rígida, a partir de la transformación de un líquido de bajo peso molecular en un polímero. El agente de curado rompe el anillo epoxídico introduciéndose en la cadena,

haciéndola más larga, con el consiguiente aumento de peso molecular. Se utilizaron poliamidas como agente de curado, nos centraremos en las reacciones epoxi – aminas, ya que las primeras son derivados de las segundas.

La primera reacción ocurre entre una amina primaria y un anillo epoxi para producir una amina secundaria y un grupo hidroxilo. Esta amina secundaria formada puede reaccionar con un nuevo grupo epoxi para dar lugar a una amina terciaria, y un nuevo grupo hidroxilo. Los grupos hidroxilos que sirven como catalizadores, son generados en estas dos reacciones iniciales de condensación.

La tercera reacción que se produce entre un anillo epoxi y un grupo hidroxilo, se denomina eterificación, ya que es una reacción de adición en la que se forma un enlace éter y no hay cambio neto en el número de grupos hidroxilos, ya que un grupo OH- se consume en la formación de un nuevo grupo hidroxilo. Incluso puede darse una cuarta reacción, aún sin existir aminas reactivas presentes, ya que las resinas epóxicas son capaces de reaccionar consigo mismas si la temperatura de curado es elevada. Esta reacción se llama

homopolimerización. En el siguiente gráfico se pueden apreciar todas las etapas de la reacción epoxi – amina [21].

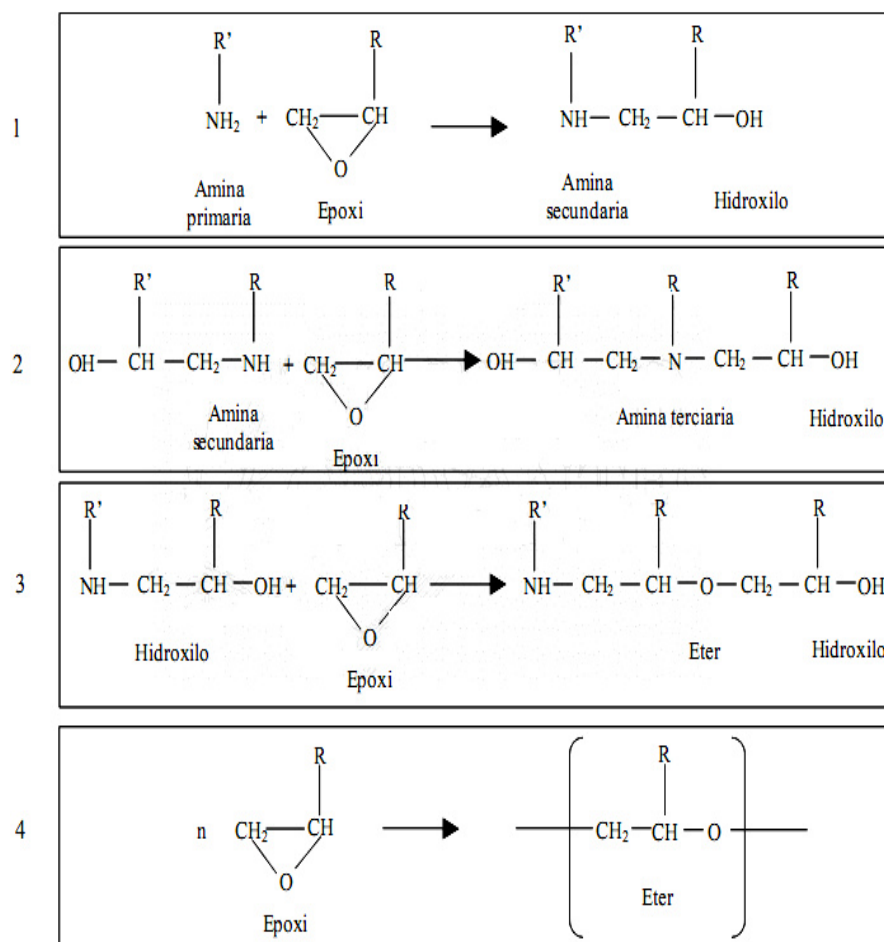


Figura 2.4: Reacciones de curado epoxi – amina
Fuente: Tecnología de Plásticos [21].

2.3.2.1 Diagrama de Curado Isotérmico Tiempo-Temperatura-Transformación (TTT) de Resinas Epóxicas

El diagrama Tiempo – Temperatura – Transformación (TTT) es la herramienta más utilizada para analizar y

diseñar el proceso de curado de resinas epóxicas [22]. A continuación se muestra un Diagrama TTT característico de Polímeros Termoestables.

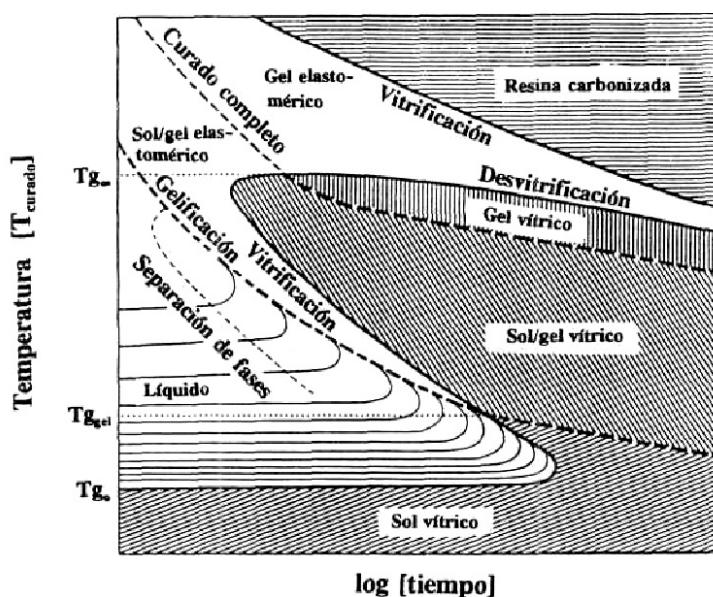


Figura 2.5: Diagrama de curado isotérmico tiempo-temperatura-transformación (TTT) de un termoestable

Fuente: Gillham J. [22]

Cuando comienza la reacción entre la resina epóxica y el agente de curado, el grado de entrecruzamiento aumenta. Al principio la mezcla es fluida, luego se va haciendo más viscosa hasta formar un sólido elástico. A este punto se lo denomina Gelificación, cuando la reacción se encuentra al 60% de completada y luego se produce una vez alcanzada la temperatura de transición vítrea T_g .

Este punto supone la transformación repentina e irreversible de un líquido viscoso a un gel elástico, perdiendo el polímero su fluidez [22]. Antes del punto de Gelificación el material es soluble. Luego de este punto coexisten una fracción soluble (sol) y una insoluble (gel). A medida que avanza la reacción, la fracción gel aumenta y continúa hasta que la fracción sol es prácticamente cero.

La Gelificación no inhibe el proceso de curado ni cambia la velocidad de reacción, pero depende de la funcionalidad, reactividad y estequiometría de los componentes utilizados. A medida que aumenta la reacción se incrementa el peso molecular y el T_g , desde un valor inicial T_{g0} , que es la temperatura de transición vítrea cuando la resina y el curador no han reaccionado, hasta $T_{g\infty}$, que es la temperatura a la cual se lograría el curado total.

Durante el curado tiene lugar un punto llamado Vitricación, que se produce cuando T_g alcanza el valor de la temperatura de curado isoterma, logrando la solidificación del material, es decir el paso de

líquido viscoso o gel elástico a un sólido vítreo. Además se produce un incremento del peso molecular y de la densidad de entrecruzamiento.

Generalmente es posterior a la Gelificación. En la Vitricación la velocidad de curado se hace extremadamente lenta, por lo cual si se necesita una reacción completa de todos los grupos epoxi se aconseja realizar un post-curado a alta temperatura [22]. La Vitricación es un fenómeno reversible y el curado puede ser completado por calentamiento, desvitricándose el termoestable parcialmente curado.

En nuestra caso, debido a que se curaba a temperatura ambiente, se obtiene solidificación muy temprano, por ese motivo el reticulado será incompleto y se ha demostrado q se alcanza máximo hasta un 70% para epóxicas y polieteramina de bajo peso molecular.

2.4 Montmorillonita

Montmorillonita (MMT) es el nombre dado a la arcilla encontrada cerca de la localidad francesa de Montmorillon (departamento de Vienne), donde el MMT fue identificado por W. C. Knight en 1896.

La montmorillonita es un filosilicato de estructura 2:1 perteneciente al grupo de las esmectitas, ya que posee una lámina octahedral ($Al_{3.0-4.0} Mg_{0-1.4} Fe^{3+}_{0-1.0}$) central de alumina fusionada entre dos hojas tetrahédricas silíceas externas ($Al_{0-0.8} Si_{7.2-8.0}$) y un catión intercambiable en la capa acuosa ($Na_{0.67-0.8}$) [23].

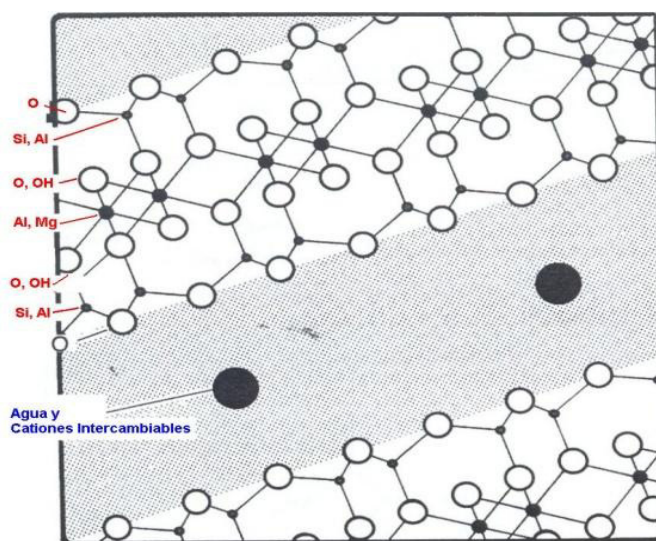


Figura 2.6: Estructura de una arcilla esmectita tipo montmorillonita

Fuente: Jang K., Chugang H., Ricky S.C., Man S.

La cual tiene la misma estructura cristalina y capas tal como el talco y la mica. Los mencionados minerales tienen carga diferente en las capas.

La distancia entre capas es de 9,5 Å aproximadamente con una lámina octaedral central de alúmina fusionada entre dos hojas tetrahédricas silíceas externas. El apilamiento de las capas conlleva a una regular separación debido a las fuerzas de Van der Waals,

llamadas interlaminar o galerías como se puede apreciar en la Figura 2.7.

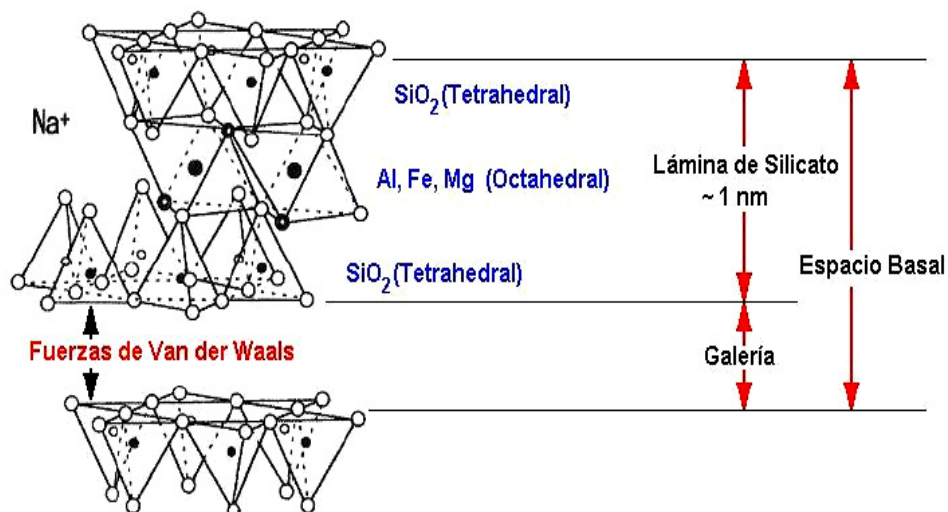


Figura 2.7: Fuerzas de Van Der Waals en la galería de la montmorillonita

Fuente: Abeiga P., Pérez J., Tapia A

La sustitución isomórfica dentro de las capas (por ejemplo Al^{+3} reemplazado por Mg^{+2} o Fe^{+2}) genera cargas negativas que son equilibradas por cationes alcalinos dentro de las galerías. La montmorillonita tiene la propiedad de absorber cationes debido a la excesiva carga negativa que tiene la superficie interlaminar, la misma que será balanceada o compensada por esos cationes absorbidos donde los más prominentes respectivamente son (Na , Ca^{+2} , Mg^{+2} , K^+). Una de las características más importantes de la montmorillonita es su carácter hidrofílico, es decir su afinidad por el agua, ya que puede absorber hasta 7 veces su peso en agua [24].

En este estado las capas de silicato son solo miscibles con polímeros hidrofílicos como el óxido de polietileno (PEO) o el alcohol polivinílico (PVA).

Si queremos mezclar arcillas en matrices poliméricas orgánicas, como son las resinas epóxicas (DGBA), polietileno (PE), poliestireno (PS), etc, debemos convertir la superficie hidrofílica de los silicatos en organofílica, es decir que sea miscible con compuestos orgánicos. Esto es posible gracias a que los cationes inorgánicos pueden ser sustituidos por cationes orgánicos como aminas y alcoholes.

Los principales modificadores orgánicos en el proceso de intercambio catiónico en la montmorillonita son los iones de alkylamonium. Estos cationes disminuyen la energía superficial de los silicatos inorgánicos incrementando el espacio entre capas de 9.5 Å a 20 Å aproximadamente.

Básicamente las sales de alkylamonium se utilizan con la montmorillonita sódica, con el fin de sustituir sus iones de sodio por iones orgánicos de amonio, haciéndola compatible con materiales poliméricos, tanto termoestables como termoplásticos, de tal forma que sea posible la dispersión de las plaquetas en una matriz

polimérica. Es así que la arcilla sódica se convierte en nanoarcilla u organoarcilla [25].

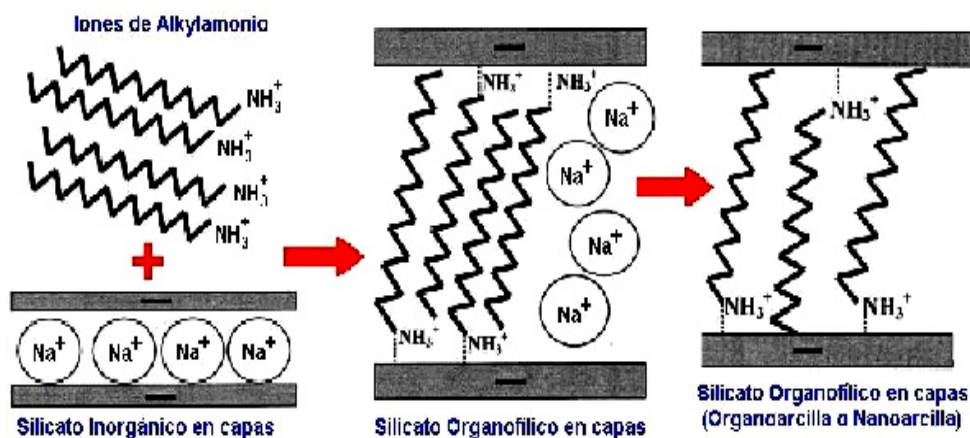


Figura 2.8: Proceso de transformación de arcilla sódica a nanoarcilla mediante el uso de sales de alquilamonio

Fuente: Departamento de Edafología y Química Agrícola. Universidad de Granada [25].

2.5 Modificadores Orgánicos

Los surfactantes también llamados agentes activos de superficie o inhibidores, son moléculas que contienen al menos un grupo hidrofílico de cabeza y un grupo de cola hidrofóbico.

Los surfactantes catiónicos son moléculas con carga positiva en los grupos de cabeza. Estos surfactantes usualmente están formados de largas cadenas de grupos amina y largas cadenas de sales de amonio. Los surfactantes aniónicos son moléculas con carga negativa en los grupos de cabeza. Como ejemplos tenemos las sales ácidas de carboxilato y las sales ácidas sulfónicas.

Los surfactantes mixtos (Zwitteriónicos) son moléculas que contienen grupos de cabeza con ambas cargas; grupo positivo (Amonio) y grupo negativo (Carboxilato o Sulfónico). Estos materiales son los típicos surfactantes o inhibidores de corrosión usados en aceites de lubricación y son más difíciles de remover por acciones química o mecanoquímicas que por las películas de una sola capa formadas por los inhibidores anódicos y catódicos.

Los surfactantes neutros son moléculas con carga neutra en los grupos de cabeza como los óxidos de polietileno y amina alcohol. Los modificadores orgánicos son un componente importante de las nanoarcillas en donde los iones de alkylamonium son los cationes orgánicos generalmente utilizados para el proceso de intercambio con la montmorillonita. Estas moléculas tienen uno o más cadenas alquil de 3 a 18 miembros de carbón [26].

Las sales de alkylamonium son ampliamente empleadas en la industria como agente de control reológico de pinturas y grasas, absorbentes para tratar los residuos de vapor contaminado y modelos para el estudio de congregación de cadenas en biomembranas [27].

La orientación y arreglo de las cadenas de alquil determinan la estructura, dependiendo también de la densidad en

empaquetamiento, temperatura y el largo de las cadenas, las cuales tienden a colocarse en posición horizontal o paralela a la superficie de la montmorillonita, formando mono-capa o bi-capa lateral de alquil, y en posición radial a la superficie formando extensas mono-capas o bi-capas tipo parafina como se detalla en la Figura 2.9 [28].

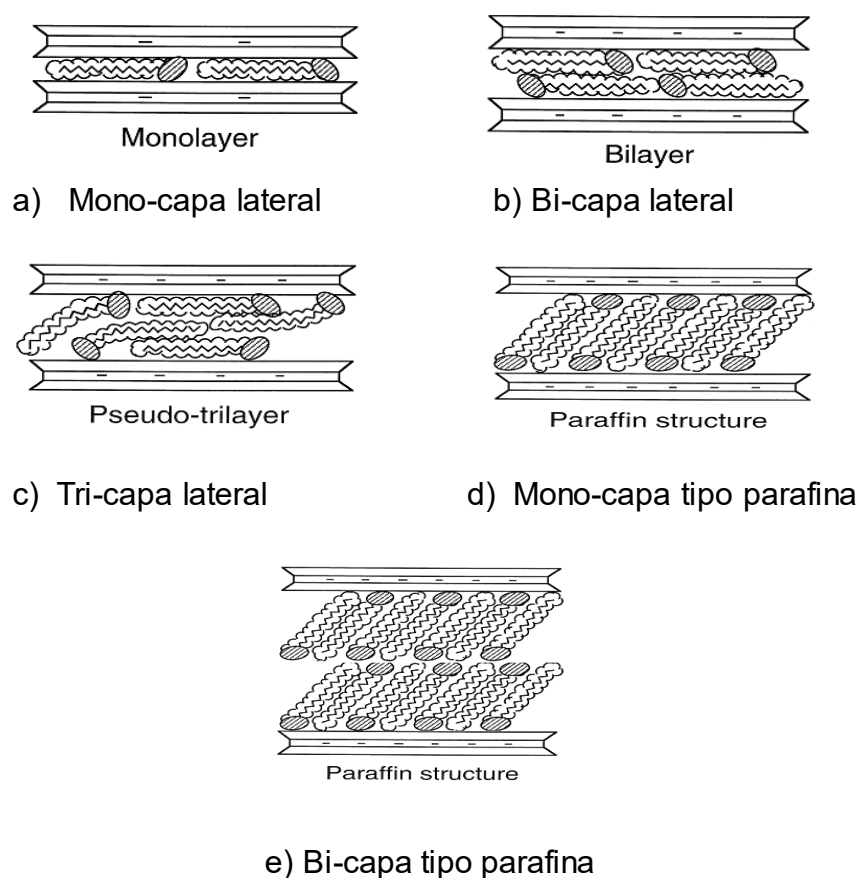


Figura 2.9: Orientación del alkylamonium en las galerías de los silicatos con diferentes orientaciones y posiciones en las capas

Fuente: Peter C. Michigan State University [28].

El surfactante o inhibidor usado en esta investigación fue Carboxilato de Amina.

2.5.1 Carboxilato de Amina

Es una molécula mixta, posee cabezales de carga positiva y negativa. Los carboxilatos ácidos pueden ser neutralizados con algunos cationes exóticos (como por ejemplo Bi), pero comúnmente reaccionan con NaOH para formar sales de carboxilato de sodio [29]. Como resultado, las aminas proveen protección catódica creando una barrera e inhibiendo la formación de H₂ en ambientes ácidos. Surfactante que ha sido utilizado como inhibidor orgánico de corrosión en pinturas, desengrasantes, fundas plásticas, limpiadores para metales [30]. Química del Benzoato disopropilamonio del tipo inhibidores de carboxilato de amina:

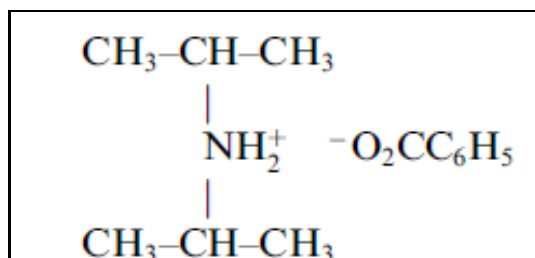


Figura 2.10: Estructura molecular del carboxilato de amina

Fuente: James G. [31]

Los inhibidores de corrosión son sustancias orgánicas de presión de vapor alta, capaces de evaporarse y condensarse en la superficie, para aumentar dicha presión se insertan iones como NO₂⁻, NH₂⁻. Lo cual permite la protección en tres fases

que son: contacto, vapor e interface, es decir realiza la protección tal como se indica en la Figura 2.11.

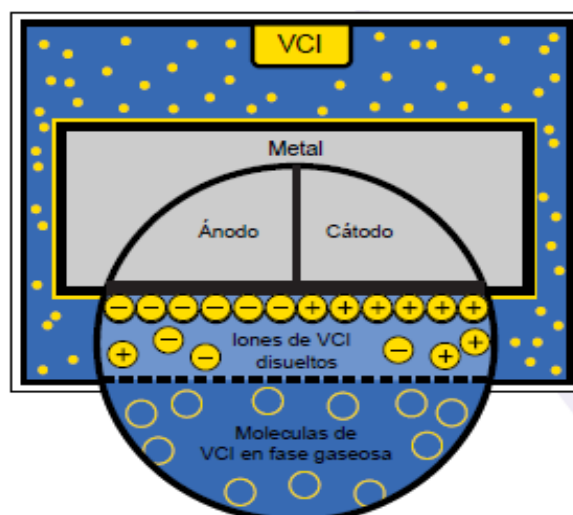


Figura 2.11: Acción iónica del inhibidor volátil de corrosión

Fuente: Bastidas J., Mora E., Feliu S. [32]

En la Figura 2.11 se representa una placa metálica dentro de un recipiente cerrado. En la parte superior, se encuentra el VCI (inhibidor volátil de corrosión) que se evapora, acondiciona la atmósfera encerrada con un vapor protector, este migra hacia las áreas más recónditas y cavidades de la placa metálica. Los puntos amarillos representan al inhibidor en fase de vapor, éste se condensa sobre toda superficie metálica, estos iones son disueltos en la capa de humedad (color azul), haciendo el agua de electrolito.

Los iones protectores son atraídos hacia las superficies metálicas, formando una película delgada monomolecular

sobre las superficies metálicas. Ésta película protectora se reconstituye a sí misma con nuevas condensaciones de vapor [32]. A diferencia de los pigmentos utilizados para protección anti-corrosiva, cuyo tamaño de partículas no llega a ocupar las micro-cavidades existentes en las superficies metálicas, como se puede mostrar en la Figura 2.12.

Los inhibidores de corrosión basados en Carboxilato de Amina, son moléculas que viajan por difusión a través del aire, agua, concreto y otros materiales hasta lograr un recubrimiento uniforme y total de la superficie metálica incluyendo las micro-cavidades y forman una capa mono-molecular, desplazando el agua, iones cloruros y otros agentes corrosivos brindando una protección eficiente a la superficie, tal como se muestra en la Figura 2.13 presentada a continuación [33].

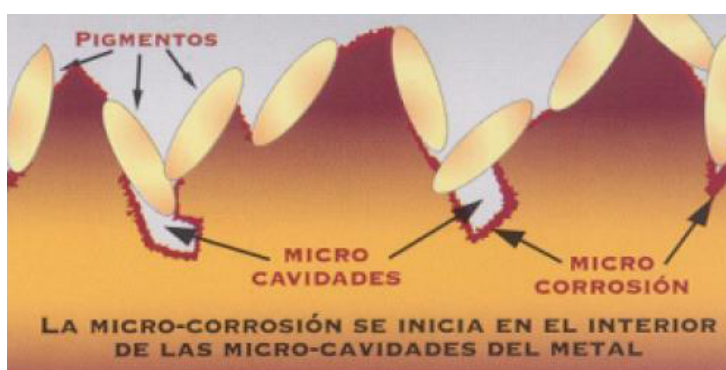


Figura 2.12: Recubrimiento tradicional con pigmentos metálicos

Fuente: Cortec. Inhibidores de Corrosión [33].



Figura 2.13: Recubrimiento con inhibidores de corrosión basado en carboxilato de amina

Fuente: Cortec. Inhibidores de Corrosión [33].

Gracias a su facilidad de difusión, puede ser utilizado en ambientes cerrados o de difícil acceso, llegando a ubicarse inclusive en piezas internas consideradas inaccesibles, por lo cual su uso es muy práctico en la industria electrónica. Y equipos expuestos a ambientes corrosivos como: líneas de condensadores de calderos, enfriadores e intercambiadores y cascos de barcos.

El tiempo de vida útil del recubrimiento utilizando carboxilato de amina es superior al del recubrimiento tradicional, ya que el este último se va degradando al pasar el tiempo, lo cual demanda a aplicar capas consecutivas para mantener la protección, lo cual a su vez genera una disminución en la transferencia de calor de los equipos y por lo tanto una reducción en la eficacia del proceso.

2.6 Aditivo Superficial de Silicona

Este es una disolución de un copolímero de polidimetilsiloxano modificado con poliéter, reducen de forma importante la tensión superficial, muy eficaz para la humectación de sustratos cíclicos, aumentando el desplazamiento superficial. Ayuda a evitar los efectos causados por el polvo y la niebla de pulverización de otra pistola mejorando su aceptación en la pintura. Reduce la sensibilidad a las corrientes de aire y mejora la orientación de los agentes mateantes [34]. Para esta investigación se utilizó un aditivo superficial de silicona llamado BYK306. Se usa de 0.1 a 0.5% sobre la formulación total según sus especificaciones técnicas.

2.7 Descripción de Nanoarcillas

Es importante aclarar los términos arcilla, nanoarcilla y organoarcilla. Las arcillas son agregados de silicatos de aluminio hidratados, procedentes de la descomposición de minerales de aluminio. Las arcillas han sido reconocidas como rellenos potencialmente útiles en matrices poliméricas para formar compuestos.

Pureza, capacidad de intercambio de cationes y la relación de aspecto son las características más importantes de las arcillas. Nanoarcilla es el término que se refiere a la nueva generación de arcillas procesadas, en forma de discos con espesor nanométrico,

que pueden ser químicamente modificadas para hacerlas compatibles con los monómeros orgánicos y con los polímeros. Se suelen denominar “organoclays” [35].

El nombre reconocido científicamente es organoarcilla. La nanoarcilla es un material híbrido (orgánico e inorgánico), donde los cationes inorgánicos entre las capas de arcillas como Na, Ca^{+2} , K^+ , etc., son reemplazados por cationes orgánicos, lo que conlleva a un incremento entre las capas tetraédricas de silicio promovido por la penetración de modificadores orgánicos entre las capas [36].

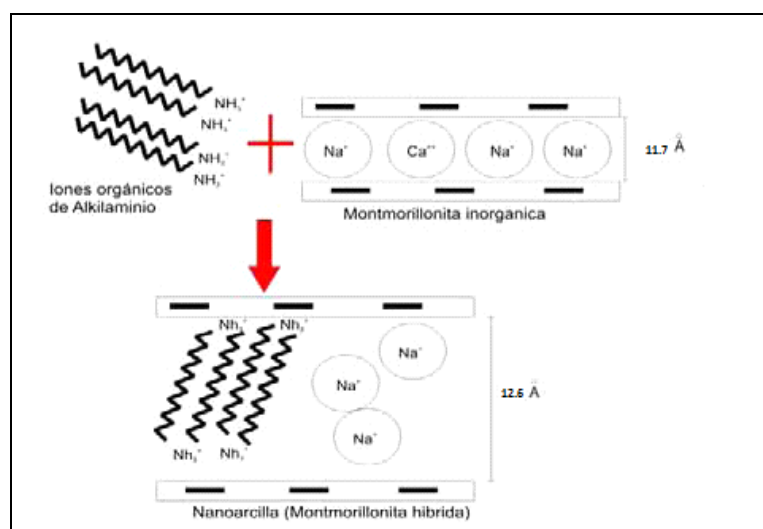


Figura 2.14: Proceso de intercambio de cationes inorgánicos por cationes orgánicos
Fuente: Rockboot Additive [36].

2.7.1 Propiedades Físicas y Químicas de las Nanoarcillas

El término nanoarcilla se usa habitualmente con diversos significados; desde el punto de vista mineralógico, engloba a

un grupo de minerales, filosilicatos en su mayoría, cuyas propiedades físicas dependen de su estructura y de su tamaño de grano, muy fino (inferior a 100nm).

Las nanoarcillas proporcionan propiedades especiales tales como:

- Mayor resistencia a la corrosión y ralentización a la flama.
- Incremento de las propiedades de barrera a humedad, solventes orgánicos, vapores químicos, gases, gasolina y sabores.
- Baja densidad y mejor claridad y brillo.
- Mayor resistencia mecánica.

El carácter híbrido de las nanoarcillas las hace compatibles con materiales orgánicos, logrando absorber del 40% al 70% de su peso en aceites, y repulsivas al agua, disminuyendo su absorción de 700% a un 7% de su peso [37]. El carácter organofílico se logra mediante el intercambio de los cationes inorgánicos de la arcilla por iones tipo onium de las sales de alkylamonium en la superficie de la galería, con el fin de emparejar la polaridad de superficie de la arcilla con la polaridad del polímero, además de expandir la galería entre placas de silicato.

La capacidad de intercambio catiónico (CEC) es una propiedad fundamental de las organoarcillas tipo esmectitas, y se lo puede definir como la suma de todos los cationes de cambio que la nanoarcilla puede absorber a un determinado pH, y es equivalente a la medida del total de cargas negativas. Se expresa en miliequivalentes por 100 gramos de mineral seco (meq/100g). El valor CEC para las nanoarcillas se encuentra alrededor de 80 meq/100g.

La hidratación e hinchamiento y la deshidratación del espacio interlaminar son propiedades características de las nanoarcillas, la absorción de agua en el espacio interlaminar produce la separación de las láminas dando lugar al hinchamiento. Esto depende del balance entre la atracción electrostática catión-lámina y la energía de hidratación del catión. A medida que se intercalan capas de agua y la separación entre las láminas aumenta, las fuerzas que predominan son de repulsión electrostática entre láminas, lo que contribuye a que el hinchamiento pueda llegar a disociar completamente unas láminas de otras.

Las arcillas son eminentemente plásticas. Esta propiedad se debe a que el agua forma una “envoltura” sobre la morfología

laminar de la partícula de tamaño extremadamente pequeño, con elevada área superficial y alta capacidad de hinchamiento, de esta forma produce un efecto lubricante que facilita el deslizamiento de unas partículas sobre otras cuando se ejerce un esfuerzo sobre ellas.

2.7.2 Aplicaciones de Nanoarcillas

La principal aplicación de las organoarcillas es la de actuar como refuerzos en nanocompuestos de matriz polimérica, interactuando tanto con termoestables (resinas epóxicas) como con termoplásticos (PE, PS, PP) con el fin de mejorar sus propiedades físicas. Además de actuar como refuerzo en plásticos, las nanoarcillas pueden ser utilizadas como absorbentes de aceites, sustancias orgánicas, metales y petróleo en caso de derrames, gracias a su carácter organofílico, es por ello que han sido aplicadas para la prevención de contaminantes y remediación medioambiental [38].

Los compuestos de nanoarcilla, que figuran en una amplia gama de nanocompuestos y termoplásticos a la venta en el mercado, se han utilizado también en la industria del automóvil

[39]. Utilizadas para la obtención de nanopigmentos en tonos más estables ante variaciones ambientales.

En relación al sector agroalimentario, para el desarrollo de nanosensores que mejoren tanto la seguridad de los procesos mediante el control de parámetros de humedad, temperatura, modificaciones en la composición de los productos, como la calidad de los propios productos a lo largo de la cadena de fabricación y distribución. En agronomía, desarrollando nanosensores que puedan ser incorporados en las propias áreas de cultivo y que proporcionen información a nivel de la propia planta: condiciones microclimáticas, humedad, contenido en nutrientes, presencia de plagas, crecimiento de dichas plantas.

En la industria alimenticia, las nanoarcillas son aplicadas como aditivos en los envases alimenticios mejorando propiedades mecánicas, térmica, barrera a los gases, entre otras; de los materiales de envasado.

En el caso de mejora de la barrera a los gases, las nanoarcillas crean un recorrido tortuoso para la difusión de las moléculas gaseosas, lo cual permite conseguir una barrera similar con

espesores inferiores, reduciendo así los costes asociados a los materiales [40].

Las nanoarcillas también son aplicadas para el desarrollo y caracterización de nuevos nanocompuestos basados en polímeros y mezclas poliméricas para aplicaciones industriales, funcionalización de envases de PET (Tereftalato de polietileno) con nanoarcillas, una metodología de diseño de envases para sistematizar la incorporación de aspectos diferenciales clave para el éxito del producto: nanocompuestos para la mejora de las propiedades barrera de materiales de envase y una sistemática de diseño de envases considerando las exigencias del consumidor, desarrollando y evaluando materiales funcionalizados con nanoarcillas [41].

En el mercado, comercialmente existen algunas arcillas tratadas con diferentes sales de alkylamonium como la Cloisite Na de la Southern Clay products, que se detallan como sigue:

2.7.3 Cloisite 20A

La nanoarcilla u organoarcilla Cloisite 20A, es una arcilla natural tipo montmorillonita modificada con una sal de amonio cuaternario (2M2HT, dimethyl, dihydrogenated tallow, quaternary ammonium); donde la cadena larga es una molécula

denominada Hydrogenated Tallow (se compone principalmente de los triglicéridos (grasa), cuyos componentes principales se derivan de los ácidos esteárico y oleico) que posee ~65% C18, ~30% C16, ~5% C14 y aniones de cloruro. El espacio entre las láminas o placas es de 22.6 Å (Ver Figura 2.15) [42].

Como está la arcilla ya tratada, se espera que el carboxilato de amina reacciones o sea absorbido por la organoarcilla.

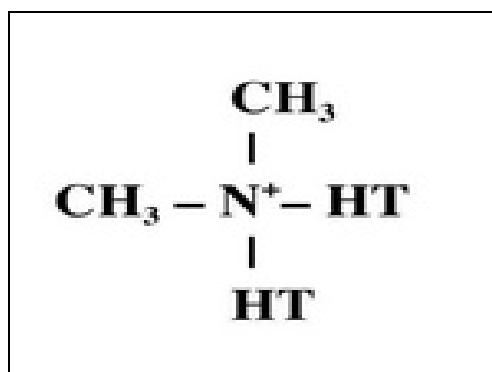


Figura 2.15: Estructura química de la nanoracilla Cloisite 20A
Fuente: Neunano [43].

2.7.4 Cloisite Na

Cloisite Na (Sódica) es una montmorillonita natural. Se la usa frecuentemente como aditivo para los plásticos mejorando varias de las propiedades físicas como la resistencia mecánica, temperatura de deflexión de calor (HDT), coeficiente lineal de expansión térmica (CLTE) y mejorar las propiedades de barrera contra la humedad [42].

El proceso de transformación de arcilla sódica a nanoarcilla mediante tratamiento superficial con sales de alkylamonium. Se dispersa la arcilla en una solución y se le agrega la sal de alkylamonium con la que se va a realizar el intercambio catiónico. Al final la arcilla sódica tendrá en su estructura el catión de alkylamonium. Ver Figura 2.16 [2].

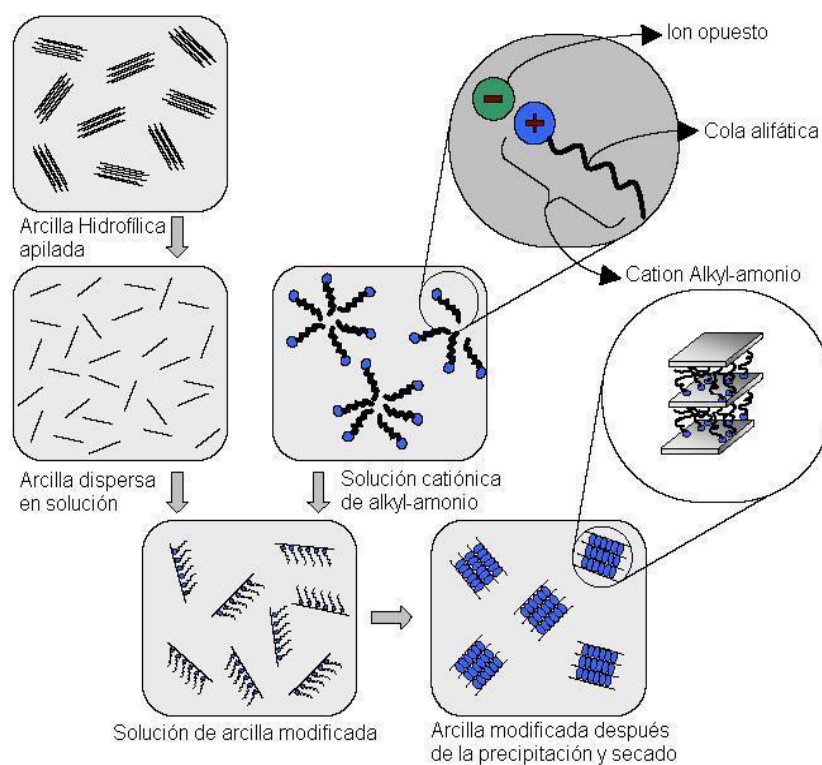


Figura 2.16: Proceso de transformación de arcilla sódica organoarcilla mediante tratamiento superficial con sales de alkylamonium

Fuente: Apolo A. [2]

Se espera un intercambio catiónico con el carboxilato de amina, específicamente con la amina, sin embargo no se espera un gran espaciamiento basal debido al pequeño tamaño de la

cadena de aminos. Esto se comprobará en los análisis en los siguientes capítulos.

2.8 Nanocompuestos de Resinas Epóxicas y Nanoarcillas

Los nanocompuestos de polímero-nanoarcilla representan una nueva clase de plásticos derivados de la incorporación de nanopartículas dentro de los polímeros.

Los nanocompuestos de polímero-nanoarcilla se dividen en dos grandes subgrupos de acuerdo al grado en que los rellenos se encuentran dispersos en la matriz, estos son: Intercalados y Delaminados o Exfoliados. En la Figura 2.17 se puede apreciar los diferentes grados de dispersión de un nanocompuesto.

Los nanocompuestos intercalados de polímeros y nanoarcillas son conocidos por tener cadenas solas de polímero ampliamente extendidas entre las láminas de la arcilla dentro de la región de la galería. Las láminas de arcilla se encuentran muy bien ordenadas periódicamente y en estructuras apiladas conformadas típicamente por 5 o más láminas individuales.

El proceso de intercalación puede ser monitoreado mediante el rastreo o seguimiento del incremento del espacio basal, ya que las

galerías deben expandirse para poder albergar a las grandes moléculas del polímero.

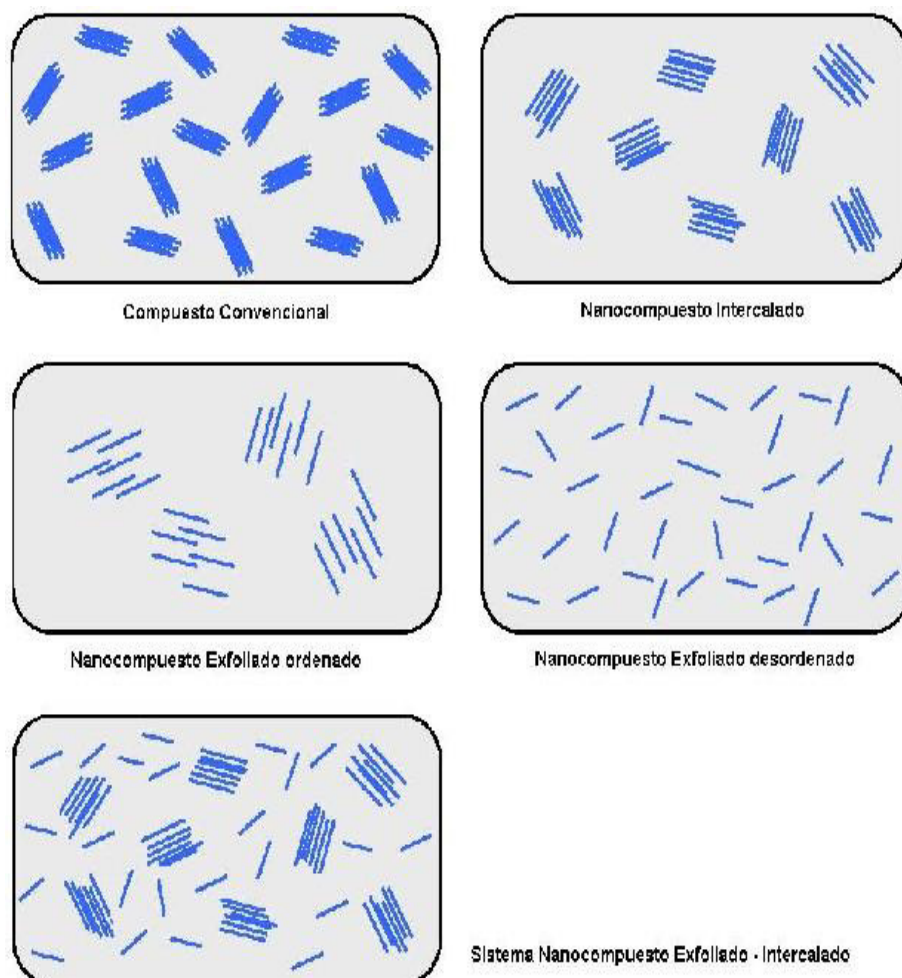


Figura 2.17: Niveles de dispersión de partículas (líneas) en un nanocompuesto de matriz epóxica

Fuente: Aguilar E. [7]

La estructura exfoliada de un nanocompuesto se caracteriza porque las láminas de nanoarcilla se encuentran idealmente bien dispersas de manera aleatoria (respecto a la orientación) dentro de la matriz polimérica.

En este caso las láminas de arcilla han perdido su estructura apilada y su orientación, y si la estructura llega a ser realmente exfoliada entonces no existirán espacios basales en el nanocompuesto o estos espacios serán muy grandes (nanocompuestos exfoliados-ordenados) [7].

Ya que es difícil distinguir entre un nanocompuesto intercalado y un exfoliado, la literatura define un parámetro para determinar qué tipo de compuesto se tiene, el cual es el espacio entre las láminas de nanoarcilla (L), que es el Espacio Basal.

En general, la literatura define un nanocompuesto intercalado como aquel que tiene un Espacio Basal " L " menor a 60 \AA , mientras que un nanocompuesto exfoliado tiene espacios basales mayores a 60 \AA . Lógicamente estos números no son líneas de división absolutas entre estos dos tipos de nanocompuestos.

Los sistemas nanocompuestos Intercalados – Exfoliados no son más que una mezcla entre los dos anteriores, donde las láminas de nanoarcilla se encuentran algunas dispersas aleatoriamente y otras apiladas.

2.8.1 Propiedades Físicas y Químicas de Nanocompuestos de Resinas Epóxicas y Nanoarcillas

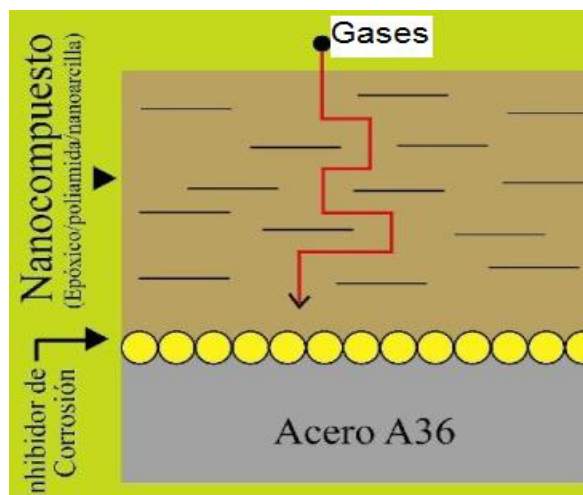


Figura 2.18: Camino de los gases a través de un film de nanocompuesto intercalado

Fuente: Aguilar E. [7]

En general, las propiedades físicas de las resinas epóxicas son incrementadas al añadir nanoarcillas a su estructura. Las propiedades de barrera contra gases son mejoradas significativamente. Esto ocurre siempre que se haya alcanzado una dispersión correcta de las láminas en la matriz epóxica.

Esta propiedad se maximiza si se alcanza la exfoliación total, ya que de esta forma el camino tortuoso que los gases tienen que atravesar es mayor que con una estructura intercalada. (Ver Figura 2.18)

Cuando las moléculas de los agentes corrosivos intentan ingresar hacia la superficie metálica, necesariamente tienen que atravesar la capa de recubrimiento, en el caso del recubrimiento desarrollado con nanoarcillas en su composición este camino les representa un mayor esfuerzo, ya que las partículas de arcilla se encuentran dispersas en la capa protectora. Este esfuerzo presentado va a reflejarse en un mayor tiempo de duración del recubrimiento, ya que les va a tomar mucho más tiempo llegar hacia la superficie recubierta.

Cabe mencionar que las nanoarcillas presentan una serie de capas en su estructura molecular, lo cual les representará a las moléculas corrosivas una desviación en su trayecto hacia la superficie metálica, con esto se logra no solo que los iones corrosivos detengan su velocidad, sino que además el tiempo se prolongue al cambiar la dirección de su trayecto, lo cual contribuirá a disminuir la velocidad de corrosión de las superficies protegidas.

A diferencia de aumentar el espesor de la capa protectora para lograr un incremento en el tiempo de trayecto, con lo cual disminuye la adherencia del recubrimiento al sustrato, además se ven afectadas propiedades estéticas como: color y brillo, y

representa mayor inversión económica al necesitar de la aplicación de varias capas para alcanzar la protección deseada, este tipo de recubrimiento permite dificultar el trayecto de los agentes oxidantes, sin necesidad de aumentar el espesor de la capa protectora, presentando una mejor protección al sustrato sin afectar su presentación.

A continuación se pueden ver gráficos relacionados a la influencia del contenido de nanoarcillas en la permeación de humedad, permeabilidad de vapor de agua y absorción de humedad. Podemos apreciar claramente como estos valores disminuyen a medida que aumenta la concentración de organoarcilla.

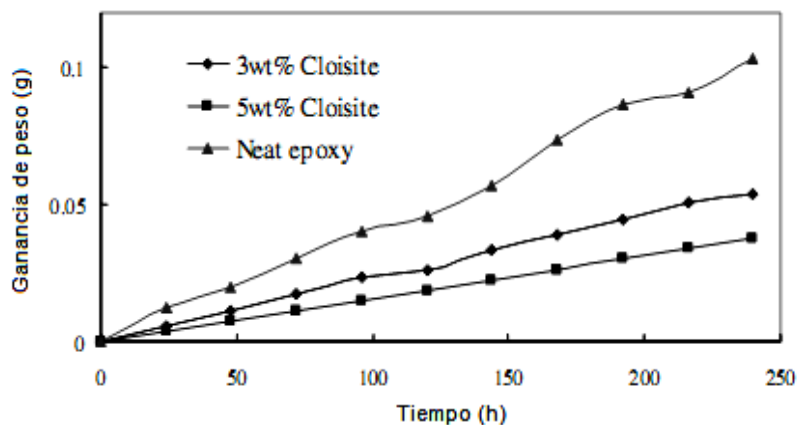


Figura 2.19: Ganancia de peso de desecante en test de permeación de humedad para tres muestras con 0,3% y 5% de Cloisite 20A

Fuente: Aguilar E. [7]

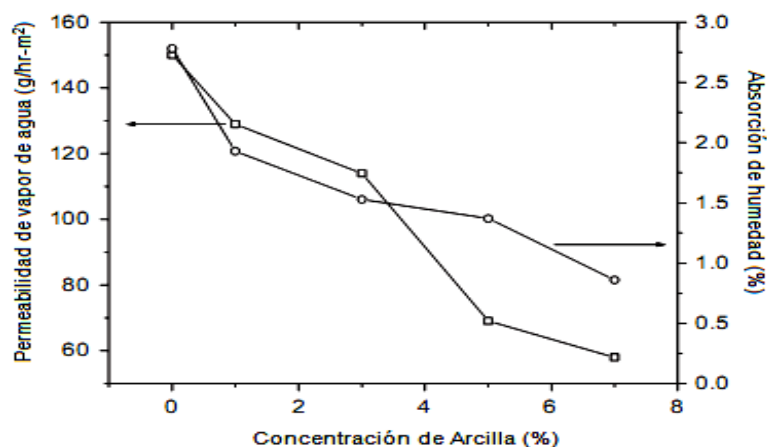


Figura 2.20: Variación de la permeabilidad de vapor de agua y la absorción de humedad de nanocompuestos epóxicos con respecto a la concentración de nanoarcilla

Fuente: Aguilar E. [7]

Las propiedades mecánicas tales como el Esfuerzo de Tensión, Módulo de Tensión y Resistencia al Impacto también se ven incrementadas debido a los refuerzos de nanoarcillas

En cuanto a propiedades térmicas, se sabe que la estabilidad térmica mejora con la inserción de nanoarcillas en la estructura epóxica. La temperatura de degradación es mayor en los nanocompuestos comparado con recubrimientos sin refuerzo [7]. En cuanto a propiedades químicas, no existen reportes de mejoras en cuanto a resistencia a sustancias químicas, ya sean ácidos o alcalinos. Generalmente se asume que los Nanocompuestos tienen la misma resistencia a sustancias químicas que la resina epóxica del cual está elaborado.

CAPÍTULO 3

PARTE EXPERIMENTAL

3 PARTE EXPERIMENTAL

3.1 Descripción de materiales y reactivos

A continuación se describen los materiales y reactivos empleados para el desarrollo de nanocompuestos a base de resinas epóxicas y nanoarcillas:

- **Arcilla Cloisite Na**

Es una arcilla natural tipo montmorillonita, sin tratamiento, con modificador orgánico. Presenta un porcentaje de humedad de 4-9% y una capacidad de intercambio catiónico (CEC) igual a 95 meq/ 100 g arcilla. Es utilizada como aditivo para plásticos con la finalidad de mejorar sus propiedades tanto físicas como de refuerzo, temperatura de desviación del calor (HDT), Coeficiente de dilatación térmica lineal (CTE) y barrera [44].

Su Hoja Técnica puede ser revisada en el Apéndice A de esta tesis.

Sus propiedades características son:

- Color: Blanco opaco.
- Porcentaje de peso perdido en ignición: 7%.
- Gravedad específica: 2.86 g/cc.

- Espacio basal: $d_{001} = 11.7 \text{ \AA}$

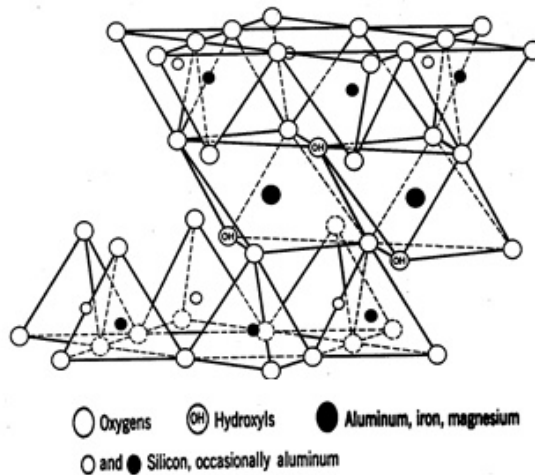


Figura 3.1: Estructura de la montmorillonita

Fuente: Departamento de Edafología y Química Agrícola. Universidad de Granada [25].



Figura 3.2: Nanoarcilla Cloisite Na

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Nanoarcilla Cloisite 20A**

Es una arcilla natural tipo montmorillonita modificada con una Sal de Amonio Cuaternario. Tratada con modificador orgánico

(2M2HT), con una concentración del mismo de 95 meq/100g Clay. Presenta un porcentaje de humedad menor al 2%. Su estructura se muestra a continuación:

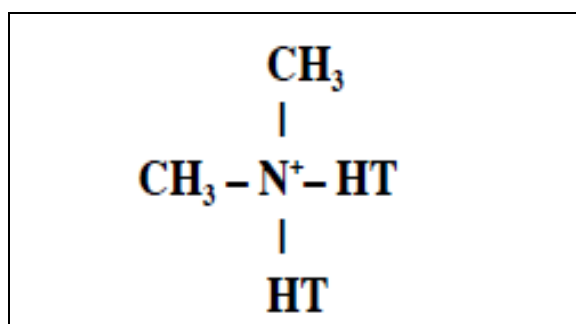


Figura 3.3: Estructura química de la nanoarcilla Cloisite 20A

Fuente: Southern Clay Products [45].

Donde HT es un sebo hidrogenado (Hydrogenated Tallow), aproximadamente (~65% C18; ~30% C16, ~5% C14) [52].

Sus propiedades características son:

- Color: Blanco opaco.
- Porcentaje de peso perdido en ignición: 38%.
- Gravedad específica: 1.77 g/cc.
- Espacio basal: $d_{001} = 24.2 \text{ \AA}$.

Utilizada como aditivo para polímeros para mejorar varias propiedades físicas como de refuerzo, HDT y barrera. En la Figura 3.4 se muestra una foto de la nanoarcilla Cloisite 20A, su Hoja Técnica puede ser revisada en el Apéndice B.



Figura 3.4: Nanoarcilla 20A
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Surfactante Carboxilato de Amina (RM- 210)**

Es un surfactante de tipo mixto ya que contiene un segmento liposoluble (grupo carboxilo) y otro hidrosoluble (grupo amina). Su composición permite que se impida la reacción de oxidación tanto en el ánodo como en el cátodo [46].

Es utilizado como inhibidor de corrosión orgánico, en pinturas, desengrasantes, fundas plásticas, limpiadores para metales, tiene aspecto sólido cristalino [30].



Figura 3.5: Carboxilato de Amina
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Resina Epóxica (EPON 828)**

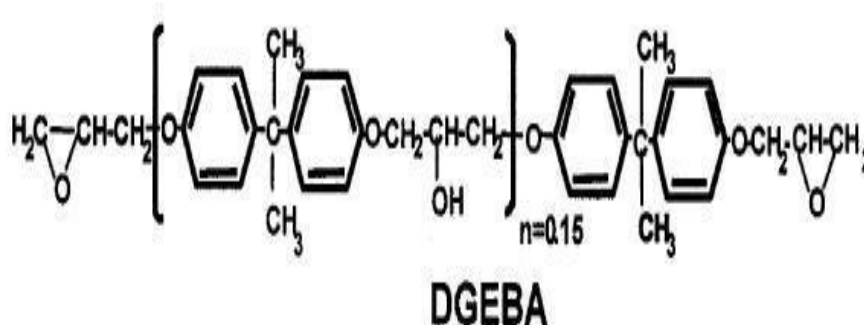


Figura 3.6: Estructura química de la resina EPON828

Fuente: Aguilar E. [7]

La resina EPON 828 es una resina de epoxy líquida derivada A/epichlorohydrin clara no diluida del bisphenol del difuncional. Se obtienen muy buenas características de resistencia mecánica al roce y tráfico pesado, elevada resistencia química a los disolventes, aceites y grasas y buena adherencia sobre el cemento.

Especificaciones:

- Aspecto: Líquido claro, amarillo claro
- Peso equivalente del epóxido, g/eq: 185-192
- Viscosidad, pa.s: 11.0-15.0

Utilizado industrialmente en:

- Suelos Industriales y garajes por su resistencia al desgaste

- Recubrimientos de suelos de hormigón y metálicos, debido a que permite una impermeabilización total
- Protección de sistemas de acero estructural y hormigón, por su resistencia al agua y a contaminantes químicos [47].

Este tipo de compuesto será utilizado en la elaboración de los nanocompuestos, para ello es necesario mezclarlo con un agente endurecedor a base de poliaminas (Jeffamine D230 polietheramine). Su Hoja Técnica puede ser revisada en el Apéndice C.



Figura 3.7: Resina Epon 828

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Jeffamine D230 polietheramine**

Es una polietheramine se caracteriza por la repetición de unidades de oxipropileno en la columna vertebral. Es una amina disfuncional primaria con un peso molecular medio de aproximadamente 230. Se encuentra en estado líquido, de aspecto incoloro a amarillo claro y al igual que otras Jeffamine

imparte flexibilidad y resistencia a los polímeros termoestables [48]. Es utilizada como agente de curado para resina epoxi, en nuestro caso en particular será el agente de curado utilizado para elaborar los 13 nanocompuestos.

Aplicaciones:

- Reacciona con ácidos carboxílicos para formar adhesivos de fusión en caliente
- Las sales pueden formarse fácilmente para el uso de surfactante

El agente curador Jeffamine D230 debe ser mezclado completamente con la resina, para garantizar que ambos reactivos se consuman de la manera que se espera, sin embargo este proceso no es sencillo debido a la alta viscosidad que presenta la resina epóxica, lo cual exige que se utilice un sistema más complejo que el de agitación manual.

Para optimizar el mezclado se utilizará un sistema de agitación, con un tiempo de agitación de 4 horas; en base al material utilizado de referencia para la elaboración de los compuestos y nanocompuestos [5]. Además es necesario controlar la temperatura de mezclado, la cual será de 30°C en baño maría;

esta temperatura es fundamental para lograr la eliminación de burbujas en la mezcla.

Beneficios:

- Baja viscosidad (9.5 cSt, medida a 25°C)
- Completamente miscible con una amplia variedad de disolventes, incluyendo el agua.
- Proporciona duros recubrimientos transparentes, resistentes al impacto, piezas de fundición y adhesivos.

En la figura 3.8 se muestra una foto de la JeffamineD230, su Hoja Técnica puede ser revisada en el Apéndice D.

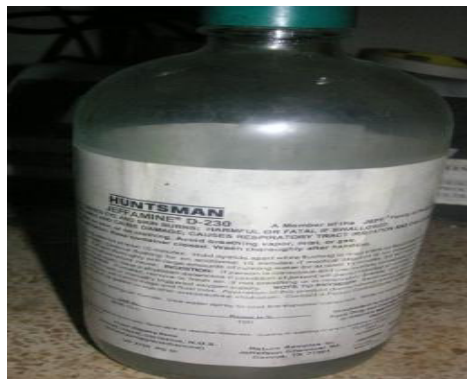


Figura 3.8: Jeffamine D230
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Aditivo BYK306**

Es un aditivo superficial de silicona con una fuerte reducción de la tensión superficial. Está compuesto por una disolución de un polidimetilsiloxano modificado con poliéter.

BYK306 es un aditivo muy eficaz para la humectación de sustratos. Ayuda a evitar los defectos causados por el polvo mejorando su aceptación en la pintura [49].

Contiene componentes peligrosos como xileno, mezcla de isómeros, 2-fenoxietanol y etilbenceno, los cuales al inhalar sus vapores o al contacto con los ojos y la piel causan irritación, por lo que se recomienda utilizar el equipo de protección personal adecuado para eliminar las posibles afecciones.

Sus propiedades físicas y químicas son las siguientes:

- Aspecto: líquido, color amarillo claro.
- Olor: aromático.
- Punto de inflamación : 25,00°C
- Temperatura de ignición : 425,00°C
- Densidad : 0,9280 g/cm³ a 20,00°C

Contraindicaciones:

- Líquido inflamable.
- Toxicidad aguda en caso de inhalación e ingestión.
- Irritación cutánea y ocular, en caso de contacto.

Recomendaciones:

- Líquido inflamable.

- Toxicidad aguda.
- Mantener alejado de fuentes de calor, chispas o superficies calientes.
- Utilizar en un lugar bien ventilado.
- Utilizar guantes, gafas y máscara de protección.

A continuación se presenta una fotografía del aditivo BYK306 en la Figura 3.9, su hoja técnica puede ser revisada en el Apéndice E.



Figura 3.9: Aditivo BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Desecante Gel de Sílice**

Marca J.T. Baker, es un absorbedor de humedad, en forma de perlas o en polvo de color azul debido a las sales de cobalto en su composición, las cuales se vuelven gradualmente de color rosa, indicando que han absorbido humedad hasta el punto de

saturación y necesitan ser regeneradas o reemplazadas. Para regenerar el desecante de sílica gel es necesario calentarlo en una mufla puede producir irritación en caso de contacto con la piel [50].

Tabla I: Cambio de coloración de sílica gel

Color	% de Humedad Absorbida
Azul	0 - Desecante Activado
Violeta	10%
Rosa	19%
Rosa Pálido	28%

Fuente: Graco INC. [50]



Figura 3.10: Desecante gel de sílice

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Alcohol Eílico**

Conocido solvente industrial, altamente inflamable. Presenta excelente solubilidad en agua. Será utilizado en el proceso de purificación de la nanoarcilla y en la limpieza de los materiales utilizados.

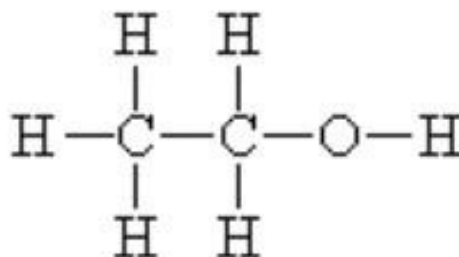


Figura 3.11: Fórmula molecular del alcohol etílico

Fuente: Hoja Técnica Alcohol [51].

Propiedades Físicas y Químicas:

- Apariencia: Líquido incoloro volátil de olor característico
- Gravedad Específica (Agua=1): 0.7893 / 20°C
- Punto de Ebullición (°C): 78 – 79
- Densidad Relativa del Vapor (Aire=1): 1.60 [58]



Figura 3.12: Etanol

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Acetona**

Considerado un disolvente orgánico tóxico. A temperatura ambiente se presenta como un líquido incoloro de olor

característico. Se evapora fácilmente, es inflamable y es soluble en agua. Utilizado industrialmente como base de lacas, resinas y barnices. Será utilizado en la limpieza de materiales posterior a su uso [52].

- **Agua destilada**

Es aquella agua de la que se ha eliminado todas las sales, para esto es necesario que pase por una mezcla de resinas aniónicas y catatónicas. Además se encuentra libre de microorganismos. Utilizado ampliamente en el sector industrial como solvente [53].



Figura 3.13: Agua Destilada
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Vasos de precipitación**

Marca Boeco, utilizado muy comúnmente en el laboratorio, sobre todo para preparar y calentar sustancias. Dependiendo de la aplicación se variará el tipo de vaso según su capacidad. En el

proceso de purificación o lavado de la arcilla 20A se utilizará el de capacidad igual a 1000ml, para el mezclado y agitado de los componentes en la elaboración de los nanocompuestos se utilizará vasos de menor capacidad (25ml y 100ml).



Figura 3.14: Vaso de precipitación de 250ml

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Pinzas metálicas**

Permite la manipulación y traslado de las probetas, específicamente en la prueba de absorción de agua para realizar el pesado de las mismas.



Figura 3.15: Pinza metálica

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Espátulas**

Elaboradas en material metálico en su totalidad, permite un mejor manejo de las sustancias en estado sólido, especialmente cuando se requiere en muy pocas cantidades. Es necesaria una correcta limpieza previa y posterior a su utilización con la finalidad de evitar contaminar las otras muestras.



Figura 3.16: Espátula

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Agitador**

Están hechos de varilla de vidrio, se utilizan para agitar o mover sustancias, facilitando su homogenización o mezclado. Utilizado en el proceso de lavado de la arcilla, como a lo largo de la fase de elaboración de los nanocompuestos, permitiendo eliminar problemas asociados a las arcillas, como es la presencia de grumos en las mezclas, además sirvió de gran utilidad en la aplicación de los compuestos para la formación de las probetas y films [54].



Figura 3.17: Agitador
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Láminas de Polietileno de baja densidad**

Sin pigmentos ni aditivos, presenta buena claridad, flexible y resistente. Elaboradas a partir de polietileno de baja densidad, el cual es un termoplástico que presenta gran resistencia a los productos químicos, grasas, ácidos y bases [55]. Se utilizará para la elaboración de pouches en el Ensayo de Transmisión de Vapor de Agua, sobre estas láminas se aplicarán los films los nanocompuestos, ya que las láminas son fácilmente sellables por calor.

- **Placas de Acero**

Con dimensiones de 120mm x 75mm y 0.6mm de espesor. Elaboradas a partir de acero roladas en frío, el cual es ampliamente utilizado en aplicaciones arquitectónicas específicamente en sus elementos estructurales como vigas pilares, debido a su elevada resistencia mecánica. Sin embargo este tipo de material presenta un gran poder de oxidación en contacto con la atmósfera, por lo cual es necesario protegerlo.

En nuestro caso en particular aplicamos un recubrimiento de pintura epóxica sobre las placas de acero, las cuales serán utilizadas en el Ensayo de Dureza (ASTM D 1474), Ensayo de Niebla Salina y Ensayo de Adherencia (ASTM D 3359).



Figura 3.18: Placas de acero
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Recipientes plásticos**

Elaborados a partir de polipropileno, de forma cilíndrica con tapa. De color transparente, adecuado para colocar las probetas elaboradas para realizar el Ensayo de Absorción de Agua según la Norma ASTM D 570.



Figura 3.19: Recipientes plásticos
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Mortero y pistilo**

Elaborados con cerámica, permiten mezclar sustancias. Presenta buenas propiedades mecánicas, resistencia al golpe y escaso desgaste de su superficie. Además hace posible el proceso de pulverización, eliminación de grumos y homogenización de materiales, en nuestro caso en particular de las nanoarcillas.



Figura 3.20: Mortero y Pistilo
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Placas de Teflón**

Brinda una superficie inerte para el proceso de curado de las probetas cuadradas, rectangulares y circulares. Es flexible y permite remover las probetas sin dificultad, ya que su superficie es antiadherente. Además soporta elevadas temperaturas.



Figura 3.21: Placas de Teflón

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

3.2 Descripción de Equipos y accesorios:

- **Deshumidificador**

Marca Soleus Air, permite mantener las condiciones controladas de humedad en el ambiente, ya que pasa el aire por una serie de pasos en los cuales se varía la temperatura, luego de los cuales la humedad es condensada en el equipo y puede ser fácilmente eliminada, ya que se acumula en la bandeja ubicada en la parte inferior del mismo.

Cuando el tanque de agua está lleno, automáticamente se produce un sonido de alarma y se enciende una luz debajo de la palabra FULL, lo cual indica que es necesario vaciar el agua del tanque y colocarlo en su posición inicial, para que el equipo funcione correctamente [56].



Figura 3.22: Deshumidificador

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.



Figura 3.23: Vaciado del tanque del deshumidificador

Fuente: Soleus Air [56].

- **Balanza Analítica Digital**

Utilizada para realizar mediciones de las sustancias utilizadas en la elaboración de los nanocompuestos, permitiendo cuantificar el peso de los mismos, siendo de gran utilidad al momento de elaborar los nanocompuestos con las proporciones definidas para cada formulación.



Figura 3.24: Balanza Analítica
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Higrómetro digital**

Es un dispositivo que mide la humedad relativa. Permite tomar los valores de temperatura y humedad del medio ambiente. Utilizado en el Ensayo de Transmisión de Vapor de Agua (Norma ASTM D 1653).



Figura 3.25: Higrómetro digital
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Desecador**

Con capacidad de 10 litros, permite mantener las muestras utilizadas (arcillas) en una zona limpia y deshidratada por medio

del vacío. Especialmente utilizado para mantener deshidratada a la arcilla Cloisite 20A, la cual tiene gran propiedad higroscópica. Fabricado con un vidrio muy grueso, presenta dos cavidades; en la inferior se coloca el desecante (sílica gel), y en la superior puede ir colocada la muestra. El desecante debe ser removido y reemplazado por otro cuando cambie su color azul, adquiriendo un tono rosa pálido.



Figura 3.26: Desecador
Fuente: Burgos O., Chávez M.,
Vera G.

- **Mufla**

Permite configurar la temperatura a la cual se desea trabajar, proporcionando un ambiente controlado ideal para evitar la contaminación de las muestras que se colocarán en su interior.

Será utilizado para el secado de la nanoarcilla (Cloisite 20A) posterior a su lavado, para colocar las probetas durante el proceso de curado (7 días) y para el Ensayo de Transmisión de Vapor Agua, en el que se simulará el ambiente húmedo.



Figura 3.27: Mufla

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Selladora de polímeros**

Tamaño pequeño, ergonómico y de rápido calentamiento. Proporciona un sello impermeable al aire y agua. Utilizada para sellar los pouches de nanocompuestos para la prueba de Transmisión de Vapor de Agua (Norma ASTM D 1653).



Figura 3.28: Selladora de plásticos

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Aplicador de película**

Marca GARDCO, fabricado de acero inoxidable, el cual nos permite obtener películas húmedas con espesores desde 1mils hasta 8mils, y con un ancho de 50mm. Se utilizará para la

aplicación de las mezclas sobre las láminas de polietileno y sobre las placas metálicas.



Figura 3.29: Aplicador de película Gardco

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Kit de Prueba de Adherencia**

Contiene un cortador cruzado, elaborado a partir de acero, el cual tiene 11 dientes separados. Permite trazar líneas perpendiculares en las placas metálicas y formar una rejilla de 100 cuadros. La rejilla se puede comparar con la Tabla VII y clasificarla según los resultados obtenidos experimentalmente.

Además incluye una cinta adhesiva, que permite retirar el material removido de la placa, a la cual se le ha aplicado el rayado con el cortador y una lupa con linterna incluida, para una mejor apreciación de la rejilla.

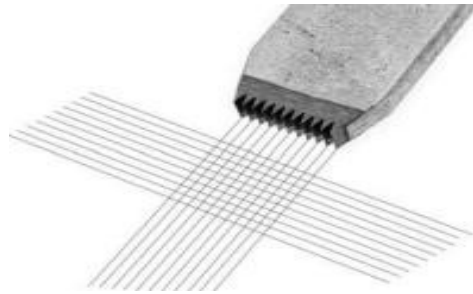


Figura 3.30: Equipo prueba de adherencia

Fuente: Twilight Kit de Adherencia [57].

- **Equipo de Rayado**

Está compuesto por 8 titulares mecánicas de dibujo, los cuales tienen apariencia de lápices. Elaboradas con plomo, ubicados en una matriz circular sobre un cilindro de plástico.

Los lápices están identificados por números de 1 a 8. Utilizado en el Ensayo de Dureza según la Norma ASTM D1474.



Figura 3.31: Equipo de rayado

Fuente: Gardco Pencil Hardness [58].

- **Agitador Magnético**

Marca Cole Parmer. Además de permitir su utilización para homogenizar sustancias, puede ser utilizada como plancha de

calefacción, permitiendo elevar la temperatura en un rango de 30°C a 380°C. Utilizado en el proceso de mezclado de la resina epóxica, la nanoarcilla y el inhibidor de corrosión.

- **Agitador Mecánico**

Utilizado en el proceso de mezclado de la epóxica, nanoarcilla e inhibidor. Permite controlar la velocidad del movimiento de 60 – 500 min^{-1} , cuenta con una potencia del motor 70W. Además es apropiado para agitar sustancias con una viscosidad de hasta 10000mPas y puede ser utilizado de manera continua [66].



Figura 3.32: Agitador magnético y mecánico
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

- **Mechero de Bunsen**

Utilizado en los laboratorios para calentar muestras, su llama puede ser modificada si se le varía la entrada de aire la cual es

controlada manualmente en la parte inferior del mechero. Será utilizado en el Ensayo de Flamabilidad.



Figura 3.33: Mechero de bunsen

Fuente: Wikipedia [60].

3.2.1 Reómetro de Torsión para mezclado

Marca Brabender, serie 30/50 EHT, consiste en un mezclador y un controlador de temperatura. Todas las superficies en contacto con el material de la muestra se deben limpiar muy bien al terminar el mezclado.



Figura 3.34: Equipo de torsión

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

3.2.2 Difractómetro de rayos X

Este equipo permite la identificación de fases y su análisis cuantitativo, cristalografía, medición de capas delgadas, texturas, proteínas, etc. En nuestro caso se utilizará para determinar el espaciamiento basal entre las capas que conforman los nanocompuestos desarrollados [61]. Se utilizó el difractómetro modelo XPERT-PRO Serie 12NC943003040601.



Figura 3.35: Equipo Difractómetro de Rayos X

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Los parámetros fijos para el programa en el Difractómetro son presentados a continuación:

Configuración: Spinner de Reflexión-Transmisión

- Ajustes de instrumentos
 - Difractómetro

- Posiciones
 - ❖ $\theta = 2,000^\circ$
 - ❖ Desplazamiento = 0.000°
 - ❖ $\Omega = 1.000^\circ$
 - ❖ $\Phi = 0.0^\circ$
 - Goniómetro : Pw 3050/60 (Theta/ 2 Theta)
 - ❖ Resolución
 - ❖ Etapa de la muestra : Reflexión-Transmisión Spinner PW3064
 - ❖ Modo de muestra = Reflexión
 - ❖ Movimiento = Spinning habilitado , revolución del tiempo 4.000
 - ❖ Levante= arriba
 - Rayos X
 - ❖ Generador MPPC
 - ❖ Estado = Encendido
 - ❖ TENSION de 40 KV
 - ❖ Corriente=45 mA
 - Tubos de Rayos X: PW 3373100 Cu LFF DK 175341
 - Obturador
 - ❖ Estado =abierto
 - ❖ Enfoque=enfoque de linea
 - ❖ Puerto=1
- Haz incidente óptica

- Trayectoria del haz incidente
 - Radio=240.00 mm
 - Despegue del ángulo=6.000
- Prefix module fixed divergence slir
 - Desplazamiento=0.00
 - Filtro: Níquel
 - Salerslirsoller 0.04 rad
 - Máscara: máscara fija de 10 mm (MPPD/MRD)
 - Atenuador de haz :Ninguno
- Diffractes beam optics
 - Hazdifractado path.1
 - Número de element óptico 1
 - Radio:240.00 mm
 - Desplazamiento: 0.000
 - Longitud de onda utilizada= $k\alpha_1$ (1.5405980A).

El equipo descrito está ubicado en el LEMAT de la facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción (FIMCP). Previo a su utilización, fue necesaria una clase de inducción sobre el equipo y su manipulación.

Gracias a un computador es posible la visualización y análisis de las gráficas obtenidas con este equipo. Su funcionamiento se fundamenta en la Ley de Bragg aplicable en la difracción de

rayos X, la cual menciona que: “Si tenemos un haz de rayos x incidiendo sobre un cristal, ocurrirá una dispersión de estos rayos de tal forma que se cumpla la condición de Bragg para la difracción, la cual se indica a continuación:

$$2d \sin(\theta) = n\lambda \text{ con } n = 1, 2, 3, \dots”^1$$

Siendo d la distancia entre planos, θ es el ángulo entre los rayos incidentes y los planos de dispersión, n es un número entero y λ la longitud de onda de los rayos x.

A continuación se muestra en la Figura 3.36, de forma gráfica la forma en la que el haz generado por el difractómetro incide y luego sale de la muestra como un haz difractado.

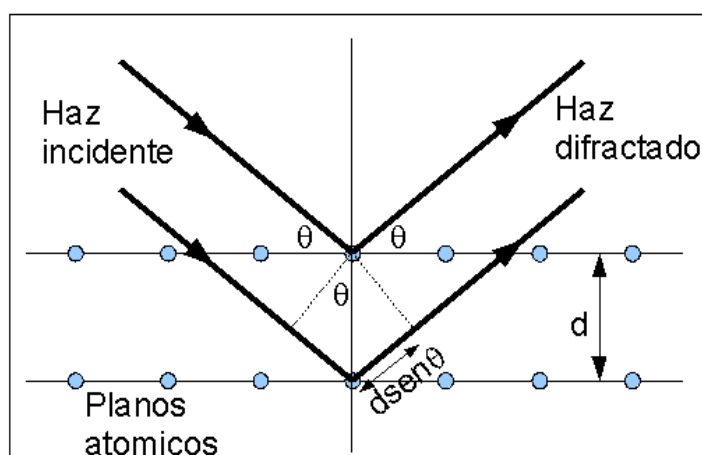


Figura 3.36: Difracción del Rayo incidente en los planos de la red cristalina

¹ Cabrera Alejandro. DIFRACCIÓN DE BRAGG. Universidad Católica de Chile.
<http://servicios.fis.puc.cl/rayosx/teoria.html>

Fuente: Cabrera Alejandro [62].

3.2.3 Espectrómetro Infrarrojo por Transformadas de Fourier

Se utilizó un espectrómetro marca Thermoscientific modelo NICOLET IS10, el cual se encuentra ubicado en el Laboratorio de Espectrometría del Instituto de Ciencias Químicas y Ambientales (ICQA). Este equipo permite identificar los grupos funcionales presentes en los compuestos desarrollados, basado en el principio de que los diferentes enlaces absorben energía a una determinada frecuencia.

El instrumento produce un haz de radiación infrarroja y por medio de espejos se divide en dos rayos paralelos de igual intensidad de radiación. La muestra se coloca en el lugar, por el que pasara uno de los haces, y el otro haz se utiliza como una referencia. Los haces luego pasan al monocromador y posteriormente a un prisma. La rejilla de difracción de rotación lenta o prisma varía la longitud de onda de la radiación que llega al detector, el cual detecta la relación entre la referencia y los haces de muestra y registra estas diferencias en un registrador gráfico [63]. Las gráficas generadas por el equipo, muestran la transmitancia del material y su relación con la longitud de onda a la que los enlaces

absorben energía, lo cual permite identificar los picos correspondientes a los enlaces de los grupos funcionales presentes en el compuesto.



Figura 3.37: Espectrofotómetro Infrarrojo

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

3.2.4 Analizador Termogravimétrico

Se utilizó un equipo Analizador Térmico SDT, marca Thermal Analyser, modelo Q600. El cual permite medir la variación de masa de una muestra en relación con la variación de temperatura. Esta medición se la realiza en una atmosfera controlada e inerte debido a la utilización de nitrógeno en el equipo. La variación de masa puede ser una pérdida de masa o una ganancia de masa.

El analizador térmico SDT brinda la oportunidad de realizar un análisis térmico del material estudiado, complementando dos técnicas analíticas, como son la termogravimetría y el análisis térmico diferencial, las cuales permiten estudiar el

comportamiento térmico de los materiales y predecir las propiedades. La termogravimetría estudia los cambios que puede experimentar un material al calentarse o enfriarse, los cuales pueden ser:

- Pasar de un estado de agregación a otro:
 - De estado sólido al líquido(Fusión)
 - De estado líquido al sólido(Solidificación)
 - De estado sólido al gaseoso(Sublimación)
- Reacciones de oxidación, descomposición, etc.

El Análisis Térmico Diferencial mide la diferencia de temperatura entre la muestra y un material de referencia, en función del tiempo (temperatura constante) o de la temperatura alcanzada en cada momento. Lo cual permite identificar el tipo de proceso que experimenta la muestra, ya sean procesos endotérmicos o exotérmicos e identificar la temperatura a la cual se llevan a cabo los cambios energéticos.

El análisis térmico es utilizado ampliamente en el área de ciencias de materiales y en la industria farmacéutica, ya que permite determinar el grado de purezas de las sustancias, contenido de humedad, materias volátiles y cenizas. Además es utilizado en el campo de la Ingeniería Química, ya que

permite realizar estudios cinéticos, el cual es la base para el posterior diseño de los reactores químicos. El equipo permite configurar los parámetros a controlar, utilizaremos el sistema de rampa en el cual la temperatura ascenderá de 20°C hasta 500°C, en la cual se estabilizará y posteriormente se enfriará.

Se muestra la configuración del programa utilizado:

- Rampa de 20.00°C a 500.00°C
- Equilibrar a 500.00°C
- Enfriador: encendido



Figura 3.38: Analizador Térmico
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

3.2.5 Máquina Universal de Ensayos

Los ensayos de Tensión mecánica fueron realizados en la Máquina Universal de Ensayos, la cual se encuentra en el Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales (LEMAT). Para su manejo se contó con el equipo de profesionales

encargados para el área de ensayos mecánicos, quienes supervisaron el ensayo.

Este equipo permite que una probeta sea sometida a una carga monoaxial gradualmente creciente (estática) hasta que ocurre la falla. Para lograr esto se sujetan los extremos opuestos de la pieza de material con las mordazas incorporadas en el equipo y se inicia el ensayo mediante la computadora.

A medida que transcurre el ensayo, la probeta es estirada mediante el movimiento de la mordaza móvil, la cual en este caso es superior. La probeta sufre una deformación plástica, ya que sus moléculas no pueden recuperar las posiciones originales.

El porcentaje de deformación dependerá de la resistencia del material a ensayar, una vez que alcanzado el punto máximo ocurre la ruptura de la probeta y se detiene la toma de datos que serán registrados en la computadora acoplada a la Máquina Universal de Ensayo.

Además se genera una gráfica de esfuerzo (N/m^2) versus alargamiento (mm), a partir de la cual se calcula el módulo de Young. Teniendo en cuenta que las probetas al ser elaboradas a partir de una matriz epóxica, presentan las características de

los polímeros termofijos, los cuales carecen de deslizamiento interior y tienden a ser quebradizos, debido a las reticulaciones en su estructura molecular.



Figura 3.39: Máquina universal de ensayos
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

3.2.6 Cámara de Corrosión para ensayos de Niebla Salina

La Cámara de Niebla Salina marca Q-FOG, modelo SSP permite simular a nivel de laboratorio la corrosión natural. Ya que se expone al material colocado en su interior a un ambiente corrosivo.

El equipo se puede operar en 3 funciones: Niebla, secado y humedad, en nuestro caso en particular la función escogida será la de Niebla, en la cual mediante un sistema de

dispersores se rociará una solución salina a las placas metálicas recubiertas con los compuestos.

La solución salina debe ser preparada por el usuario, según la cantidad de horas que se desea realizar la prueba y consiste en una solución de NaCl al 5% en peso.

Además el equipo consta de un indicador de nivel, el cual permite controlar el flujo de solución al sistema y en base a esto controlar el nivel de solución en el reservorio.



Figura 3.40: Cámara de niebla salina
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

3.3 Procedimiento para obtención de Nanocompuestos de Resinas Epóxicas y Nanoarcillas.

3.3.1 Lavado de Arcilla

El procedimiento para la obtención de la arcilla 20A purificada, es decir libre de iones cloruros se lo muestra a continuación:

1. Pesar la cantidad de arcilla 20A que se desea purificar y colocarla en un vaso de precipitación de 1000ml. Figura 3.41.



Figura 3.41: Peso de arcilla

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

2. Agregar alcohol etílico y agua destilada con relación 1:1.
3. Agitar vigorosamente por 10 minutos.



Figura 3.42: Agitación

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

4. Dejar decantar por aproximadamente de 20 a 30 minutos hasta observar dos fases de manera clara.



Figura 3.43: Decantación
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

5. Retirar el sobrenadante con ayuda de una jeringa.



Figura 3.44: Retiro de sobrenadante
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

6. Repetir los pasos (3-6) diez veces.
7. Colocar el vaso de precipitación que contiene la arcilla purificada en el horno a 60°C durante una semana.

8. Retirar del horno.



Figura 3.45: Arcilla seca
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

9. Colocar en un mortero y proceder a triturar.



Figura 3.46: Molienda de arcilla
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

10. Colocar en una funda hermética y llevar al desecador hasta que se requiera utilizarla.



Figura 3.47: Almacenaje de arcilla

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

3.3.2 Mezclado de arcilla con inhibidor Carboxilato de Amina (CA) por calentamiento

Este procedimiento se lo debe realizar para las dos arcillas: Cloisite Na y Cloisite 20A, previo a la elaboración de los nanocompuestos.

A continuación se presenta la Tabla II, en la cual se muestra la cantidad de inhibidor que se debe agregar considerando la concentración del compuesto que se desea elaborar. Para determinar dicha cantidad, es necesario revisar la hoja técnica de cada una de las arcillas, en la que se indica su capacidad de intercambio catiónico (CEC) la cual no es la misma para ambas arcillas. Para elaborar la Tabla II se tomó como base una cantidad de arcilla igual a 10 gramos y la información sobre el

coeficiente de intercambio catiónico, el cual se puede consultar en este capítulo.

Tabla II: Cantidad de inhibidor para cada concentración

Concentración de Carboxilato de Amina	Cloisite Na (gramos)	Cloisite 20 A (gramos)
0.1 CEC	0.1684	0.1739
0.5 CEC	0.8418	0.8693
1 CEC	1.6836	1.7385

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tomando como referencia la Cloisite 20A, se muestran los cálculos realizados para determinar la cantidad de carboxilato de amina para las concentraciones requeridas.

$$\text{Cloisite 20A} \rightarrow 95 \frac{\text{mEq}}{100 \text{ gramos arcilla}}$$

$$95 \frac{\text{mEq}}{100 \text{ gramos arcilla}} \times 183 \frac{\text{mg CA}}{\text{mEq}} = \frac{17385 \text{ mg CA}}{100 \text{ g de arcilla}}$$

$$1 \text{ CEC} \rightarrow \frac{17,385 \text{ gCA}}{100 \text{ g arcilla}}$$

Para 10 gramos de Cloisite 20A:

$$1 \text{ CEC} \rightarrow 10 \text{ g de arcilla} \times \frac{17,385 \text{ gCA}}{100 \text{ g arcilla}} = 1.7385 \text{ g CA}$$

$$0.5 \text{ CEC} \rightarrow 10 \text{ g de arcilla} \times \frac{\frac{17,385 \text{ gCA}}{2}}{100 \text{ g arcilla}} = 0.8693 \text{ g CA}$$

$$0.1 \text{ CEC} \rightarrow 10 \text{ g de arcilla} \times \frac{\frac{17,385 \text{ gCA}}{10}}{100 \text{ g arcilla}} = 0.1739 \text{ g CA}$$

1. Pesar la cantidad de arcilla que se requiere utilizar en la elaboración de los nanocompuestos, teniendo en cuenta que aproximadamente el 20% de la arcilla se pierde durante el mezclado.
2. Pulverizar el inhibidor en un mortero y pesar en relación a la cantidad arcilla pesada previamente.



Figura 3.48: Pulverización
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

3. Colocar la arcilla y el carboxilato de amina en un vaso de precipitación.
4. Configurar el reómetro de mezclado, considerando la velocidad de mezcla (número de revoluciones por minuto) y temperaturas a alcanzar dentro del equipo.

5. Colocar la mezcla de la arcilla y el carboxilato de amina en el área de alimentación del equipo y colocar el seguro en la parte superior para evitar que se pierda mezcla.



Figura 3.49: Alimentación del reómetro

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

6. Retirar la mezcla, una vez transcurrido el tiempo fijado para el mezclado. Teniendo cuidado en la manipulación del equipo ya que se encuentra a temperatura elevada.



Figura 3.50: Retiro de mezcla

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

7. Colocar la mezcla en una funda hermética y conservar de preferencia en el desecador.



Figura 3.51:
Conservación de mezcla
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

3.3.3 Preparación de Placas Metálicas

Previo a la elaboración de los nanocompuestos es necesario preparar las placas, ya que una vez listo el nanocompuesto empieza la etapa de curado; lo que representa que la mezcla empieza a endurecerse y se dificulta el aplicado en las placas si se deja pasar un tiempo prolongado.

Por esto es necesario que las placas estén listas para su uso, antes de que termine el tiempo de mezclado, para garantizar la optimización del aplicado del recubrimiento. Debido a que las placas han sido utilizadas en proyectos anteriores, se requirió sumergirlas entre 24 y 48 horas en desoxidante, con

la finalidad de remover el recubrimiento aplicado en las mismas y presencia de corrosión en caso de presentarse.

Cabe mencionar, que en esta parte del proceso de preparación de las placas es fundamental la utilización de equipo de protección personal como mascarillas y guantes. Debido a la manipulación de sustancias irritantes, que podrían causar irritación cutánea y en las vías respiratorias.

Transcurrido este tiempo, se procedió a retirarlas del recipiente con desoxidante y con ayuda de una placa metálica a remover el recubrimiento. Luego se procedió a limpiar con ayuda de un paño y acetona en la superficie de la placa, con el objetivo de remover algún residuo de recubrimiento.

A continuación la placa es lavada con agua destilada para remover cualquier traza de solvente (acetona) que haya quedado en la superficie. Posteriormente se inicia un proceso de lijado íntegro de la superficie de la placa, el tiempo de este proceso dependerá del grado de corrosión o demás imperfecciones que presente la placa metálica.

Finalmente las placas son limpiadas con un paño y alcohol etílico, para remover material desprendido en el proceso de lijado. Hay que tener cuidado de comprobar que el paño

utilizado en la preparación de las placa, no desprenda material alguno, ya que esto podría afectar al momento de aplicar el recubrimiento en las mismas produciendo imperfecciones en el film. Las placas se colocarán en el desecador para evitar que empiecen a reaccionar con la humedad propia del ambiente.

3.3.4 Preparación del Nanocompuesto

Para la elaboración de los nanocompuestos se utilizó como referencia tesis desarrolladas anteriormente, en las cuales mediante experimentación y posterior análisis de resultados fue posible definir el procedimiento de preparación de nanocompuestos. El cual permite optimizar recursos y lograr la optimización de las propiedades de los nanocompuestos producidos. Se elaboraron 13 nanocompuestos, cuyas mezclas brindan un amplio registro para su posterior comparación y elección del nanocompuesto con mejores propiedades.

Para la identificación de los nanocompuestos se utilizó una nomenclatura estándar para todos los compuestos elaborados, para facilidad de rotularlos y evitar posibles confusiones en el posterior análisis de sus propiedades con

los respectivos ensayos. A continuación se presenta la TABLA III en la que se indica el significado de la simbología utilizada:

Tabla III: Simbología de los compuestos

Simbología	Significado
E	Epóxica- EPON 828
A	Agente Curador- JEFFAMINNE D230
BYK306	Aditivo- BYK306
CEC CA	Inhibidor- Carboxilato de Amina
Na	Arcilla- Cloisite Na
20A	Nanoarcilla- Cloisite 20 A

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Para su elaboración se dividió los 13 nanocompuestos en 3 partes, con el fin de elaborar un cronograma de trabajo, que facilite el control de los mismos. Las tres partes fueron divididas de la siguiente manera:

Tabla IV: Clasificación de los compuestos elaborados

Primera parte	Segunda parte	Tercera parte
Mezclas Básicas	Mezclas con Cloisite Na	Mezclas con Cloisite 20A
EA	EA Na BYK306	EA20A BYK306
EA BYK306	EANa0.1CEC CA BYK306	EA20A 0.1CEC CA BYK306
EA 0.1CEC CA BYK306	EA Na 0.5CEC CA BYK306	EA 20A 0.5CEC CA BYK306
EA 0.5CEC CA BYK306	EA Na 1.0CEC CA BYK306	EA 20A 1.0CEC CA BYK306
EA 1.0CEC CA BYK306		

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Luego de comprobar la disponibilidad de los materiales y reactivos necesarios para la elaboración de los nanocompuestos se procede a la preparación de los mismos.

- **Primera parte: Mezclas Bases.-** Los dos primeros compuestos son elaborados sin utilización de arcilla, por lo que se requiere menor tiempo para su preparación.

La proporción entre resina epóxica y agentes curadores de 32 gramos de agente curador por cada 100 gramos de resina epóxica para obtener una mezcla estequiométrica epóxica – amina y el porcentaje de aditivo es del 10% de la mezcla (resina epóxica y agente curador).

El *compuesto # 1*, denominado *EA*, es elaborado a partir de Resina Epóxica (Epon 828) y Agente Curador (Jeffamine D230). Para su fabricación se colocó 50 gramos de resina resina epóxica en un vaso de 100 ml y se agregó 16 gramos de Jeffamine D230. Se mezclaron con un agitador durante quince minutos y luego se dejó reaccionar durante 15 minutos más antes de aplicarla sobre los moldes, las láminas de polietileno y las placas de acero, utilizando el aplicador de película Gardco.



Figura 3.52: Compuesto EA
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

El *compuesto # 2*, denominado *EA BYK306*, es elaborado a partir de Resina Epóxica (Epon 828) y Agente Curador (Jeffamine D230) y un aditivo que facilita su aplicación (BYK306). Para su fabricación se colocó en un vaso de precipitación de 100ml, 50 gramos de resina epóxica, a la cual se agregó 16 gramos de Jeffamine D230 y finalmente se adicionó 0.066 gramos de aditivo. Se mezclaron con un agitador durante 15 minutos y luego se dejó reaccionar durante 15 minutos antes de aplicarla sobre los moldes, las láminas de polietileno y las placas de acero, utilizando el aplicador de película Gardco.



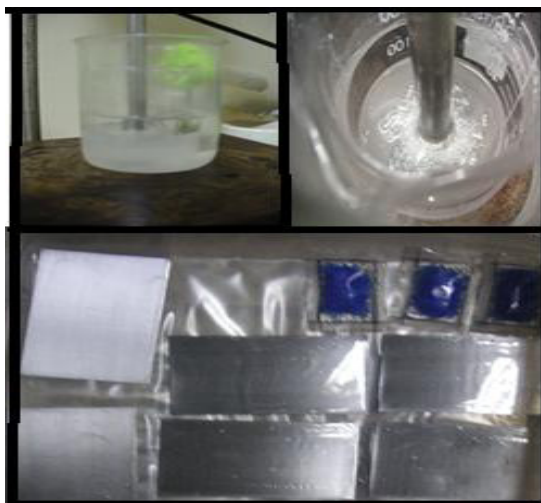
Figura 3.53: Compuesto EA BYK306
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

El compuesto # 3, denominado EA 0.1 CEC CA BYK306, es elaborado a partir de resina epóxica (Epon 828), Agente Curador (Jeffamine D230), inhibidor de corrosión (carboxilato de amina) y aditivo (BYK306). Para su fabricación se pesaron 50 gramos de resina epóxica, 0.0344 gramos de carboxilato de amina; tomando como referencia lo indicado en la Tabla II pero haciendo la relación con respecto a 2 gramos de Cloisite 20A. Finalmente se agrega 0.0660 gramos de aditivo.

A continuación se llevó la mezcla al sistema de agitación, considerando el número de revoluciones de las aspas del agitador igual a 60rpm (revoluciones por minuto). Además se incorporó al agitador magnético, el cual permitió elevar la temperatura de la mezcla a 30°C, con la finalidad de reducir la viscosidad de la resina epóxica, ya que como se indicó anteriormente la resina presenta elevada viscosidad.

Cabe mencionar que el calentamiento no fue por contacto, sino por convección, aplicándole baño maría para mantener la temperatura constante durante el tiempo de agitado, el cual fue de 4 horas continuas.

Luego se deja reposar la mezcla 24 horas y se le agrega 16 gramos de agente curador. Finalmente se agita durante quince minutos y se deja reposar durante 15 minutos más antes de aplicarla sobre los moldes, las láminas de polietileno y las placas de acero, utilizando el aplicador de película Gardco.



**Figura 3.54: Compuesto EA
BYK306**

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

El *compuesto # 4*, denominado *EA 0.5 CEC CA BYK306*, es elaborado a partir de resina epóxica (Epon 828), agente curador (Jeffamine D230), Inhibidor de Corrosión (Carboxilato de amina) y Aditivo (BYK306). Para su fabricación se utilizó el mismo procedimiento para la elaboración del compuesto #3, a diferencia que la cantidad de inhibidor fue la correspondiente a 0.1721

gramos de Carboxilato de Amina y la cantidad de aditivo es igual a 0.0661 gramos. Los procesos posteriores de agitado, adición del agente curador y aplicación se mantienen igual al indicado para el *compuesto #3*.

El *compuesto # 5*, denominado *EA 1 CEC CA BYK306*, es elaborado a partir de resina epóxica (Epon 828), Agente Curador (Jeffamine D230), inhibidor de corrosión (carboxilato de amina) y aditivo (BYK306). Para su fabricación se utilizó el mismo procedimiento que para la elaboración del *compuesto #3*, con la variación de la cantidad de inhibidor, del cual se le agregó 0.3442 gramos y con respecto al aditivo se le adiciono lo correspondiente al 0.1% de la mezcla total, lo que equivale a agregar 0.0661 gramos.

- **Segunda parte: Mezclas con Cloisite Na.-** Los cuatro nanocompuestos siguientes incluidos en esta segunda parte incluyen la Cloisite Na. Las mezclas de la segunda y tercera parte mantienen la relación amina epóxica de 32:100 (32 gramos de amina por cada 100 gramos de resina epóxica) y el porcentaje de aditivo del 0.1% de la mezcla total, incluyendo la cantidad de los nuevos

compuestos presentes en la mezcla. Se utilizó la misma cantidad de resina epóxica y agente curador en los 13 nanocompuestos, es decir 50 gramos de resina epóxica y 16 gramos de agente curador.

En la Tabla V se presentan los valores correspondientes a la cantidad de inhibidor considerando la cantidad de 1.98 gramos de arcilla (3% de la mezcla resina epóxica-amina).

Tabla V: Cantidad de inhibidor para cada concentración

Concentración de Carboxilato de Amina	Cloisite Na (gramos)	Cloisite 20 A (gramos)
0.1 CEC	0.0333	0.0344
0.5 CEC	0.1667	0.1721
1 CEC	0.3334	0.3442

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

El compuesto # 6, denominado EA Na BYK306, es elaborado a partir de Resina Epóxica (Epon 828), Agente Curador (Jeffaminne D230), Arcilla (Cloisite Na) y Aditivo (BYK306). Para su fabricación se pesaron 50 gramos de resina epóxica, a la cual se le adicionó lo correspondiente al 3% de la mezcla de resina epóxica-amina; lo cual representó 1.98 gramos de Cloisite Na y finalmente se agregó el aditivo, considerando la proporción del 0.1% de

la mezcla completa (resina epóxica, agente curador y arcilla), la cual es igual a 0.068 gramos. A continuación se siguen los pasos indicados en el procedimiento para elaborar el *compuesto #3*.



**Figura 3.55: Compuesto EA Na
BYK306**

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

El *compuesto # 7*, denominado *EA Na 0.1 CEC CA BYK306*, está elaborado a partir de resina epóxica (Epon 828), Agente Curador (Jeffamine D230), inhibidor de corrosión (carboxilato de amina) y aditivo (BYK306). Para su fabricación se pesaron 50 gramos de resina epóxica, a la cual se le adicionó 2.013 gramos de la mezcla de arcilla e inhibidor; este valor se lo calculó considerando la cantidad de arcilla igual a 1.98g y la cantidad indicada en la Tabla V para una concentración de 0.1 CEC (0.333g de CA). Además se agregó el aditivo, considerando la proporción del 0.1% de la mezcla completa (resina

epóxica, agente curador y arcilla), la cual es igual a 0.068 gramos. A continuación se siguen los pasos indicados en el procedimiento para elaborar el *compuesto #3*.



**Figura 3.56: Compuesto EA Na 0.1 CEC
CA BYK306**

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

El *compuesto # 8*, denominado *EA Na0.5CEC CA BYK306*, es elaborado con los mismos componentes el *compuesto # 7*. Para su fabricación se pesaron 50 gramos de resina epóxica, 2.147g de la mezcla de arcilla e inhibidor (considerando 1.98 gramos de arcilla y 0.1667 gramos de carboxilato de amina según lo indicado en la Tabla V). Finalmente se adicionó 0.0681 gramos de aditivo correspondiente al 0.1% de la mezcla total. A continuación se siguen los pasos indicados en el procedimiento para elaborar el *compuesto #3*.

El *compuesto # 9*, denominado *EANa 1.0CECCA BYK306*, es elaborado con los mismos componentes que

los compuestos #7 y #8. Para su elaboración se pesaron 50 gramos de resina epóxica, 2.013 de Cloisite Na y 0.0683 gramos de aditivo (BYK306). A continuación se llevó la mezcla al sistema de agitación y calentamiento, con las consideraciones indicadas en el procedimiento de elaboración del *compuesto #3*. Y se siguieron los pasos siguientes terminando con la aplicación del recubrimiento en las placas, láminas de polietileno y elaboración de las probetas.

- **Tercera parte: Mezclas con Cloisite 20A.-** Esta tercera parte difiere de la segunda en que se utiliza otro tipo de arcilla, en este caso la Cloisite 20A. La relación resina epóxica y agente curador se mantiene en 32:100.

El *compuesto # 10*, denominado *EA 20A BYK306*, es elaborado a partir de Resina Epóxica (Epon 828), Agente Curador (Jeffamine D230), nanoarcilla (Cloisite 20A) y Aditivo (BYK306). A 50 gramos de resina epóxica se le adicionó la arcilla en una cantidad correspondiente al 3% de la mezcla (resina epóxica y agente curador), lo que equivaldría a agregar 1.98 gramos de Cloisite 20A. Además se agregó 0.068 gramos de aditivo, el cual

representa el 0.1% de la mezcla completa (resina epóxica, agente curador y nanoarcilla). Luego se llevó la mezcla al sistema de agitación y calefacción según se indicó en el procedimiento de elaboración del *compuesto #3*.

Finalmente se le agregó 16 gramos de agente curador y se agitó durante 15 minutos y luego se dejó reaccionar durante 15 minutos más, antes de aplicarla sobre las láminas de polietileno y las placas de acero, utilizando el aplicador de película Gardco.



Figura 3.57: Compuesto EA 20A

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

El *compuesto # 11*, denominado *EA20A 0.1CECCA BYK306*, es elaborado a partir de resina epóxica (Epon 828), Agente Curador (Jeffamine D230), inhibidor de corrosión (carboxilato de amina) y aditivo (BYK306). Para su elaboración a 50 gramos de resina epóxica; los 1.98 gramos de Cloisite 20A, se le adicionó 2.014 gramos de la

mezcla de arcilla e inhibidor; considerando la cantidad de arcilla correspondiente al 3% de la mezcla total, lo que equivaldría a agregar 1.98g y la cantidad indicada en la Tabla V para una concentración de 0.1 CEC (0.0344g de CA). Además se agregó el aditivo, considerando la proporción del 0.1% de la mezcla completa (resina epóxica, agente curador y arcilla), la cual es igual a 0.068 gramos. A continuación se siguen los pasos indicados en el procedimiento para elaborar el *compuesto #3*.

El *compuesto # 12*, denominado *EA 20 A 0.5CECCA BYK306*, es elaborado con los mismos componentes que el compuesto #11. Se pesaron 50 gramos de resina epóxica, 2.1521 gramos de la mezcla Cloisite 20A-Carboxilato de Amina y 0.0681 gramos de aditivo. Los pasos posteriores son los mismos que para el *compuesto # 3*.

El *compuesto # 13*, denominado *EA 20A 1.0CECCA BYK306*, es elaborado con los mismos componentes que el compuesto #11.

Con variaciones en la cantidad de la mezcla arcilla-inhibidor, la cual fue de 2.324 gramos de Cloisite 20 A y la

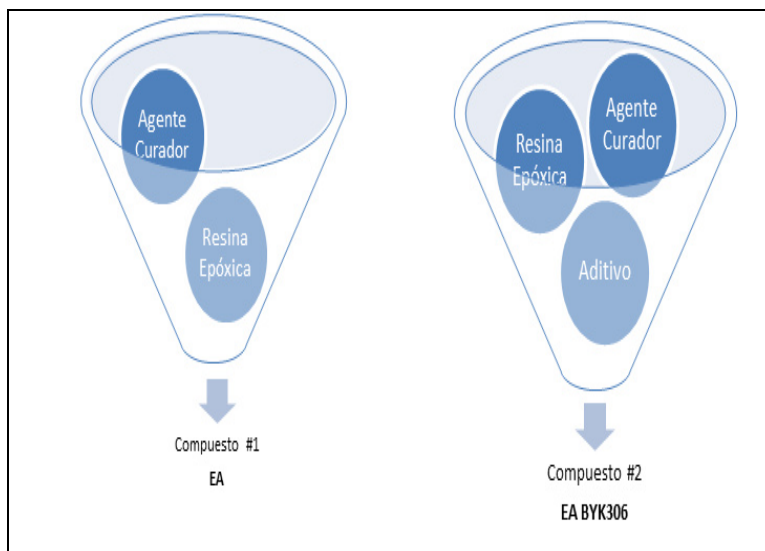
cantidad de aditivo agregada fue de 0.0683 gramos. Los pasos posteriores son los mismos que para el *compuesto* # 3.



**Figura 3.58: Compuesto EA 20A 1 CEC
CA BYK306**

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

PRIMERA PARTE: MEZCLAS BASES



**Figura 3.59: Proceso de preparación de
compuestos EA y EA BYK306**

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

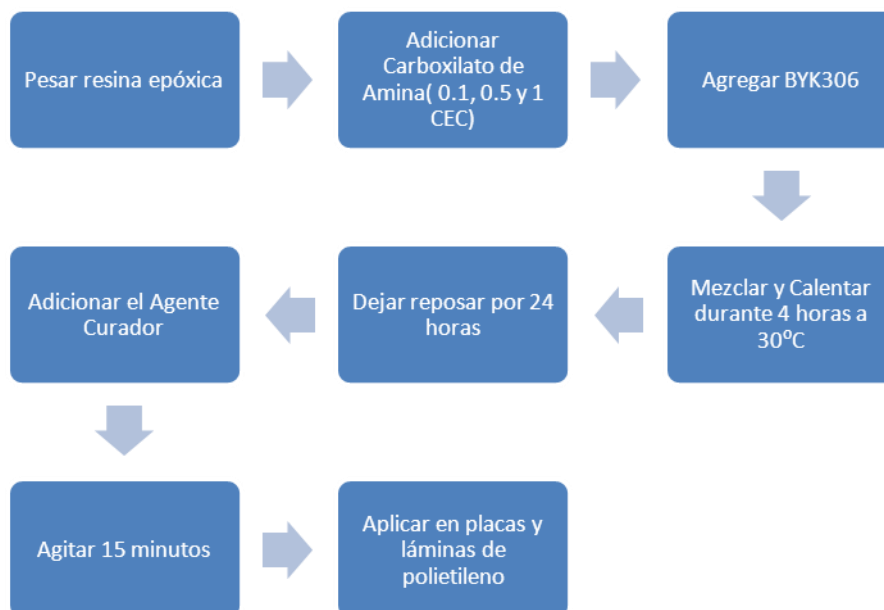


Figura 3.60: Proceso de preparación de los Compuestos #3, 4 y 5

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

SEGUNDA PARTE: MEZCLAS CON CLOISITE NA

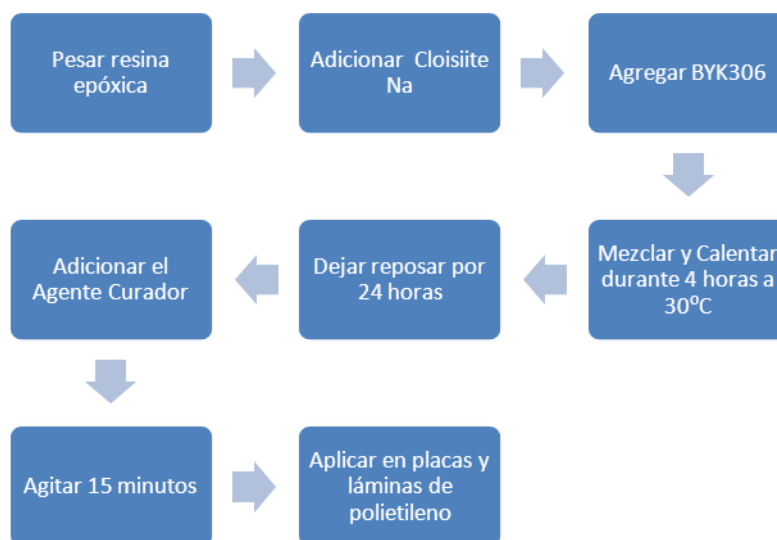


Figura 3.61: Proceso de preparación de Compuesto # 6

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.



Figura 3.62: Proceso de preparación de compuestos # 7, 8 y 9 de mezclas con Cloisite Na

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

TERCERA PARTE: MEZCLAS CON CLOISITE 20A

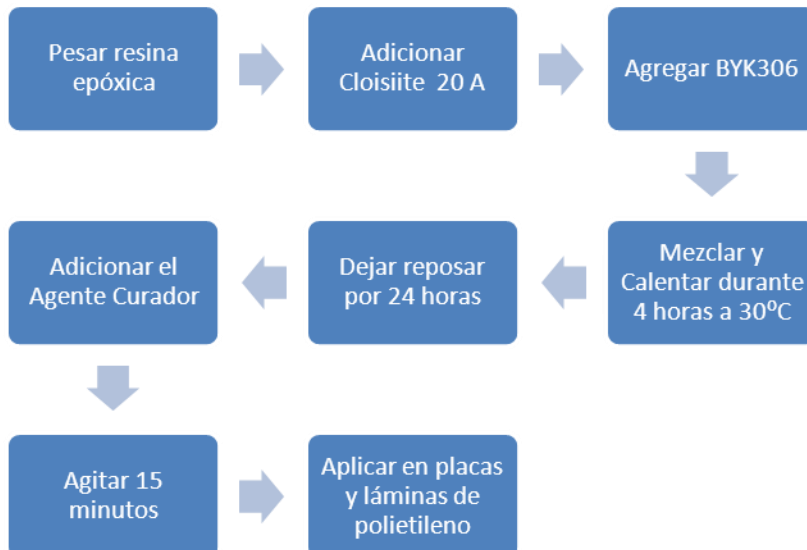


Figura 3.63: Proceso de preparación del Compuesto # 10

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

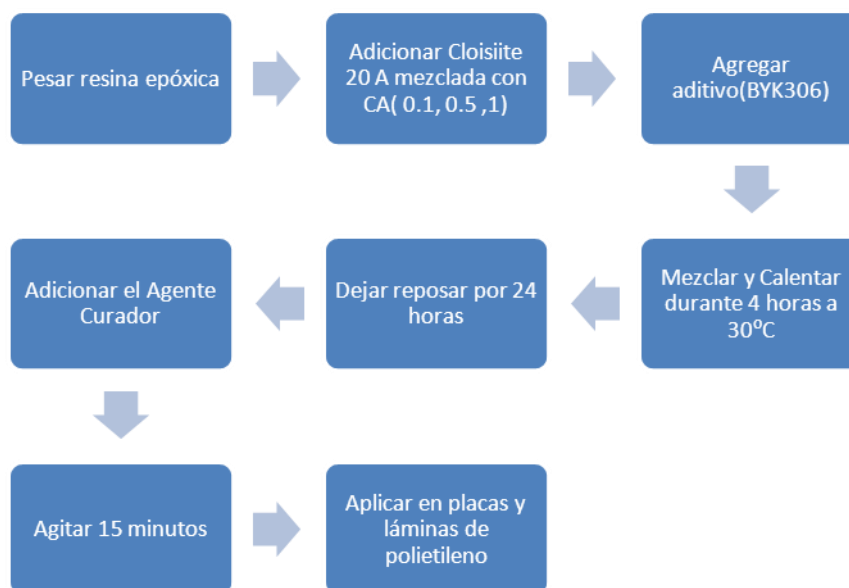


Figura 3.64: Proceso de preparación de compuestos # 11, 12 y 13 de mezclas con Cloisite 20A

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

3.4 Ensayos y Pruebas a realizarse

3.4.1 Métodos para producir probetas y films para ensayos

Para la fabricación de las probetas y los films se utilizó moldes elaborados manualmente y con ayuda de equipos mecánicos como un TROQUEL, marca RAY RAN.

El material utilizado fue el polipropileno por su rigidez y resistencia a las altas temperaturas, además que permite ser cortado sin dificultad. Estos moldes rectangulares deben tener las siguientes dimensiones: 125mm de longitud y 13mm de ancho.



Figura 3.65: Cortadora de moldes rectangulares

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Las probetas rectangulares fabricadas con el tipo de moldes mencionados anteriormente serán utilizadas en los ensayos de Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), Tensión Mecánica (Norma ASTM D 882), Ensayo de Flamabilidad (Norma ASTM D 2863) y Ensayo de Cámara Salina.

Se elaboró manualmente moldes circulares con un diámetro de 30 mm, tomando en consideración que aproximadamente este diámetro posee el portamuestras en el difractor de rayos X.

También se fabricó moldes cuadrados, tomando en cuenta las medidas especificadas en la Norma ASTM D 570, las cuales son de 50mm en cada lado. Todos los moldes se colocaron sobre el teflón y se aseguraron con cinta de papel, cuidando de

que éste sólo se encuentre rodeando el molde y no quede rastro de cinta en el interior del molde, ya que podría interferir con el posterior análisis de las muestras. El exceso de compuesto dentro de los moldes fue retirado con ayuda de un trozo de polipropileno, para de esta manera garantizar la uniformidad en el espesor de las probetas.

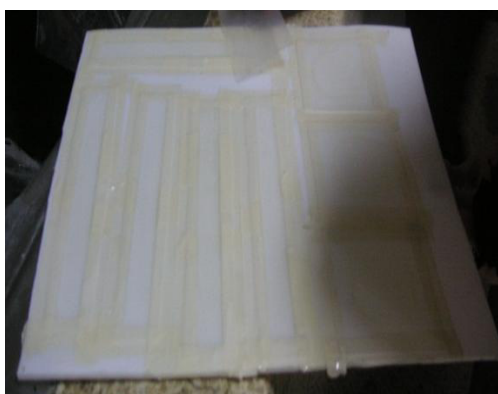


Figura 3.66: Moldes rectangulares y cuadrados
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

3.4.2 Análisis de Difractometría de Rayos X (XRD)

Se realizó para determinar el grado de intercalación de los componentes en las capas de las arcillas, manteniendo los parámetros configurados en el programa, para que sea posible compararlos con la literatura que se tiene de referencia. Para dicho análisis se utilizó un Difractómetro de Rayos X marca Panalytical modelo XPERT-PRO.

Luego de transcurrir 7 días a partir de la colocación de la mezcla de nanocompuestos en los moldes elaborados, se consideran listos para ser analizados, ya que éste es el tiempo que tarda la mezcla para completar su reacción de curado. Una vez curadas las probetas circulares se procede a retirarlas de los moldes y adecuarlas, para garantizar que el área que será analizada se encuentra totalmente cubierta por la probeta.

Previo al análisis en el difractómetro, se procede a pasar sobre ellas un paño humedecido de alcohol para eliminar restos de nanocompuesto retirados durante la adecuación de las probetas o la presencia de impurezas. Finalmente se realizó el análisis siguiendo los siguientes pasos:

1. Se verifica que se encuentre la máscara Punto, que es con la que se desea realizar el análisis. Cabe mencionar que el equipo presenta dos tipos de máscara: X'celerator y Punto.
2. Se coloca la probeta circular del nanocompuesto a analizar en el portamuestra y se asegura la misma, con los accesorios del portamuestra.
3. Luego se colocó la muestra en la plataforma para muestra sencilla en el centro de rotación del goniómetro del difractómetro de rayos X.

4. Finalmente se procedió al análisis de la muestra con el programa indicado en la descripción del difractómetro en el capítulo 3.

El programa permite observar cómo se va generando la gráfica a través del tiempo, finalizado el análisis se puede descargar la gráfica obtenida convirtiéndola a un archivo pdf.



Figura 3.67: Análisis de Difractometría de Rayos X
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

3.4.3 Análisis de Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

Este ensayo se lo utilizó para observar grupos funcionales característicos de la resina epóxica con nanocompuestos, sin embargo no se realizó un análisis comparativo entre probetas debido a la no uniformidad entre ellas para esta prueba, por lo

que se optó solamente analizar el efecto que tuvo la niebla salina después de las 336 horas de ensayo.

Se limpiaron las probetas y el lector del FTIR con un pañito con alcohol para retirar alguna impureza que dañe la lectura. Luego se abrió el programa EZ OMNIC y se abrió la entrada de nitrógeno, una vez permitido el paso de nitrógeno se esperó aproximadamente 30 minutos para que el equipo se estabilice totalmente. Se recogió el primer background o fondo con la opción Col Bkg, cuando el background no era similar al de la Figura 3.68 se esperó 15 minutos para recoger uno nuevo hasta llegar al apropiado.

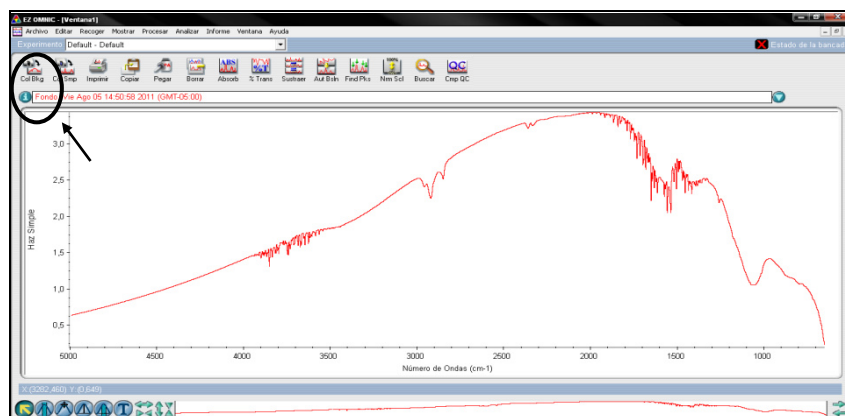


Figura 3.68: Icono col bkg y modelo de background

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Luego de tener el background apropiado se colocó la primera muestra en el lector ajustándolo de tal manera que no pueda intervenir aire, polvo o cualquier agente extraño dentro del

portamuestra, ya que todo esto se refleja como ruido. Luego se tomó lectura con la opción Col Smp como lo indica la Figura 3.69 y se la guardó con el nombre correspondiente. Este procedimiento se realizó con todas las muestras repitiendo un background cada 15 minutos aproximadamente. Finalmente se cerró el paso del nitrógeno.

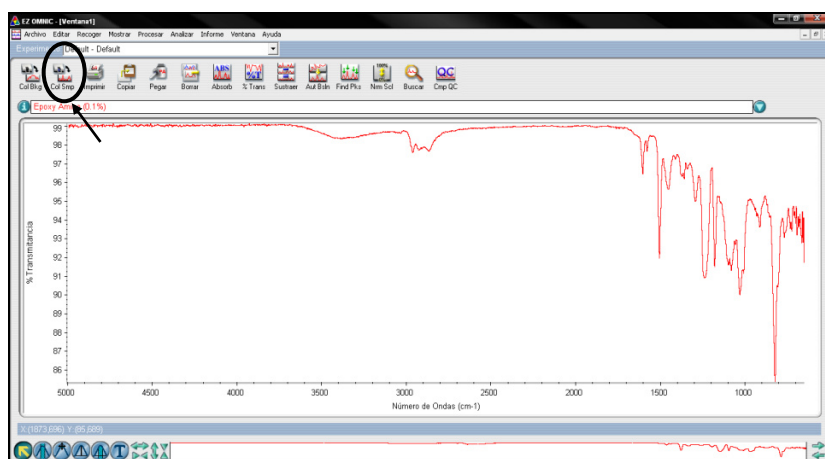


Figura 3.69: Icono col smp
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.



Figura 3.70: Análisis de Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

3.4.4 Análisis Termogravimétrico (TGA)

EL objetivo de este análisis es determinar la variación del comportamiento térmico de los nanocompuestos en relación con el compuesto convencional y la temperatura de descomposición térmica, a continuación se describe el procedimiento utilizado.

1. Una vez encendido el sistema (computadora y equipo) se abre el programa TA Universal Analysis y se escogen los parámetros del programa a utilizar, en la opción Procedure → Method → Edit. La Figura 3.71 muestra la descripción del Programa.

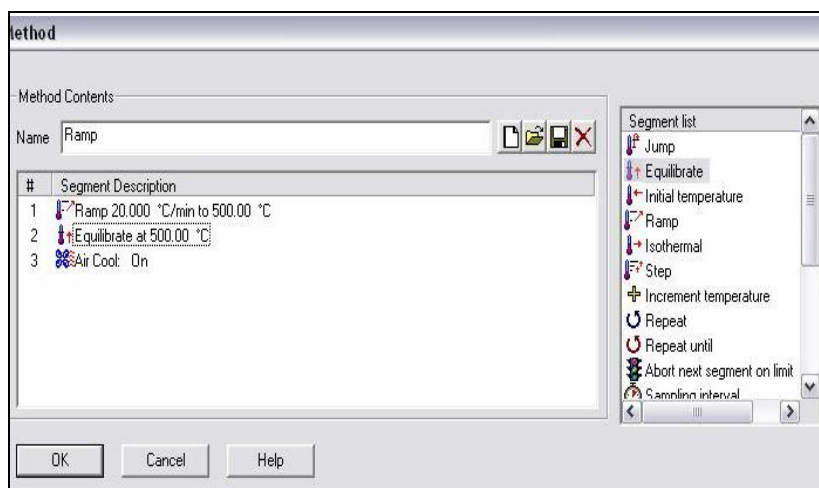


Figura 3.71: Descripción programa utilizado para TGA

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

2. Se escribe la dirección del archivo donde se desea guardar.

3. Luego se procede a abrir el horno para colocar los crisoles vacíos, esto se lo realiza mediante el programa con la opción Control → Furnace → Open.
4. Una vez abierto el horno se coloca los crisoles vacíos y limpios, el de referencia y el que será utilizado con la muestra.
5. Se cierra el horno con la opción Control → Furnace → Close y se procede a encerar con la opción Calibrate → Tare.
6. Cuando el sistema se encuentra calibrado o encerado se abre nuevamente para colocar la muestra en el crisol respectivo entre 8 y 10 mg, luego se cierra el horno.
7. Se abre la entrada de nitrógeno y se espera aproximadamente 5 minutos para que se estabilice, luego corre el ensayo con la opción Run.
8. Luego de 30 minutos aproximadamente el ensayo termina, automáticamente se detiene y enciende el ventilador para su enfriamiento. Es necesario cerrar la entrada del nitrógeno manualmente.

9. Esperar hasta que la temperatura regrese a unos 40°C para retirar los crisoles.



Figura 3.72: Análisis Termogravimétrico

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

3.4.5 Análisis de Tensión Mecánica según Norma ASTM D 882

Para este ensayo se utilizó la Máquina Universal de Ensayo modelo AG-IS 20kN, el procedimiento se describe a continuación.

1. Se determinó el espesor promedio de las probetas con un calibrador Vernier de 0.25mm de precisión. Se tomaron tres espesores en una sección uniforme. Las probetas deben estar con un espesor menor a 1mm según la Norma ASTM D 882.
2. Se prepararon 5 probetas por muestra, la preparación consiste en marcar una distancia de 50mm de longitud

calibrada (debe ser en la sección uniforme donde se tomó el espesor), para ello se utilizó un marcador para superficies lisas y un calibrador Vernier de 0.25mm de precisión.

3. Se configuró los parámetros del ensayo en el programa TRAPEZIUM los cuales son; velocidad de ensayo 25 mm/min, longitud calibrada 50 mm y fuerza 10kN.
4. Una vez listas las probetas, se colocaron una a una en la Máquina Universal de Ensayos y se las sujetó con las mordazas superior e inferior justo en la marca de tal forma que se tiene los 50mm de longitud calibrada.
5. Una vez listo tanto el programa como la probeta en las mordazas, se empezó el ensayo y al instante que la probeta se quebró se coloca la opción stop.
6. Se puede medir la longitud calibrada manualmente para comprobar el dato registrado por la máquina (uniendo las partes de la probeta). Esta longitud es mayor a los 50mm.
7. Este proceso se lo realizó para cada una de las probetas, los resultados dados por el computador son datos de

esfuerzo máximo y alargamiento. Con estos datos se puede calcular el Módulo de Young.



Figura 3.73: Análisis de tensión mecánica

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

3.4.6 Ensayo de Transmisión de Vapor de Agua según Norma ASTM D 1653

El ensayo de transmisión de vapor de agua según la Norma ASTM 1653 consiste en fabricar pequeñas bolsitas o pouches en cuyo interior se encuentra desecante protegido por el recubrimiento elaborado. El objetivo es determinar la cantidad de vapor de agua que logra transmitir el recubrimiento, esto se lo logra controlando el peso de los pouches periódicamente, el peso ganado por el desecante corresponde al vapor de agua que logró atravesar la película de

recubrimiento. Se realizaron tres pouches de cada tipo de recubrimiento.

1. Se cortaron fundas de polietileno de 50mm x 75mm, cada pouch tiene dos láminas de polietileno, cara superior e inferior.
2. Se colocó una capa de recubrimiento de 3mils en cada cara interna del polietileno cortado, se juntaron las caras internas para realizar el sellado de los bordes dejando un lado abierto para colocar el desecante.
3. Una vez fabricada la bolsa con recubrimiento en su interior y verificando que su sellado esté completo se colocaron alrededor de 4.5 gramos de desecante en su interior y finalmente se selló el último lado que faltaba.
4. Todos los pouches se fabricaron de la misma manera y se colocaron dentro de un horno en el cual se controló la humedad y temperatura (76.5% y 25°C), dentro de este se colocó un recipiente con un área base aproximadamente a la que tiene el horno, con el fin de lograr un ambiente húmedo homogéneo dentro del horno.

5. Se registró el peso inicial y cada 24 horas se tomaron los pesos respectivos durante 8 días consecutivos.
6. Se realizaron gráficas Q vs. t y se obtuvo una regresión lineal en cada gráfica para calcular la pendiente, la cual representa la tasa de transmisión de agua.
7. Se calculó el WVTR de la siguiente manera:

$$WVTR = \frac{(Q/t)}{A}$$

Donde:

Q = Peso ganado del desecante en gramos

t = tiempo de la prueba en horas

Q / t = Pendiente de la gráfica Q vs. t, en g/h

A = Área total del pouch en m²

WVTR = Tasa de transmisión de vapor de agua expresada en g/h-m²

8. Finalmente se determinó la permeancia del compuesto WVP mediante la siguiente ecuación:

$$WVP = \frac{WVTR}{\Delta p}$$

$$\Delta p = S_p(R_1 - R_2)$$

Donde:

- WVP = Permeancia al Vapor de Agua en g/hr-mm Hg-m²
- WVTR = Tasa de transmisión de vapor de agua g/h-m²
- Δp = Diferencial de Presión.
- Sp = Presión de Saturación de Vapor a la Temperatura de la prueba expresada en mm Hg. Ver Tabla VI.
- R₁ = Humedad relativa (en decimal) del ambiente de prueba.
- R₂ = Humedad relativa (en decimal) dentro del pouch [7].



Figura 3.74: Análisis de transmisión de vapor de agua

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla VI: Presión de saturación de vapor de agua

Temperatura		Presión	Temperatura		Presión
°C	°F	mm Hg	°C	°F	mm Hg
6	42.8	7.013	26	78.8	25.209
7	44.6	7.513	27	80.6	26.739

8	46.4	8.045	28	82.4	28.349
9	48.2	8.609	29	84.2	30.043
10	50.0	9.209	30	86.0	31.824
16	60.8	13.634	31	87.8	33.695
17	62.6	14.53	32	89.6	36.663
18	64.4	15.477	33	91.4	37.729
19	66.2	16.477	34	93.2	39.898
20	68.0	17.535	35	95.0	42.175
21	69.8	18.64	36	96.8	44.563
22	71.6	19.827	37	98.6	47.067
23	73.4	21.068	38	100.4	49.692
24	75.2	22.377	39	102.2	52.442
25	77.0	23.756	40	104.0	55.324

Fuente: Aguilar E. [7]

3.4.7 Ensayo de Absorción de Agua según Norma ASTM D 570

Este análisis fue realizado en las probetas cuadradas, una vez transcurridos los 7 días necesarios para que se lleve a cabo las reacciones de curado.

Previo al análisis es necesario adecuar las probetas, de manera que queden uniformes, con respecto a los bordes, ya que como se mencionó anteriormente los moldes no permiten producir probetas uniformes totalmente.

Luego de la adecuación de las probetas, es necesario rotularlas de manera clara para evitar confusiones, ya que el total de probetas a analizar en este ensayo es de 39 probetas cuadradas.

A continuación las probetas son llevadas a la mufla por 24 horas a una temperatura de 50°C. Transcurrido este tiempo, se procede a limpiarlas, pasando un paño por su superficie para retirar posibles impurezas.

Se realiza el llenado de los recipientes plásticos, asegurándose de que contengan aproximadamente el mismo volumen de agua destilada, para que sea posible comparar los resultados. Lo importante es que el volumen sea el suficiente para que las probetas puedan ser sumergidas en su totalidad.

Posteriormente las probetas son pesadas cuidadosamente, ya que es necesario tomar una lectura exacta del peso inicial debido a que la cantidad de agua absorbida es muy pequeña y se podrían generar confusiones al momento de analizar los datos. Una vez pesadas son sumergidas en los recipientes plásticos, en los cuales debe permanecer 24 horas.

Inicialmente son pesadas nuevamente y registrado dichos pesos. Con los datos recogidos se procede a calcular los valores de absorción de agua y del promedio de absorción de agua considerando los valores absorbidos por las 3 probetas de cada compuesto. Se utilizaron las formulas presentadas a

continuación, considerando como m_1 la masa inicial de la probeta, previo a sumergirla y m_2 la masa final.

$$\text{Diferencia de Pesos}(mg) = m_2 - m_1$$

$$\text{Área de la probeta}(cm^2) = \text{lado} \times \text{lado}$$

$$\text{Absorción de Agua}\left(\frac{mg}{cm^2}\right) = \frac{\text{Diferencia de Pesos}}{\text{Área de la probeta}}$$

$$\text{Absorción de Agua}(\%) = \frac{\text{Diferencia de Pesos}}{m_1} \times 100\%$$

Posteriormente se realizó el promedio de las 3 probetas elaboradas para cada compuesto.



Figura 3.75: Análisis de absorción de agua

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

3.4.8 Ensayo de Dureza según Norma ASTM D 1474

1. Afilar los lápices dejando la mina desnuda de modo que se extienda 6mm. fuera de la madera.

2. Lijar el extremo de la mina perpendicularmente a su eje hasta que esté plano, liso y de sección circular.
3. El lápiz se sostiene firmemente a un ángulo de 45° y se empuja sobre la película en dirección contraria del probador.
4. El lápiz se pasa por la superficie comenzando desde el más suave (7B) y avanzando de uno en uno hasta el más duro 7H hasta que uno de estos rompa la película de recubrimiento aplicada sobre el sustrato.

3.4.9 Ensayo de Corrosión en Cámara Salina según Norma ASTM B 117 & D 1654

La corrosión en metales es producida por la interacción del metal con el medio que lo rodea, produciendo como resultado un empobrecimiento de sus propiedades físicas, mecánicas y químicas.

La corrosión es un proceso espontáneo y todos los materiales están expuestos a sufrir sus efectos perjudiciales, debido a que no es posible mantener un sistema completamente aislado del oxígeno presente en el aire y la humedad del ambiente.

Sin embargo este proceso puede acelerarse si el ambiente al que está expuesto el material presenta en su composición sustancias ácidas (HCl y H₂SO₄) que contribuyan con iones de Hidrógeno ácidos, los cuales se reducen en el área catódica consumiendo los electrones desprendidos del metal. A partir de que el metal se encuentre en estado iónico es más propenso a formar el óxido del mismo y a depositarse en la superficie del metal.

Al principio la presencia del óxido es casi imperceptible, sin embargo con el pasar el tiempo se empieza a acumular formando una capa de óxido sobre el metal oxidado. Cabe mencionar que este proceso de corrosión se lleva a cabo principalmente en las zonas rugosas y que presentan imperfecciones.

Ya que la presencia del óxido formado se va presentando lentamente, es necesario que se lleve a cabo mediciones periódicas, para poder analizar el progreso de la corrosión. El ensayo de corrosión en cámara salina permite realizar a las placas metálicas un monitoreo del progreso de la corrosión en las mismas. Las placas metálicas fueron recubiertas con films de los compuestos elaborados a partir de la matriz epóxica y

otros componentes (Cloisite Na, Cloisite 20A, AditivoBYK306, Carboxilato de Amina).

La aplicación se la realizó con un aplicador del tipo GARDCO, con un espesor de 3mils en cada una de las placas. Posteriormente fueron rotuladas y se las dejó a temperatura ambiente durante 7 días, tiempo que dura la reacción de curado.

Transcurridos los 7 días se procedió a tapar los bordes de cada placa con cinta adhesiva, para evitar que la corrosión que se genera en los bordes, afecte el resultado de la superficie metálica que será analizada.

Además se hizo marcas en forma de cruz en una de las placas metálicas que será ingresada en la Cámara, a la cual se le denomina P2 y a la placa sin marcas será llamada P1, para objeto de identificación.

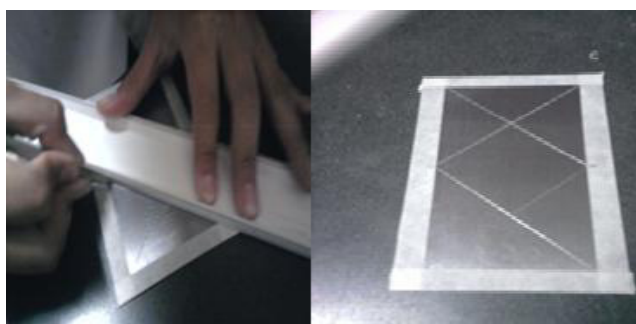


Figura 3.76: Rayado de placas metálicas

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Se ingresó a la Cámara Salina una probeta de cada nanocompuesto, el cual permitirá realizar el análisis respectivo de FTIR para poder identificar la variación de algún tipo de grupo químico, especialmente el aumento del grupo OH, luego de realizada la prueba.

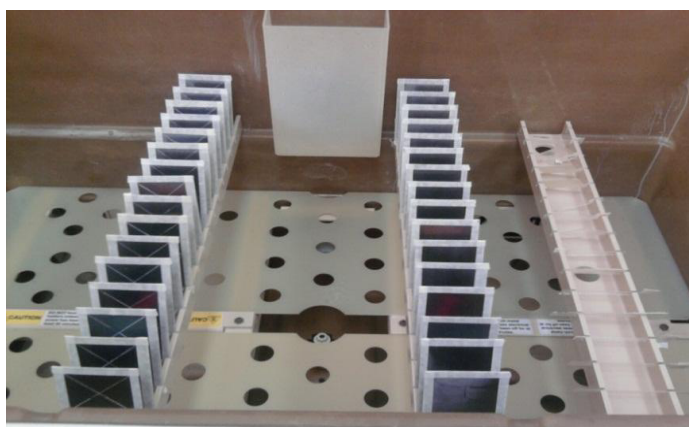


Figura 3.77: Placas y probetas en la cámara salina

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

No se realizó el análisis de FTIR en las placas, ya que el espectrofotómetro utilizado está compuesto por un lente de alta sensibilidad, que podría verse afectado por la rigidez de la placa, además que la presencia del óxido puede crear interferencia en el paso del haz de electrones en el film, generando una gráfica con gran ruido o interferencia.



Figura 3.78: Análisis de resistencia a la corrosión en cámara salina

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

3.4.10 Ensayo de Flamabilidad de Oxígeno según Norma ASTM D 2863

Este ensayo se lo realizó con la finalidad de comparar el efecto de los componentes adicionales a la matriz epóxica, la cual presenta la misma composición del compuesto convencionalmente comercializado. Además permite comprobar la capacidad de retardante de la llama que presentan generalmente las arcillas.

Se elaboraron probetas rectangulares con las dimensiones estipuladas en la Norma de referencia, por lo que las medidas de las probetas fueron 125mm de largo y 13mm de ancho. Al igual que en ensayos anteriores se recomienda una adecuación de las probetas previo al ensayo. Posteriormente

las probetas fueron marcadas a 25mm y 100mm tomando un extremo como referencia, según se indica en la norma.

A continuación cada una de las probetas fue sujeta del extremo tomado como referencia y se acercó a la llama generada por un mechero de Bunsen. Se tomó y registró tanto el tiempo que se tardó en encender y el tiempo en el que la llama de la probeta encendida alcanzó los 25mm.

Dependiendo de que la probeta alcance a autoextinguirse, se toma dicho tiempo consumido y distancia alcanzada. Sin embargo para nuestro caso en particular todas las probetas alcanzaron la marca ubicada a los 100mm, por lo cual no fue necesario tomar dicha distancia, pero sí se registró el tiempo consumido hasta llegar a la marca.

3.4.11 Ensayo de Adherencia según Norma ASTM D 3359

1. Seleccionar un área libre de manchas e imperfecciones del sustrato.
2. Asegurar que la superficie esté limpia y seca (valores extremos de temperatura y humedad relativa pueden afectar la adherencia de la cinta).

3. Colocar el sustrato sobre una base firme y hacer cortes cruzados usando el aparato de corte con cuchilla de dientes múltiples.
4. Para recubrimientos que tengan hasta 50 micrómetros de espesor de película seca, usar la cuchilla que tenga 11 dientes y 1mm de separación entre dientes y realizar el corte.
5. Para recubrimientos que tengan un espesor de película seca entre 50 micrómetros y 125 micrómetros, usar una cuchilla que tenga 6 dientes y 2mm de separación entre dientes y realizar el corte.
6. Hacer los cortes en el recubrimiento con un movimiento firme y presión suficiente para que el borde cortante alcance el panel.
7. Revisar los bordes cortantes de las cuchillas y si es necesario limpiarlos, hacer entonces los cortes adicionales a 90° y centrados en los cortes anteriores.
8. Proceder a limpiar con el cepillo el área de los cortes para remover cualquier residuo de recubrimiento levantado. Si

el metal no ha sido alcanzado, hacer otro corte igual en otra área hasta alcanzar el metal.

9. Cortar un pedazo de cinta de adherencia de aproximadamente 75mm de largo.
10. Colocar el centro de la cinta sobre la rejilla formada por el corte y sus alrededores, dejando un extremo libre, después alisarla con el dedo. Luego frotar fuertemente con el borrador del extremo de un lápiz para lograr un buen contacto.
11. Esperar 60 a 120 segundos después de la aplicación y retirar la cinta de la superficie halando rápidamente del extremo libre formando un ángulo de aproximadamente 180°.
12. Inspeccionar el área de la rejilla para comprobar si hay remoción del recubrimiento del panel, comparar la cuadrícula resultante con las que se indican en la tabla siguiente, seleccionar la más parecida y calificar el porcentaje de adherencia entre los valores de 35% y 100%.

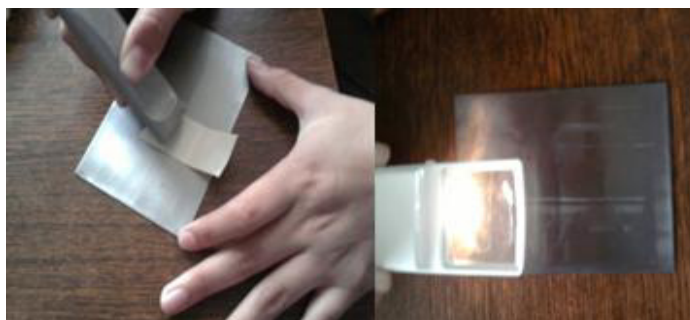


Figura 3.79: Análisis de adherencia

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla VII: Clasificación de los resultados del Test de adherencia

Classification of Adhesion Test Results		
Classification	Percent Area Removed	Surface of Cross-Cut Area from which Flaking has occurred form 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%	

Fuente: Norma ASTM D3359 [64].

CAPÍTULO 4

ANÁLISIS Y RESULTADOS

4 ANÁLISIS Y RESULTADOS

4.1 Difracción de Rayos X (XRD)

Esta técnica se utilizó para evaluar el grado de intercalación o exfoliación de las arcillas, tanto de la Cloisite Na como la Cloisite 20A en la matriz epóxica. Además se desea evaluar si la presencia del aditivo utilizado, en este caso el BYK306 produce algún efecto en la cristalinidad de la matriz epóxica y la arcilla. Se utilizó como referencia difractogramas de Rayos X de tesis anteriores desarrolladas en la ESPOL, entre estas el difractograma de la arcilla Cloisite Na y el de la Cloisite 20A.

Estos difractogramas nos permiten predecir donde debe encontrarse el pico característico de la presencia de las arcillas y en los nanocompuestos elaborados que contienen arcilla en su composición.

En el caso de los nanocompuestos que no contienen arcillas, no se presenta el pico mencionado anteriormente, sin embargo se puede evaluar el grado de intercalación o exfoliación del inhibidor de corrosión (Carboxilato de Amina) y el aditivo BYK306 en la matriz epóxica.

En caso de obtenerse una estructura intercalada, el pico o señal correspondiente al primer plano de difracción debería aparecer desplazada hacia la izquierda del difractograma, ósea desfasada a ángulos menores, lo que representa que el espacio entre las láminas de silicato, también llamado espacio interlaminar se ha incrementado.

Este aumento se debe a una parcial dispersión de la matriz epóxica, el inhibidor de corrosión y el aditivo (BYK306) dentro del espacio interlaminar de la arcilla. En caso de que la estructura sea del tipo exfoliada, el pico o señal correspondiente al primer plano de difracción debería desaparecer, lo que representa que el espacio interlaminar se ha aumentado lo suficiente con la presencia de los otros componentes de la mezcla como: la red epoxy-amine, el inhibidor de corrosión y el aditivo (BYK306), dependiendo de la composición del nanocompuesto. Lo que hace imposible la medición del espacio interlaminar.

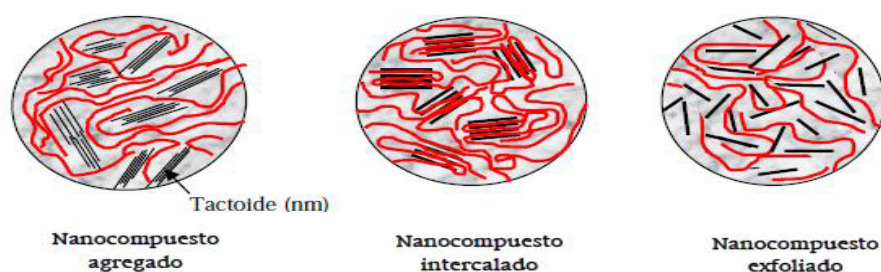


Figura 4.1: Nanocompuestos intercalados y exfoliados

Fuente: López A., Sifuentes P., Jin kap [65]

Sin embargo a pesar que la difracción de Rayos X es útil para estudiar los procesos de intercalación de los nanocompuestos elaborados con arcillas, es necesario complementar la evaluación de las propiedades con otros análisis como el TGA, FTIR; con la finalidad de poder comprender mejor la presencia de los componentes en el nanocompuesto.

En la Figura 4.2 se muestra el difractograma de la matriz epóxica, lo que corresponde al recubrimiento EA sin arcilla, aditivo BYK306 o inhibidor de corrosión, como es de esperar no aparecen picos característicos.

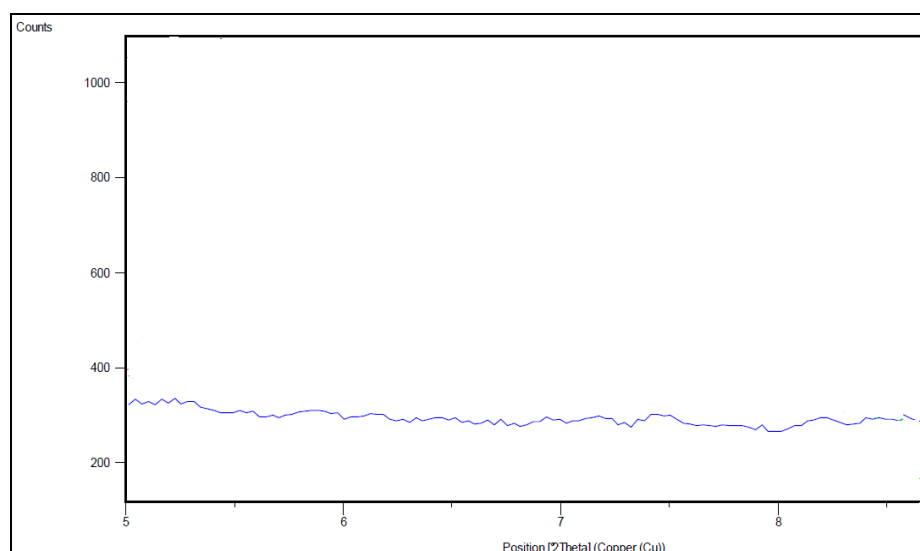


Figura 4.2: Difractograma del recubrimiento epóxica amina (EA)

Fuente: Guevara M., Tomalá M. [8]

A continuación se presenta los difractogramas de la Cloisite Na y 20A, que se tomarán en cuenta para el análisis posterior de los

nanocompuestos que incluyen en su estructura las nanoarcillas, ya que permitirá demostrar la presencia de arcilla en el nanocompuesto elaborado.

Ambas curvas se encuentran de color rojo, en el caso de la Cloisite Na, Figura 4.3 se observa un pico en la posición $2\theta = 7.903^\circ$. Para la Cloisite 20A, Figura 4.4 el pico aparece en la posición $2\theta = 3.931^\circ$.

Estas gráficas fueron obtenidas de tesis anteriores, donde la concentración del carboxilato de amina sólo es de 0.5 CEC CA, el difractograma de interés de estas figuras sólo es de la Cloisite Na y 20A sin inhibidor de corrosión [8].

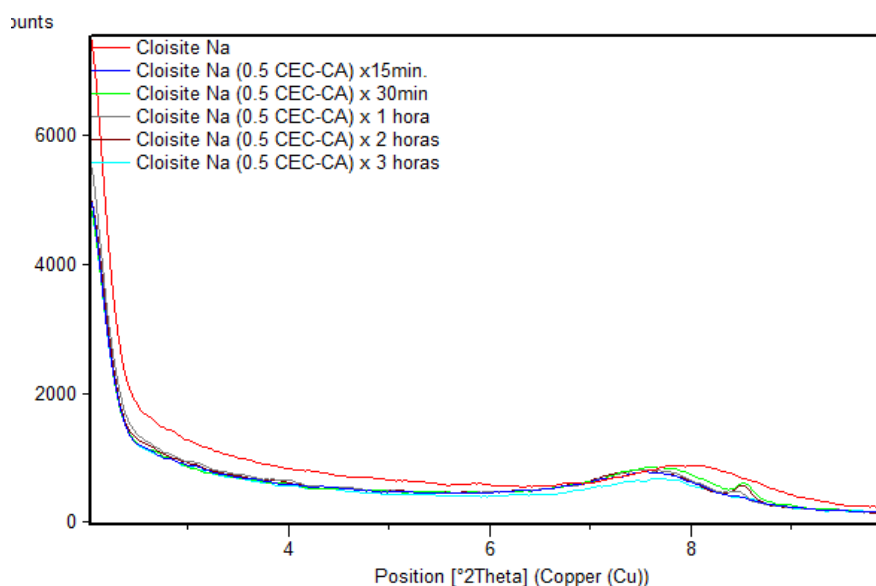


Figura 4.3: Difractograma de Cloisite Na
Fuente: Guevara M., Tomalá M. [8]

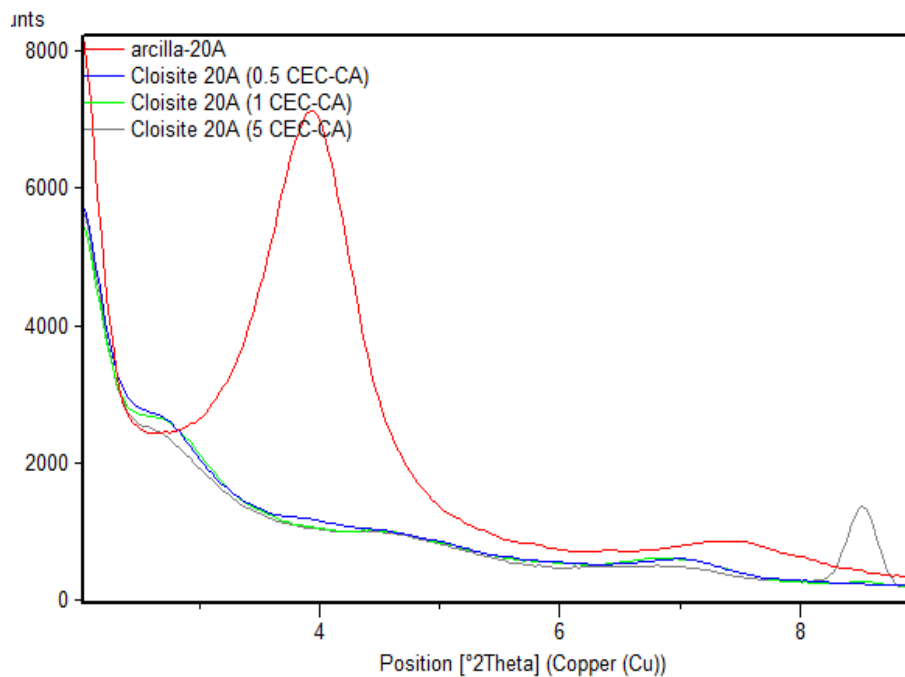


Figura 4.4: Difractograma de Cloisite 20A
 Fuente: Guevara M., Tomalá M. [8]

4.1.1 Difracción de Rayos X de Todos los Nanocompuestos con Cloisite Na

A continuación se presenta una serie de difractogramas apilados (Figura 4.5), para facilitar la comparación entre la matriz epóxica (EA), EA BYK306, compuestos que incluyen inhibidor en diferentes proporciones y las mezclas completas que incluyen a la Cloisite Na en su composición.

Como se puede observar en la Figura 4.5, los nanocompuestos no presentan picos característicos de la arcilla, mas bien su tendencia revela una exfoliación total en la matriz del

nanocompuesto, lo cual supera la expectativa de lograr una intercalación de los componentes en la nanoarcilla.

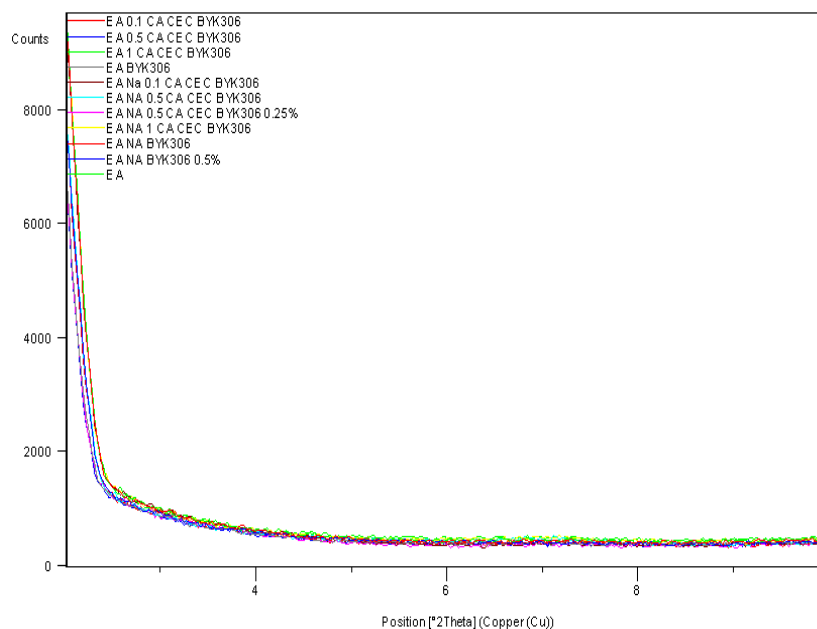


Figura 4.5: Diffractograma de los nanocompuestos con Cloisite Na

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Aquí se demuestra la acción principalmente del aditivo BYK306. Este aditivo contiene polidimetilsiloxano modificado con poliéter, el polidimetilsiloxano es un modificador superficial que permite la compatibilización con materiales orgánicos como la epoxica-amina e inorgánicos como la Cloisite Na. En este caso la exfoliación, se debe al ingreso del polidimetilsiloxano entre las capas de arcillas incrementando el grado de intercalación o exfoliación, similar alcance ha sido observado por otros investigadores [66, 67].

Sin embargo, los difractogramas presentados presentan la desventaja de no brindar más información sobre la manera en que están distribuidos los componentes dentro del nanocompuesto. Únicamente nos revela que se ha llevado a cabo una exfoliación total en las láminas de la arcilla, sin embargo esta hipótesis debe ser corroborada con otros análisis.

Cabe mencionar que la Figura 4.5, presenta además el difractograma del compuesto constituido por resina epóxica, amina, Cloisite Na, inhibidor de corrosión (0.5 CEC CA) y aditivo (BYK 306), pero con una proporción en masa diferente al resto de nanocompuestos desarrollados, ya que este nanocompuesto presenta en su composición 0.25% en masa del aditivo, en relación con la masa total de la mezcla. Y como se puede apreciar no existe variación en el difractograma, en relación con los difractogramas de los otros nanocompuestos. Esto nos permite inducir que el inhibidor no tiene un efecto importante en este proceso de exfoliación. Además se presenta el difractograma del compuesto constituido por resina epóxica, amina, Cloisite Na y aditivo (BYK306), en una proporción del 0.5% con relación al peso total de la mezcla, sin presentar alguna variación considerable.

4.1.2 Difracción de Rayos X de Todos los Nanocompuestos con Cloisite 20A

A continuación se presenta una serie de difractogramas apilados (Figura 4.6), para facilitar la comparación entre la resina epóxica, compuestos que incluyen inhibidor en diferentes proporciones y las mezclas completas que incluyen a la Cloisite 20A en su composición.

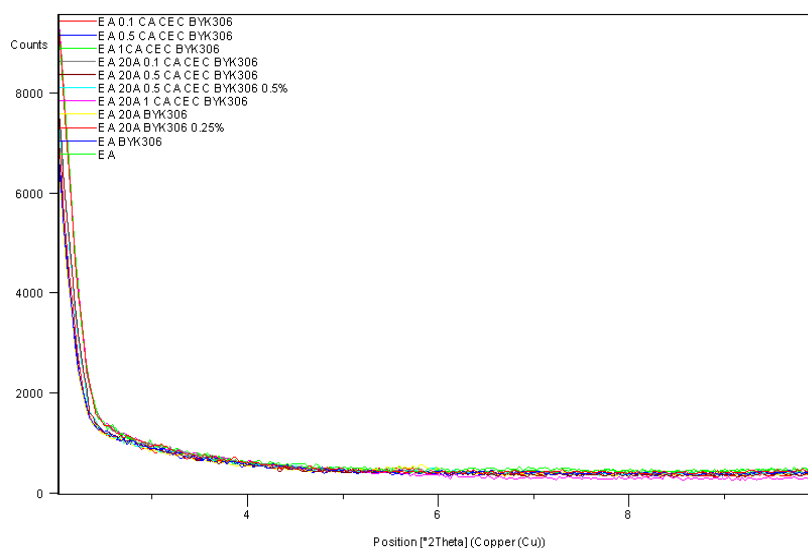


Figura 4.6: Difractograma de los nanocompuestos con Cloisite 20A

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Al igual que en la Figura 4.5, los difractogramas de la Figura 4.6 revelan que los nanocompuestos presentan una aparente exfoliación total en su estructura, a pesar de que estos compuestos difieren de la composición de los mostrados anteriormente en que este tipo de nanocompuesto se

desarrolló con otro tipo de arcilla (Cloisite 20 A). Cabe mencionar que la Figura 4.6, se incluyen los difractogramas correspondientes a los nanocompuestos denominados EA 20A BYK306 y EA 20A 0.5 CEC CA BYK306, los cuales difieren de los nanocompuestos desarrollados en la proporción de aditivo (BYK 306), pero con una proporción en masa diferente al resto de nanocompuestos desarrollados.

Para el primer nanocompuesto la proporción del aditivo en la mezcla fue del 0.25% y para el segundo la proporción fue del 0.5%. Según los difractogramas la concentración de 0.1% de BYK fue suficiente para lograr una exfoliación en este nanocompuesto epóxico amina. Estas variaciones en la proporción de aditivo en la mezcla, se debe a que en la hoja técnica del mismo, solo se sugiere un rango de proporción del aditivo en la mezcla (0.1% -0.5%). Por esto al inicio del desarrollo de los nanocompuestos se consideró variar la concentración del aditivo, sin embargo finalmente se decidió establecer la proporción de 0.1% para todos los nanocompuestos.

Las siguientes gráficas fueron estudios realizados en otras investigaciones [68], se observa los picos característicos de las

arcillas utilizadas Cloisite Na y 20A en la Figura 4.7, una exfoliación estaría representada por una curva sin picos, en el caso de la Cloisite Na (CINa) se observa que posee un pico mayor que la Cloisite 20A esto indica que esta última arcilla cuenta con espacios basales mayores que la Na ya que posee un pico de menor intensidad que la Cloisite Na.

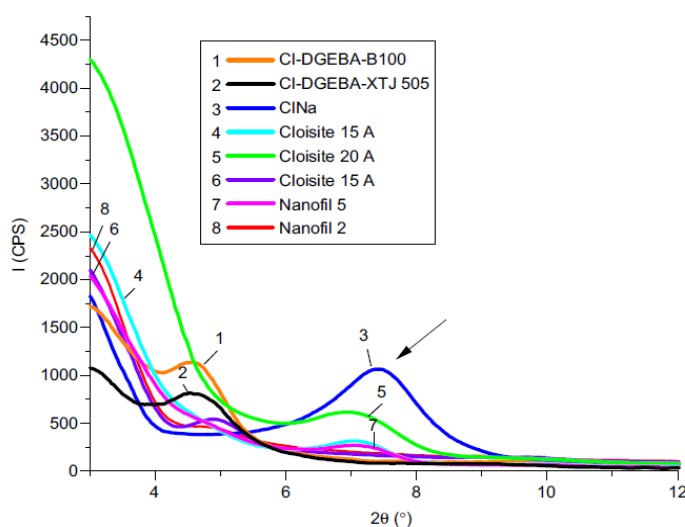


Figura 4.7: Diffractograma de arcillas

Fuente: Garea S., Horia L., Ancuta B. [68]

En la Figura 4.8 se observa un diffractograma del mismo trabajo de investigación mencionado [68] de la epóxica curada con Jeffamine D230, no se observan picos ya que no cuenta con espacios basales.

En la Figura 4.9 se puede observar la disminución de los picos de los compuestos que también se han desarrollado en esta tesis, sin embargo la existencia de estos picos en la Figura 4.9

es diminuta pero notoria, por lo tanto se diferencia la presencia del aditivo utilizado en esta investigación BYK306 cuyo resultado es un difractograma aparentemente exfoliado.

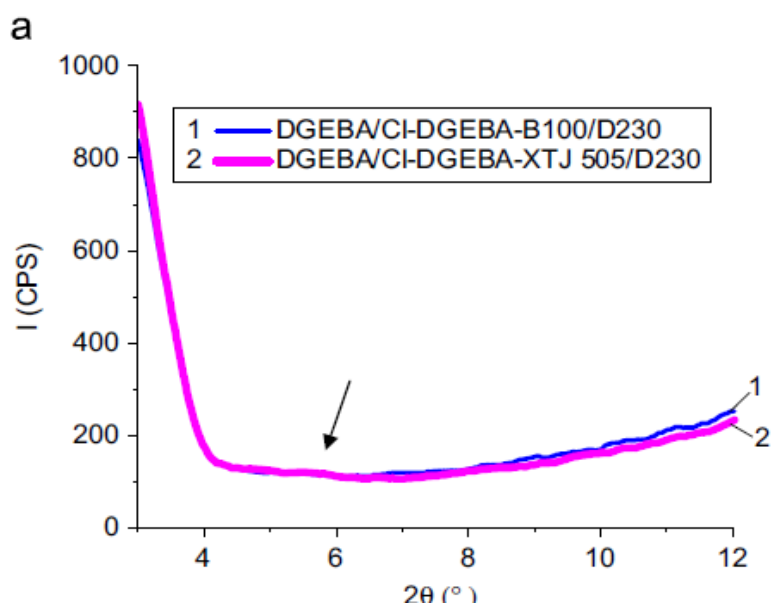


Figura 4.8: Diffractograma epóxica amina (Jeffamine D230)

Fuente: Garea S., Horia L., Ancuta B. [68]

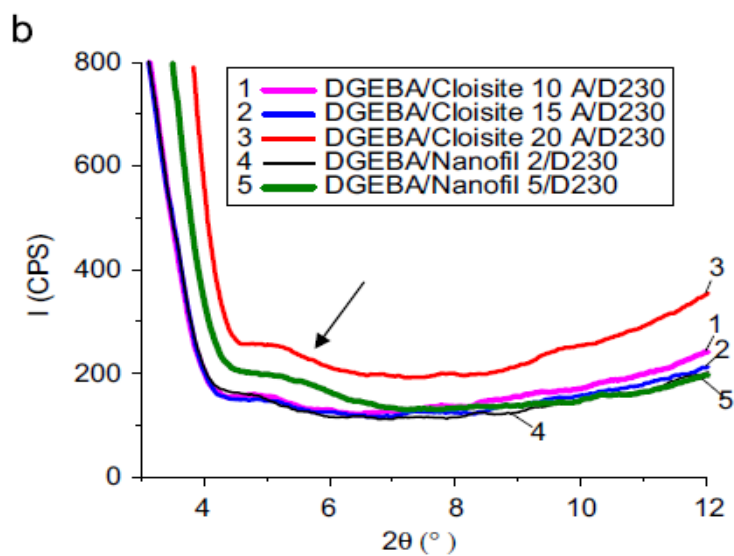


Figura 4.9: Diffractograma de nanocompuestos

Fuente: Garea S., Horia L., Ancuta B. [68]

4.2 Espectrometría Infrarroja por Transformadas de Fourier (FTIR)

A continuación se muestran varias espectroscopías infrarrojas, en las que se observan los diferentes nanocompuestos y compuestos básicos en gráficos superpuestos, con el fin de poder comparar sus espectros. Esta comparación de espectros será únicamente con el mismo nanocompuesto o compuesto básico ya que los films de estos recubrimientos fueron sometidos a la cámara de niebla salina con una solución de Cloruro de Sodio al 5% durante 336 horas, para poder realizar una comparación entre diferentes films se debió haber obtenido films del mismo espesor, lo que en nuestro caso para esta prueba no era constante. También se muestran espectros individuales con sus picos característicos con el fin de desarrollar un análisis de estos.

Básicamente lo que buscamos es encontrar los cambios en la estructura molecular o el aumento / disminución de ciertos grupos funcionales de los nanocompuestos, no solamente con la adición de picos característicos de las nanoarcillas, sino con la observación de cambios en todo el espectro.

Primero analicemos los espectros característicos de las sustancias básicas: Resina Epoxy DGEBA EPON 828, Agente curador JEFFAMINE D-230, Aditivo Superficial de Silicona BYK306,

Surfactante Carboxilato de Amina, para todos los nanocompuestos. Se pueden observar en las siguientes Figuras y Tablas. En la Figura 4.10 se observa el FTIR de la resina epóxica DGEBA EPON828 con sus picos característicos y en la Tabla VIII se muestra la asignación de las bandas de absorción de los datos obtenidos de los espectros.

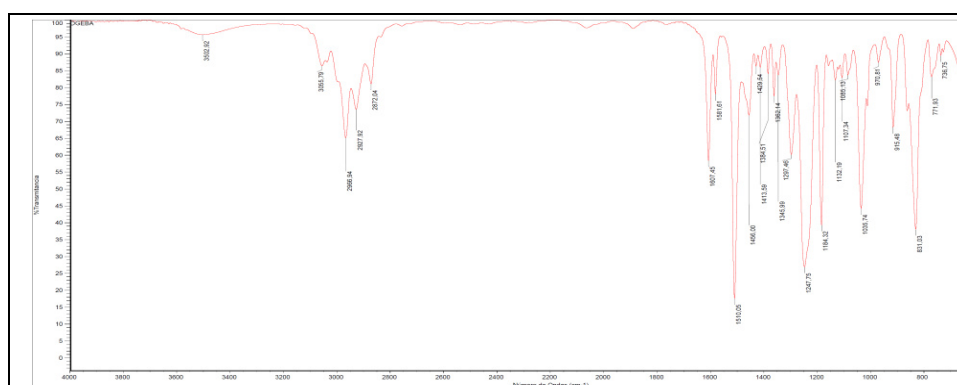


Figura 4.10: Espectroscopía FTIR de la resina Epoxy DGBA EPON 828 con picos característicos

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla VIII: Datos obtenidos del espectro de la resina Epoxy DGBA EPON 8828

Grupos Funcionales	IR [frequency, cm-1]
NH2 primary stretch and NH secondary amine stretch Stretch and OH combination	3200-3600
C-H stretch aromatic	3054
C-H stretch aromatic	3034
CH3 asymmetric stretch	2968
CH2 asymmetric stretch	2925
CH3 asymmetric stretch	2870
C=C of 1-4 substituted benzene	1605
C=C of 1-4 substituted benzene + Primary	1579

amine bending	
NH secondary amine	1558
NH secondary amine	1540
C=C of 1-4 substituted benzene	1508
CH2 (scissoring)+ CH3 + C=C of the 1-4-substituted benzene	1454
CH2 (twisting of epoxy group	1345
CH2 + CH2 (twisting and wagging)	1295
C-O-C of epoxy ring + aromatic ether	1245
CH benenic	1183
C-O-C (from PPO) + CN (fromPPO)	1108
CH of 1-4-substituted benzene + C-O-C	1034
epoxy groups	970
epoxy ring	917
NH2 primary stretch	862
CH of aromatic	833
CH2 (rocking) + CH2 of epoxy group	770

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En la Figura 4.11 se observa el FTIR de la JEFFAMINE D-230 con sus picos característicos y en la Tabla IX se muestra la asignación de las bandas de absorción de los datos obtenidos de los espectros.

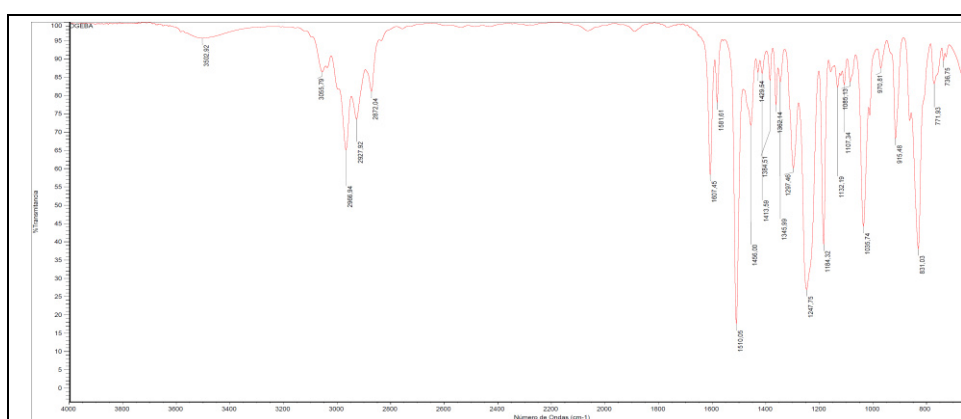


Figura 4.11: Espectroscopía FTIR del agente curador Jeffamine D-230

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

**Tabla IX: Datos obtenidos del espectro del agente curador
Jeffamine D 230**

Grupos Funcionales	IR (frequency, cm- 1)
NH₂ primary stretch and NH secondary amine stretch and OH combination	3200-3600
C-H stretch aromatic	3054
C-H stretch aromatic	3034
CH₃ asymmetric stretch	2968
CH₂ asymmetric stretch	2925
CH₃ asymmetric stretch	2870
C=C of 1-4 substituted benzene	1605
C=C of 1-4 substituted benzene + Primary amine bending	1579
NH secondary amine	1558
NH secondary amine	1540
C=C of 1-4 substituted benzene	1508
CH₂ (scissoring)+ CH₃ + C=C of the 1-4-substituted benzene	1454
CH₂ (twisting of epoxy group	1345
CH₂ + CH₂ (twisting and wagging)	1295
C-O-C of epoxy ring + aromatic ether	1245
CH benzenic	1183
C-O-C (from PPO) + CN (fromPPO)	1108
CH of 1-4-substituted benzene + C-O-C	1034
epoxy groups	970
epoxy ring	917
NH₂ primary stretch	862
CH of aromatic	833
CH₂ (rocking) + CH₂ of epoxy group	770

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En la Figura 4.12 se observa el FTIR del aditivo superficial con silicona BYK306 con sus picos característicos y en la Tabla X se muestra a asignación de las bandas de absorción.

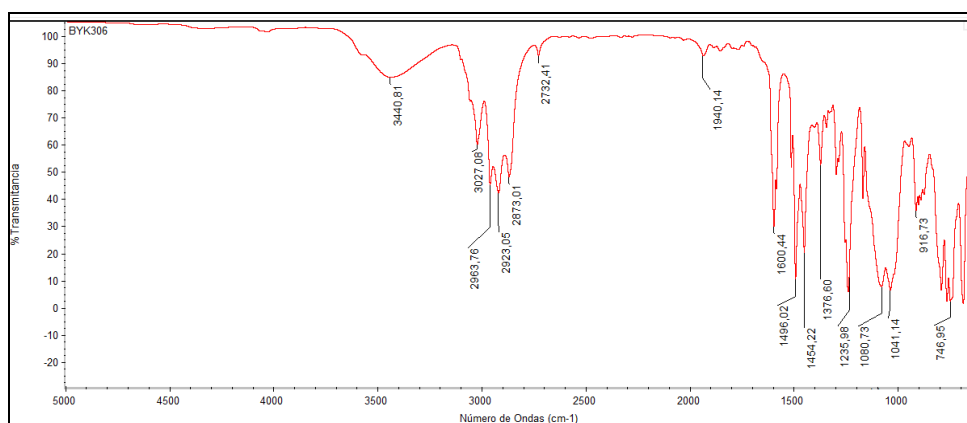


Figura 4.12: Espectroscopía FTIR del aditivo superficial con silicona BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla X: Datos obtenidos del espectro del aditivo superficial con silicona BYK306

Grupos Funcionales	IR (frequency, cm-1)
NH2 primary stretch and NH secondary amine stretch Stretch and OH combination	3440,81
C-H stretch aromatic	3027,08
CH3 asymmetric stretch	2963,76
CH2 asymmetric stretch	2923,05
CH3 asymmetric stretch	2873,01
C=C of 1-4 substituted benzene	1600,44 - 1496,02
CH2 (scissoring)+ CH3 + C=C of the 1-4-substituted benzene	1454,22
C-N bend	1235,98
-O-C-C str	1080,73
CH2-O-CH	916,73
Ar =C-H, C-H	746,95

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En la Figura 4.13 se observa el FTIR del Surfactante Carboxilato de Amina con sus picos característicos y en la Tabla XI se muestra la asignación de las bandas de absorción.

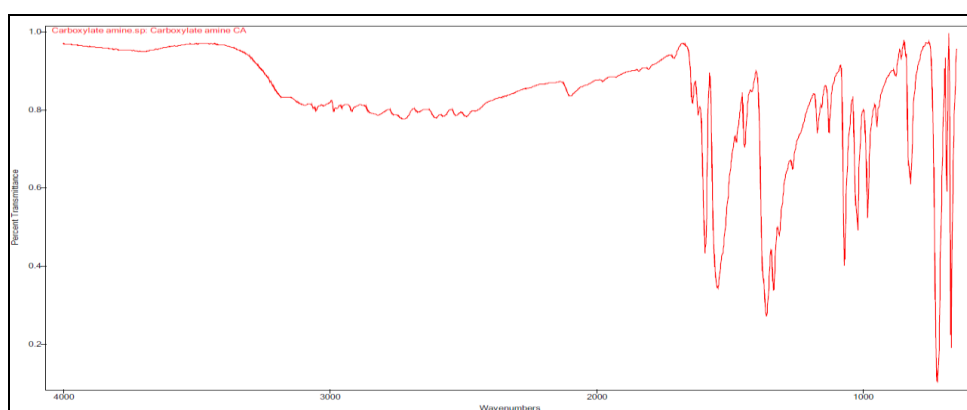


Figura 4.13: Espectroscopía FTIR del surfactante carboxilato de amina

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XI: Datos obtenidos del espectro del surfactante carboxilato de amina

Grupos Funcionales	IR (frequency, cm-1)
Free OH stretching group from CA	3698
NH3+ stretching from CA	2100
NH3+ deformation from CA	1643
C=C stretching from CA	1593
COO- asymmetric in CA	1547
CH2 bending from CA	1476
C=C from Aromatic ring	1444
COO--H in CA (weak)	1419
Out of plane CH2 bending from AA	1366
C-C ring stretching	1337
CH2 deformation	984
C-O / C-H bending from aromatic	820-850
CH deformation mode from CA	724
CH deformation from aromatic ring	689

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

4.2.1 Espectrometría Infrarroja por Transformadas de Fourier del Compuesto Convencional

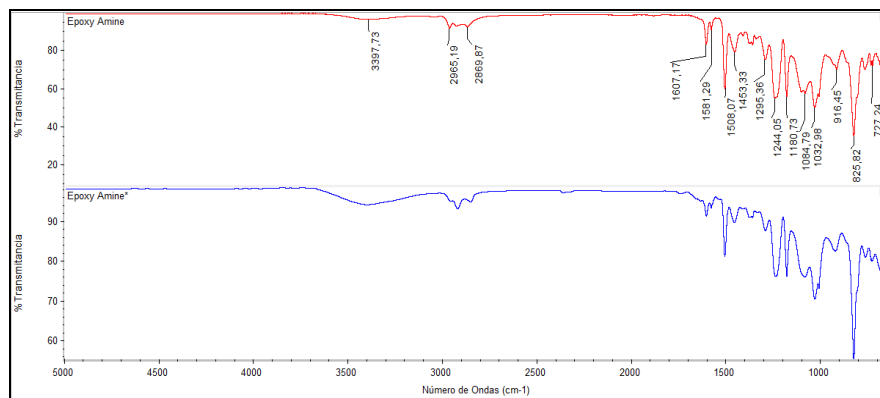


Figura 4.14: Espectroscopía FTIR del compuesto convencional

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XII: Datos obtenidos del espectro del compuesto convencional

Grupos Funcionales	IR (frequency, cm-1)
C-OH str	3397,73
-CH2-, -CH3- assym str	2965,19
-CH2-, -CH3- sym str	2869,87
Ar -C=C-H str	1607,17 - 1581,29 – 1508,07
C-N bend	1295,36 - 1244,05
CH anillo aromatic	1180,73
-O-C-C str	1084,79
-C-O-C-	1032,89
CH2-O-CH	916,45
Ar 1,4 substit. Ring	825,82
Ar =C-H, C-H	727,24

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En lo que respecta a la matriz polimérica de resina epóxica curada con poliamida, en la Figura 4.14 se puede apreciar su espectro característico, en la Tabla XII los grupos funcionales

de absorción y la Figura 4.15 y Tabla XIII lo correspondiente al compuesto convencional con el aditivo superficial de silicona BYK306. Es un análisis comparativo entre el mismo compuesto antes y después de 336 horas en cámara de corrosión salina.

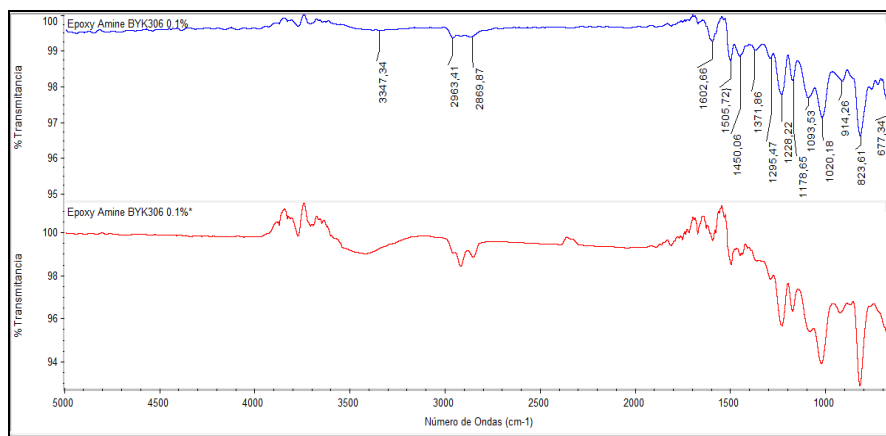


Figura 4.15: Espectroscopía FTIR del compuesto convencional con aditivo BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En ambos casos se puede observar que existen los mismos grupos funcionales como principales tenemos el C-OH str, -CH₂- , -CH₃- assym str y -CH₂- , -CH₃- sym str, que se ve un incremento esto podría darse debido a la reacción que se da con la solución de Cloruro de Sodio al 5%.

Tabla XIII: Datos obtenidos del espectro del compuesto convencional con aditivo NYK306

Grupos Funcionales	IR (frequency, cm-1)
C-OH str	3397,13
-CH ₂ - , -CH ₃ - assym str	2963,41
-CH ₂ - , -CH ₃ - sym str	2869,87
Ar -C=C-H str	1602,66 - 1505,72
N=O Nitro str	1450,06 - 1371,86

C-N bend	1295,47 - 1020,18
CH anillo aromatic	1178,65
-O-C-C str	1093,53
CH2-O-CH	914,26
Ar 1,4 substit. Ring	823,61
Ar =C-H, C-H	763,40 - 726,36
-C-N- str	677,34

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En el compuesto convencional con aditivo BYK306, se observa un incremento considerable en C-OH str, -CH2- , -CH3- assym str y -CH2- , -CH3- sym str después de ser sometido a la solución de Cloruro de Sodio, esto podría dar por el aditivo que está incorporado en la estructura de este recubrimiento.

4.2.2 Espectrometría Infrarroja por Transformadas de Fourier de Compuestos con Carboxilato de Amina

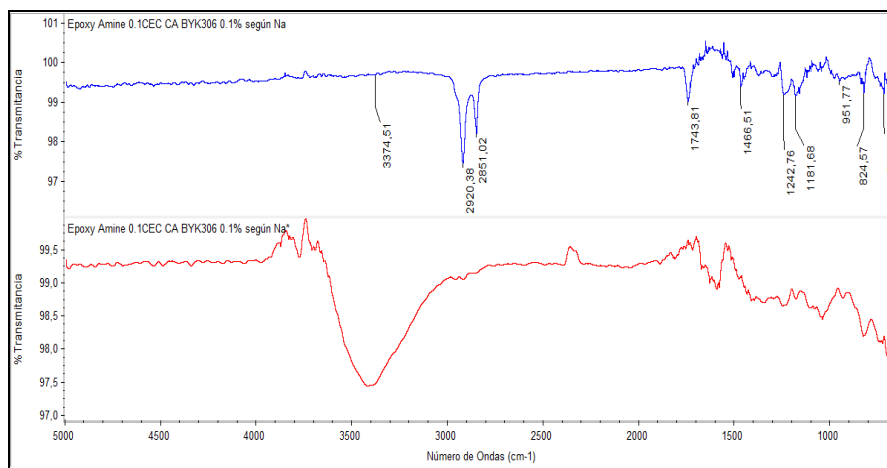


Figura 4.16: Espectroscopía FTIR del compuesto convencional con 0.1 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XIV: Datos obtenidos del espectro del compuesto convencional con 0.1 CEC CA BYK306

Grupos Funcionales	IR(frequency, cm-1)
C-OH str	3374,51
-CH2- , -CH3- assym str	2920,38
-CH2- , -CH3- sym str	2851,02
C=O ester	1743,81
N=O Nitro str	1466,51
C-N bend	1242,76
-C-C-O-C- str	1181,68
Ar 1,4 substit. Ring	824,57
Ar =C-H, C-H	719,64

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En este compuesto convencional mostrado en la Figura 4.16 y Tabla XIV con Carboxilato de Amina 0.1 CEC, se observa que antes de entrar a la cámara prácticamente no poseía un pico del grupo funcional C-OH str, pero en cuanto a los -CH2- , -CH3- assym str y -CH2- , -CH3- sym str se notan picos muy marcados.

Después de su exposición a la solución se puede ver que existe una gran absorción del grupo C-OH str y a su vez una parcial desaparición de los grupos -CH2- , -CH3- assym str y -CH2- , -CH3- sym str.

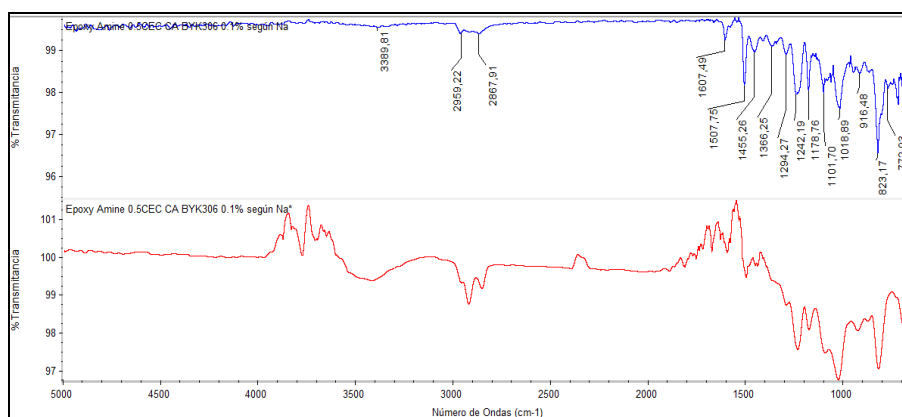


Figura 4.17: Espectroscopía FTIR del compuesto convencional con 0.5 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XV: Datos obtenidos del espectro del compuesto convencional con 0.5 CEC CA BYK306

Grupos Funcionales	IR(frequency, cm-1)
C-OH str	3389,81
-CH2- , -CH3- assym str	2959,22
-CH2- , -CH3- sym str	2867,91
Ar -C=C-H str	1607,49—1507,75
N=O Nitro str	1455,26—1366,25
C-N bend	1294,27—1242,19
-C-C-O-C- str	1178,76
C-N- str -	1101,70
CN	1018,89
CH2-O-CH	916,48
Ar 1,4 substit. Ring	823,17
Ar =C-H, C-H	772,93

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En este compuesto convencional con Carboxilato de Amina 0.5 CEC (Figura 4.17), se observa que posee un pico del grupo funcional C-OH str muy pequeño al igual que el de los -CH2- , -CH3- assym str y -CH2- , -CH3- sym str. Después de las 336 horas a la solución se puede ver que existen picos de los

grupos antes mencionados pero con un parcial incremento. Es imposible comparar entre compuestos por la variación de los espesores para esta prueba, se podría poner como una hipótesis que a mayor capacidad de intercambio catiónico del Carboxilato de Amina disminuye la capacidad de absorción sobre todo para el grupo C-OH str.

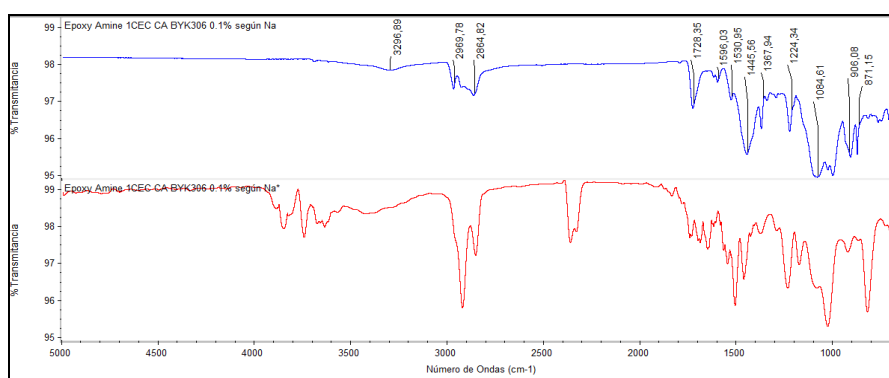


Figura 4.18: Espectroscopía FTIR del compuesto convencional con 1 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XVI: Datos obtenidos del espectro del compuesto convencional con 1 CEC CA BYK306

Grupos Funcionales	IR (frequency, cm-1)
C-OH str	3296,89
-CH2- , -CH3- assym str	2970,87
-CH2- , -CH3- sym str	2862,19
C=O aldehído	1728,89
N=O Nitro str	1530,95—1445,56—1367,94
C-N bend	1224,34
-O-C-C str	1084,61
CH2-O-CH	906,08
Ar 1,4 substit. Ring	871,15

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

La Figura 4.18 muestra la espectroscopía del compuesto convencional con Carboxilato de Amina 1 CEC, se observa que los grupos funcionales C-OH str posee un pequeño pico y los -CH₂- , -CH₃- assym str, -CH₂- , -CH₃- sym str un pico más marcado pero así mismo relativamente pequeño.

Después se puede observar que los picos que han sufrido un incremento notable son los de -CH₂- , -CH₃- assym str, -CH₂- , -CH₃- sym str, pero el de C-OH str sufrió un ligero aumento.

Una vez más se podría poner como una hipótesis lo antes mencionado de que a mayor capacidad de intercambio catiónico del Carboxilato de Amina disminuye la capacidad de absorción sobre todo para el grupo funcional C-OH str.

4.2.3 Espectrometría Infrarroja por Transformadas de Fourier de Nanocompuestos con Cloisite Na

Primero se presenta el espectro característico de arcilla utilizada, Cloisite Na (Figura 4.19). Los grupos funcionales y frecuencias se pueden observar en la Tabla XVII.

Cabe recalcar que los espectros se están analizando los grupos funcionales C-OH str, -CH₂- , -CH₃- assym str y -CH₂- , -CH₃- sym str, ya que a números de ondas inferiores a la de

estos grupos sólo se obtenían interferencias ya sea por la humedad que existía en el film luego de la exposición o bien que al limpiar dichos films hayan podido quedar restos del papel.

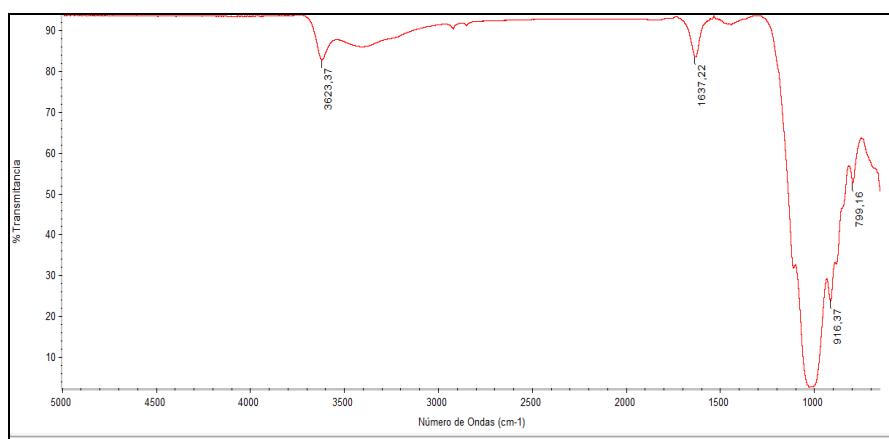


Figura 4.19: Espectroscopía FTIR de la Cloisite Na

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XVII: Datos obtenidos del espectro de la Cloisite Na

Grupos Funcionales	IR (frequency, cm-1)
OH stretching group	3621
OH plane bending from Cloisite Na	1636
Si-O stretchng longitudinal mode	1118
SiO streching	1031
Flexión Al-O	918
Deformación Al-Fe-OH	888
Al-Mg-OH deformation	820-850
Si-O bending (ovearlap)	800

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Analizaremos los nanocompuestos fabricados con la Cloisite Na, partiendo de que únicamente esta la matriz polimérica con

aditivo superficial con silicona BYK306 y la arcilla Cloisite Na, luego a este nanocompuesto se la agregará el inhibidor de corrosión Carboxilato de Amina variando su capacidad de intercambio catiónico (CEC).

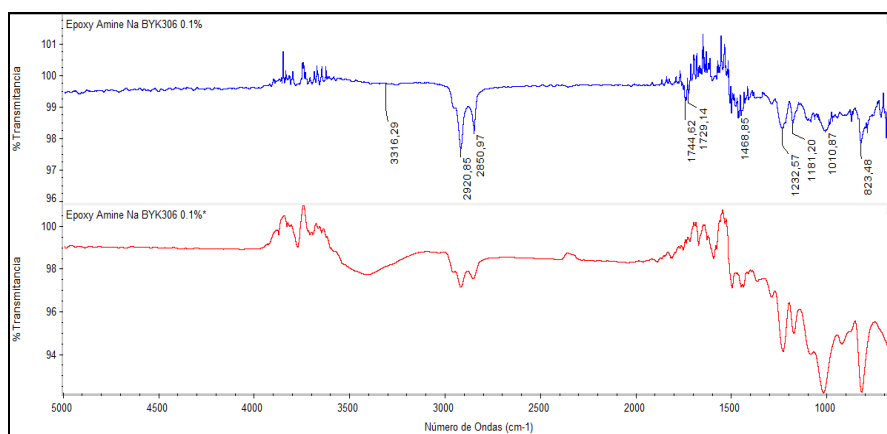


Figura 4.20: Espectroscopía FTIR del nanocompuesto con Cloisite Na y BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XVIII: Datos obtenidos del espectro del nanocompuesto con Cloisite Na y BYK306

Grupos Funcionales	IR (frequency, cm-1)
C-OH str	3316,29
-CH2- , -CH3- assym str	2920,85
-CH2- , -CH3- sym str	2850,97
C=O ester	1744,62
C=O aldehído	1729,14
C=C aromatic	1468,64
CH anillo aromatic	1181,20
C-N bend	1010,87
Ar 1,4 substit. Ring	823,48

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Para este nanocompuesto mostrado en la Figura 4.20, se observa que posee un pico del grupo funcional C-OH str

demasiado pequeño a diferencia del pico de los grupos -CH₂- , -CH₃- assym str y -CH₂- , -CH₃- sym str, que este se presenta bien definido y con un gran porcentaje de transmitancia. En el espectro inferior se puede ver como el contacto de este nanocompuesto con la solución de Cloruro de Sodio reaccionan haciendo una diferencia con el patrón que se venía viendo, ahora el grupo C-OH str incrementa su porcentaje de transmitancia y los grupos -CH₂- , -CH₃- assym str, -CH₂- , -CH₃- sym str disminuyen este porcentaje.

Antes se ve una relación proporcional, es decir si un grupo aumentaba todos aumentaban, en este caso uno aumenta y el otro disminuye podría atribuírsele este fenómeno a la presencia de la Cloisite Na, pero es tan solo una hipótesis debido a la difícil comparación entre compuestos.

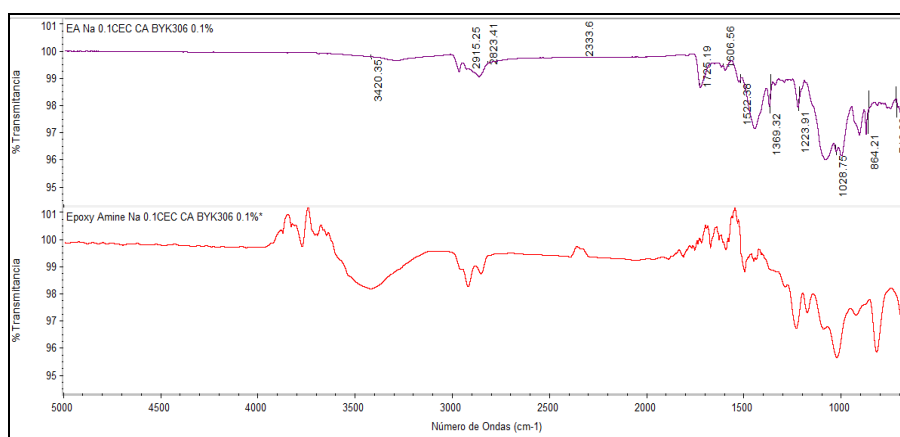


Figura 4.21: Espectroscopía FTIR del nanocompuesto con Cloisite Na 0.1 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XIX: Datos obtenidos del espectro del nanocompuesto con Cloisite Na 0.1 CEC CA BYK306

Grupos Funcionales	IR (frequency, cm-1)
C-OH str	3434,83
-CH2- , -CH3- assym str	2949,74
-CH2- , -CH3- sym str	2861,67
C=O aldehído	1715,19
Ar -C=C-H str	1602,74
N=O Nitro str	1533,86—1357,84
C-N bend	1220,08—1017,48
Ar =C-H, C-H	883,99—721,62

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En la Figura 4.21, Cloisite Na 0.1 CEC de Carboxilato de Amina y aditivo BYK306, se observa que presenta un pico de C-OH str pequeño, así como el de los grupos -CH2- , -CH3- assym str y -CH2- , -CH3- sym str. Luego se observa un aumento de ambos picos al estar en contacto con la solución de Cloruro de Sodio, el pico de los -CH2- , -CH3- assym str, -CH2- , -CH3- sym str si bien aumento, este fue un incremento no tan notable como en el caso del C-OH str.

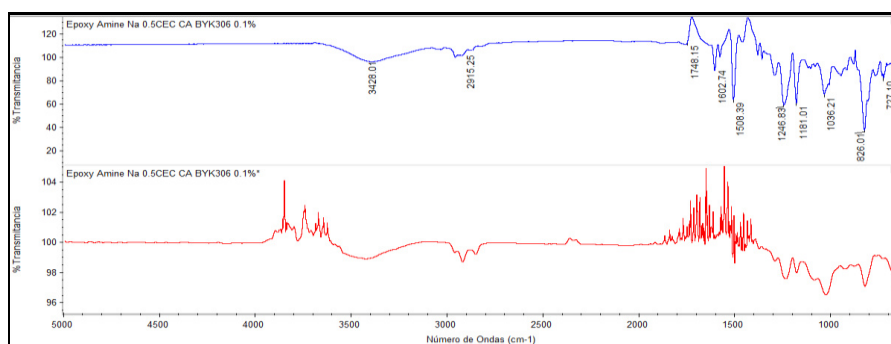


Figura 4.22: Espectroscopía FTIR del nanocompuesto con Cloisite Na 0.5 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XX: Datos obtenidos del espectro del nanocompuesto con Cloisite Na 0.5 CEC CA BYK306

Grupos Funcionales	IR (frequency, cm-1)
C-OH str	3428,0
-CH ₂ - , -CH ₃ - assym str	2915,25
C=O aldehído	1748,15
Ar -C=C-H str	1602,74
N=O Nitro str	1508,39
C-N bend	1246,83
-C-O-C-	1036,00
Ar =C-H, C-H	826,01—727,10

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

El nanocompuesto Cloisite Na 0.5 CEC de Carboxilato de Amina y aditivo BYK306 de la Figura 4.22, presenta un pico de C-OH str ligeramente abultado, así como el de los grupos -CH₂- , -CH₃- assym str y -CH₂- , -CH₃- sym str. Luego se observa una mínima disminución casi imperceptible del grupo C-OH str, así como un aumento no tan grande de los -CH₂- , -CH₃- assym str, -CH₂- , -CH₃- sym str.

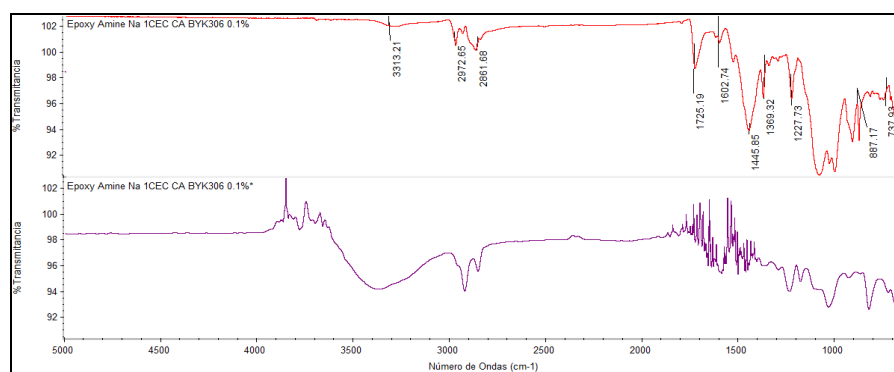


Figura 4.23: Espectroscopía FTIR del nanocompuesto con Cloisite Na 1 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XXI: Datos obtenidos del espectro del nanocompuesto con Cloisite Na 1 CEC CA BYK306

Grupos Funcionales	IR (frequency, cm-1)
C-OH str	3313,21
-CH2- , -CH3- assym str	2972,65
-CH2- , -CH3- sym str	2801,68
C=O aldehído	1725,19
Ar -C=C-H str	1602,74
N=O Nitro str	1445,85—1369,32—1227,73
C-N bend	1227,73
-O-C-C str	1082,00
Ar 1,4 substit. Ring	887,17
Ar =C-H, C-H	737,93

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

La Figura 4.23 muestra el nanocompuesto con Cloisite Na 1 CEC de carboxilato de amina y aditivo BYK306, se observa que los grupos funcionales C-OH str posee un pequeño pico, así como el de los -CH2- , -CH3- assym str, -CH2- , -CH3- sym str. Luego de la corrosión los picos incrementan, pero el de mas ganancia es el de C-OH str a diferencia que el de los -CH2- , -CH3- assym str, -CH2- , -CH3- sym str con menor ganancia.

4.2.4 Espectrometría Infrarroja por Transformadas de Fourier de Nanocompuestos con Cloisite 20A

Se presenta el espectro característico de nanoarcilla utilizada, Cloisite 20A en la Figura 4.24. Los grupos funcionales y frecuencias se pueden observar en la Tabla XXII.

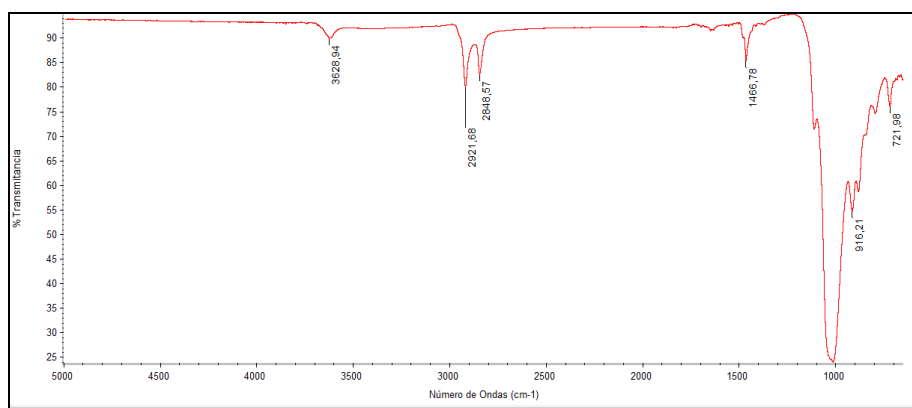


Figura 4.24: Espectroscopía FTIR de la Cloisite 20A
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XXII: Datos obtenidos del espectro de la Cloisite 20A

Grupos Funcionales	IR (frequency, cm ⁻¹)
Estiramiento de los grupos OH presentes en la MMT	3628
Grupos CH ₂ Cadenas de Alkilamonio	2922- 2849
Flexión grupo CH ₂ . Cadena de alquilamonio	1466
Si-O stretching longitudinal mode	1115
Estiramiento en plano Si-O	1018
Flexión Al-O	916
Deformación Al-Fe-OH	886
Al-Mg-OH deformation	850
Si-O bending (ovearlap)	798
CH deformation mode from Alkylamonium	721

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Analizaremos los nanocompuestos fabricados con la Cloisite 20A, partiendo de la misma forma como lo hicimos para los que contenían Cloisite Na, matriz polimérica con aditivo superficial

con silicona BYK306 y la nanoarcilla Cloisite 20A, luego a este nanocompuesto se la agregará el inhibidor de corrosión Carboxilato de Amina variando su capacidad de intercambio catiónico (CEC).

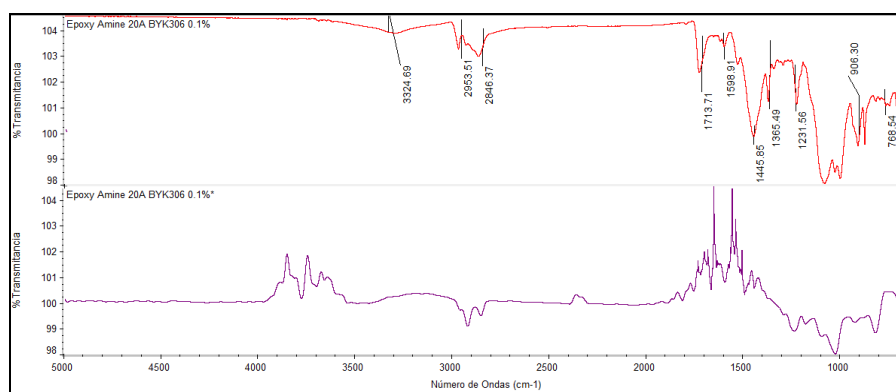


Figura 4.25: Espectroscopía FTIR del nanocompuesto con Cloisite 20A y BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XXIII: Datos obtenidos del espectro del nanocompuesto con Cloisite 20A y BYK306

Grupos Funcionales	IR(frequency, cm-1)
C-OH str	3324,69
-CH2- , -CH3- assym str	2953,51
-CH2- , -CH3- sym str	2846,37
C=O ácido carboxílico	1713,91
N-H	1588,91
N=O Nitro str	1445,85—1365,49—1231,56
C-N bend	1000,0
Ar 1,4 substit. Ring	906,30
Ar =C-H, C-H	768,80

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Para este nanocompuesto de la Figura 4.25, se observa que posee un pico del grupo funcional C-OH str demasiado

pequeño al igual que el de los grupos -CH₂- , -CH₃- assym str y -CH₂- , -CH₃- sym str. En el espectro inferior se puede ver como el contacto de este nanocompuesto con la solución de Cloruro de Sodio reaccionan y no se observa algún cambio notable el grupo C-OH str sufre una pequeña disminución, lo mismo pasa con los otros dos grupos funcionales disminuyen su porcentaje de transmitancia.

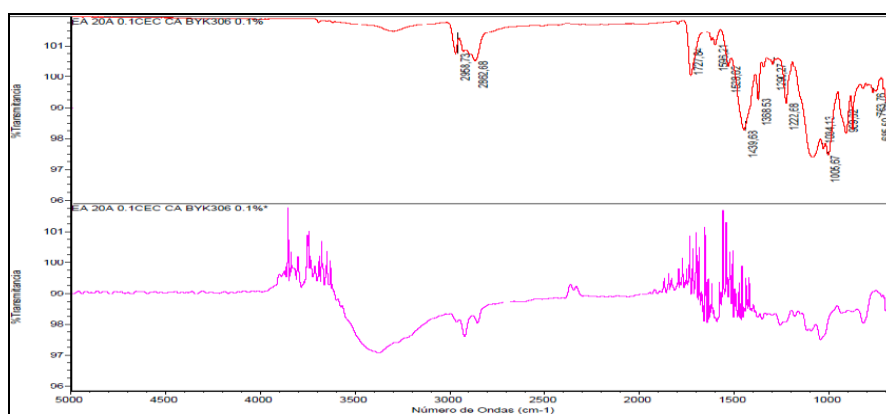


Figura 4.26: Espectroscopia FTIR del nanocompuesto con Cloisite 20A 0.1 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XXIV: Datos obtenidos del espectro del nanocompuesto con Cloisite 20A 0.1 CEC CA BYK306

Grupos Funcionales	IR (frequency, cm-1)
C-OH str	3302,50
-CH ₂ - , -CH ₃ - assym str	2958,73
-CH ₂ - , -CH ₃ - sym str	2862,68
C=O aldehído	1727,84
N=O Nitro str	1596,21—1528,62— 1439,68—1368,53
C-N bend	1290,27—1222,68
-O-C-C str	1080,38

-C-O-C-	1034,13
CH₂-O-CH	909,62

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Para el nanocompuesto con Cloisite 20A con 0.1 CEC de Carboxilato de Amina y aditivo BYK306, se observa que presenta un pico del grupo funcional C-OH str demasiado pequeño a diferencia del pico de los grupos -CH₂- , -CH₃- assym str y -CH₂- , -CH₃- sym str, que este se presenta bien definido y con un porcentaje de transmitancia mucho mayor que el de C-OH str. En el espectro inferior se puede ver como el pico del grupo C-OH str incrementa su porcentaje de transmitancia de forma notable y los grupos -CH₂- , -CH₃- assym str, -CH₂- , -CH₃- sym str disminuyen este porcentaje.

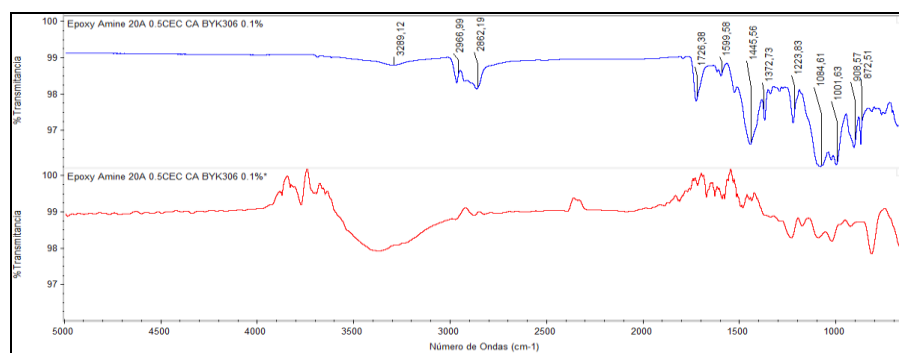


Figura 4.27: Espectroscopia FTIR del nanocompuesto con Cloisite 20A 0.5 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

También se vio este mismo comportamiento cuando se utilizó únicamente la Cloisite Na dentro de la matriz polimérica con aditivo BYK306.

Tabla XXV: Datos obtenidos del espectro del Nanocompuesto con Cloisite 20A 0.5 CEC CA BYK306

Grupos Funcionales	IR (frequency, cm-1)
C-OH str	3289,12
-CH2- , -CH3- assym str	2966,99
-CH2- , -CH3- sym str	2862,19
C=O aldehído	1726,38
Ar -C=C-H str	1599,58
N=O Nitro str	1445,56 – 1372,73
C-N bend	1223,83
-O-C-C str	1084,61
CH2-O-CH	908,57
Ar 1,4 substit. Ring	872,51

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En la Figura 4.27 se observa que, antes de entrar a la cámara prácticamente no existía un pico del grupo funcional C-OH str, pero en cuanto a los -CH2- , -CH3- assym str y -CH2- , -CH3- sym str se notan picos muy marcados. Después de la corrosión, existe una gran absorción del grupo C-OH str y a su vez una parcial desaparición de los grupos -CH2- , -CH3- assym str y -CH2- , -CH3- sym str.

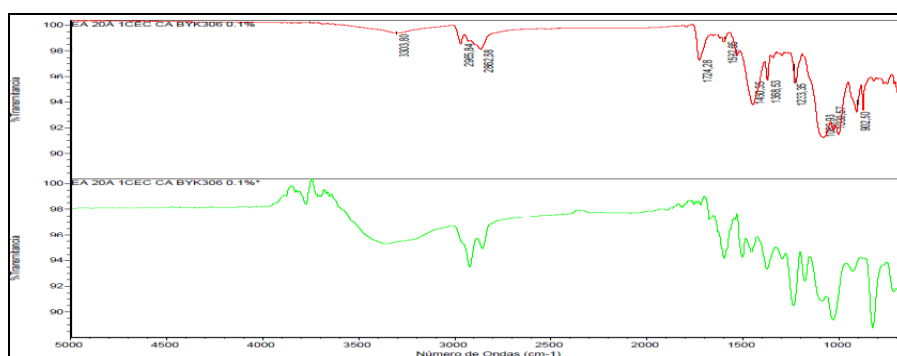


Figura 4.28: Espectroscopia FTIR del nanocompuesto con Cloisite 20A 1 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XXVI: Datos obtenidos del espectro del nanocompuesto con Cloisite 20A 1 CEC CA BYK306

Grupos Funcionales	IR (frequency, cm-1)
C-OH str	3303,8
-CH ₂ - , -CH ₃ - assym str	2965,84
-CH ₂ - , -CH ₃ - sym str	2862,68
C=O aldehído	1724,28
N=O Nitro str	1592,65—1450,35
C-N bend	1233,35
-O-C-C str	1083,93
-C-O-C-	1030,57
CH ₂ -O-CH	902,50

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Para el nanocompuesto con Cloisite 20A 1 CEC de Carboxilato de Amina y aditivo BYK306 de la Figura 4.28, se observa la ligera presencia de C-OH str, pero en cuanto a los -CH₂- , -CH₃- assym str, -CH₂- , -CH₃- sym str se notan picos más grandes comparados al del C-OH str.

En el espectro inferior se puede ver que existe una gran absorción del grupo C-OH str y a su vez un parcial aumento de los grupos -CH₂- , -CH₃- assym str y -CH₂- , -CH₃- sym str.

4.3 Análisis Termogravimétrico (TGA)

Se realizó análisis termogravimétrico a cada una de las muestras para analizar la variación de la descomposición térmica. El rango de temperatura utilizado es de 40°C a 500°C con una velocidad de

20°C/min. Se realizaron dos ensayos por compuesto para verificar los resultados obtenidos, se obtuvieron gráficas muy similares de cada tipo de compuesto.

Con fines comparativos entre compuestos se elaboraron dos grupos, el primero contiene el compuesto convencional y también los que contienen BYK306, inhibidor de corrosión y la arcilla Cloisite Na (Figura 4.29) según las concentraciones indicadas anteriormente, el segundo grupos contiene los mismos compuestos pero con la arcilla Cloisite 20A (Figura 4.30).

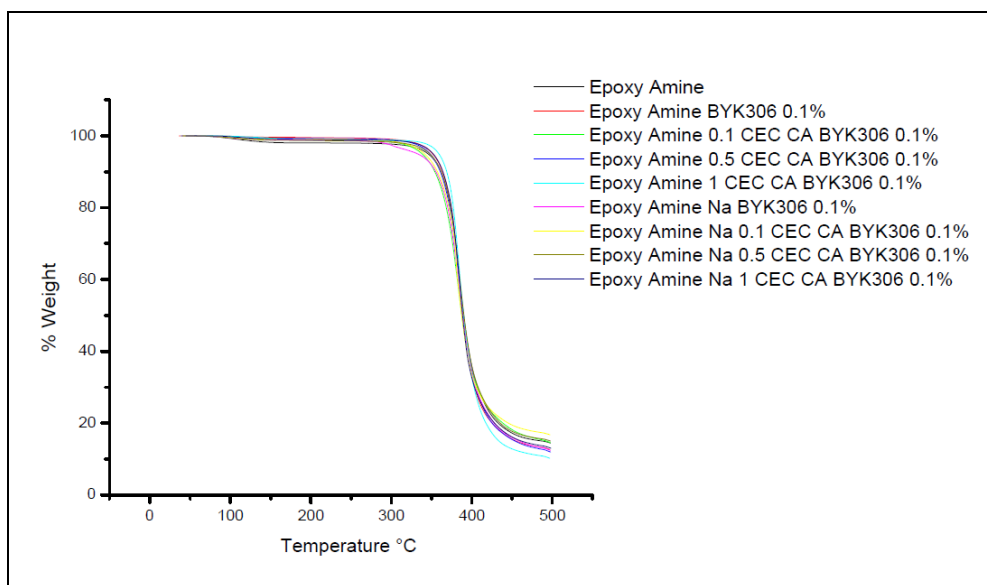


Figura 4.29: Relación entre compuesto convencional, BYK306, carboxilato de amina y Cloisite Na

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

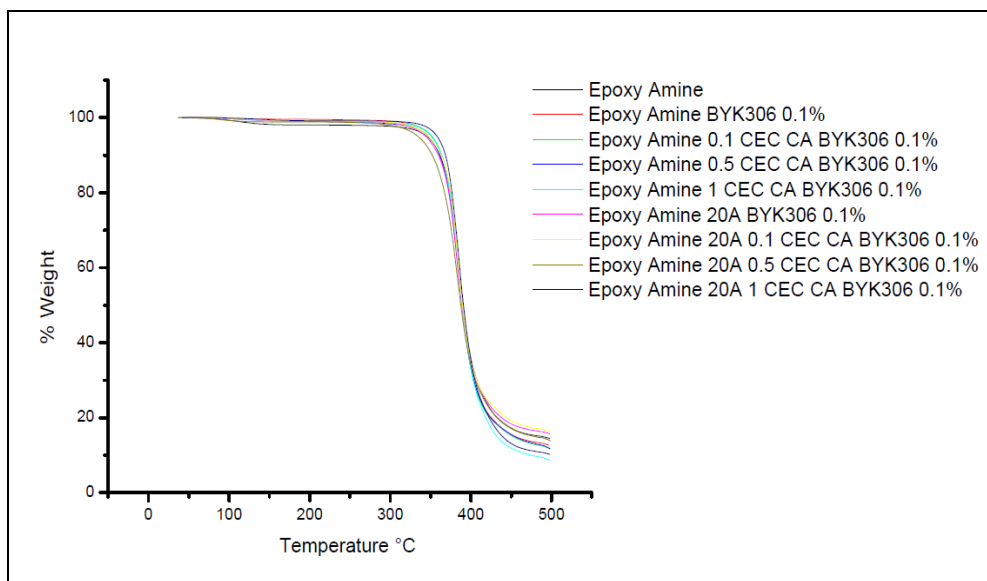


Figura 4.30: Relación entre compuesto convencional, BYK306, carboxilato de amina y Cloisite 20A

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Las Figuras 4.29 y 4.30 indican que la ausencia o presencia de nanocompuestos no afectan en la temperatura de degradación ya que se observa que todas las curvas tienen la misma tendencia que el compuesto convencional. Tampoco existe diferencia entre utilizar una arcilla u otra. La pérdida de masa que se observan en ambas figuras en el rango de 350°C a 400°C pertenece a la resina epoxica, sin embargo no se llega a 0 %W debido a que la temperatura de degradación de las arcillas están sobre 500°C.

Una variación en las curvas indicaría que probablemente la arcilla impide la vaporización de la resina epoxica, esto es ocasionado por la formación de una red densa dentro del compuesto, pero al no presentar variación puede ser un indicador que sólo se obtuvo una

mezcla dispersa con todos los compuestos, de tal forma que las arcillas al no estar exfoliadas no afecta en lo más mínimo el comportamiento térmico de la resina epóxica ya que no se han perdido las fuerzas de Van Der Waals entre las láminas de filossilicatos, creando una matriz polimérica libre al comportamiento térmico natural de la epóxica. Sin embargo el análisis termogravimétrico no proporciona un análisis a fondo de estos compuestos.

A continuación se muestran las gráficas donde se indica la temperatura de descomposición, T_d que es la temperatura a la cual el nanocompuesto pierde el 5% de la masa inicial. La temperatura de descomposición se la utiliza para analizar la estabilidad de la probeta.

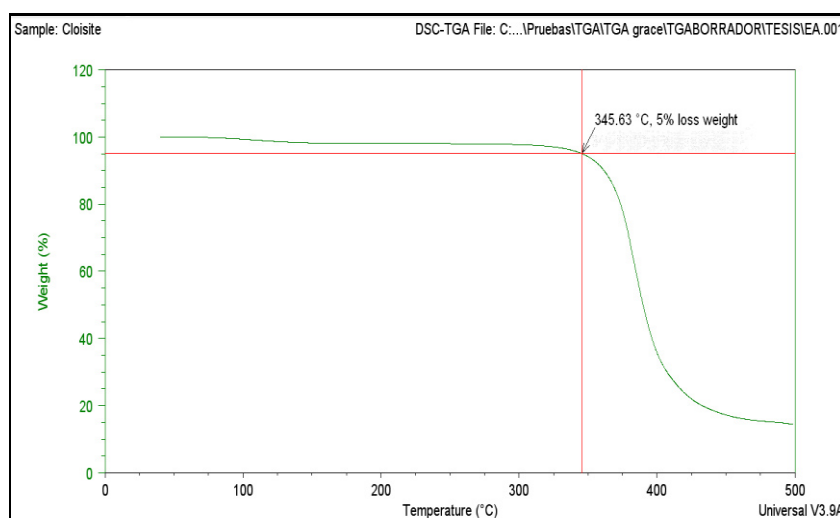


Figura 4.31: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

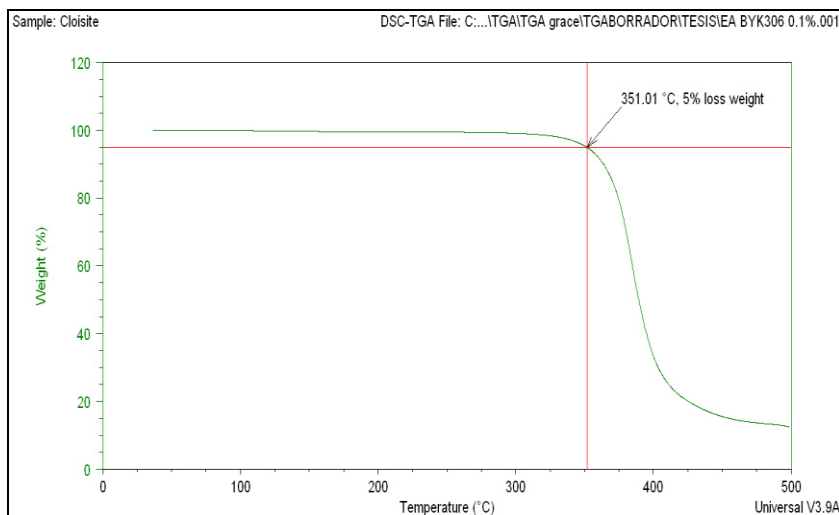


Figura 4.32: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA BYK306
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

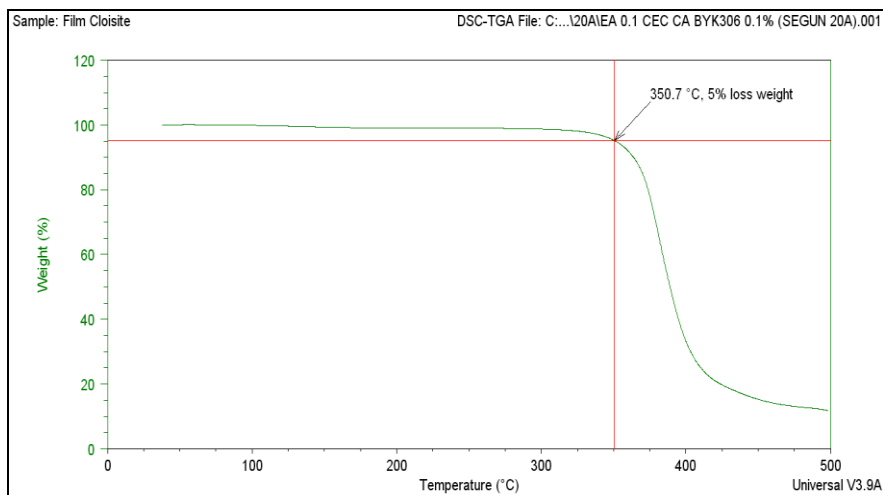


Figura 4.33: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA 0.1 CEC CA BYK306
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

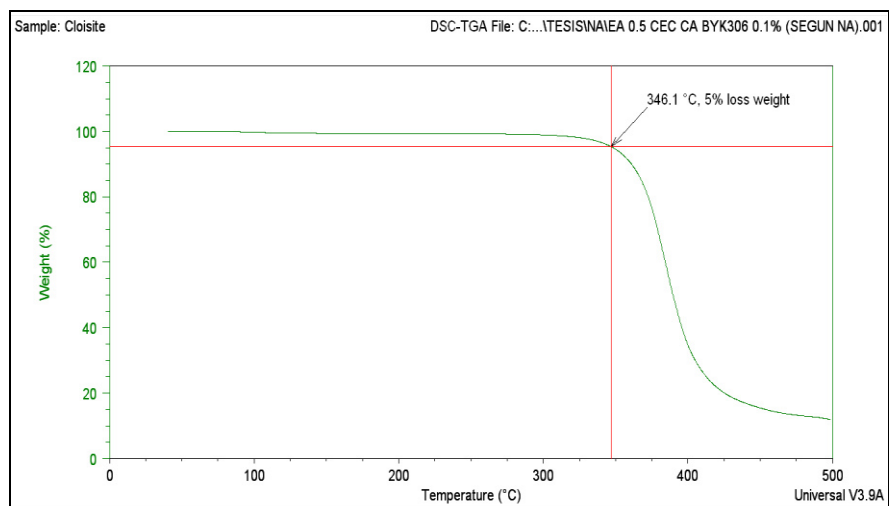


Figura 4.34: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA 0.5 CEC CA BYK306
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

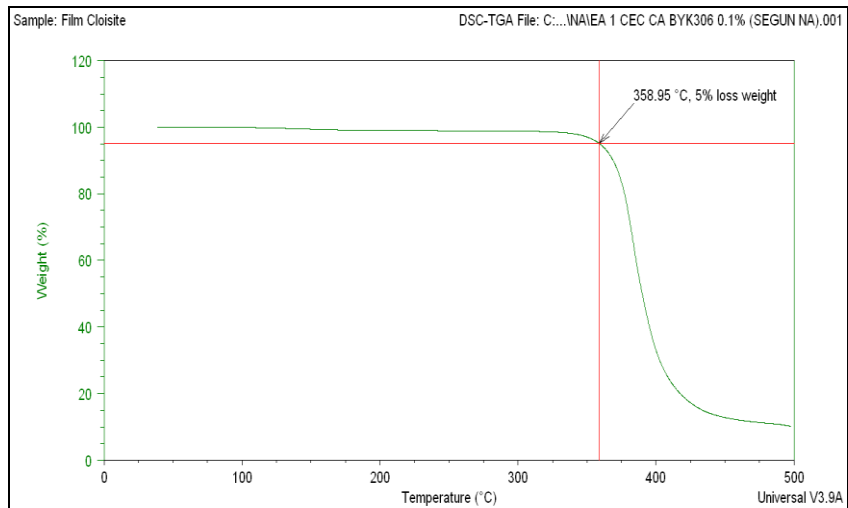


Figura 4.35: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA 1 CEC CA BYK306
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

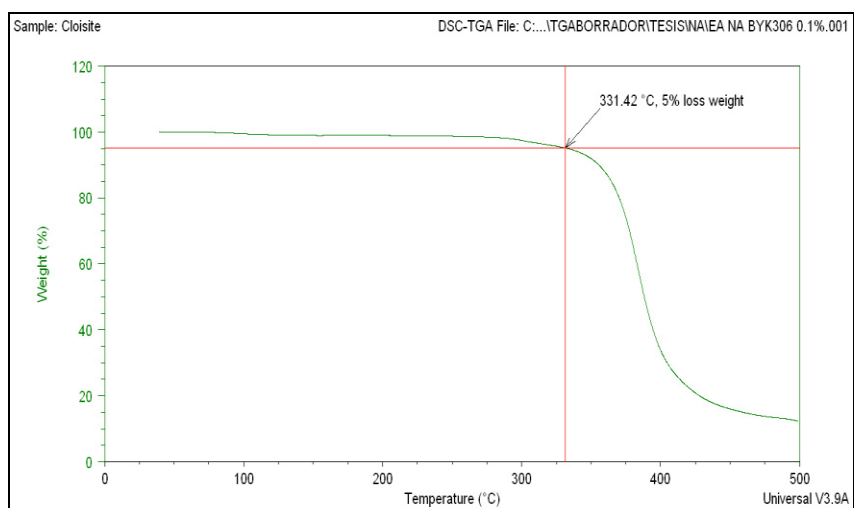


Figura 4.36: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA Na BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

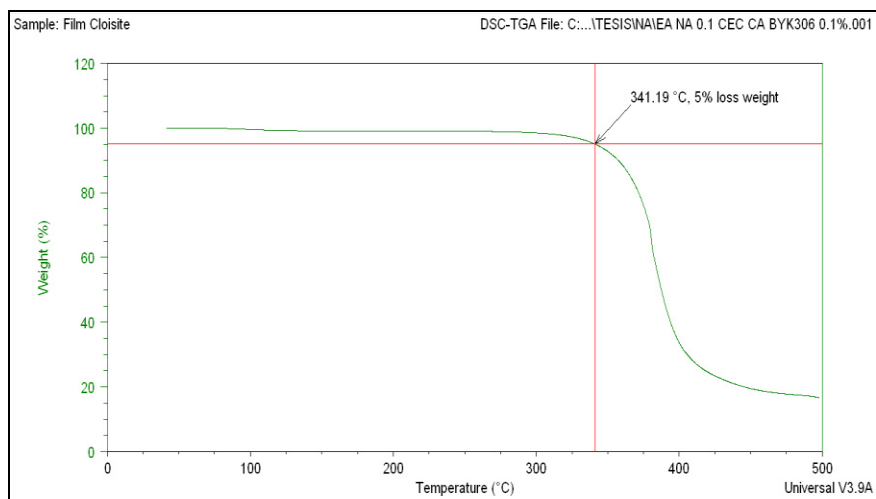


Figura 4.37: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA Na 0.1 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

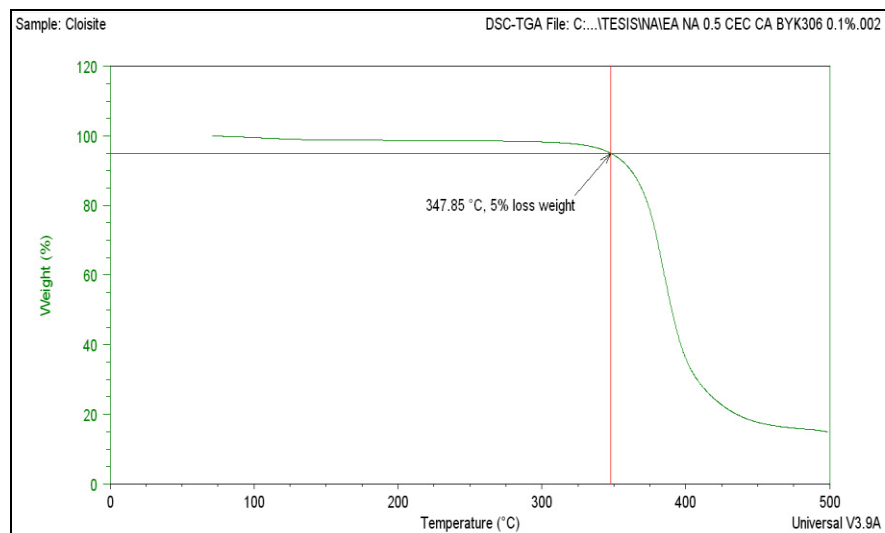


Figura 4.38: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA Na 0.5 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

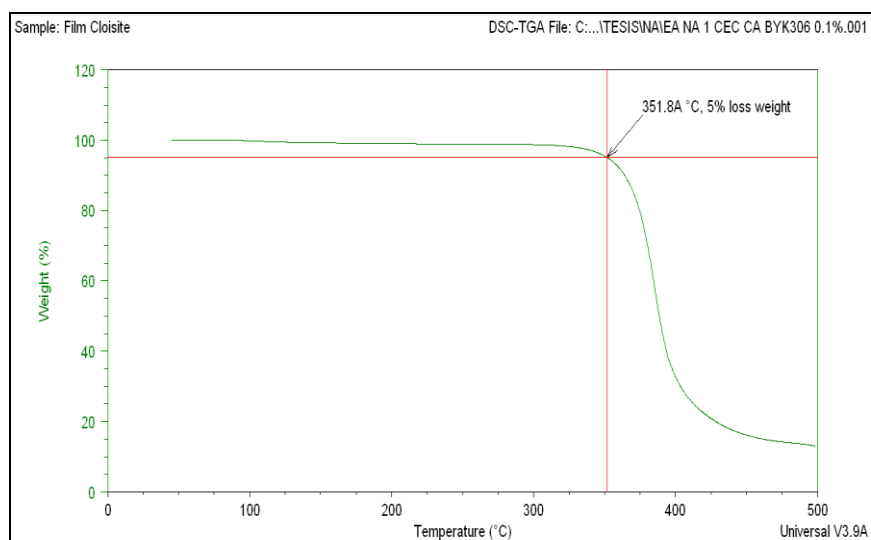


Figura 4.39: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA Na 1 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

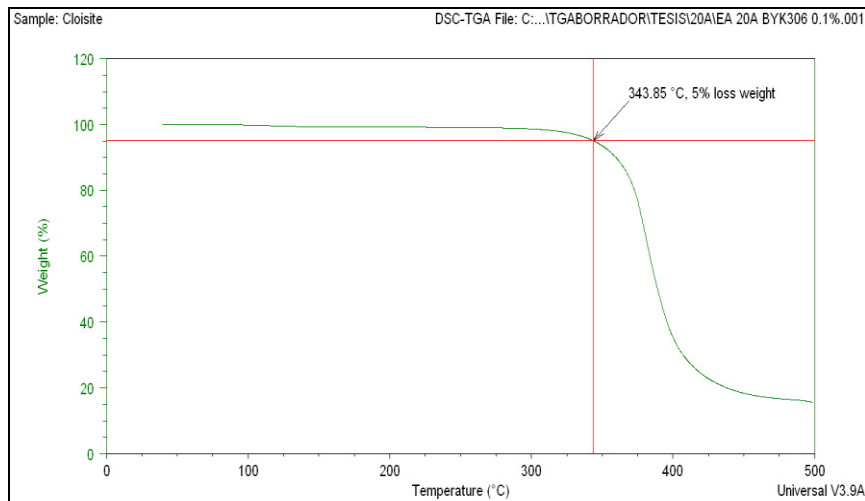


Figura 4.40: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA 20A BYK306
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

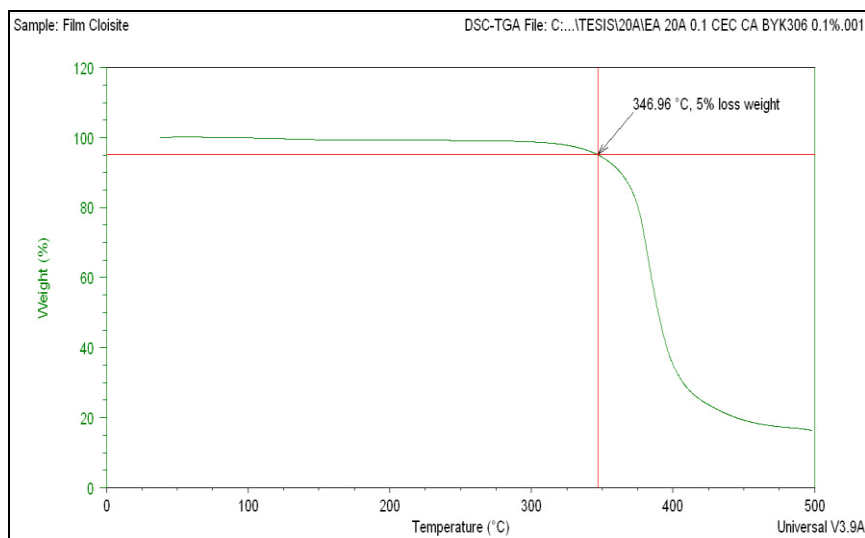


Figura 4.41: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA 20A 0.1 CEC CA BYK306
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

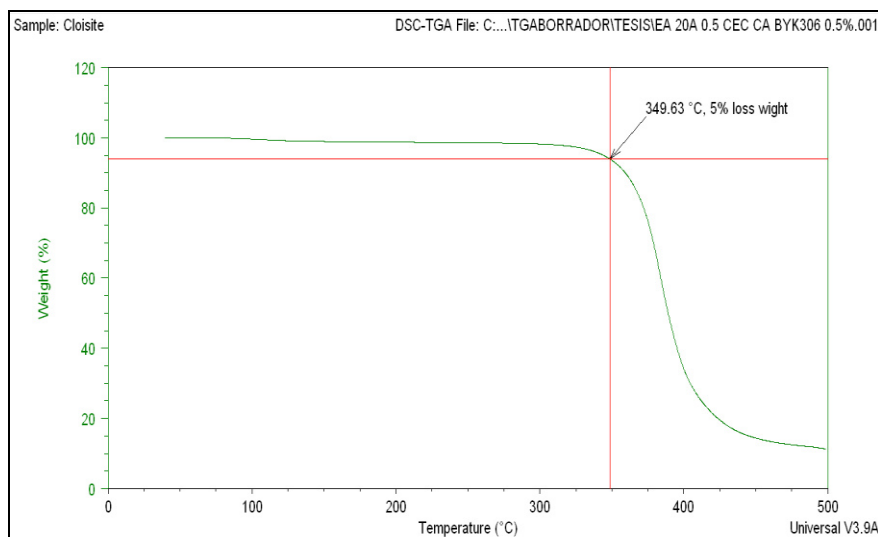


Figura 4.42: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA 20A 0.5 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

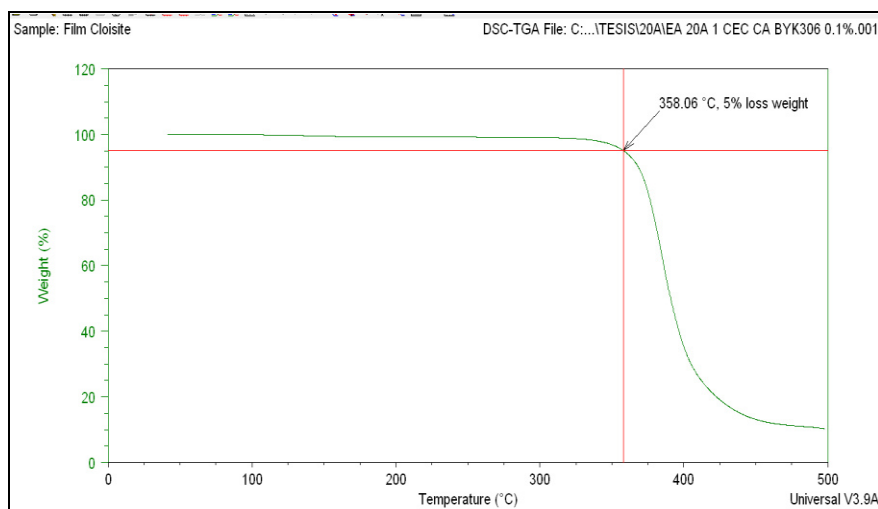


Figura 4.43: Temperatura de descomposición y porcentaje de pérdida de peso: EA 20A 1 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

La Tabla XXVII muestra las temperaturas de descomposición de cada uno de los nanocompuestos, estos valores se encuentran en la Figura 4.44 para una mejor visualización.

Tabla XXVII: Temperatura de descomposición

Compuesto	Temperatura de Descomposición Td [°C]
EA	345,63
EA BYK306	351,01
EA 0.1 CEC CA BYK306	350,7
EA 0.5 CEC CA BYK306	346,1
EA 1 CEC CA BYK306	358,95
EA Na BYK306	331,42
EA Na 0.1 CEC CA BYK306	341,19
EA Na 0.5 CEC CA BYK306	347,85
EA Na 1 CEC CA BYK306	351,89
EA 20A BYK306	343,85
EA 20A 0.1 CEC CA BYK306	346,96
EA 20A 0.5 CEC CA BYK306	349,63
EA 20A 1 CEC CA BYK306	358,06

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

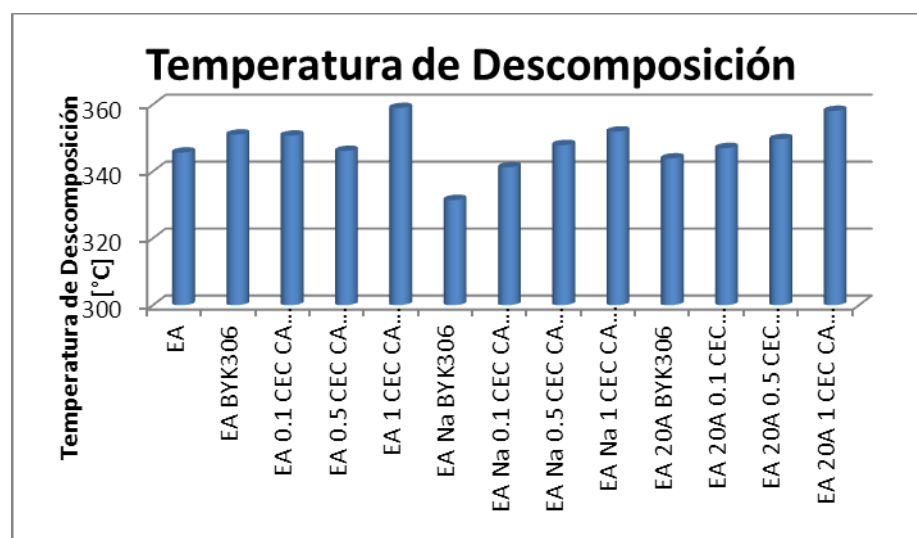


Figura 4.44: Temperatura de descomposición

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Como lo indica la Figura 4.44 la temperatura de descomposición no sufre grandes cambios, esta temperatura se encuentra en un rango desde 331.42 °C hasta 358.95 °C.

Se observa que entre arcillas la que presenta mejores resultados es la que contiene Cloisite 20A lo que reafirma lo que se analizó anteriormente donde la mejora de propiedades se le atribuye a la composición de la Cloisite 20A que provoca una mayor compatibilidad con la resina epóxica, es decir es más estable, reflejándose en un aumento de la temperatura de descomposición térmica.

Se observa que una mezcla optima es la que tiene el compuesto EA 20A 1 CEC CA BYK306 ya que es un poco más estable que las anteriores, sin embargo no se puede afirmar algo más a fondo debido al pequeño rango de variación de la temperatura de descomposición. El sistema EA Na BYK306 ofrece la menor estabilidad térmica de los sistemas.

4.4 Tensión Mecánica Según Norma ASTM D 882

Esta técnica es utilizada para evaluar la resistencia de un material mediante la evaluación del módulo de Young. El módulo de Young tiene una íntima relación con la fuerza de enlace entre los átomos en un material.

Los materiales con un módulo elástico alto son relativamente rígidos y no se deforman fácilmente [69]. Uno de los objetivos de la investigación es mejorar las propiedades mecánicas de los recubrimientos con nanoarcillas en comparación con los recubrimientos convencionales.

El ensayo de tensión muestra la variación del Módulo de Young de cada uno de los nanocompuestos desarrollados. Este parámetro se lo obtiene mediante la Ley de Elasticidad de Hooke:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L} = \frac{F}{AY}$$

Donde ε es la deformación unitaria, la cual es la relación entre el alargamiento ΔL y la longitud inicial o calibrada L , F la fuerza de tensión, A área y Y representa al módulo de Young. La entrada de datos a la máquina universal de ensayos fueron; dimensiones y espesores de las probetas, longitud calibrada, velocidad.

La relación entre esfuerzo y porcentaje de alargamiento se observaron en las gráficas dadas por el computador (Figura 4.45), y los datos de salida fueron; esfuerzo máximo y alargamiento de cada una de las probetas.

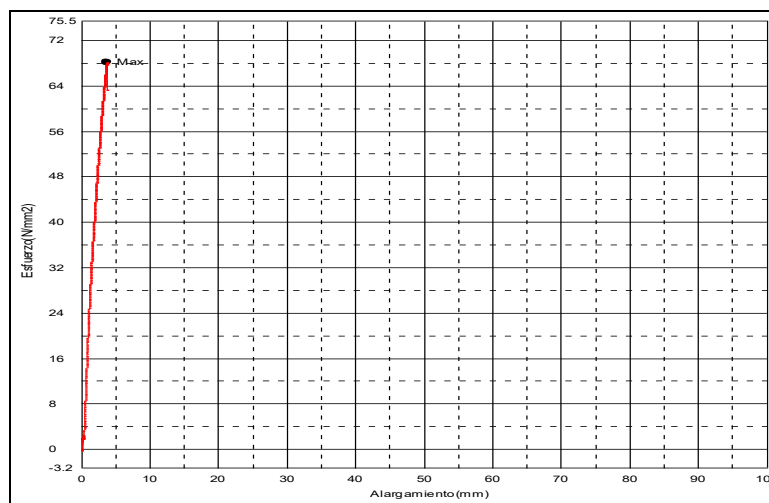


Figura 4.45: Relación: Esfuerzo y Alargamiento
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

El módulo de Young es la pendiente de la gráfica mostrada en la Figura 4.45. Se observa que entre el esfuerzo y la deformación existe una relación lineal hasta su máximo esfuerzo en todas las muestras, esto es característico de materiales frágiles y facilita la determinación del módulo de Young, ya que se puede obtenerlo directamente de la división entre el máximo esfuerzo que es un dato puntual dado por la máquina y la deformación unitaria respectiva.

Todos estos materiales son frágiles por lo que el cálculo del módulo de Young se facilita debido a que el esfuerzo máximo se encuentra al final de la relación lineal con el alargamiento. Se considera que un compuesto es frágil cuando se observa este comportamiento mencionado y además el porcentaje de elongación no excede del 5% aproximadamente [70].

4.4.1 Propiedades Mecánicas del Compuesto Convencional

La Tabla XXVIII muestra las propiedades mecánicas obtenidas del compuesto convencional y el compuesto que contiene BYK306 en su matriz polimérica.

Tabla XXVIII: Propiedades mecánicas: Compuesto convencional

Compuesto	Módulo de Young [MPa]	Esfuerzo Máximo [N/mm ²]	Deformación Unitaria ϵ %
EA	953.64 \pm 18.46	47.68 \pm 0.92	5
EA BYK306	1079.81 \pm 109.27	58.83 \pm 18.44	5.35

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

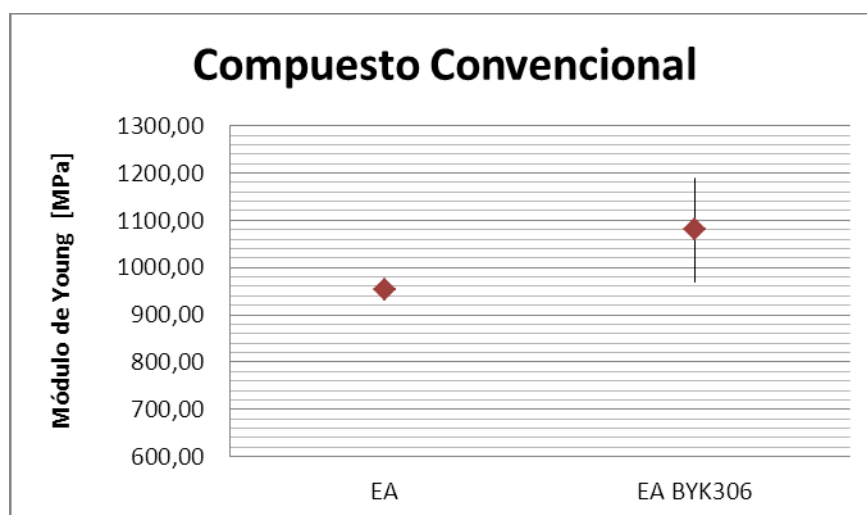


Figura 4.46: Módulo de Young del compuesto convencional

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En la Figura 4.46 se observa el aumento en el módulo de Young en la matriz que contiene BYK306 con respecto a la matriz convencional, al ser un compuesto orgánico su interacción con el polímero es alta ayudando en su intercalación o también en su exfoliación, el incremento del módulo de Young es un indicador del aumento de las fuerzas entre átomos, debido probablemente a la compatibilidad con el aditivo BYK306.

4.4.2 Propiedades Mecánicas de Compuestos con Carboxilato de Amina

Los valores obtenidos de los compuestos que sólo tienen carboxilato de amina en su matriz polimérica se muestran a continuación y se comparan con las mezclas básicas que son epóxica amina convencional y epóxica amina con aditivo BYK306.

Tabla XXIX: Propiedades mecánicas: Compuestos con carboxilato de amina

Compuesto	Módulo de Young [MPa]	Esfuerzo Máximo [N/mm ²]	Deformación Unitaria ϵ %
EA	953.64 \pm 18.46	47.68 \pm 0.92	5.00
EA BYK306	1079.81 \pm 109.27	58.83 \pm 18.44	5.35
EA 0.1 CEC	1041.78 \pm	31.75 \pm	2.92

CABYK306	75.77	9.09	
EA 0.5 CEC	1057.51 ±	37.18 ±	3.56
CA BYK306	88.26	9.14	
EA 1 CEC CA	1152.27 ±	35.45 ±	3.09
BYK306	51.42	3.39	

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

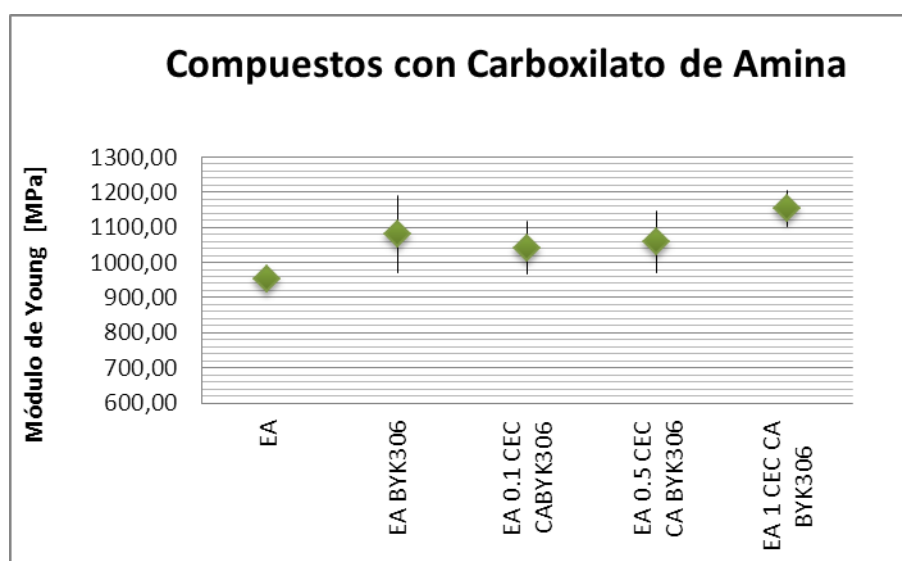


Figura 4.47: Módulo de Young de los compuestos con carboxilato de amina

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

El módulo de Young incrementa conforme se aumenta la concentración de carboxilato de amina, pero este incremento entre ellos es menor que el que se da entre EA BYK306 y EA convencional. Al agregar una concentración de 0.1 de carboxilato de amina (CA) en el compuesto EA BYK306 el módulo de Young disminuye levemente, esto no quiere decir que el CA afecte al módulo de Young, ya que con respecto al compuesto tradicional es ligeramente mayor, además al

aumentar su concentración el módulo de Young también incrementa. La presencia de estos dos compuestos juntos, BYK306 y carboxilato de amina, ayudan a mejorar las propiedades mecánicas y de barrera, ya que por un lado el BYK306 mejora el módulo de Young y por otro el carboxilato de amina es un inhibidor de corrosión, esta afirmación se demuestra en el efecto que tiene este compuesto en la propiedades de barrera, inhibiendo la corrosión.

4.4.3 Propiedades Mecánicas de Nanocompuestos con Cloisite Na

Los datos siguientes muestran el módulo de Young con respecto a variaciones de CA en la matriz polimérica con nanoarcilla Cloisite Na.

Tabla XXX: Propiedades mecánicas: Compuestos con Cloisite Na y Carboxilato de Amina

Compuesto	Módulo de Young [MPa]	Esfuerzo Máximo [N/mm ²]	Deformación Unitaria ϵ %
EA	953.64 \pm 18.46	47.68 \pm 0.92	5.00
EA BYK306	1079.81 \pm 109.27	58.83 \pm 18.44	5.35
EA Na BYK306	1106.33 \pm 76.07	37.36 \pm 6.47	3.41
EA Na 0.1 CEC CA BYK306	1078.09 \pm 286.30	41.70 \pm 10.81	3.88

EA Na 0.5 CEC CA BYK306	1094.51 ± 43.73	27.95 ± 6.39	2.55
EA Na 1 CEC CA BYK306	1104.54 ± 77.42	20.16 ± 9.37	1.80

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

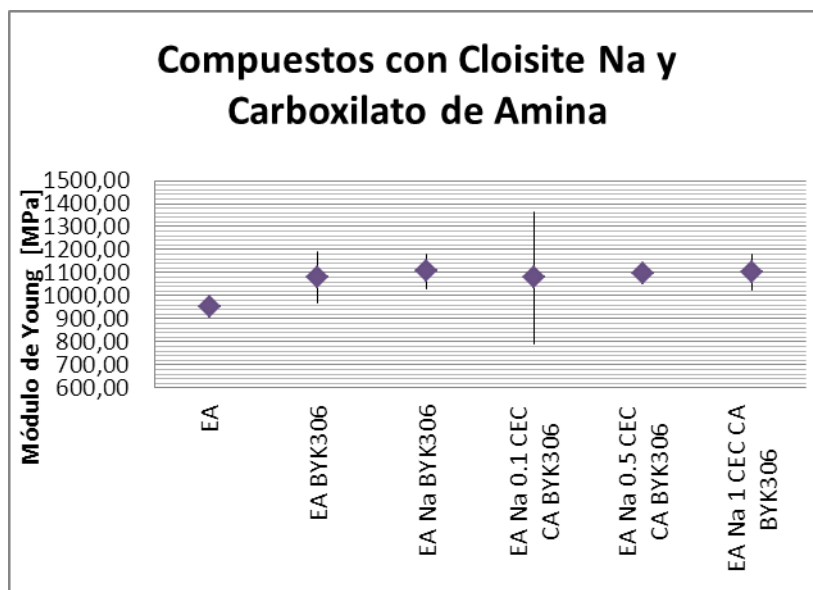


Figura 4.48: Módulo de Young de los compuestos con Cloisite Na y carboxilato de amina

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

La Figura 4.48 indica que la presencia de arcilla sódica, la cual es una arcilla totalmente natural no modifica notablemente el módulo de Young frente a las matrices de referencia (EA y EA-BYK306) inclusive la presencia del inhibidor de corrosión CA no provoca una variación notoria en el módulo de Young como también se observó en el análisis anterior, el mayor incremento de éste se debe a la presencia del BYK306 y no a la arcilla sódica, esto puede ser debido a que esta arcilla es natural y

posee el catión sodio en su galería, el cual es un catión inorgánico, provocando una limitada compatibilidad en la matriz epóxica.

El inhibidor de corrosión del tipo carboxilato de amina es diluible en agua y en solvente polares, su miscibilidad es limitada con resina epóxicas, esto puede influir en los resultados cuando la cantidad de inhibidor es aumentada de 0.1 a 5 CEC CA. A 0.1 CEC CA produce un efecto positivo incrementando el esfuerzo o deformación unitaria, pero a mayores cantidades estos valores disminuyen.

En la investigación Propiedades de la Estructura Reticular de un Nanocompuesto Epóxico Curado con diferentes porcentajes de Amina [9] se observa que el módulo de Young debido a la presencia de arcilla sódica no difiere de la convencional, por lo tanto el incremento indicado en este análisis con Cloisite Na se puede atribuir netamente a la presencia del BYK306.

4.4.4 Propiedades Mecánicas de Nanocompuestos con Cloisite

20A

Los datos obtenidos con respecto a la variación de carboxilato de amina en una matriz EA BYK306 y Cloisite 20A, se muestran Tabla XXXI.

Tabla XXXI: Propiedades mecánicas: Compuestos con Cloisite 20A y carboxilato de amina

Compuestos	Módulo de Young [MPa]	Esfuerzo Máximo [N/mm ²]	Deformación Unitaria ϵ %
EA	953.64 ± 18.46	47.68 ± 0.92	5.00
EA BYK306	1079.81 ± 109.27	58.83 ± 18.44	5.35
EA 20A BYK306	1120.49 ± 74.37	13.08 ± 1.90	1.18
EA 20A 0.1 CEC CA BYK306	1229.99 ± 41.80	58.05 ± 2.50	4.72
EA 20A 0.5 CEC CA BYK306	1272.61 ± 45.57	36.59 ± 6.45	2.88
EA 20A 1 CEC CA BYK306	1260.41 ± 90.41	24.97 ± 8.07	1.96

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

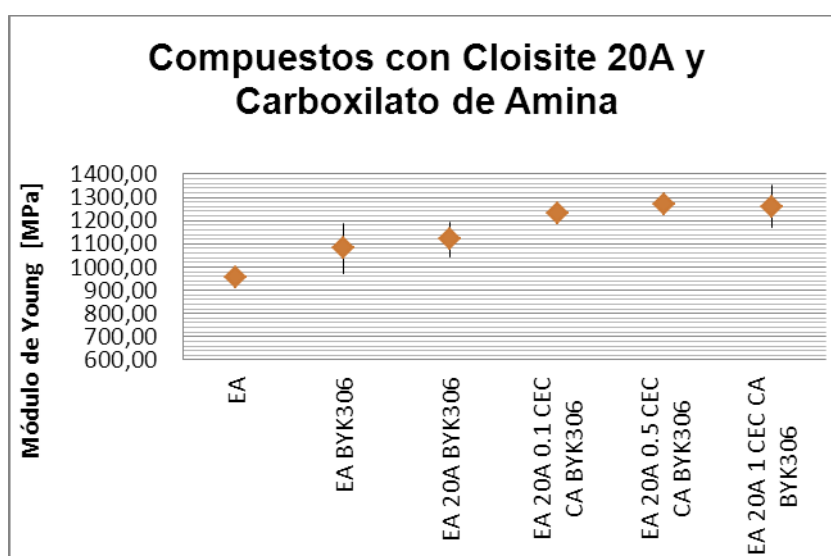


Figura 4.49: Módulo de Young del compuesto con Cloisite 20A y carboxilato de amina

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En este caso se observa en la Figura 4.49 que el incremento debido netamente a la presencia de BYK306 es superado por la presencia de Cloisite 20A con carboxilato de amina a diferentes concentraciones, inclusive con la presencia de Cloisite 20A sin este inhibidor. Esto se debe a que la Cloisite 20A es una arcilla tratada con sales de alkylamonium, esta arcilla poseen espacios basales mayores que la arcilla sódica [5] y al agregar el inhibidor de corrosión puede existir una mayor dispersión debido a la compatibilidad con la resina, el aditivo y el carboxilato de amina mencionado.

Toda esta compatibilidad se refleja en el aumento del módulo de Young ya que existe afinidad entre sus moléculas, aumentando las fuerzas de enlace entre ellas. El inhibidor de carboxilato de amina es compatible con la arcilla Cloisite 20A, a pocas cantidades de CA, la resistencia y la deformación unitaria aumenta considerablemente si es comparado con la resina con BYK306 pero sin el inhibidor de CA.

Al igual que el caso anterior con Cloisite Na, al incrementar las cantidad de inhibidor el esfuerzo y la deformación unitaria disminuyen, el modulo de Young que se mantiene constante con valores mayores que con el BYK306 sin inhibidor.

4.4.5 Propiedades Mecánicas de Nanocompuestos con Cloisite Na y 20A

Es importante comparar las dos arcillas utilizadas para su posterior conclusión, los siguientes datos muestran la diferencia de usar la arcilla Cloisite Na y Cloisite 20A.

Tabla XXXII: Propiedades mecánicas: Compuesto con Cloisite Na y Cloisite 20A

Compuesto	Módulo de Young [MPa]	Esfuerzo Máximo [N/mm ²]	Deformación Unitaria ϵ %
EA Na BYK306	1106.33 \pm 76.07	37.36 \pm 6.47	3,4053
EA 20A BYK306	1120.49 \pm 74.37	13.08 \pm 1.90	1,1753

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

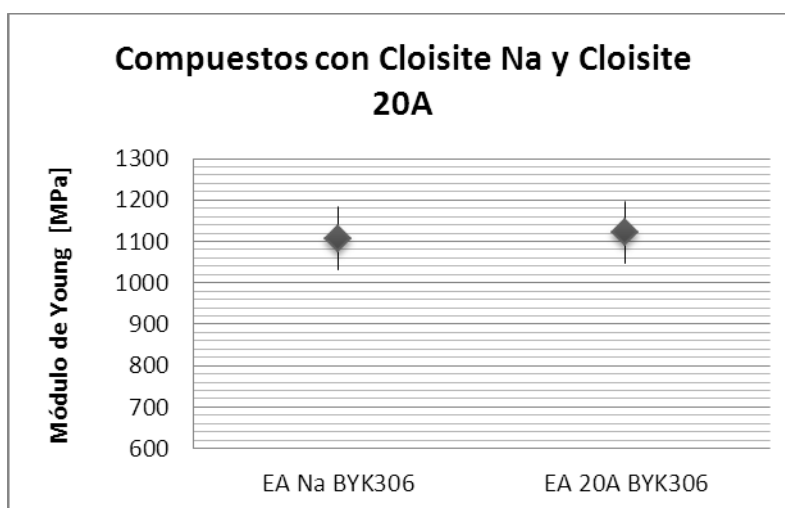


Figura 4.50: Módulo de Young del compuesto con Cloisite 20A y Cloisite Na

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Como se mencionó anteriormente, el módulo de Young está relacionado con las fuerzas intermoleculares, mayores fuerzas entre átomos (en otras palabras, mayor compatibilidad) mejor es este módulo.

La Figura 4.50 demuestra que la compatibilidad de la matriz polimérica es mayor con Cloisite 20A aunque se observe que este incremento es leve con respecto a la Cloisite Na, esto es un indicador que la arcilla Cloisite Na tuvo que ser modificada de tal forma que también la haga un poco más compatible con la matriz, esto puede ser debido a la presencia de BKY306 que ayudó a la intercalación de las arcillas, afirmaciones que la Difracción de Rayos X los corrobora.

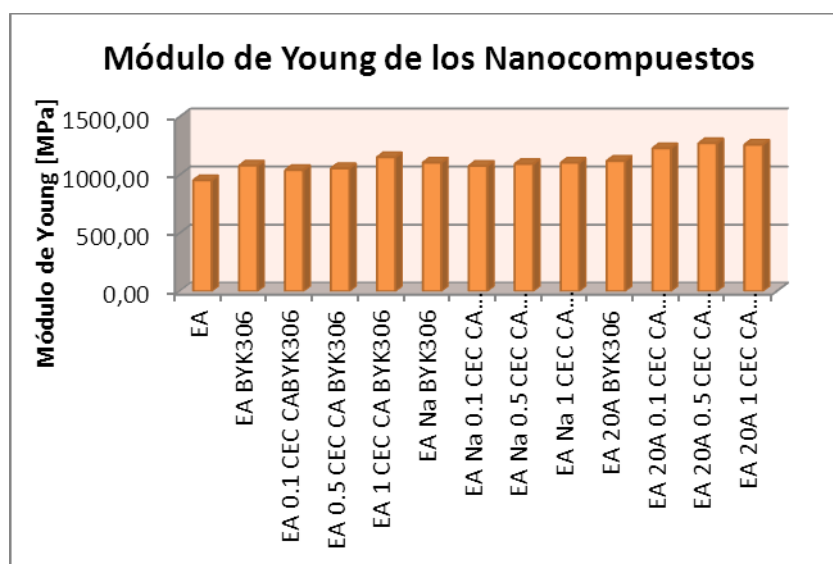


Figura 4.51: Módulo de Young de todos los nanocompuestos desarrollados

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Adicionalmente, el efecto del inhibidor es más relevante en el caso de las mezclas con inhibidor CA y Cloisite 20A (Figura 4.51). El alquilamonium de la Cloisite 20A es compatible con el inhibidor de corrosión CA y por lo tanto se mejora las propiedades mecánicas sustancialmente.

4.5 Ensayo de Transmisión de Vapor de Agua según Norma ASTM

D 1653.

Se elaboraron tres muestras de cada compuesto con el fin de obtener un promedio o descartar aquel que tenga una desviación significativa de los demás. Estas muestras o también denominado pouches en esta prueba fueron sometidos a un ambiente controlado de 25 °C y 76.5%. Los pouches son bolsas que contienen una capa de 3mils de recubrimiento en su superficie interna la cual encierra al desecante, cada uno consta con un peso promedio de desecante de 4.5 gramos, los bordes son sellados herméticamente así el agua ganada por el desecante se debe únicamente a la permeabilidad al vapor de agua que tiene el recubrimiento.

Se registraron datos diarios de pesos de cada uno de los pouches durante 8 días seguidos, estos datos se muestran en la Tabla XXXIII, con estos datos se realizaron gráficos de Peso Ganado vs. Tiempo, Q vs t.

Tabla XXXIII: Peso de agua ganada por el desecante

Compuesto	TIEMPO [Horas]							
	24	48	72	96	168	192	216	
EA	#1	0,0051	0,0061	0,0069	0,0081	0,0091	0,0121	0,0129
	#2	0,2972	0,3000	0,3021	0,4491	0,4529	0,4590	0,4611
EA BYK306	#1	0,0006	0,0054	0,0202	0,0741	0,1071	0,1176	0,1478
	#2	0,0100	0,0182	0,0278	0,0378	0,0678	0,0749	0,0826
EA 0.1 CEC CA BYK306	#1	0,0053	0,0088	0,0193	0,0221	0,0260	0,0296	0,0435
	#2	0,0059	0,0095	0,0217	0,0244	0,0296	0,0337	0,0496
EA 0.5 CEC CA BYK306	#1	0,0047	0,0086	0,0200	0,0222	0,0272	0,0305	0,0453
	#2	0,0053	0,0088	0,0188	0,0207	0,0260	0,0292	0,0429
EA 1 CEC CA BYK306	#1	0,0044	0,0082	0,0182	0,0205	0,0243	0,0278	0,0410
	#2	0,0042	0,0080	0,0172	0,0187	0,0238	0,0263	0,0393
EA Na BYK306	#1	0,0010	0,0077	0,0241	0,0275	0,0304	0,0351	0,0472
	#2	0,0111	0,0207	0,0634	0,0728	0,0803	0,0905	0,1021
EA Na 0.1 CEC CA BYK306	#1	0,0025	0,0062	0,0293	0,0327	0,0483	0,0527	0,0378
	#2	0,0097	0,0196	0,0626	0,0720	0,0795	0,0898	0,1014
EA Na 0.5 CEC CA BYK306	#1	0,0041	0,0098	0,0136	0,0299	0,0335	0,0358	0,0448
	#2	0,0007	0,0081	0,0123	0,0308	0,0340	0,0361	0,0422
EA Na 1 CEC CA BYK306	#1	0,0036	0,0102	0,0155	0,0360	0,0398	0,0441	0,0486
	#2	0,0019	0,0091	0,0128	0,0299	0,0333	0,0377	0,0424
EA 20A BYK306	#1	0,0021	0,0057	0,0100	0,0196	0,0231	0,0258	0,0267
	#2	0,0031	0,0058	0,0087	0,0111	0,0215	0,0222	0,0246
EA 20A 0.1 CEC CA BYK306	#1	0,0003	0,0006	0,0009	0,0019	0,0022	0,0024	0,0026
	#2	0,0075	0,0129	0,0201	0,0349	0,0420	0,0469	0,0516
EA 20A 0.5 CEC CA BYK306	#1	0,0042	0,0095	0,0195	0,0262	0,0407	0,0434	0,0448
	#2	0,0052	0,0166	0,0298	0,0418	0,0465	0,0503	0,0582
EA 20A 1 CEC CA BYK306	#1	0,0027	0,0063	0,0120	0,0189	0,0211	0,0229	0,0237
	#2	0,0397	0,0891	0,0954	0,1056	0,1137	0,1164	0,1174

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Las figuras que se muestran a continuación representan la tendencia de ganancia de agua por el desecante con respecto al tiempo, esta tendencia se la obtuvo mediante regresión lineal con el objeto de hallar la pendiente Q/T y proceder al cálculo del WVTR y WVP de cada uno de los pouches.

Tabla XXXIV: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA

DATOS	Pouch 1
Área del pouch (m ²)	0,00210
Q/t (g/h)	0,00165
WVTR (g/h-m ²)	0,78494
Δp (mm Hg)	16,00382
WVP (g/h-mm Hg-m ²)	0,04905

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

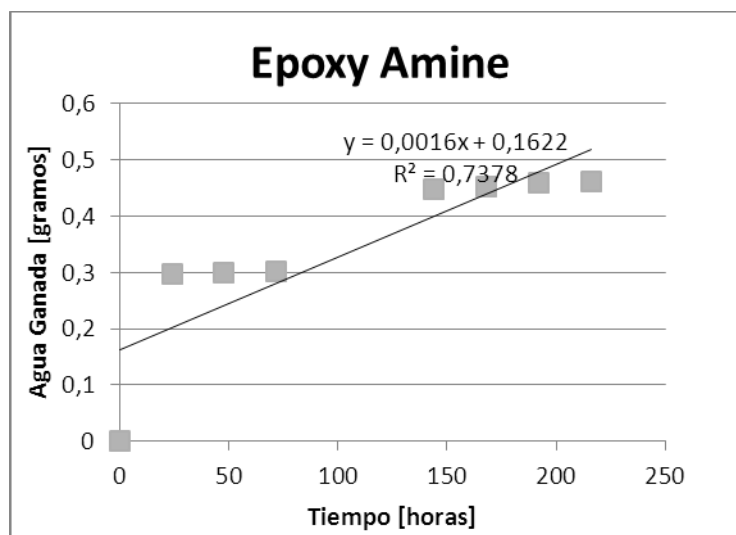


Figura 4.52: Agua ganada vs tiempo: EA

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En esta Figura 4.52 se observa sólo una recta perteneciente al pouch 1, no se grafica el pouch 2 debido a imperfecciones en el sellamiento dando resultados erróneos.

Tabla XXXV: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA BYK306

DATOS	Pouch 1	Pouch 2
Área del pouch (m ²)	0,00210	0,00210
Q/t (g/h)	0,00070	0,00039
WVTR (g/h-m ²)	0,33241	0,18364
Δp (mm Hg)	17,53579	17,78811
WVP (g/h-mm Hg-m ²)	0,01896	0,01032

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

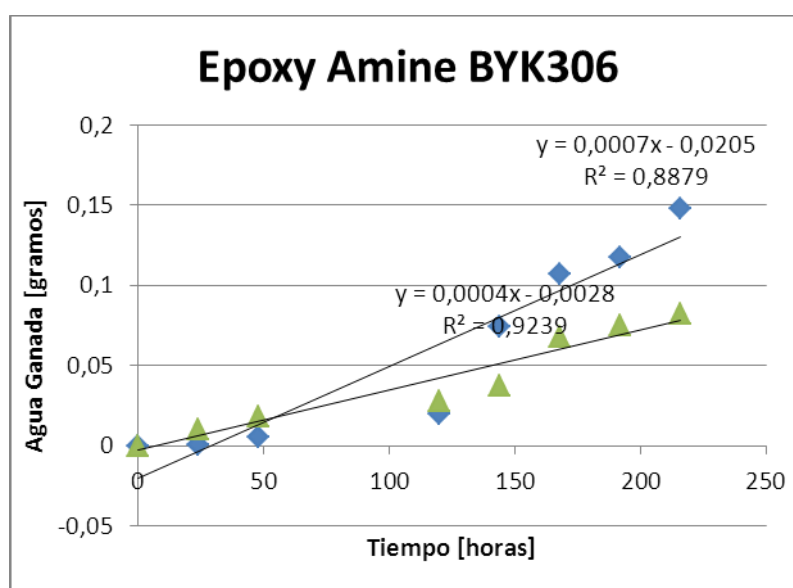


Figura 4.53: Agua ganada vs tiempo: EA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Los compuestos que tiene carboxilato de amina al 0.1, 0.5 y 1 CEC CA se muestran a continuación:

Tabla XXXVI: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA 0.1 CEC CA BYK306

DATOS	Pouch 1	Pouch 2
Área del pouch (m ²)	0,00210	0,00210
Q/t (g/h)	0,00024	0,00028
WVTR (g/h-m ²)	0,11347	0,13279
Δp (mm Hg)	17,98332	17,95196
WVP (g/h-mm Hg-m ²)	0,00631	0,00740

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

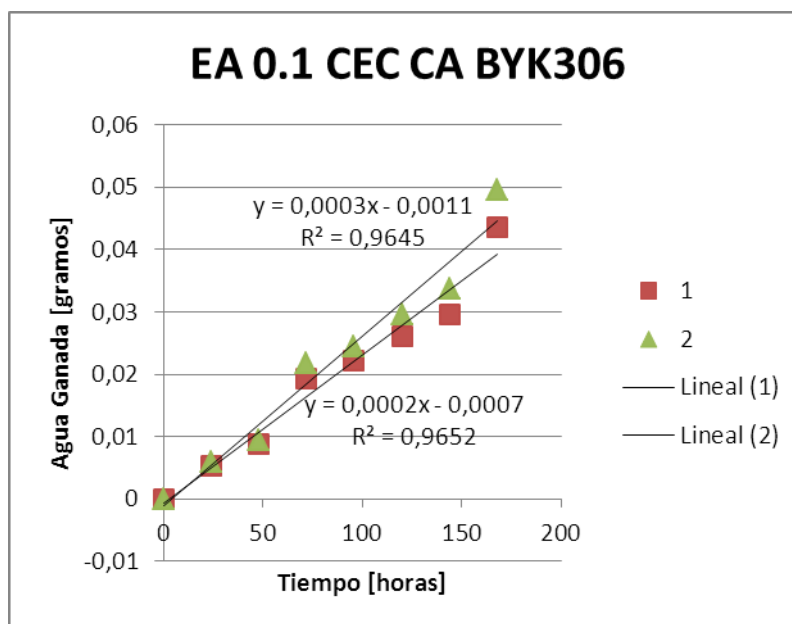


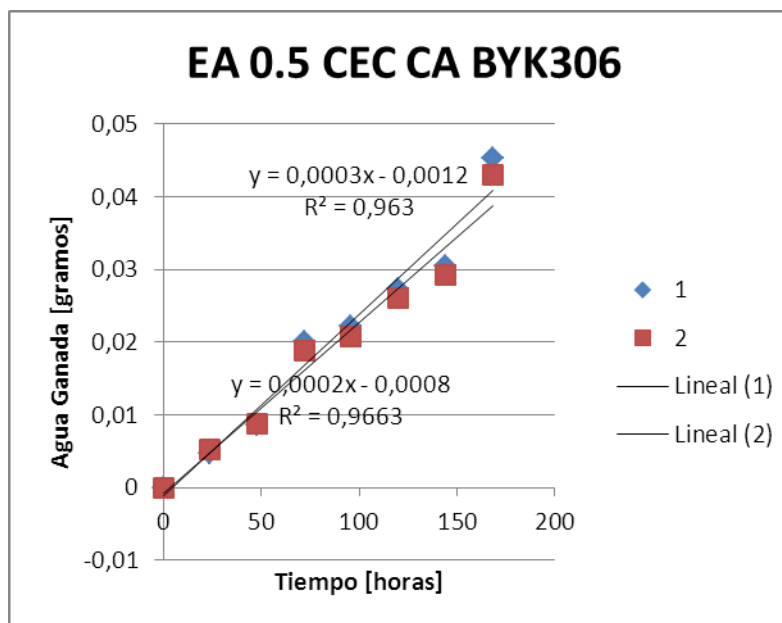
Figura 4.54: Agua ganada vs tiempo: EA 0.1 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XXXVII: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA 0.5 CEC CA BYK306

DATOS	Pouch 1	Pouch 2
Área del pouch (m ²)	0,00210	0,00210
Q/t (g/h)	0,00025	0,00024
WVTR (g/h-m ²)	0,11907	0,11395
Δp (mm Hg)	17,97330	17,98982
WVP (g/h-mm Hg-m ²)	0,00662	0,00633

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.



Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XXXVIII: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA 1 CEC CA BYK306

DATOS	Pouch 1	Pouch 2
Área del pouch (m ²)	0,00210	0,00210
Q/t (g/h)	0,00023	0,00022
WVTR (g/h-m ²)	0,10738	0,10523
Δp (mm Hg)	18,00653	18,14883
WVP (g/h-mm Hg-m ²)	0,00596	0,00580

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

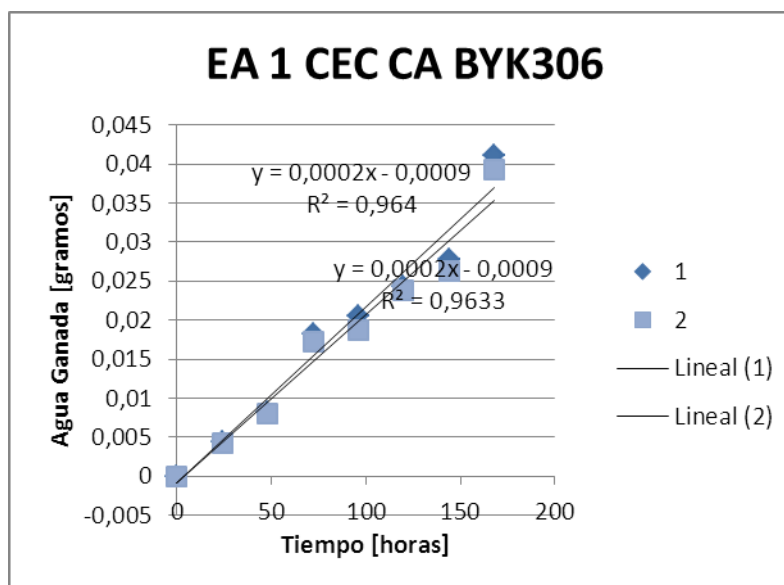


Figura 4.56: Agua ganada vs tiempo: EA 1 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

A continuación se muestran aquellos compuestos que tenían arcilla Cloisite Na dentro de su matriz polimérica con 0.1, 0.5, y 1 de carboxilato de amina.

Tabla XXXIX: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA Na BYK306

DATOS	Pouch 1	Pouch 2
Área del pouch (m ²)	0,00210	0,00210
Q/t (g/h)	0,00028	0,00064
WVTR (g/h-m ²)	0,13520	0,30435
Δp (mm Hg)	17,97489	17,76156
WVP (g/h-mm Hg-m ²)	0,00752	0,01714

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

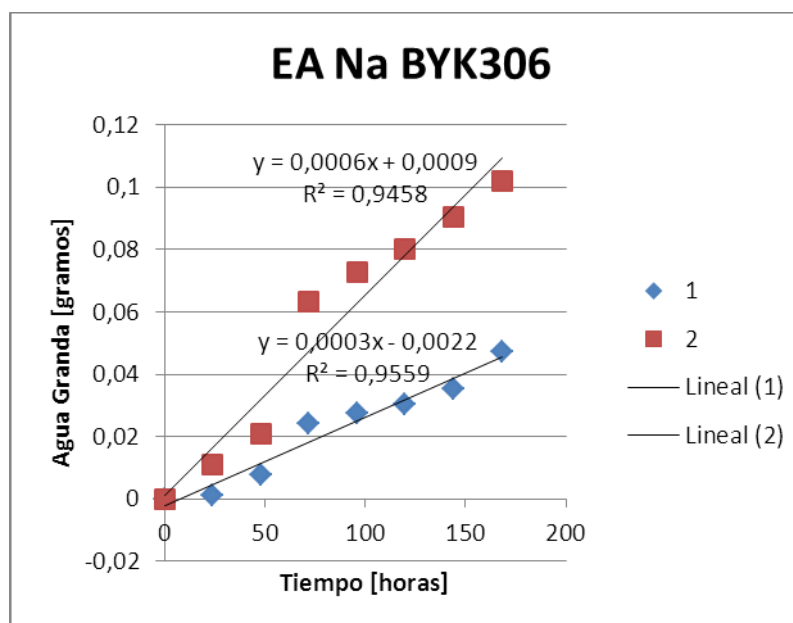


Figura 4.57: Agua ganada vs tiempo: EA Na BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XL: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA Na 0.1 CEC CA BYK306

DATOS	Pouch 1	Pouch 2
Área del pouch (m ²)	0,00210	0,00210
Q/t (g/h)	0,00023	0,00044
WVTR (g/h-m ²)	0,10993	0,20924
Δp (mm Hg)	18,01393	17,77795
WVP (g/h-mm Hg-m ²)	0,00610	0,01177

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

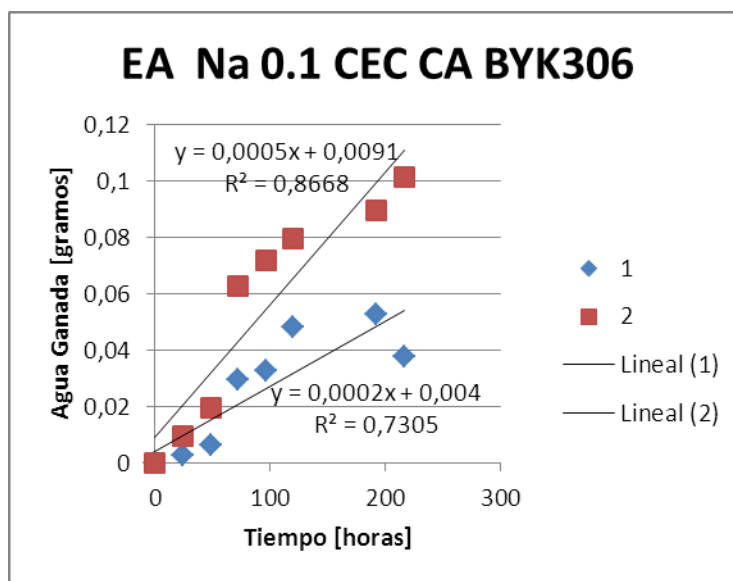


Figura 4.58: Agua ganada vs tiempo: EA Na 0.1 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XLI: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA Na 0.5 CEC CA BYK306

DATOS	Pouch 1	Pouch 2
Área del pouch (m ²)	0,00210	0,00210
Q/t (g/h)	0,00028	0,00030
WVTR (g/h-m ²)	0,13216	0,14328
Δp (mm Hg)	17,97356	17,97939
WVP (g/h-mm Hg-m ²)	0,00735	0,00797

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

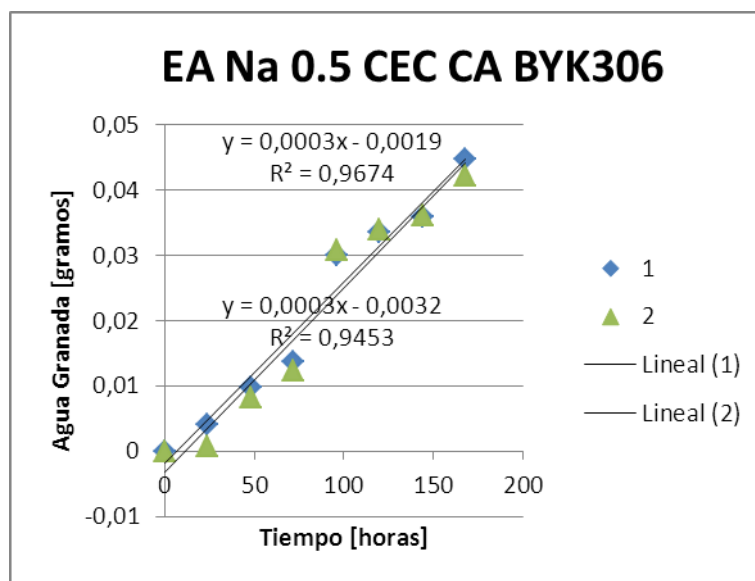


Figura 4.59: Agua ganada vs tiempo: EA Na 0.5 CEC CA BYK306.

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XLII: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA Na 1 CEC CA BYK306

DATOS	Pouch 1	Pouch 2
Área del pouch (m ²)	0,00210	0,00210
Q/t (g/h)	0,00032	0,00030
WVTR (g/h-m ²)	0,15401	0,14116
Δp (mm Hg)	17,96258	17,98376
WVP (g/h-mm Hg-m ²)	0,00857	0,00785

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

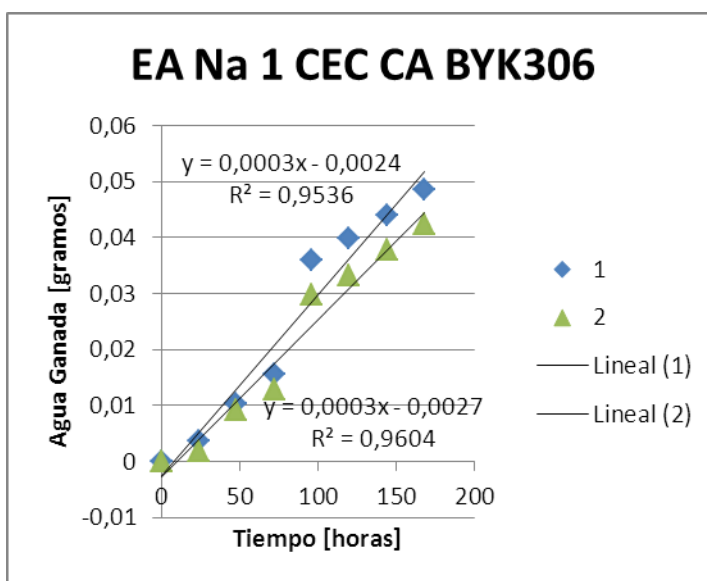


Figura 4.60: Agua ganada vs tiempo: EA Na 1 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Las siguientes figuras muestran la tendencia de agua ganada con respecto al tiempo de aquellos compuestos que contienen la arcilla Cloisite 20A y además concentración al 0.1, 0.5, y 1 de carboxilato de amina en su estructura.

Tabla XLIII: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA 20A BYK306

DATOS	Pouch 1	Pouch 2
Área del pouch (m ²)	0,00210	0,00210
Q/t (g/h)	0,00013	0,00011
WVTR (g/h-m ²)	0,06315	0,05333
Δp (mm Hg)	18,05902	18,07346
WVP (g/h-mm Hg-m ²)	0,00350	0,00295

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

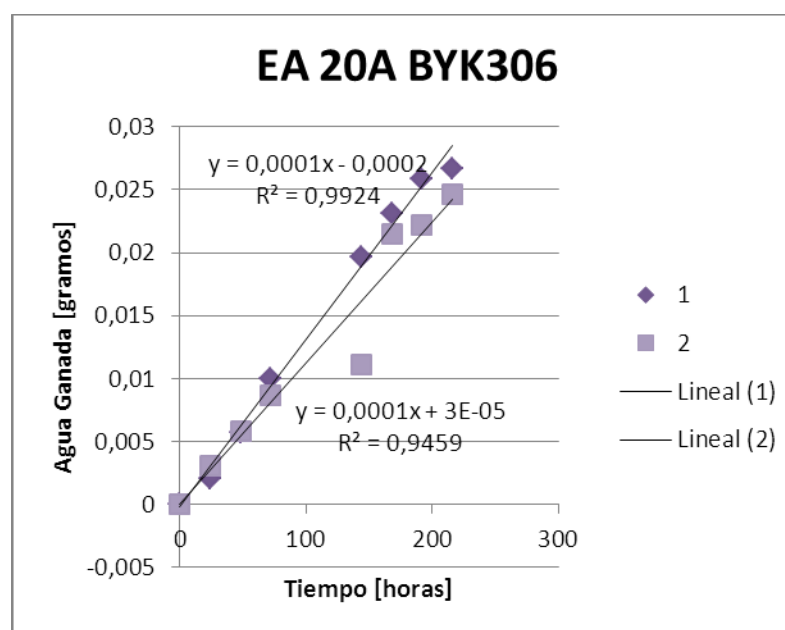


Figura 4.61: Agua ganada vs tiempo: EA 20A BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XLIV: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA 20A 0.1 CEC CA BYK306

DATOS	Pouch 1
Área del pouch (m ²)	0,00210
Q/t (g/h)	0,00001
WVTR (g/h-m ²)	0,00594
Δp (mm Hg)	18,16188
WVP (g/h-mm Hg-m ²)	0,00033

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

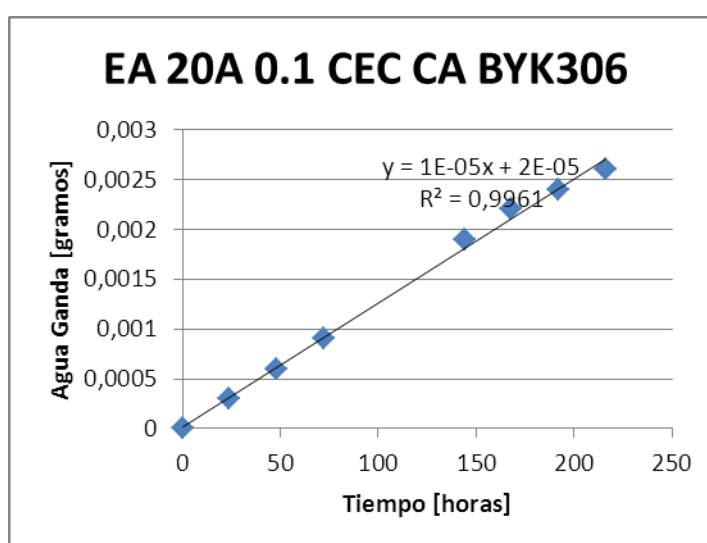


Figura 4.62: Agua ganada vs tiempo: EA 20A 0.1 CEC CA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Para todas las pruebas se escogieron dos pouches de los tres que se elaboraron para cada muestra, la muestra EA 20A 0.1 CEC CA BYK306 se la analiza sólo el pouch 1, debido a la gran diferencia de los parámetros WVTR y WVP, se desecha el pouch 2 debido a que este no estaba sellado correctamente, facilitando la ganancia de agua al desecante.

Tabla XLV: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA 20A 0.5 CEC CA BYK306

DATOS	Pouch 1	Pouch 2
Área del pouch (m ²)	0,00210	0,00210
Q/t (g/h)	0,00022	0,00026
WVTR (g/h-m ²)	0,10452	0,12612
Δp (mm Hg)	17,96873	17,93107
WVP (g/h-mm Hg-m ²)	0,00582	0,00703

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

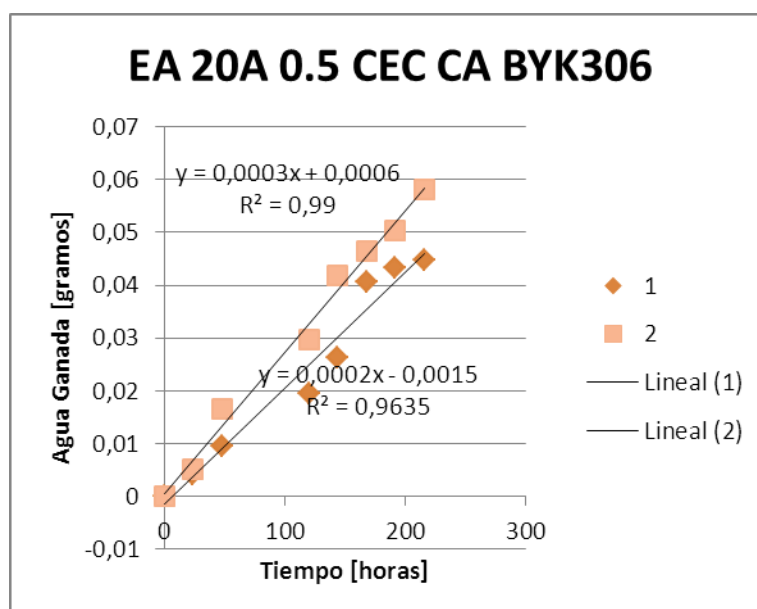


Figura 4.63: Agua ganada vs tiempo: EA 20A 0.5 CEC CA BYK306.

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla XLVI: Peso en gramos de agua ganada por el desecante: EA 20A 1 CEC CA BYK306

DATOS	Pouch 1	Pouch 2
-------	---------	---------

Área del pouch (m ²)	0,00210	0,00210
Q/t (g/h)	0,00012	0,00034
WVTR (g/h-m ²)	0,05536	0,16084
Δp (mm Hg)	18,07324	17,64362
WVP (g/h-mm Hg-m ²)	0,00306	0,00912

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

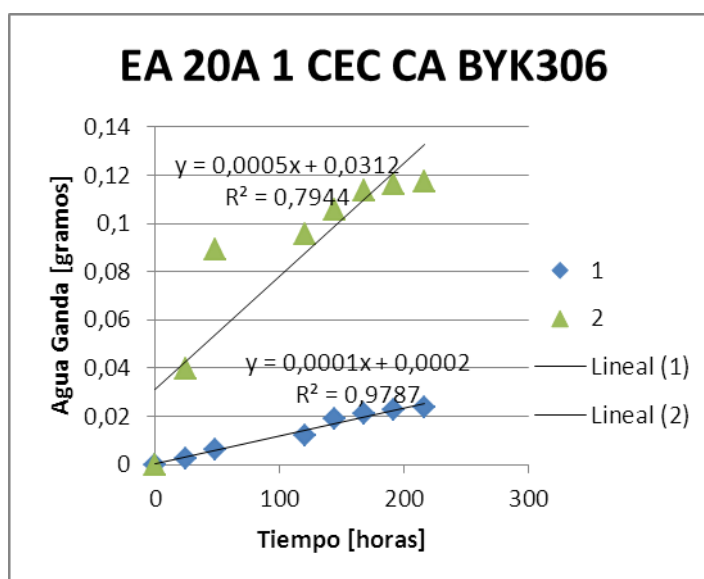


Figura 4.64: Agua ganada vs tiempo: EA 20A 1 CEC CA BYK306.

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Se calculó la pendiente de la gráfica para obtener la tasa de transmisión de vapor de agua por área WVTR y la permeación al vapor de agua WVP, sin embargo los resultados que se muestran en las siguientes gráficas están en WVTR% Y WVP%, esto se lo realizó con el fin de una mejor interpretación asumiendo que el mayor porcentaje 100% de WVTR y WVP es atribuido al compuesto convencional.

4.5.1 Transmisión y Permeación de Vapor de Agua del Compuesto Convencional

Tabla XLVII: WVTR y WVP del compuesto convencional

Comp.	WVTR [g/h-m ²]	WVP [g/h-mm Hg- m ²]	WVTR %	WVP %
EA	0,40358231	0,025136964	100,00%	100,00%
EA BYK306	0,25802359	0,014639843	63,93%	58,24%

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

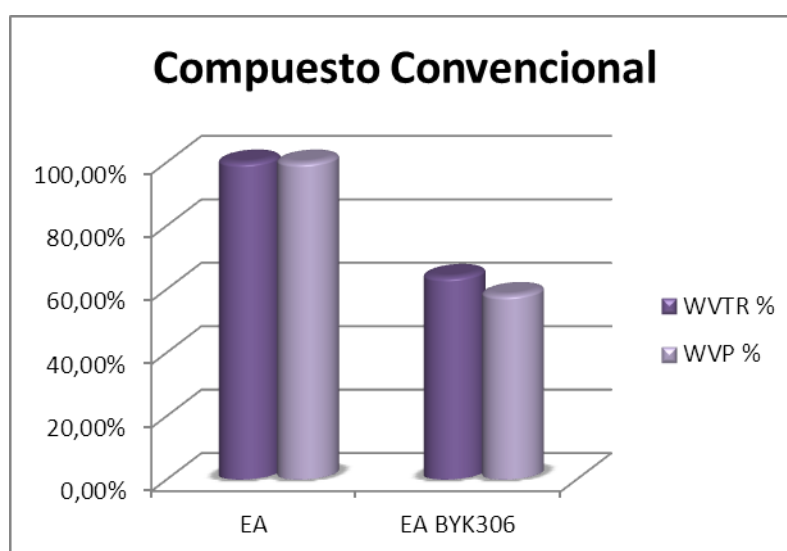


Figura 4.65: WVTR y WVP del compuesto convencional

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Se observa en la Figura 4.65 que la presencia de aditivo BYK306 reduce aproximadamente un 40% el WVTR y WVP del compuesto convencional.

4.5.2 Transmisión y Permeación de Vapor de Agua de Compuestos con Carboxilato de Amina

Tabla XLVIII: WVTR y WVP del compuesto con carboxilato de amina

Comp.	WVTR [g/h-m ²]	WVP [g/h-mm Hg-m ²]	WVTR %	WVP %
EA	0,40358231	0,02513696	100,00%	100,00%
EA BYK306	0,25802359	0,01463984	63,93%	58,24%
EA 0.1 CEC CA BYK306	0,123134	0,006854	30,51%	27,26%
EA 0.5 CEC CA BYK306	0,118203	0,006571	29,29%	26,14%
EA 1 CEC CA BYK306	0,106304	0,005881	26,34%	23,39%

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

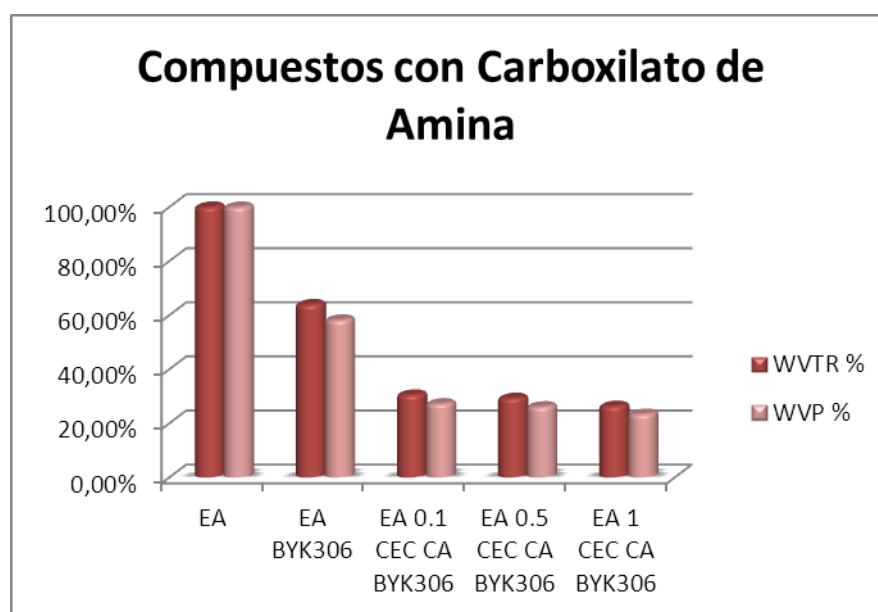


Figura 4.66: WVTR y WVP del compuesto con carboxilato de amina

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Como se observa en la Figura 4.66 el carboxilato de amina reduce el paso de agua, sin embargo su variación en la

concentración no tiene algún efecto notorio en los parámetros medidos probablemente porque la diferencia en peso del carboxilato de amina en cada uno de ellos es pequeña.

Los resultados que se muestran a continuación pertenecen a aquellos nanocompuestos que contienen arcilla Cloisite Na y también diferentes concentraciones del inhibidor de corrosión.

4.5.3 Transmisión y Permeación de Vapor de Agua de Nanocompuestos con Cloisite Na

Tabla XLIX: WVTR y WVP del nanocompuesto con Cloisite Na

Comp.	WVTR [g/h-m ²]	WVP [g/h-mm Hg-m ²]	WVTR %	WVP %
EA	0,4035823	0,02513696	100,00%	100,00%
EA BYK306	0,2580235	0,01463984	63,93%	58,24%
EA Na BYK306	0,2197774	0,0123286	54,46%	49,05%
EA Na 0.1 CEC CA BYK306	0,1595835	0,00893599	39,54%	35,55%
EA Na 0.5 CEC CA BYK306	0,1377196	0,00766105	34,12%	30,48%
EA Na 1 CEC CA BYK306	0,1475812	0,00821141	36,57%	32,67%

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

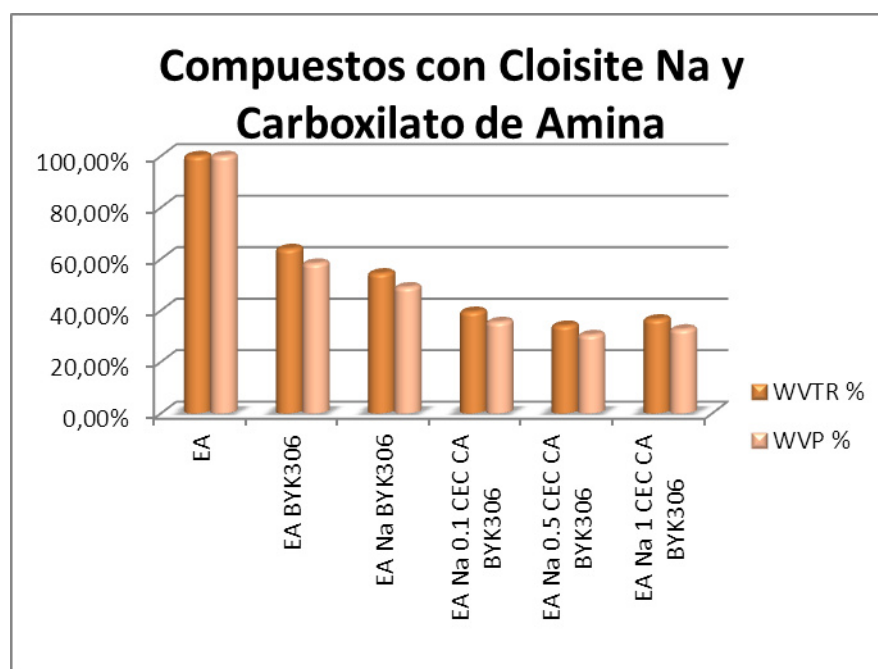


Figura 4.67: WVTR y WVP del compuesto con Cloisite Na

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En la Figura 4.67 se observa que la arcilla Na impide el paso del vapor de agua en un mayor grado que las matrices de referencia, aunque comparada con la EABYK306 es más pequeña, sin embargo al agregarle carboxilato de amina en su estructura este incremento es más notorio, el cual aumenta ligeramente cuando se introduce una mayor concentración de inhibidor de corrosión hasta 0.5 CEC CA ya que al 1 CEC CA el efecto se invierte.

Esto indica que existe una mejor relación a una concentración de 0.5 CEC CA con la arcilla Cloisite Na ya que mayor a esta cantidad induce la transmisión de vapor de agua.

4.5.4 Transmisión y Permeación de Vapor de Agua de Nanocompuestos con Cloisite 20A

Un análisis similar se realizó a los nanocompuestos que contienen arcilla Cloisite 20A.

Tabla L: WVTR y WVP del nanocompuesto con Cloisite 20A

Comp.	WVTR [g/h-m ²]	WVP [g/h-mm Hg-m ²]	WVTR %	WVP %
EA	0,4035823	0,0251369	100,00%	100,00%
EA BYK306	0,2580235	0,0146398	63,93%	58,24%
EA 20A BYK306	0,0582413	0,0032238	14,43%	12,83%
EA 20A 0.1 CEC CA BYK306	0,0579622	0,0032266	14,36%	12,84%
EA 20A 0.5 CEC CA BYK306	0,1153200	0,0064251	28,57%	25,56%
EA 20A 1 CEC CABYK306	0,1080984	0,0060894	26,78%	24,23%

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

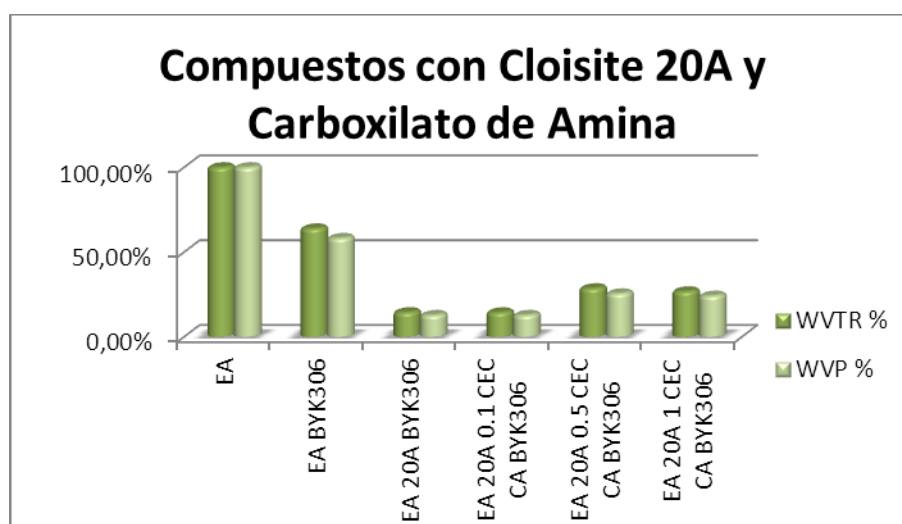


Figura 4.68: WVTR del compuesto con Cloisite 20A

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

A una mayor concentración de carboxilato de amina la permeancia al vapor de agua disminuye como se observa en la Figura 4.68, agregar CA a la arcilla Cloisite 20A es un aporte para mejorar esta propiedad, sin embargo se observa que solamente teniendo arcilla Cloisite 20A sin inhibidor de corrosión el efecto sobre la disminución de dicha transferencia de vapor de agua es mucho mejor que en cualquiera de los casos anteriores. Esta arcilla, mejor llamada nanoarcilla ya que tiene sales de alkylamonium en su galería, mejora la compatibilidad con el recubrimiento además al encontrarse intercalada por las sales y el aditivo BYK306 provocan que el paso del vapor de agua sea más complejo.

4.5.5 Transmisión y Permeación de Vapor de Agua de Nanocompuestos con Cloisite Na y 20A

Finalmente con objeto de comparar las dos nanoarcillas se muestran los resultados obtenidos por éstas.

Tabla LI: WVTR y WVP del nanocompuesto con Cloisite Na y Cloisite 20A

Comp.	WVTR [g/h-m ²]	WVP [g/h-mm Hg-m ²]	WVTR %	WVP %
EA Na BYK306	0,21977749	0,0123286	54,46%	49,05%
EA 20A YK306	0,05824139	0,00322388	14,43%	12,83%

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

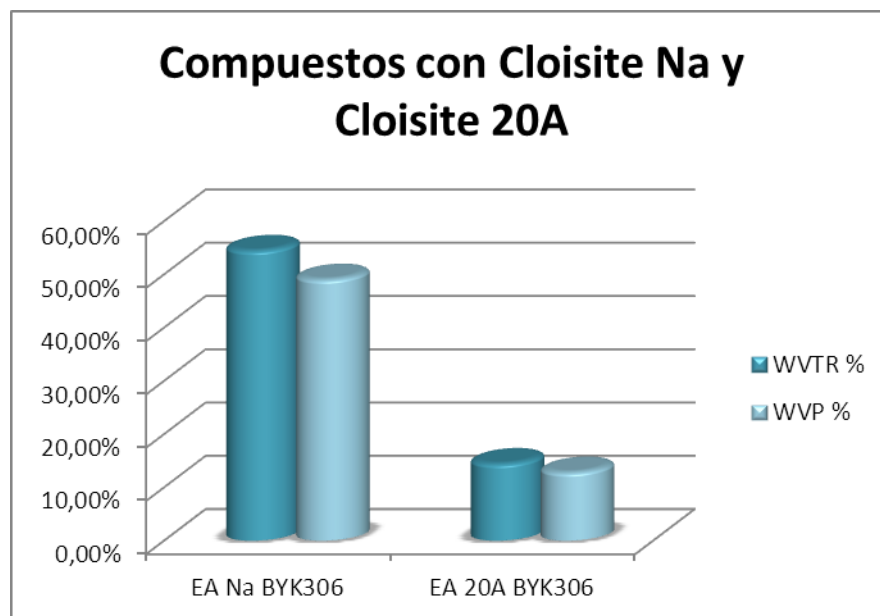


Figura 4.69: WVTR y WVP del compuesto con Cloisite Na Y Cloisite 20A

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Los resultados anteriores demostraron que la presencia de nanoarcillas en la matriz polimérica y BYK306 disminuyen la permeancia al vapor de agua, la Figura 4.69 índice que la Cloisite 20A mejora la propiedad de WVTR con respecto a la arcilla Cloisite Na. La diferencia entre estas dos arcillas es que la Cloisite 20A es una arcilla tratada con sales de alkylamonium, por lo tanto esta sustancia extra es la que provoca esta diferencia, aunque ambas arcillas se encuentran dispersas, las sales son cadenas largas que están repartidas a lo largo de las láminas de filosilicatos creando un efecto barrera mejor que la otra arcilla.

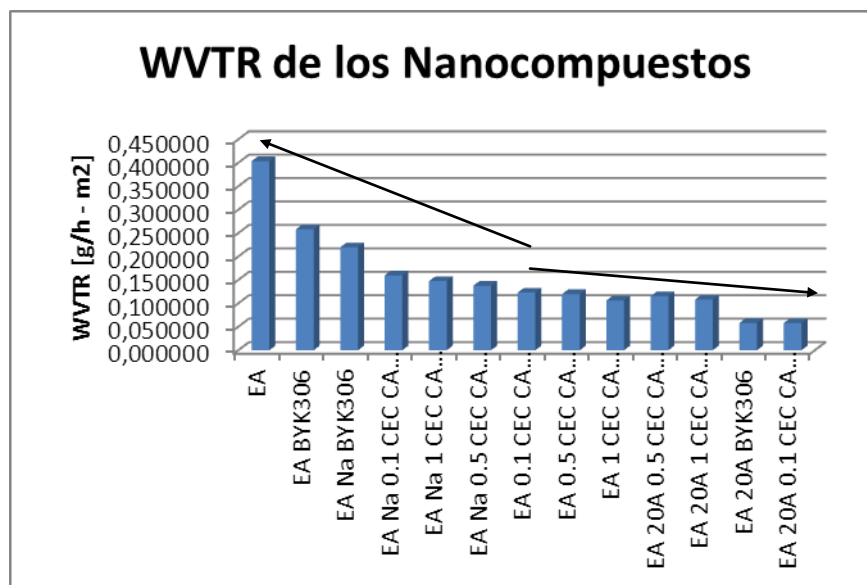


Figura 4.70: WVTR de los nanocompuestos

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Se distingue en la Figura 4.70 claramente que los sistemas que contiene la arcilla Cloisite 20A con inhibidor tiene una menor trasmisión de vapor de agua, al igual que el sistema con Cloisite Na que contiene una menor cantidad de inhibidor.

Es interesante la relación con el análisis de tensión, estos mismos film presentan mayor esfuerzo de tensión y mayor deformación unitaria. Sin embargo, no se observa algún parámetro definido en relación a los análisis de cámara salina, aunque el sistema que incluye Cloisite 20A y 1 CEC Ca también posee la mejor resistencia a la corrosión.

4.6 Ensayo de Absorción de Agua según Norma ASTM D 570

La prueba se realizó considerando las indicaciones de la Norma ASTM 570, utilizando tres probetas para cada nanocompuesto y se registran los datos iniciales de las mismas. Las cuales se sumergen en agua destilada y se pesan nuevamente, para determinar la cantidad de agua absorbida.

4.6.1 Absorción de Agua del Compuesto Convencional

A continuación se muestra los valores obtenidos de absorción de agua de las 3 probetas correspondientes a la matriz epóxica y el compuesto EA BYK306 y los promedios de absorción de agua (expresadas en mg/cm^2 y en %) para cada compuesto.

Tabla LII: Promedio de Absorción de agua de la matriz epóxica y EA BYK306

Compuesto	Probeta	Absorción mg/cm^2	Promedio Absorción mg/cm^2	Promedio Absorción %
EA	1	1,20	1,20	1,12
	2	1,00		
	3	1,40		
EA BYK306	1	0,60	0,50	0,50
	2	0,50		
	3	0,40		

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

La Figura 4.71 permite apreciar la variación del nanocompuesto al agregarle el aditivo BYK306, estos resultados permiten comprobar una reducción en la absorción de agua de los nanocompuestos.

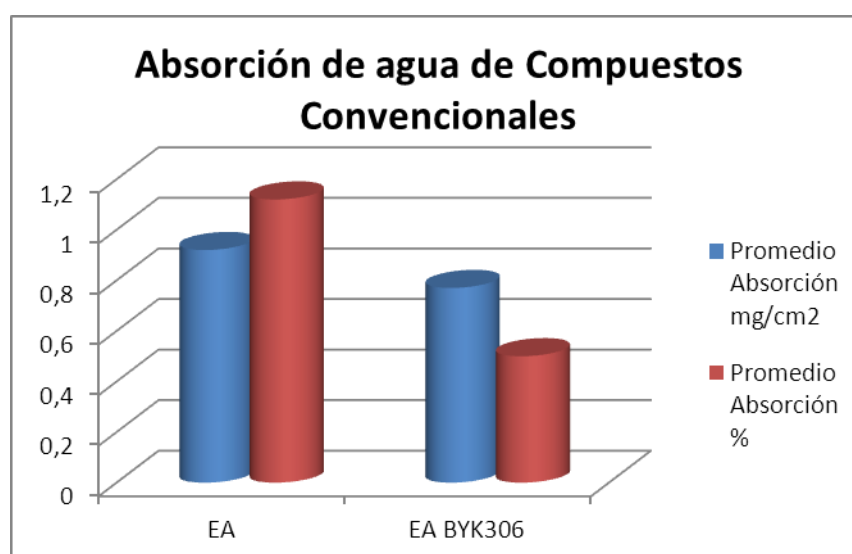


Figura 4.71: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos EA y EA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

4.6.2 Absorción de Agua de Compuestos con Carboxilato de Amina

A continuación se presenta una tabla y figura correspondientes a los compuestos que son elaborados con la matriz epóxica agregándole el aditivo (BYK306) e inhibidor de corrosión (Carboxilato de Amina) en diferentes proporciones: 0.1 CEC CA, 0.5 CEC CA y 1 CEC CA, con el objetivo de analizar el efecto del inhibidor en los compuestos.

Tabla LIII: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con CA

Compuesto	Probeta	Absorción mg/cm ²	Promedio Absorción mg/cm ²	Promedio Absorción
EA 0.1 CEC CA BYK306	1	1	0,92	1,11
	2	0,85		
	3	0,91		
EA 0.5 CEC CA BYK306	1	0,85	0,77	0,93
	2	0,69		
	3	0,75		
EA 1 CEC CA BYK306	1	0,88	0,87	1,24
	2	0,81		
	3	0,91		

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

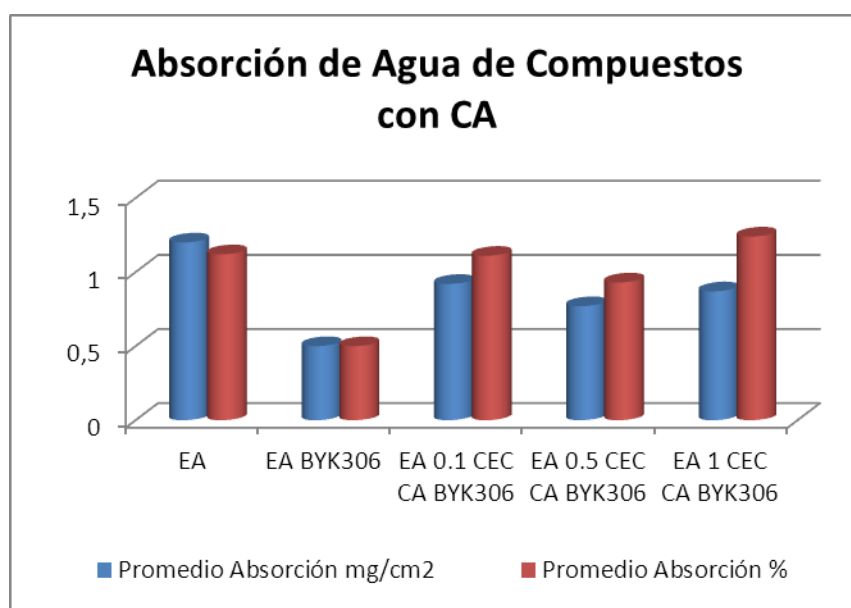


Figura 4.72: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con CA

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Como se puede observar en la Tabla LIII, el inhibidor presenta mejores propiedades con respecto a la absorción de agua cuando la concentración del inhibidor en el compuesto es de

0.5 CEC, ya que a esta concentración presenta el menor valor de agua absorbida.

4.6.3 Absorción de Agua de Nanocompuestos con Cloisite Na

Tabla LIV: Promedio de Absorción de agua de los nanocompuestos con Na y CA

Comp.	Probeta	Absorción mg/cm ²	Promedio Absorción mg/cm ²	Promedio Absorción %
EA Na 0.1 CEC CA BYK306	1	0,97	1,05	1,27
	2	1,1		
	3	1,07		
EA Na 0.5 CEC CA BYK306	1	0,90	0,89	0,76
	2	1,10		
	3	1,00		
EA Na 1 CEC CA BYK306	1	0,80	1,78	2,0
	2	1,00		
	3	0,50		

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

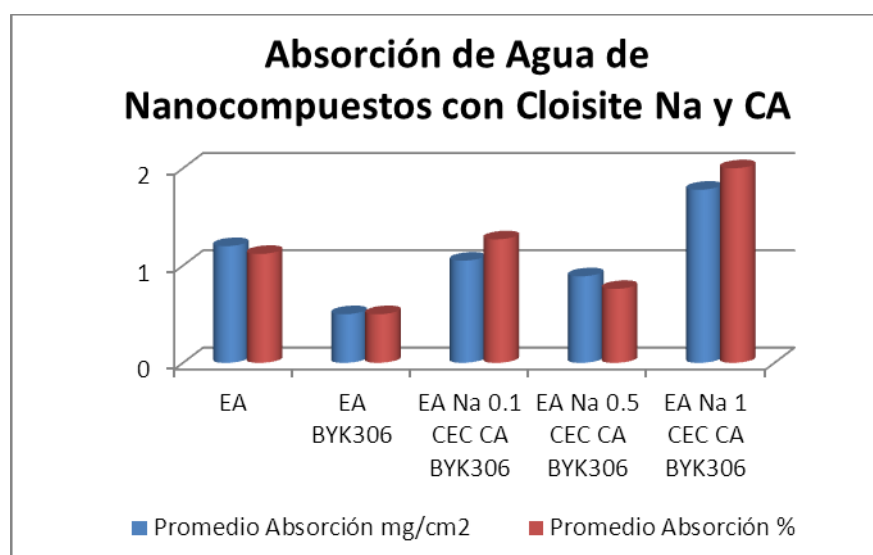


Figura 4.73: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite Na y los convencionales

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

La Tabla LIV muestra el efecto del inhibidor en los compuestos elaborados con Cloisite Na.

La Figura 4.73 permite identificar que la concentración de EA Na 0.5 CEC CA en el nanocompuesto presenta el menor promedio de absorción de agua expresado mg/cm^2 , sin embargo para las concentraciones de EA Na 0.1 CEC CA y EA Na 1 CEC CA presentan mayor absorción.

Sin embargo al analizar el gráfico respecto al promedio de absorción de agua expresada en porcentaje, se identifica que a la concentración de 1 CEC CA es considerablemente superior en comparación con las otras concentraciones. Y el valor más bajo corresponde a los nanocompuestos que contienen una concentración de 0.5 CEC CA.

4.6.4 Absorción de Agua de Nanocompuestos con Cloisite 20A

En la Tabla LV se presenta el promedio de absorción de agua para compuestos elaborados con Cloisite 20A y el inhibidor de corrosión (carboxilato de amina). En concentraciones de 0.1 CEC CA, 0.5 CEC CA, 1 CEC CA.

Tabla LV: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite 20A y CA

Compuesto	Probeta	Absorción mg/cm ²	Promedio Absorción mg/cm ²	Promedio Absorció n%
EA 20A 0.1 CEC CA BYK306	1	0,50	0,63	1,01
	2	0,60		
	3	0,80		
EA 20A 0.5 CEC CA BYK306	1	0,7	0,73	1,17
	2	0,63		
	3	0,78		
EA 20A 1 CEC CA BYK306	1	0,80	0,57	0,87
	2	0,40		
	3	0,50		

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

La Tabla LV permite identificar que se obtiene el menor valor de promedio de absorción de agua (mg/cm²) en el nanocompuesto que contiene 1 CEC CA. Para el promedio de absorción de agua (%), el mayor valor es obtenido en el nanocompuesto que contiene inhibidor en una concentración de 0.5 CEC CA. A pesar de que no es posible definir una tendencia con respecto a la concentración de inhibidor en el nanocompuesto, debido a que el promedio de absorción oscila sin guardar relación con la cantidad de inhibidor presenta, se puede identificar que se logra una menor absorción de agua con la concentración de 1 CEC CA.

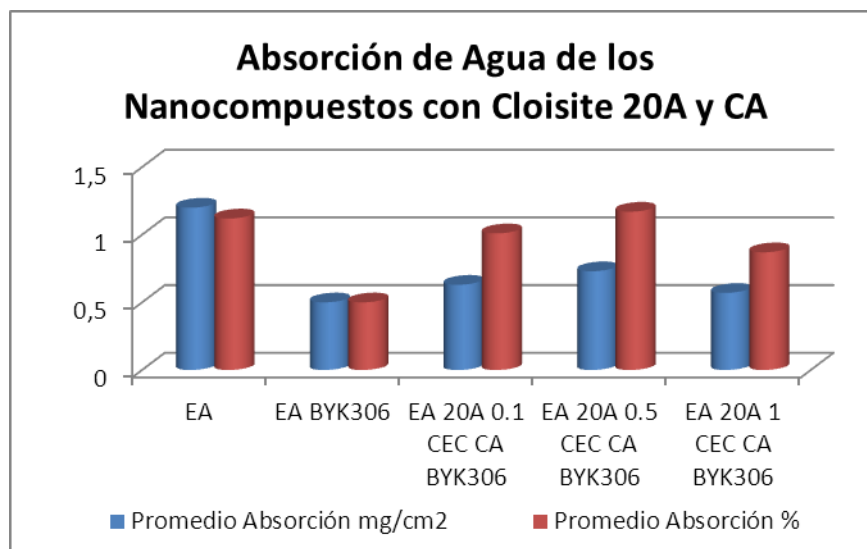


Figura 4.74: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite Na y convencionales
Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Las Tablas LVI y LVII presentan el resumen de los nanocompuestos de mezcla base y los elaborados en relación con la Cloisite Na y Cloisite 20A respectivamente.

Tabla LVI: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite Na

Compuesto	Promedio Absorción mg/cm ²	Promedio Absorción %
EA	1,20	1,12
EA BYK306	0,50	0,50
EA Na BYK306	3,5	5,64
EA Na 0.1 CEC CA BYK306	1,05	1,27
EA Na 0.5 CEC CA BYK306	0,89	0,76
EA Na 1 CEC CA BYK306	1,78	2
EA 0.1 CEC CA BYK306	0,92	1,11
EA 0.5 CEC CA BYK306	0,77	0,93
EA 1 CEC CA BYK306	0,87	1,24

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Tabla LVII: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite 20A

Compuesto	Promedio Absorción de agua en mg/cm^2	Promedio Absorción de agua expresada en %
EA	1,20	1,12
EA BYK306	0,50	0,50
EA 20A BYK306	0,8	0,85
EA 20A 0.1 CEC CA BYK306	0,63	1,01
EA 20A 0.5 CEC CA BYK306	0,73	1,17
EA 20A 1 CEC CA BYK306	0,57	0,87
EA 0.1 CEC CA BYK306	0,92	1,11
EA 0.5 CEC CA BYK306	0,77	0,93
EA 1 CEC CA BYK306	0,87	1,24

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

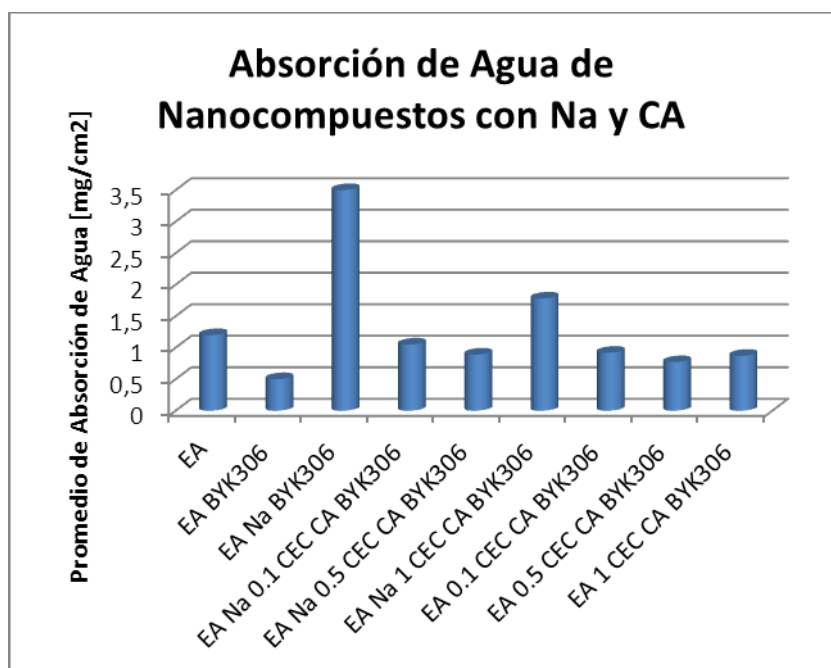


Figura 4.75: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite Na

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

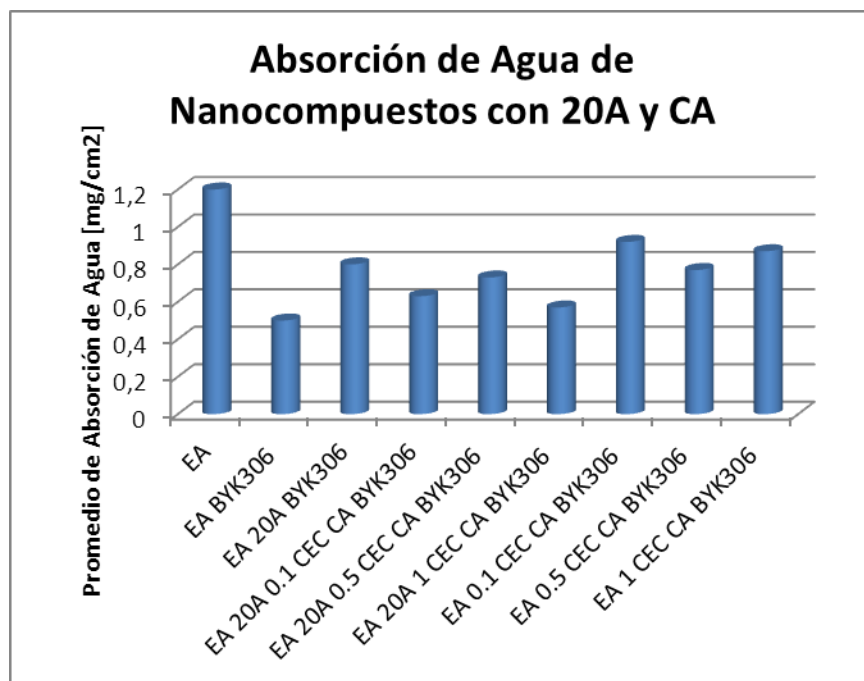


Figura 4.76: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite 20A

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

4.6.5 Absorción de Agua de Nanocompuestos con Cloisite Na y 20A

A continuación se muestra en la Tabla LVIII, los promedios de absorción de agua para los nanocompuestos que incluyen las arcillas Cloisite Na y Cloisite 20A en su composición.

Es evidente que la Cloisite 20A en la elaboración de nanocompuesto le permite absorber una menor cantidad de agua con respecto al compuesto elaborado con Cloisite Na.

Tabla LVIII: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite Na y 20A

Compuesto	Probeta	Absorción mg/cm ²	Promedio Absorción mg/cm ²	Promedio Absorción %
EA Na BYK306	1	3,75	3,5	5,64
	2	3,49		
	3	3,285		
EA 20A BYK306	1	0,70	0,80	0,85
	2	0,80		
	3	0,90		

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

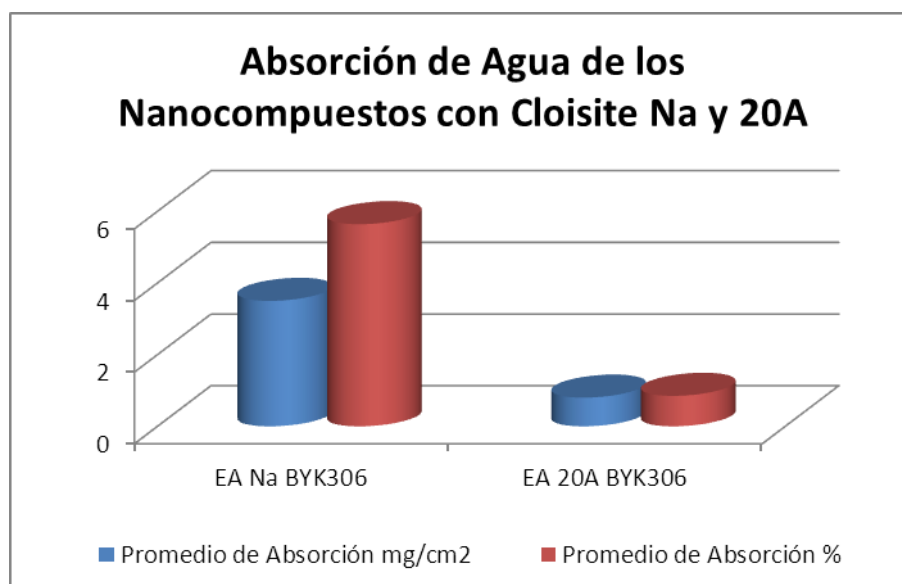


Figura 4.77: Promedio de absorción de agua de los nanocompuestos con Cloisite Na y 20A

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Se presenta una tabla con la absorción de agua máxima relativa de todos los nanocompuestos desarrollados tomando como referencia la matriz epóxica (EA) como 100%.

Tabla LIX: Resumen de absorción de agua máxima relativa

Compuesto	Promedio de Absorción de Agua Relativa(%)
EA	100
EABYK 306	44.64285714
EA0.1 CEC CA BYK 306	99.10714286
EA0.5 CEC CA BYK 306	83.03571429
EA1.0 CEC CA BYK 306	110.7142857
EANaBYK 306	503.5714286
EANa0.1CEC CABYK 306	113.3928571
EANa0.5CEC CA BYK 306	67.85714286
EANa1.0CEC CA BYK 306	178.5714286
EA20ABYK 306	75.89285714
EA20A0.1CEC CA BYK 306	90.17857143
EA20A0.5CEC CA BYK 306	104.4642857
EA20A1.0CEC CA BYK 306	77.67857143

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Los sistema epóxicos que incluyen la arcilla Cloisite 20A disminuyen la absorción de agua frente a los sistema de Cloisite Na. Sin embargo, el inhibidor de corrosión incrementa la absorción de agua en algunos casos. Este test es muy sensible a los defectos superficiales que se pudieran dar en la elaboración de la muestra, por lo tanto, es posible que existan errores al incrementarse la cantidad de inhibidor.

4.7 Ensayo de Dureza según Norma ASTM D 1474

El ensayo de dureza al lápiz según la Norma ASTM D 1474 fue realizada aplicando los recubrimientos generados sobre sustratos metálicos dando como resultados los datos que se muestran en las siguientes tablas.

4.7.1 Dureza del Compuesto Convencional

Tabla LX: Valores de dureza de compuesto convencional

Muestra	Dureza
EA	3H
EA BYK306	3H

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Analizando la Tabla LX se observa que la matriz polimérica conformada por resina epóxica y amina presenta una dureza igual a la de la misma matriz polimérica modificada con el aditivo superficial de silicona (BYK306) de 3H, dando como resultado que el aditivo BYK306 no influye en la dureza de este recubrimiento.

4.7.2 Dureza de Compuestos con Carboxilato de Amina

Tabla LXI: Valores de dureza de compuestos con carboxilato de amina

Muestra	Dureza
EA	3H
EA BYK306	3H

EA 0.1 CEC CA BYK306	4H
EA 0.5 CEC CA BYK306	4H
EA 1 CEC CA BYK306	4H

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En la Tabla LXI se nota un incremento en la dureza de los compuestos de matriz polimérica modificada con el surfactante carboxilato de amina, la variante que existe entre estos es su capacidad de intercambio catiónico la cual no mejora o empeora a medida que el CEC va aumentando. Pero se nota una influencia del carboxilato de amina en relación a la matriz polimérica, esto se pueda por la reacción que existe entre las sales y las sustancias de la matriz.

4.7.3 Dureza de Nanocompuestos con Cloisite Na

Tabla LXII: Valores de dureza de nanocompuestos con Cloisite NA

Muestra	Dureza
EA	3H
EA BYK306	3H
EA Na BYK306	4H
EA Na 0.1 CEC CA BYK306	4H
EA Na 0.5 CEC CA BYK306	4H
EA Na 1 CEC CA BYK306	4H

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

La Tabla LXII muestra que los nanocompuestos con Cloisite Na al igual que la matriz polimérica con inhibidor de corrosión no poseen ninguna variación en la dureza, estos elevan su dureza

a 4H. Anteriormente, se observó ese mismo comportamiento debido al carboxilato de amina, por ello en este caso no se podría decir que es la Cloisite Na la que influencia en ese incremento de la dureza, no interfiere en nada la arcilla.

4.7.4 Dureza de Nanocompuestos con Cloisite 20A

Tabla LXIII: Valores de dureza de nanocompuestos con Cloisite 20A

Muestra	Dureza
EA	3H
EA BYK306	3H
EA 20A BYK306	5H
EA 20A 0.1 CEC CA BYK306	5H
EA 20A 0.5 CEC CA BYK306	5H
EA 20A 1 CEC CA BYK306	5H

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En la Tabla LXIII a diferencia de la Tabla LXII el valor de dureza de los nanocompuestos propiamente con Cloisite 20A son los que presentan mayor dureza al lápiz con 5H. Aunque dentro de los mismos nanocompuestos la dureza es la misma, así varíe la capacidad de intercambio catiónico (CEC).

Quizás este incremento en la dureza pueda darse por las sales que contiene la Cloisite 20A que aumenta la cantidad de sales que reaccionan y en la matriz polimérica base modificada con el inhibidor de corrosión se vió un aumento por el inhibidor, este tiene sales en su estructura y al incorporarle la Cloisite

20A que está tratada con sales de alkylamonium aumente más la dureza.

4.7.5 Dureza entre Nanocompuestos Cloisite Na – Cloisite 20A

Tabla LXIV: Valores de dureza entre nanocompuestos de Cloisite Na y 20A

Muestra	Dureza
EA Na BYK306	4H
EA 20A BYK306	5H

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Este incremento de la dureza puede atribuírsele a la nanoarcilla Cloisite 20A, esta a escala molecular tiene una mejora en su estructura a diferencia de la Cloisite Na ya que la Cloisite 20A contiene sales del alkylamonium, podría ser esto lo que este influenciando en los parámetros físicos como la dureza del recubrimiento. El valor de dureza de todos los compuesto tanto los básicos como los nanocompuestos, se encuentran dentro de la escala permisible para esta prueba, ninguno sobrepasa el valor de 7H es el máximo de dureza en el rango de esta prueba.

Sin embargo, el endurecimiento ocurre por encima de un rango específico de tamaño de relleno, siendo este generalmente mayor a $0.1\mu\text{m}$ (100nm), por lo tanto un efectivo proceso de endurecimiento del recubrimiento puede no ser favorecido con

una mejora en su dureza a escalas nanométricas. Generalmente, el tamaño de las nanopartículas es muy pequeño como para proveer endurecimiento en un recubrimiento que está sujeto a un mecanismo de agrietamiento, y no pueden mejorar de manera efectiva la trayectoria tortuosa de la grieta. Consecuentemente, la escala extremadamente reducida de un nanocompuesto altamente exfoliado o intercalado no aporta al endurecimiento del recubrimiento.

4.8 Ensayo de Corrosión en Cámara Salina ASTM B 117 & D 1654.

El ensayo de corrosión en Cámara Salina permite realizar un monitoreo sistemático del progreso de la corrosión en el material a analizar, además permite determinar la resistencia a la corrosión expresada en horas de exposición del ambiente corrosivo generado por la cámara.

Previo al ingreso de las placas a la cámara salina, es necesario rotularlas de manera clara y segura de que resistan el tiempo de permanencia en la máquina. Luego se ingresan en la cámara salina y según vayan fallando se las va retirando, registrando el número de horas al cual aparecieron las primeras generaciones de óxido en la placa. Se introdujeron 2 placas por cada nanocompuesto, las cuales

fueron denominadas P1 y P2, siendo P1 la placa que no tiene marca y P2 la rayada. Las placas fueron inspeccionadas cada 24 horas, evaluando en cada inspección la presencia de corrosión.

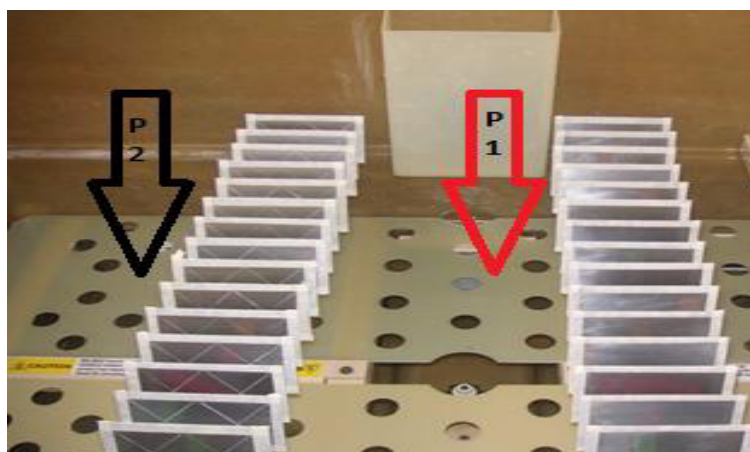


Figura 4.78: Posición de las placas en cámara salina

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

El tiempo total de la prueba fue de 336 horas (14 días), durante este tiempo tuvieron que hacerse mediciones periódicas (cada 24 horas) del flujo de solución salina que se utilizó como agente corrosivo, además de la medición del pH, cloruros y salinidad de dicha solución para comprobar que se encuentren dentro de los permitidos por el equipo para proporcionar datos confiables.

Ya que la Cámara Salina cuenta con un reservorio para la solución salina es necesario asegurarse de que contenga suficiente solución para garantizar la continuidad de la prueba ya que en caso de que se detenga, esto va a generar una variación en los resultados

finales, debido a que la prueba requiere de horas continuas de exposición del material a la solución salina.

La solución salina fué preparada con sal de Cloruro de Sodio (NaCl) certificada por la Norma ASTM B1117, la cual viene en empaques que contienen 500 gramos de la sal. Para preparar la solución se utilizo agua destilada y se alcanzó una solución con una concentración del 5% en peso, la cual es uno de los parámetros que se exige para el cumplimiento de la Norma ASTM B1117, referente a este ensayo.



Figura 4.79: Proceso de preparación de la solución salina y llenado del reservorio

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

4.8.1 Corrosión en Cámara Salina del Compuesto Convencional

A continuación se presenta la Tabla LXV y Figura 4.80 correspondientes a la matriz epóxica y el compuesto que contiene aditivo (EA BYK306), denominando “RC” si la placa

resiste la corrosión en el tiempo que se la ha analizado y “Falla” si ya ha cumplido con el estándar de falla de la prueba.

Tabla LXV: Valores de ensayos de corrosión para placas recubiertas con la matriz epóxica y EA BYK306

Placa	MATRIZ EPÓXICA		EA BYK306	
	P1	P2	P1	P2
Horas				
24	RC	<i>Falla</i>	RC	<i>Falla</i>
48	RC		RC	
72	<i>Falla</i>		<i>Falla</i>	

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Como se puede observar en la Tabla LXV, el tiempo que resistieron las placas recubiertas por ambos compuestos es de 72 horas continuas, lo que representa que el aditivo no afecta la protección contra la corrosión.

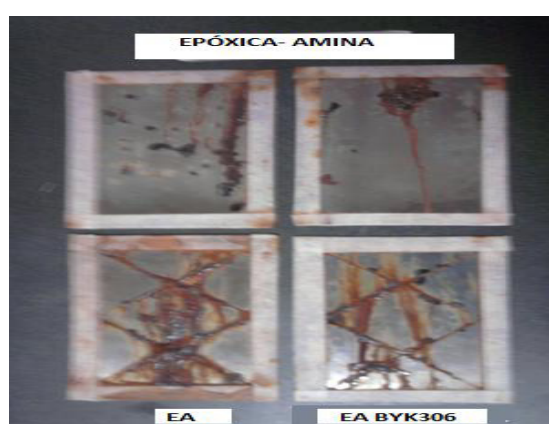


Figura 4.80: Placas P1 (arriba) y P2 (abajo) correspondiente a matriz epóxica EA BYK306 (72 H)

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

4.8.2 Corrosión en Cámara Salina de Compuestos con Carboxilato de Amina

La resistencia a la corrosión en la cámara salina (horas) para las placas recubiertas con compuestos que contienen carboxilato de amina a diferentes concentraciones se muestra en la Tabla LXVI valorando la prueba como “RC” si la placa resiste la corrosión para el tiempo descrito y como “Falla” si ya ha cumplido con el estándar de falla de la prueba.

En dicha tabla se puede observar que las placas que menor tiempo resistieron el ensayo fueron las que están recubiertas con el nanocompuesto con una concentración de 0.5 CEC CA, mientras que las placas correspondientes al nanocompuesto con la concentración menor de Carboxilato de Amina resistieron un número mayor de horas (240 horas).

Tabla LXVI: Valores de ensayo de corrosión en cámara salina para placas recubiertas con concentraciones de CA

Placa	EA 0.1 CEC CA BYK306		EA 0.5 CEC CA BYK306		EA 1 CEC CA BYK306	
	P1	P2	P1	P2	P1	P2
Hora						
24	RC	RC	RC	RC	RC	RC
48	RC	RC	RC	RC	RC	RC

72	RC	RC	RC	RC	RC	<i>Falla</i>
96	RC	RC	RC	RC	RC	
120	RC	RC	RC	RC	RC	
144	RC	RC	RC	<i>Falla</i>	RC	
168	RC	RC	RC		RC	
192	RC	RC	<i>Falla</i>		RC	
216	RC	RC			RC	
240	<i>Falla</i>	<i>Falla</i>			<i>Falla</i>	

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Como se muestra en la Tabla LXVI, el efecto del inhibidor (Carboxilato de Amina) en el nanocompuesto es de presentar mayor resistencia a la corrosión a bajas cantidades del mismo, siendo el compuesto denominado EA 0.1CEC CA BYK306.

Mientras que al aumentar la concentración de este inhibidor a 0.5 CEC dicha resistencia disminuye considerablemente, dando como resultado que la corrosión se presente 48 horas antes del compuesto mencionado.

Al aumentar la concentración del inhibidor a 1 CEC, la resistencia a la corrosión asciende hasta igualar al del compuesto con una concentración de 0.1CEC CA, sin embargo la placa con marca (P2), presentó marcas de corrosión anticipadamente (72 horas) debido a irregularidades en la aplicación del recubrimiento.

Esto se debe a que como se indicó anteriormente el inhibidor CA no se diluye fácilmente o tiene baja compatibilidad con resinas epóxicas, por tal motivo se infiere a que el volumen libre o espacios reticulares en las resinas con mayor cantidad de inhibidor posee un mayor volumen libre.

Es interesante notar que el inhibidor de corrosión tipo CA protege en presencia de rayaduras a bajas proporciones, mostrando el efecto "Self-healing" de los carboxilato de amina.

4.8.3 Corrosión en Cámara Salina de Nanocompuestos con Cloisite Na

Tabla LXVII: Valores de ensayo de corrosión para probetas con compuestos que contienen Cloisite Na

Cloisite Na									
Placa	EA Na BYK306		EA Na 0.1 CEC CA BYK306		EA Na 0.5 CEC CA BYK306		EA Na 1 CEC CA BYK306		P2
	P1	P2	P1	P2	P1	P2	P1	P2	
Hora									
24	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC
48	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC
72	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC
96	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC
120	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC
144	RC	RC	RC	Falla	RC	RC	RC	RC	RC
168	RC	RC	Falla		RC	RC	RC	RC	RC
192	RC	Falla			RC	RC	Falla	Falla	
216	Falla				RC	RC			
240					RC	RC			

264	RC	RC
288	RC	RC
312	Falla	Falla

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En la Tabla LXVII se puede observar la resistencia a la corrosión de las placas recubiertas por los nanocompuestos con Cloisite Na, siendo destacada la resistencia presentada por el nanocompuesto con una concentración de 0.5 CEC CA en comparación con los otros nanocompuestos, dicha resistencia de 312 horas.

Esto se debe a que el inhibidor y el BYK306 actúan en sinergia para incrementar la compatibilización de la Cloisite Na y la resina epóxica.

A grandes cantidad de inhibidor el film tiene una baja reticulación o alto volumen libre, esto da acceso mas fácilmente a los cloruros o humedad.

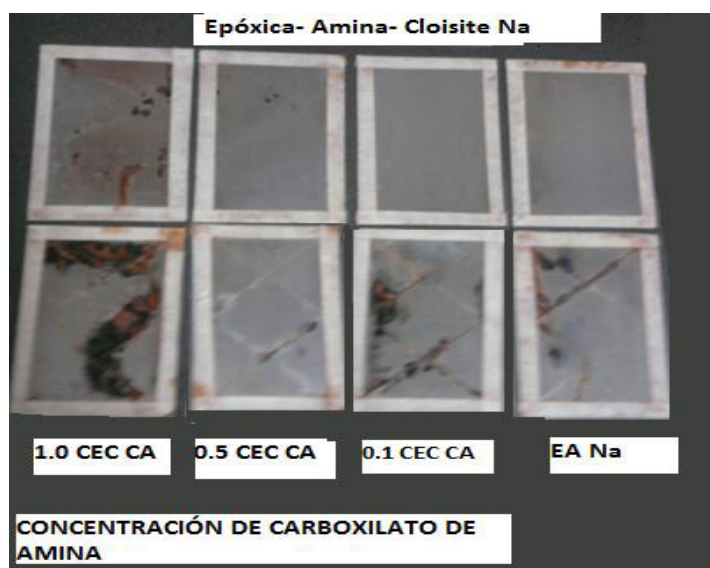


Figura 4.81: Falla de placas P1 (arriba) y P2 (abajo): nanocompuestos con Cloisite Na (312 horas)

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Adicionalmente, en investigaciones anteriores [12] se demostró que la Cloisite Na incrementa la corrosión o le resta eficiencia al inhibidor de carboxilato de amina.

4.8.4 Corrosión en Cámara Salina de Nanocompuestos con Cloisite 20A

En la Tabla LXVIII se presentan los datos correspondientes a la resistencia a la corrosión (horas) recubiertas con los nanocompuestos que contienen Cloisite 20A y las fotos correspondientes a las placas después del ensayo.

Tabla LXVIII: Valores de ensayo de corrosión para placas con compuestos que contienen Cloisite 20A

Cloisite 20A								
	EA 20A BYK306		EA 20A 0.1 CEC CA BYK306		EA 20A 0.5 CEC CA BYK306		EA 20A 1 CEC CA BYK306	
Placa	P1	P2	P1	P2	P1	P2	P1	P2
Hora								
24	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC
48	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC
72	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC
96	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC
120	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC
144	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC
168	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC	RC
192	RC	RC	RC	Falla	Falla	Falla	RC	RC
216	RC	RC	Falla				RC	RC
240	RC	RC					RC	RC
264	RC	RC					RC	RC
288	RC	RC					RC	RC
312	RC	RC					RC	RC
336	Falla	Falla					Falla	Falla

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

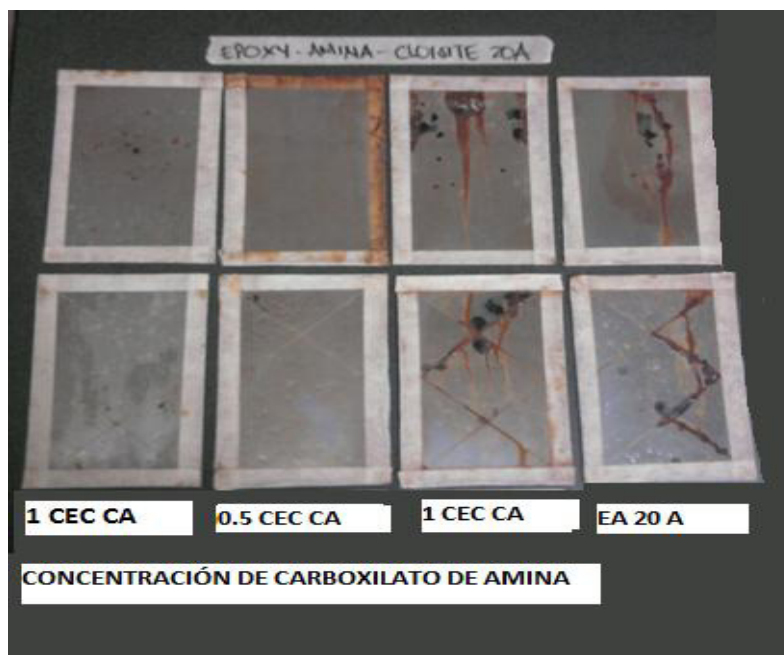


Figura 4.82: Falla de placas P1 (arriba) y P2 (abajo): Nanocompuestos con Cloisite 20A (336 horas)

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Al observar la Tabla LXVIII se puede identificar que las placas recubiertas con los nanocompuestos: EA 20A BYK306 y EA 20A 1CECCA BYK306, presentan una resistencia superior a los otros nanocompuestos que contienen Cloisite 20A, la cual fué de 336 horas.

En este caso, la Cloisite 20A sin incluir el inhibidor incrementa la resistencia a la corrosión comparada con los sistemas con Cloisite Na, esto demuestra la compatibilidad o sinergia con la resina epoxi y el BYK306.

Sin embargo, el inhibidor de corrosión no permite un curado o desarrollo del film óptimo a bajas concentraciones, esto podría deberse a una reacción secundaria entre el inhibidor y la resina epóxica-amina, al disminuir el grado de reticulación disminuirá la resistencia a la corrosión.

En la Tabla LXIX podemos observar los valores de resistencia a la corrosión (horas) para todas las placas de los nanocompuestos desarrollados. Los valores mostrados en la Tabla LXIX están representados gráficamente en la Figura 4.83.

Tabla LXIX: Resistencia a la corrosión (Horas)

Compuesto	Resistencia (horas)
EA(P1)	72
EA(P2)	24
EA BYK306 (P1)	96
EA BYK306 (P2)	72
EA 0.1 CEC CA BYK306 (P1)	240
EA 0.1 CEC CA BYK306 (P2)	240
EA 0.5 CEC CA BYK306 (P1)	192
EA 0.5 CEC CA BYK306 (P2)	144
EA 1 CEC CA BYK306 (P1)	240
EA 1 CEC CA BYK306 (P2)	72
EA Na BYK306 (P1)	216
EA Na BYK306 (P2)	192
EA Na 0.1 CEC CA BYK306 (P1)	168
EA Na 0.1 CEC CA BYK306 (P2)	144
EA Na 0.5 CEC CA BYK306 (P1)	312
EA Na 0.5 CEC CA BYK306 (P2)	312

EA Na 1 CEC CA BYK306 (P1)	192
EA Na 1 CEC CA BYK306 (P2)	192
EA 20A BYK306 (P1)	336
EA 20A BYK306 (P2)	336
EA 20A 0.1 CEC CA BYK306 (P1)	216
EA 20A 0.1 CEC CA BYK306 (P2)	192
EA 20A 0.5 CEC CA BYK306 (P1)	192
EA 20A 0.5 CEC CA BYK306 (P2)	192
EA 20A 1 CEC CA BYK306 (P1)	336
EA 20A 1 CEC CA BYK306 (P2)	336

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

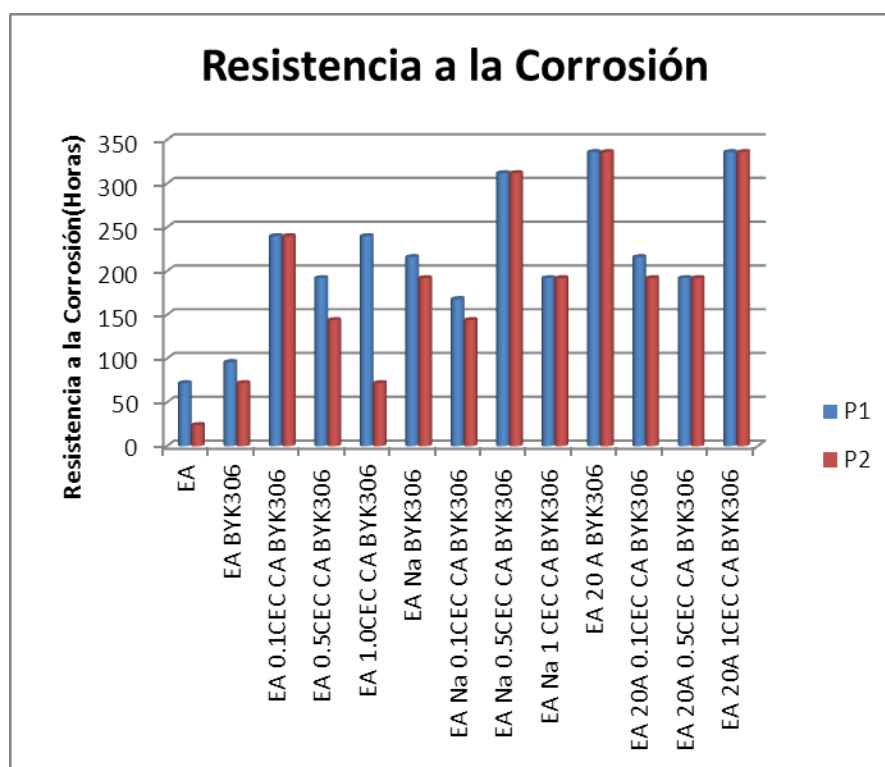


Figura 4.83: Resistencia promedio a la corrosión

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Considerando los valores de resistencia a la corrosión de la Tabla LXIX podemos determinar que los nanocompuestos que presentaron mejor resistencia a la corrosión fueron: EA 20A BYK 306 y EA 20A 1CEC CA BYK306, para ambos fué de 336 horas. Lo que representa un aumento en la Resistencia a la Corrosión del 200% para las placas sin rayar (P2) en relación con la matriz epóxica, considerando la resistencia correspondiente a dicho compuesto base igual al 100%.

Es importante indicar la dificultad para mantener los espesor de recubrimientos constantes y los defectos que se pudieron apreciar al obtener las películas sobre las placas, esto puede definitivamente haber influenciado estos resultados de cámara salina.

4.9 Ensayo de Flamabilidad según norma ASTM D 635-10

Este ensayo fue realizado con la finalidad de identificar la capacidad ignífuga presente en las nanoarcillas (Cloisite Na y Cloisite 20A), para lo cual se elaboraron probetas rectangulares según lo especificado en la norma utilizada como referencia (ASTM D 635-10). La capacidad ignífuga de un compuesto permite reducir la inflamabilidad de un material o para demorar la propagación de las flamas a lo largo y a través de su superficie [71].

Ya que los nanocompuestos incluyen en su estructura láminas de filosilicatos o comúnmente llamadas arcillas, se espera que la naturaleza inorgánica de las arcillas represente mayor dificultad a la fuente de calor para alcanzar encender y consumir las probetas de los nanocompuestos elaborados con arcillas y de esta manera actuar como un compuesto ignífugo o retardante de la llama.

A pesar de tener prioridad en el análisis del efecto de la arcilla en el nanocompuesto, también se realizaron pruebas de los nanocompuestos que no contienen nanoarcilla en su estructura, con la finalidad de evaluar si la presencia de los otros componentes (carboxilato de amina, BYK306) repercute en la flamabilidad de los nanocompuestos elaborados.

La presencia de un ignífugo en el nanocompuesto representará un incremento en el tiempo que requiera la probeta para consumirse parcial o totalmente según lo que se indica en la norma.

Anteriormente era común el uso de compuestos halogenados, sin embargo se desea remplazar este tipo de compuestos ya que desprenden una gran cantidad de gases tóxicos. A diferencia de las arcillas que según lo revisado en la información de referencia actúan como retardadores a la llama al mezclarlos con matrices poliméricas.

Cabe mencionar que entre las propiedades químicas de los compuestos elaborados con epóxico, se encuentra la elevada inflamabilidad que por su estructura proporciona. A continuación se presentan los datos registrados durante el ensayo, siendo:

L= Burned length o longitud quemada (mm)

t= time o tiempo (s)

4.9.1 Flamabilidad del Compuesto Convencional

La Tabla LXX presenta los datos correspondientes a la longitud quemada y tiempo consumido para la matriz epóxica y el compuesto que contiene epóxica, amina y aditivo (BYK306) denominado EA BYK306.

Tabla LXX: Longitud y tiempo consumido para la matriz epóxica y EA BYK306

Compuesto	L(mm)	t(s)
EA	75,00	9,53
EABYK306	75,00	11,33

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Como se puede observar en la Tabla LXX, el efecto del aditivo BYK306 es positivo con respecto a la flamabilidad, ya que permite aumentar el tiempo necesario para consumir en su totalidad la longitud quemada, la cual es de 75mm para las probetas de todos los nanocompuestos desarrollados.

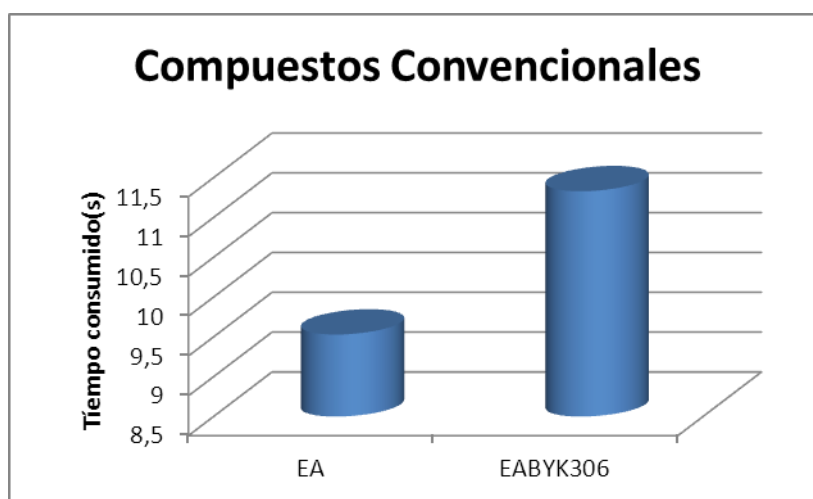


Figura 4.84: Tiempo consumido para la matriz epóxica y EA BYK306

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

4.9.2 Flamabilidad de Compuestos con Carboxilato de Amina

A continuación se presentan los resultados correspondientes a los nanocompuestos que contienen el inhibidor de corrosión (carboxilato de amina), incluyendo la variación de su concentración. (Véase Tabla LXXI).

Tabla LXXI: Longitud y tiempo consumido para los nanocompuestos con carboxilato de amina

Compuesto	L(mm)	t(s)
EA 0.1 CEC CA BYK306	75,00	21,99
EA 0.5 CEC CA BYK306	75,00	17,56
EA 1 CEC CA BYK306	75,00	14,26

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

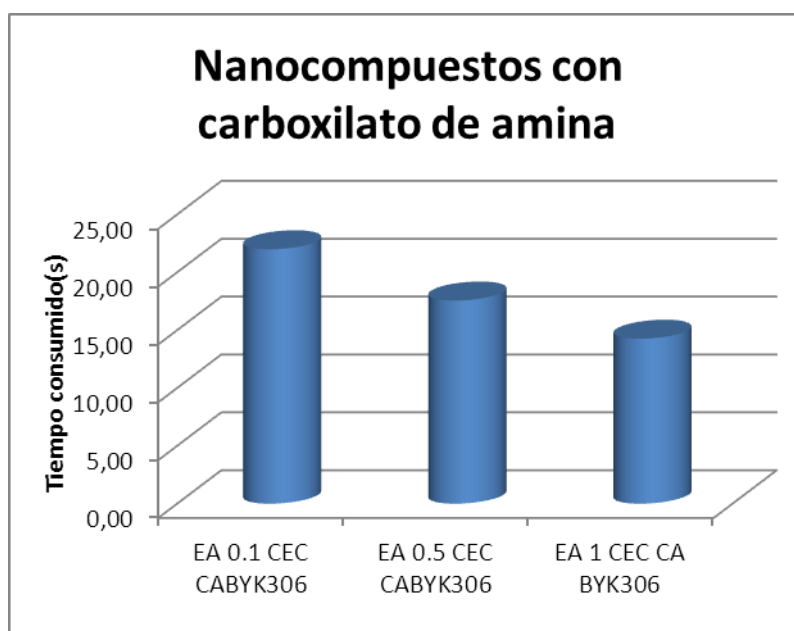


Figura 4.85: Tiempo consumido para los nanocompuestos con carboxilato de amina

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

En la Figura 4.85 se puede observar una relación linealmente proporcional entre el tiempo consumido y la concentración de carboxilato de amina, esto puede deberse a la naturaleza del inhibidor, el cual al contener en su estructura átomos de carbono, aporta a la combustión, acelerando este proceso.

4.9.3 Flamabilidad de Nanocompuestos con Cloisite Na

Se presenta la Tabla LXXII, con los datos registrados correspondientes a los nanocompuestos que contienen en su composición Cloisite Na, los cuales presentan un incremento considerable en el tiempo consumido en comparación con los

nanocompuestos de mezcla base (matriz epóxica y EA BYK306).

Tabla LXXII: Longitud y tiempo consumido para los nanocompuestos que contienen cloisite Na

Compuesto	L(mm)	t(s)
EA Na BYK306	75,00	27,70
EA Na 0.1 CEC CABYK306	75,00	21,01
EA Na 0.5 CEC CA BYK306	75,00	32,97
EA Na 1 CEC CA BYK306	75,00	20,65

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

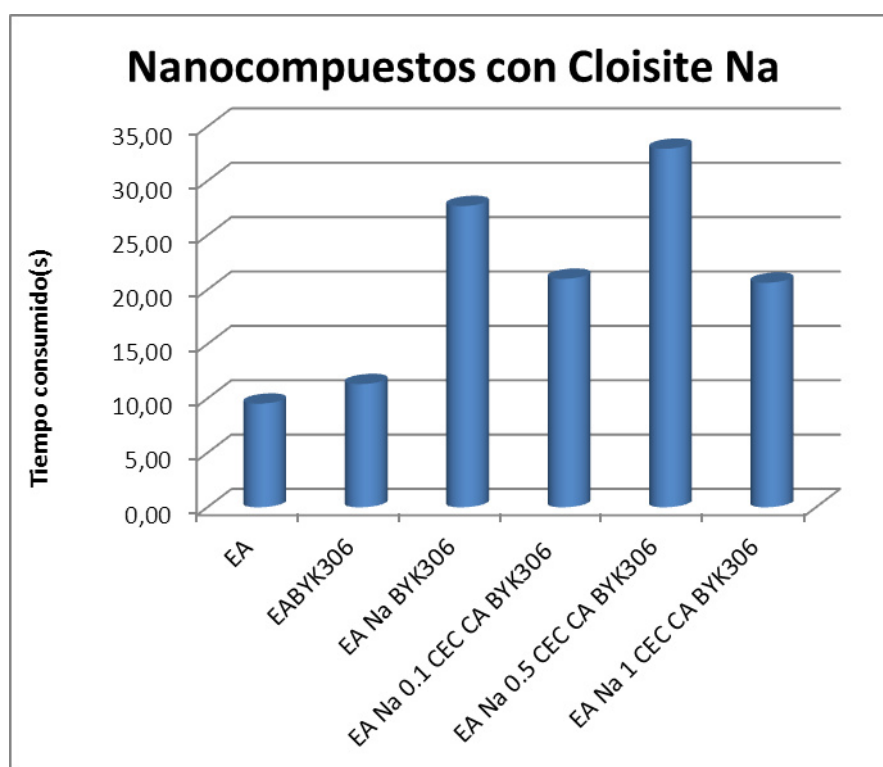


Figura 4.86: Tiempo consumido para los nanocompuestos con Cloisite Na

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Además se puede destacar en la Figura 4.86 que el compuesto denominado EA Na 0.5 CEC CA BYK306 requirió un tiempo para consumir la totalidad de la probeta mucho menor que los otros nanocompuestos que contienen la Cloisite Na.

4.9.4 Flamabilidad de Nanocompuestos con Cloisite 20A

En la Tabla LXXIII se presentan los resultados del análisis efectuado en los nanocompuestos que contienen Cloisite 20A, incluyendo los que tienen además inhibidor de corrosión (carboxilato de amina).

Tabla LXXIII: Longitud y tiempo consumido para los nanocompuestos con Cloisite 20A

Compuesto	L(mm)	t(s)
EA 20A BYK306	75,00	6,84
EA 20A 0.1 CEC CA BYK306	75,00	20,21
EA 20A 0.5 CEC CA BYK306	75,00	24,01
EA 20A 1 CEC CA BYK306	75,00	13,41

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Como se puede apreciar en la Figura 4.87 los compuestos que contienen Cloisite 20A, presentan un comportamiento variable al agregar el inhibidor de corrosión (carboxilato de amina). De los cuales el que menor tiempo.

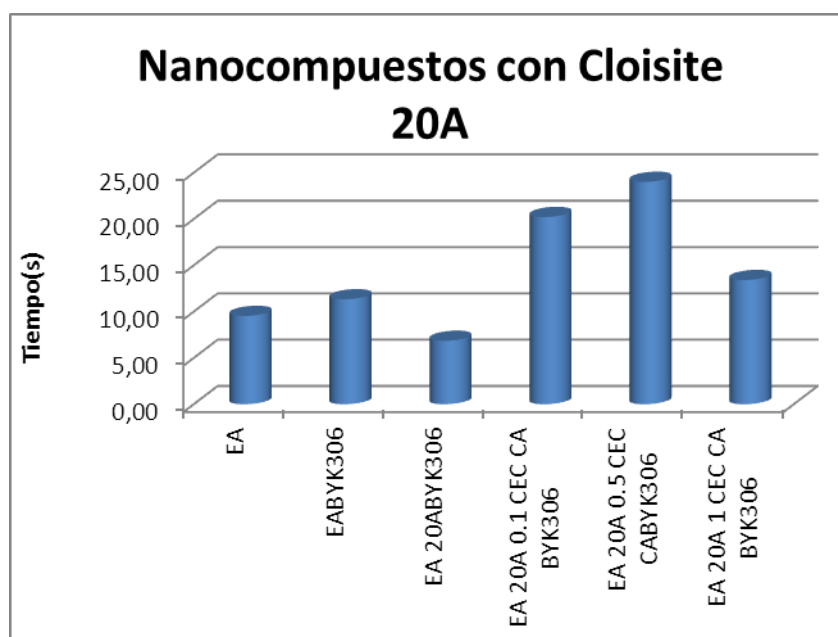


Figura 4.87: Tiempo consumido para los nanocompuestos con Cloisite 20A

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

4.9.5 Flamabilidad de Nanocompuestos con Cloisite Na y 20A

Se presenta la tabla de datos recopilados para los nanocompuestos elaborados con la matriz epóxica, aditivo (BYK306) y la Cloisite Na y Cloisite 20A respectivamente.

Tabla LXXIV: Longitud y tiempo consumido para los nanocompuestos con Cloisite Na y 20A

Compuesto	L(mm)	t(s)
EA Na BYK306	75,00	27,70
EA 20A BYK306	75,00	6,84

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

A partir de la Tabla LXXIV se puede identificar que la Cloisite 20A presenta un tiempo necesario para consumir la probeta

menor en comparación la Cloisite Na, esto tiene relación con lo indicado en la Hoja Técnica de la Cloisite 20A, en la cual se indica que su porcentaje de pérdida de peso por ignición es del 38%, mientras que para la Na es de 7%. Una representación gráfica se muestra a continuación en la Figura 4.88.

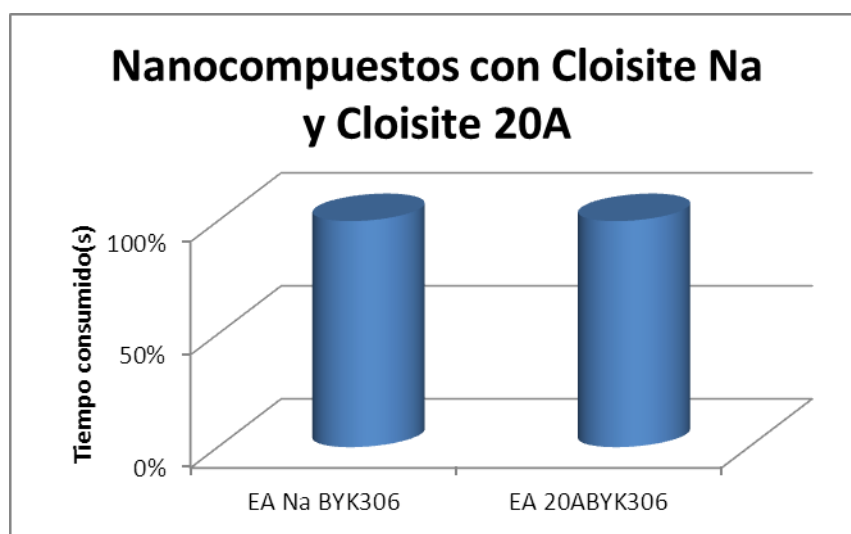


Figura 4.88: Tiempo consumido para los nanocompuestos con Cloisite Na y 20A

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Se procederá a calcular la velocidad de combustión lineal.

Siendo esta igual a:

$$V = 60 \times \frac{L}{t}$$

En la Tabla LXXV se presenta el resumen de la velocidad de combustión lineal en todos los nanocompuestos, expresada en milímetro por minuto (mm/min).

Tabla LXXV: Velocidad de combustión lineal de todos los nanocompuestos

Compuesto	V (mm/min)
EA	472,19
EABYK306	397,18
EA Na BYK306	162,45
EA Na 0.1 CEC CA BYK306	214,18
EA Na 0.5 CEC CA BYK306	136,49
EA Na 1 CEC CA BYK306	217,92
EA 0.1 CEC CA BYK306	202,95
EA 0.5 CEC CA BYK306	251,76
EA 1 CEC CA BYK306	313,82
EA 20A BYK306	238,85
EA 20A 0.1 CEC CABYK306	222,66
EA 20A 0.5 CEC CABYK306	187,42
EA 20A 1 CEC CA BYK306	335,57

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

4.10 Ensayo de Adherencia según Norma ASTM D 3359

La adherencia de un recubrimiento orgánico a la superficie metálica que se desea proteger es en el sistema la propiedad fundamental de la mayor importancia, hasta el punto que si es débil se anulan por completo las propiedades protectoras del recubrimiento [72].

Para este ensayo se utilizó como sustrato, placas metálicas las cuales fueron recubiertas con films de los compuestos elaborados a partir de una matriz polimérica de tipo termoestable, como es el caso de la matriz epóxica y otros componentes (Cloisite Na, Cloisite 20A, aditivo superficial con silicona BYK306, carboxilato de amina).

La aplicación se la realizó de la misma forma como se realizó anteriormente para las placas de la prueba de Corrosión en Cámara Salina, con un aplicador del tipo GARDCO, con un espesor de 3mils en cada una de las placas.

Previo a esta aplicación del recubrimiento, se realizó la limpieza del sustrato lo cual es de gran importancia para que se dé una buena adherencia, la limpieza consistió en primero sumergirlas en una solución antioxidante si fuera necesario, luego lijar las placas metálicas tratando que se realice un lijado uniforme en un solo sentido, enjuagar con agua destilada y pasar alcohol, finalmente secarlas.

4.10.1 Adherencia del Compuesto Convencional

Tabla LXXVI: Adherencia placas recubiertas con matriz epóxica y EA BYK306

Muestra	Clasificación	% Área removida
EA	5B	0%
EA BYK306	3B	5 - 15%

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

De por sí la resina epóxica presenta la característica de poseer una excelente adherencia es por ello que la matriz polimérica siendo una pintura epóxica aun presenta la alta adherencia de la resina clasificándola como una 5B es decir con un área removida del 0%, a diferencia de la matriz polimérica agregándole el aditivo superficial con silicona esta reduce su adherencia, removiendo un área de un 5% a un 15% de la película clasificándola como 3B, el aditivo superficial con silicona, si bien es cierto mejora las propiedad de viscosidad es por esto que es de mejor aplicación, podría influir al reducir la adherencia del film sobre el sustrato metálico.

4.10.2 Adherencia de Compuestos con Carboxilato de Amina

Tabla LXXVII: Adherencia placas recubiertas con compuestos con carboxilato de amina

Muestra	Clasificación	% Área removida
EA	5B	0%
EA BYK306	3B	5 - 15%
EA 0.1 CEC CA BYK306	5B	0%
EA 0.5 CEC CA BYK306	4B	< 5%
EA 1 CEC CA BYK306	3B	5 - 15%

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Analizando los compuestos que poseen carboxilato de amina, se puede observar que si tiene una capacidad de intercambio catiónico (CEC) de 0.1 este aumenta su adherencia

clasificándola como 5B con área de remoción del 0% con respecto a la matriz polimérica con BYK306, pero al ir aumentando su capacidad de intercambio catiónico (CEC) esto va a ir reduciendo su adherencia, con un 0.5 CEC el compuesto se lo clasifica con una adherencia de 4B y un área de remoción < 5%, pero con 1 CEC este compuesto se lo clasifica con una adherencia de 3B y un área de remoción del 5% al 15%, esto es reduciendo aun más la propiedad de adherencia.

4.10.3 Adherencia de Nanocompuestos con Cloisite Na

Tabla LXXVIII: Adherencia placas recubiertas con Cloisite Na

Muestra	Clasificación	% Área removida
EA	5B	0%
EA BYK306	3B	5 - 15%
EA Na BYK306	4B	< 5%
EA Na 0.1 CEC CA BYK306	4B	< 5%
EA Na 0.5 CEC CA BYK306	5B	0%
EA Na 1 CEC CA BYK306	5B	0%

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Al incluir la Cloisite Na dentro de la matriz polimérica con aditivo superficial con silicona BYK306, la presencia de la arcilla ayuda a que la adherencia aumente clasificándola como 4B con área de remoción < 5% con respecto a la matriz polimérica con BYK306, pero a mas de agregar la Cloisite Na

a la matriz polimérica con aditivo BYK306 se añade el inhibidor de corrosión carboxilato de amina y así mismo que en el caso anterior se variará la capacidad de intercambio catiónico (CEC) y ahora se puede observar que al tener 0.1 CEC no varía la adherencia, pero si se sigue aumentando a 0.5 CEC la adherencia aumenta clasificándola como 5B con un área de remoción del 0%, así mismo si el Carboxilato de Amina aumenta a 1 CEC la propiedad de adherencia no se va a ver influenciada con respecto a la 0.5 CEC permanece en 5B con un área de remoción del 0%.

Utilizando sólo el inhibidor de corrosión se vio que al aumentar la CEC de este, la propiedad de adherencia se disminuía, ahora agregándole la arcilla Cloisite Na esto cambia ya que aumenta por rangos se podría decir de 0 a 0.1 CEC aumenta a 4B, pero de 0.5 a 1 CEC aumenta a 5B.

Esto se puede deber a que el inhibidor de carboxilato de amina se encuentra entre las capas de la arcilla o absorbido por iones metálicos de esta, por tal motivo cuando se agrega un inhibidor en elevadas proporciones sin la arcilla, el inhibidor no actuaría en la reacción química epóxico – amina,

entonces disminuye el grado de reticulado y por lo tanto disminuye la adherencia del recubrimiento.

4.10.4 Adherencia de Nanocompuestos con Cloisite 20A

Tabla LXXIX: Adherencia placas recubiertas con Cloisite 20A

Muestra	Clasificación	% Área removida
EA	5B	0%
EA BYK306	3B	5 - 15%
EA 20A BYK306	4B	< 5%
EA 20A 0.1CEC CA BYK306	2B	15-35%
EA 20A 0.5CEC CA BYK306	4B	< 5%
EA 20A 1CEC CA BYK306	2B	15 - 35%

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

La Cloisite 20A dentro de la matriz polimérica con aditivo superficial con silicona BYK306, la presencia de esta nanoarcilla mejora la adherencia clasificándola como 4B con área de remoción < 5% con respecto a la matriz polimérica con BYK306, pero aparte de agregar la Cloisite 20A a la matriz polimérica con aditivo BYK306 se añade el inhibidor de corrosión Carboxilato de Amina, así mismo que en el caso anterior se variará la capacidad de intercambio catiónico (CEC) de la misma forma que se efectuó para con la Cloisite Na.

Se observa que al agregar 0.1 CEC del Carboxilato de Amina la reacción con esta nanoarcilla hace que la adherencia

disminuya clasificándola como 2B y un área de remoción del 15% al 35%, pero si se sigue aumentando a 0.5 CEC la adherencia vuelve a aumentar clasificándola como 4B con un área de remoción < 5%, así mismo si el Carboxilato de Amina aumenta nuevamente a 1 CEC la propiedad de adherencia se ve influenciada con respecto a la 0.5 CEC que una vez más vuelve a disminuir clasificándola en 2B y un área de remoción del 15% al 35%.

Una vez más se analiza que al utilizar sólo el inhibidor de corrosión se ve que al aumentar la CEC de este, la propiedad de adherencia se disminuía, ahora agregándole las mismas CEC del carboxilato de amina a la nanoarcilla Cloisite 20A esto cambia ya que toma un comportamiento por partes o cíclico, al tener 0 CEC este aumenta a 4B, si aumenta a 0.1 CEC ya disminuye a 2B, a 0.5 CEC aumenta a 4B y finalmente a 1 CEC disminuye a 2B.

En caso similar al anterior, las cadenas largas del alkylamonium o el exceso de inhibidor no interviene en la reacción epóxico – amina, por lo tanto la adherencia disminuye.

4.10.5 Adherencia entre Nanocompuestos Cloisite Na y 20A

Tabla LXXX: Adherencia placas recubiertas con Cloisite Na y Cloisite 20A

Muestra	Clasificación	% Área removida
EA Na BYK306	4B	< 5%
EA 20A BYK306	4B	< 5%

Fuente: Burgos O., Chávez M., Vera G.

Finalmente realizamos una comparación entre estos dos nanocompuestos y vemos que la propiedad de adherencia se ve afectada con respecto a la matriz polimérica ya que ambas arcillas disminuyen la capacidad de adherencia al sustrato, pero vemos que no existe ninguna diferencia entre las dos arcillas ambas presentan una adherencia de clasificación 4B y un área de remoción < 5%.

Además de ver cuanta adherencia posee un recubrimiento, esta prueba también nos sirve para detectar si existen fallas como: deficiencia en la preparación de superficie, excesivo espesor de capa y deficiencia en la composición del recubrimiento. No se puede descartar la posibilidad de que exista una falla en la limpieza del sustrato, así como el que las aplicaciones hayan estado libres de defectos.

CAPÍTULO 5
CONCLUSIONES Y
RECOMENDACIONES

5 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 Conclusiones

- 1 En los análisis de XRD indicó que los nanocompuestos se encontraban exfoliados por la forma de las gráficas recopiladas, sin importar su composición. A diferencia de literatura de referencia en la cual, a pesar de utilizar los mismos componentes a excepción del aditivo BYK306, sólo se obtuvo una intercalación parcial de los mismos. A partir de lo cual se concluye que el aditivo BYK306, además de ser un tensoactivo que mejora la fluidez del recubrimiento, actúa como surfactante permitiendo aumentar el espacio laminar en las estructuras de las nanoarcillas hasta conseguir una exfoliación del nanocompuesto.
- 2 En el análisis de FTIR se muestran las variaciones de los grupos funcionales más representativos, escoger uno entre los 16 compuestos elaborados es una tarea difícil ya que al no tener los mismos espesores no es posible la comparación entre ellos.
- 3 En el análisis FTIR tampoco se pudo apreciar los grupos que se encuentran en la huella digital, debido a interferencia generada ya sea por humedad del film o por permitir paso del aire cuando se realizaba la lectura en el infrarrojo.

- 4 Si se pudiera comparar entre los 16 compuestos analizados en infrarrojo, cuál de estos posee menor cantidad de absorción de la solución es el denominado EA 20A BYK306, ya que es el que presente el menor cambio en sus grupos antes y después de haber sido sometido a la solución de Cloruro de Sodio al 5% durante 336 horas.
- 5 El efecto del aditivo en el análisis de FTIR en la matriz polimérica entre los dos compuesto básicamente no varían en nada inicialmente y posterior a la exposición de la solución varía ligeramente.
- 6 El inhibidor como en las otras pruebas tiene un comportamiento bien variante. Por lo visto en los compuestos con carboxilato de amina se propuso una hipótesis que a mayor capacidad de intercambio catiónico (CEC) del Carboxilato de Amina disminuye la capacidad de absorción sobre todo para el grupo C-OH str y aumentan los grupos -CH₂- , -CH₃- assym str y -CH₂- , -CH₃- sym str.
- 7 Dentro de los nanocompuestos con Cloisite Na, se ve una variación en los grupos mientras unos aumentan los otros disminuye, podría atribuírsele este fenómeno a la presencia de la Cloisite, pero es tan solo otra hipótesis que se llevo a dar.

- 8** Para los nanocompuestos con Cloisite 20A, a mayor cantidad de inhibidor disminuye el grupo funcional C-OH str. Pero los demás grupos varía aumenta para 0.1 CEC para 0.5 CEC disminuye y para 1 CEC vuelve aumentar.
- 9** A mayores refuerzos agregados en la matriz polimérica menor es la estabilidad térmica que posee el nanocompuesto si la naturaleza del compuesto no es compatible con esta.
- 10** En el análisis de TGA se concluye que la mezcla con arcilla Cloisite 20A es más estable que la que contiene Cloisite Na, ya que mejora en 12.43 °C su temperatura de descomposición térmica.
- 11** A mayor concentración de carboxilato de amina, mayor es la temperatura de descomposición, siendo el compuesto EA 20A 1 CEC CA BYK306 el que presenta más incremento.
- 12** El TGA permite asegurar que ningún sistema esta totalmente exfoliado ya que los termogramas no se desplazaron a mayores temperaturas de manera significativa.
- 13** En las pruebas de tensión se observó que el módulo de Young aumentó 126,17 MPa aproximadamente cuando contenía aditivo BYK306 en su matriz polimérica, esto demostró la compatibilidad

del BYK306 dentro de la resina debido a la relación del Módulo de Young con las fuerzas intermoleculares, dando un producto de mayor rigidez.

- 14** Cuando se agrega Carboxilato de Amina en el compuesto EABYK306, el módulo de Young aumenta conforme aumenta la concentración del CA, con 0.1 de CA el Módulo de Young es de 1041.78 ± 75.77 MPa, 0.5 de CA es de 1057.51 ± 88.26 MPa y con 1 de CA es de 1152.27 ± 51.42 MPa, sin embargo el incremento es ligero comparado con el incremento dado netamente por el aditivo BYK306.
- 15** Los compuestos con Cloisite Na no mejoran el módulo de Young, la presencia de CA a diferentes concentraciones no provoca grandes variaciones en esta propiedad mecánica, esto se debe a que esta arcilla es totalmente natural aunque el aditivo provoque una ligera dispersión junto con el carboxilato de amina, no es suficiente que la compatibilidad entre resina epóxica y Cloisite Na sea lo suficientemente grande como para verse reflejada en un aumento notorio del Módulo de Young.
- 16** La presencia de Cloisite 20A con CA en la matriz polimérica incrementa el módulo de Young, cuando la concentración es 0.1, 0.5 y 1 de CEC CA y el módulo de Young es de 1229.99 ± 58.05

MPa, 1272.61 ± 36.59 MPa, 1260.41 ± 24.97 MPa respectivamente, estos datos son mayores que el compuesto convencional y con BYK306, sin embargo existe una relación optima que corresponde a 0.5 CEC CA, ya que mayor a éste el Módulo de Young disminuye ligeramente.

- 17** La arcilla Cloisite 20A con BYK306 provoca un mayor incremento del Módulo de Young que la arcilla Na con BYK306, debido al tratamiento dado por sales de alquilamoniun que la transforma en una nanoarcilla orgánica provocando una mayor compatibilidad con el polímero.
- 18** En la prueba de Transmisión de Vapor de Agua el efecto de agregar aditivo BYK306 reduce en un 36.07% el WVTR del compuesto convencional, la naturaleza excluyente del agua que tiene el aditivo provoca este comportamiento impidiendo el paso de vapor de agua a través del recubrimiento.
- 19** La presencia de carboxilato de amina en el recubrimiento provoca que atravesar el film sea más difícil que si no estuviera presente, debido a la naturaleza del CA ya que es un inhibidor volátil de corrosión, es decir es un compuesto migratorio que crea un efecto barrera a agentes externos como es el vapor de agua disminuyendo el WVTR.

- 20** Variar la concentración de carboxilato de amina a las concentraciones 0.1, 0.5 y 1 CEC CA no ayuda a la disminución de la permeancia al vapor WVP ya la diferencia en peso está en el orden de los miligramos.
- 21** La mayor reducción de transmisión de vapor agua 85.64% entre compuesto con arcillas y carboxilato de amina corresponde al compuesto EA20A 0.1 CEC CA BYK306 seguidas de EA20A 0.5 CEC CA BYK306 y EA20A 1 CEC CA BYK306 debido al tratamiento previo que la Cloisite 20A presenta.
- 22** La arcilla Cloisite Na junto con el carboxilato de amina presentó una reducción en su concentración más baja, pero al aumentar carboxilato de amina se induce a la transmisión de vapor de agua.
- 23** La propiedad de reducción de transmisión de vapor de agua del nanocompuesto EA Na BYK306 fue superado en un 40.03% por el nanocompuesto EA 20A BYK306 reafirmando la compatibilidad de esta organoarcilla con matrices poliméricas y el efecto barrera que provocan la presencia de cadenas largas como las sales de alkylamonium.
- 24** El efecto del aditivo utilizado para la elaboración de los compuestos y nanocompuestos fue favorable para los ensayos

de Absorción de Agua, Transmisión de vapor de Agua y Flamabilidad, ya que optimizó las propiedades involucradas en estos ensayos.

- 25** El nanocompuesto denominado EA BYK306, compuesto por a matriz epóxica y el aditivo BYK306 presentó la mayor reducción en la absorción de agua de las probetas, siendo esta 55.36% menor que la de la matriz epóxica. Cabe mencionar que uno de sus componentes es el xileno, el cual es utilizado en el campo de la biología como excluyente del agua. [71] Con lo que se concluye que el efecto del aditivo en el nanocompuesto es el de crear una superficie impermeable que aumenta la resistencia para el ingreso del agua, lo cual se refleja en una bajo absorción de agua.
- 26** Al agregar las nanoarcillas se produjo un incremento en la absorción de agua con respecto al compuesto denominado EABYK306, el cual fue de 68,75 % para aquellos nanocompuestos elaborados con Cloisite 20 A y de 31,25 % para los que contienen Cloisite Na. Sin embargo en comparación con el compuesto tradicional los compuestos elaborados con Cloisite 20 A, presentan una reducción en la absorción de agua de un 24.11%. En el caso de los compuestos elaborados con Cloisite

Na no existe reducción, más bien se mantiene el incremento de absorción debido a la alta propiedad higroscópica que caracteriza a esta nanoarcilla.

- 27** En el caso de los nanocompuestos que incluyen además carboxilato de amina en su composición, el nanocompuesto con Cloisite Na que contiene una concentración de 0.5 CEC presentó una elevada disminución en comparación con el nanocompuesto que no contiene CA (EA Na BYK306), la cual fue de 45.53%. Para el caso de los nanocompuestos con Cloisite 20 A, no hubo reducción en la absorción de agua, sin embargo la menor absorción de agua fue la efectuada por el nanocompuesto con una concentración de 1CECCA. Lo cual corrobora lo mencionado en literatura de referencia, en la cual se indica que las concentraciones de Carboxilato de amina optimas para optimizar las propiedades de las nanoarcillas es de 0.5 CECCA y 1 CEC CA, para la Cloisite Na y Cloisite 20 A respectivamente.
- 28** El resultado de la nanoarcilla Cloisite 20A en conjunto con el inhibidor de corrosión Carboxilato de Amina, utilizados para la elaboración de los nanocompuestos fue favorable para el ensayo de dureza al lápiz, ya que mejoró dicha propiedad.

- 29** Los nanocompuestos denominados EA 20A BYK306 CA, compuesto por a matriz polimérica con aditivo superficial con silicona BYK306 presentaron el mayor aumento en la dureza de las películas de recubrimiento a sustratos metálicos con una resistencia al lápiz de 5H, siendo la matriz polimérica de menor resistencia con un 3H.
- 30** La utilización de aditivo superficial con silicona BYK306, no influye en los recubrimientos para la propiedad de dureza, tanto la matriz polimérica como la misma matriz con aditivo BYK306, presentaron la misma dureza al lápiz de 3H.
- 31** La nanoarcilla Cloisite 20A produce un incremento en la dureza al lápiz con 5H y para los nanocompuestos con Cloisite Na estos incrementaron a apenas un 4H, con respecto a la matriz polimérica. Pero dentro de los nanocompuestos con Cloisite 20A, así como los elaborados con Cloisite Na no presentan variaciones en la dureza es por ello que elegir una composición específica resulta difícil, sólo se sabe que la utilización de la nanoarcilla 20A ayuda a mejorar la propiedad de dureza.
- 32** El ensayo de Cámara Salina permitió determinar que los nanocompuestos que presentaron la una elevada mejora en la Resistencia a la Corrosión fueron los elaborados con Cloisite

20A, de los cuales los de mejores propiedades anticorrosivas fueron: EA 20A BYK 306 y EA20A 1CECCA BYK306, produciendo un incremento de más del 200% en comparación con la matriz epóxica.

- 33** Todos los 8 nanocompuestos elaborados con las nanoarcillas permitieron incrementar la Resistencia a la Corrosión, con lo que se comprueba la hipótesis que las nanoarcillas permite que los compuestos presenten mejores propiedades anticorrosivas y de este modo prolongar el tiempo de protección de las superficies en las cuales serán aplicados.
- 34** Al comparar la relación de las propiedades que presentan los nanocompuestos, se pudo observar que los resultados obtenidos para WTR y Absorción de agua son proporcionales a los obtenidos en el ensayo de Resistencia a la Corrosión en Cámara Salina, lo cual tiene consistencia lógica ya que mientras mayor sea la capacidad del compuesto para permitir el flujo de agua y la capacidad de absorberla, tendrá más facilidad para llevarse a cabo la corrosión en el material recubierto.
- 35** El compuesto generado al agregar aditivo BYK306 a la matriz epóxica denominado EA BYK306, presentó una reducción en la velocidad lineal de combustión de 15.89% en comparación con la

matriz epóxica. Los compuestos que contienen inhibidor (CA), aditivo BYK306, además de la matriz epóxica presentan mejores resultados al estar en bajas concentraciones, siendo el de menor velocidad lineal de combustión el compuesto denominado EA 0.1CECCA BYK306 logrando reducir en un 57.02% con respecto a la matriz epóxica.

36 Entre todos los 16 nanocompuestos, el que presentó menor velocidad lineal de combustión fue el compuesto denominado EA 20A 1CECCA BYK 306, el cual permitió disminuir en un 97,16% dicha velocidad.

37 Para el caso de los nanocompuestos que contienen Cloisite Na, el que presentó mejores propiedades ignífugas fue el denominado EA Na 0.5CECCA BYK306, consiguiendo una reducción de 71,09% , y para los nanocompuestos con Cloisite 20 A se obtuvieron mejores resultados con el nanocompuesto EA 20A 1CECCA BYK306, logrando reducir en 97.16% la velocidad lineal de combustión en comparación con la matriz epóxica, a partir de lo cual se puede concluir que con las concentraciones de Carboxilato de amina mencionadas anteriormente se logra una optimización de las propiedades

ignifugas del compuesto, permitiendo que la nanoarcilla se comporte como un buen retardante a la llama.

- 38** El aditivo superficial BYK306 dentro de la matriz polimérica hace que la excelente adherencia que presenta este recubrimiento reduzca su calidad de esta propiedad y se clasifique como una adherencia 3B, siendo inicialmente una 5B.
- 39** El efecto del inhibidor de corrosión es bien variante para la propiedad de adherencia, ya que si a mayor capacidad de intercambio catiónico (CEC) la película va perdiendo adherencia, lo cual si a estos compuestos se le agrega la arcilla Cloisite Na, esta propiedad tiene nuevamente un cambio en el comportamiento a mayor CEC del carboxilato de amina existirá aumento pero por rangos es decir de 0 CEC a 0.1 CEC permanecerá estable con 4B y de 0.5 CEC a 1 CEC estable en 5B, lo que antes teníamos que ha mayor inhibidor es menor la adherencia con la Cloisite Na esto cambia a mayor inhibidor la adherencia aumenta, para el caso de la utilización de la Cloisite 20A el inhibidor en estos nanocompuestos toma un comportamiento menos estable es más bien cíclico, empieza solo matriz polimérica con aditivo y Cloisite 20A con una adherencia de 2B la cual aumenta al tener 0.1 CEC de

carboxilato de amina a 4B, al aumentar a 0.5 CEC esta disminuye a 2B y en 1 CEC aumenta a 4B.

- 40** Existen 4 compuestos que presentan la mejor adherencia estos son los denominados: matriz polimérica ó EA, EA 0.1 CEC CA BYK306, EA Na 0.5 CEC CA BYK306 y EA Na 1 CEC CA BYK306. Todos estos presentan una adherencia de 5B con 0% de área de remoción.
- 41** Se optimizaron las propiedades de dureza, tensión mecánica, transmisión de vapor y absorción de agua, flamabilidad y resistencia a la corrosión, en aquellos compuestos que en su matriz contienen Cloisite 20A e inhibidor.
- 42** No se alcanzó la exfoliación de los recubrimientos por lo que el mejoramiento de las propiedades se debe a la dispersión y/o intercalación de sus componentes.

5.2 Recomendaciones

- 1** Se recomienda una buena limpieza en el sustrato metálico para que existe una mejor adhesión mecánica y química, y así lograr una mejor adherencia de los recubrimientos.

- 2** Mejorar el procedimiento para la realización de los films de modo que tengan un espesor uniforme en todo su volumen y se obtenga una superficie lisa libre de imperfecciones.
- 3** Mantener los films secos y bien limpios para el análisis de FTIR, y ajustar bien el film tratando de que no exista flujos de aire en el momento del análisis, así se evitara que no exista interferencia en el espectro.
- 4** Se recomienda el uso de Microscopio de Barrido (SEM) para observar el nivel de dispersión de las nanoarcillas en la matriz polimérica y corroborar lo que se concluyó a partir de las gráficas obtenidas por difracción.
- 5** Se recomienda el análisis de los compuestos y nanocompuestos por medio de ensayo de análisis de envejecimiento, para evaluar el efecto de los nuevos componentes en la matriz epóxica, con respecto a su tiempo de vida útil desde el punto de vista estético, ya que los polímeros tienden a degradarse en presencia de la luz, la cual puede simularse en este tipo de ensayo.
- 6** Recomendamos el uso de nuevos moldes para la elaboración de los compuestos y nanocompuestos, ya que los actuales ya presentan defectos debido al uso y dificultan la generación de las probetas.

- 7 Se recomienda el uso de una campana extractora de gases durante la preparación de las placas metálicas, ya que los solventes utilizados para su adecuación generan vapores que pueden causar la irritación de las vías respiratorias de las personas que se exponen a dichos vapores.

- 8 Se recomienda realizar el Ensayo de determinación del Índice de Oxígeno Límite (LOI), con la finalidad de poder recopilar más información sobre el proceso de combustión en las probetas, ya que este ensayo permite determinar la cantidad mínima de oxígeno presente en el aire para producirse la combustión y la temperatura en la fase de precalentamiento. Además al ser un índice puede ser comparado con un material de referencia y en caso de que dicho índice sea superior a 28% permite clasificar a las probetas como autoextinguibles [73], limitación que tenemos con el ensayo realizado ya que sólo nos permite comparar y definir variaciones con respecto al compuesto de referencia.

APÉNDICES

APÉNDICE A

PROPIEDADES TÍPICAS ARCILLA CLOISITE Na

SOUTHERN CLAY PRODUCTS / A SUBSIDIARY OF ROCKWOOD SPECIALTIES, INC.

PRODUCT BULLETIN/Cloisite®



Southern Clay Products, Inc.
1212 Church Street
Gonzales, TX 78629
Phone: 800-324-2891
Fax: 830-672-1903
www.scpod.com

Cloisite® Na⁺

Typical Physical Properties Bulletin

Description:

Cloisite® Na⁺ is a natural montmorillonite.

Designed Used:

Cloisite® Na⁺ is an additive for plastics to improve various plastic physical properties, such as reinforcement, HDT, CLTE and barrier.

Typical Properties:

<u>Treatment/Properties:</u>	<u>Organic Modifier</u>	<u>Modifier Concentration</u>	<u>% Moisture</u>	<u>% Weight Loss on Ignition</u>
Cloisite® Na ⁺	None	None	4-9%	7%

Typical Dry Particle Sizes: (microns, by volume)

<u>10% less than:</u>	<u>50% less than:</u>	<u>90% less than:</u>
2µm	8µm	13µm

Color: Off White

Density:

<u>Loose Bulk, lbs/ft³</u>	<u>Packed Bulk, lbs/ft³</u>	<u>Density, g/cc</u>
12.45	20.95	2.86

X Ray Results: $d_{001} = 11.7\text{\AA}$

For additional information or technical assistance contact Southern Clay Products, Inc.
toll free at 800-324-2891.

Disclaimer of Warranty: The information presented herein is believed to be accurate but is not to be taken as a warranty, guarantee, or representation for which we assume legal responsibility. This information does not grant permission, license, or any rights or recommendations to practice any form of proprietary intellectual property without obtaining the appropriate license or grant from the property owner. The information is offered solely for your consideration, investigation and verification, but you must determine the suitability of the product for your specific application. The purchaser assumes all risk of use of handling the material, including but not limited to transferring the material within purchaser's facilities, using the material in applications specified by the purchaser and handling any product which includes the material, whether or not in accordance with any statements made herein.

APÉNDICE B

PROPIEDADES TÍPICAS NANOARCILLA CLOISITE 20A

SOUTHERN CLAY PRODUCTS / A SUBSIDIARY OF ROCKWOOD SPECIALTIES, INC.

PRODUCT BULLETIN/Cloisite®



Southern Clay Products, Inc.
1212 Church Street
Gonzales, TX 78629
Phone: 830-324-2891
Fax: 830-672-1903
www.scpnod.com

Cloisite® 20A

Typical Physical Properties Bulletin

Description:

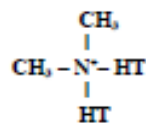
Cloisite® 20A is a natural montmorillonite modified with a quaternary ammonium salt.

Designed Used:

Cloisite® 20A is an additive for plastics to improve various plastic physical properties, such as reinforcement, HDT, CLTE and barrier.

Typical Properties:

Treatment/Properties:	Organic Modifier (1)	Modifier Concentration	% Moisture	% Weight Loss on Ignition
Cloisite® 20A	2M2HT	95 meq/100g clay	< 2%	38%



Where HT is Hydrogenated Tallow (~65% C18; ~30% C16; ~5% C14)

Anion: Chloride

(1) 2M2HT: dimethyl, dehydrogenated tallow, quaternary ammonium

Typical Dry Particle Sizes: (microns, by volume)

10% less than:	50% less than:	90% less than:
2 μ	6 μ	13 μ

Color: Off White

Density:

Loose Bulk, lbs/ft ³	Packed Bulk, lbs/ft ³	Density, g/cc
7.35	13.55	1.77

X-Ray Results: $d_{001} = 24.2\text{\AA}$

For additional information or technical assistance contact Southern Clay Products, Inc. toll free at 800-324-2891.

Disclaimer of Warranty: The information presented herein is believed to be accurate but is not to be taken as a warranty, guarantee, or representation for which we assume legal responsibility. This information does not grant permission, license, or any rights or recommendations to practice any form of proprietary intellectual property without obtaining the appropriate license or grant from the property owner. The information is offered solely for your consideration, investigation and verification, but you must determine the suitability of the product for your specific application. The purchaser assumes all risk of use of handling the material, including but not limited to transferring the material within purchaser's facilities, using the material in applications specified by the purchaser and handling any product which includes the material, whether or not in accordance with any statements made herein.

APÉNDICE C

HOJA TECNICA RESINA EPÓXICA EPON 828



Technical Data Sheet

Re-issued September 2005

EPON™ Resin 828

Product Description

EPON™ Resin 828 is an undiluted clear difunctional bisphenol A/epichlorohydrin derived liquid epoxy resin. When cross-linked or hardened with appropriate curing agents, very good mechanical, adhesive, dielectric and chemical resistance properties are obtained. Because of this versatility, EPON Resin 828 has become a standard epoxy resin used in formulation, fabrication and fusion technology.

Benefits

- Fiber reinforced pipes, tanks and composites
- Tooling, casting and molding compounds
- Construction, electrical and aerospace adhesives
- High solids/low VOC maintenance and marine coatings
- Electrical encapsulations and laminates
- Chemical resistant tank linings, flooring and grouts
- Base resin for epoxy fusion technology

Sales Specification

Property	Units	Value	Test Method/Standard
Weight per Epoxide	g/eq	185 – 192	ASTM D1652
Viscosity at 25°C	P	110 – 150	ASTM D445
Color	Gardner	1 max.	ASTM D1544

Typical Properties

Property	Units	Value	Test Method/Standard
Density at 25°C	lb/gal	9.7	ASTM D1475
Denisty at 25°C	g/ml	1.16	
Vapor pressure @ 25°C (77° F)	mm Hg	0.03	
Refractive index @ 25°C (77° F)		1.573	
Specific heat	BTU/lb°F	0.5	

Processing/How to use

General Information

The low viscosity and cure properties of EPON Resin 828 allow its use under various application and fabrication techniques including:

• Spraying and brushing	• Pultrusion
• Filament winding	• Casting
• Pressure laminating	• Molding
• Vacuum bag laminating	• Troweling

Curing Agents

EPON Resin 828 can be cured or cross-linked with a variety of curing agents depending on properties desired in the finished product and the processing conditions employed. Some commonly used curing agents, recommended concentrations, typical cure schedules employed in major end-use applications, plus sources for these curing agents are displayed in Table 1.

Performance Properties

Performance Characteristics of Cured EPON Resin 828

Mechanical Properties

High performance, high strength materials are obtained when this resin is cured with a variety of curing agents. Unfilled systems in common use have tensile values greater than 10,000 psi (69 MPa) with modulus values greater than 400,000 psi (2750 MPa). Such systems are normally very rigid. If greater flexibility is needed systems can be formulated to provide up to 300% elongation.

Adhesive Properties

One of the most widely recognized properties of cured EPON Resin 828 is strong adhesion to a broad range of substrates. Such systems exhibit shear strength of up to 6,000 psi (41 Mpa). One factor which contributes to this property is the low shrinkage shown by these systems during cure. Compared to other polymers, epoxy resins have low internal stresses resulting in strong and durable finished products.

Electrical Properties

EPON Resin 828 cured systems have very good electrical insulating characteristics and dielectric properties. For example, systems can be obtained with anhydride and amine curing agents having volume resistivities up to 1×10^{16} ohm-cm, dielectric constants of 3-5 and dissipation factors of 0.002 to 0.020 at ambient conditions. Electrical encapsulations, laminates and molding compounds are frequently based on EPON Resin 828.

Chemical Resistance

Cured EPON Resin 828 is highly resistant to a broad range of chemicals, including caustic, acids, fuels and solvents. Chemically resistant reinforced structures and linings or coatings over metal can be formulated with EPON Resin 828.

Formulating Techniques

The primary components of a thermosetting resin formula are the epoxy resin and the hardener or curing agent. However, in practice other materials are normally incorporated to achieve special properties. For example, inert fillers such as silicas, talcs, calcium silicates, micas, clays and calcium carbonate can be added to further reduce shrinkage and improve dimensional stability. Also, reactive diluents can be added to EPON Resin 828 to reduce viscosity. The effect on viscosity by adding such materials is shown in Figure 1.

Table 1 / Curing Agents for EPON™ 828

<u>Curing Agent</u> ¹	<u>Physical State</u>	<u>Recommended Concentration Range, phr</u> ²	<u>Typical Cure Schedule Time</u> °C (°F)	<u>Deflection Temperature</u> °C (°F)	<u>Applications</u> ⁴	<u>Suppliers</u> ⁵
Aliphatic Amines						
EPIKURE™ 3223 (DETA)	Liquid	12	7d, 25 (77)	120(250)	ABCDEFHI	5
EPIKURE 3234 (TETA)	Liquid	13	7d, 25 (77)	120(250)	ABCDEFHI	5
EPIKURE 3200 (AEP)	Liquid	22	24h, 25 (77) & 1h, 150 (300)	120(250)	BCEFGH	5
EPIKURE 3270	Liquid	75	14d, 25 (77)	56(133)	ABCDEFHI	5
EPIKURE 3271	Liquid	18	14d, 25 (77)	66(151)	ABCDEFHI	5
EPIKURE 3274	Liquid	40	14d, 25 (77)	—	ABCDEFHI	5
EPIKURE 3230	Liquid	35	7d, 25 (77)	68(155)	ABCDEFHI	1
D-400 Type PEA	Liquid	55	30 min, 115(240)	31(88)	ABCEFH	1
Cycloaliphatic Amines						
EPIKURE 3370	Liquid	38	7d, 25 (77)	56(133)	ABCDEFHI	5
EPIKURE 3382	Liquid	63	7d, 25 (77)	63(145)	ABCDEFHI	5
EPIKURE 3383	Liquid	60	24h, 25 (77) & 2h, 100 (212)	54(129)	ABCDEFHI	5

Polyamides							
EPIKURE 3115	Liquid	120	1h, 100 (212)	85(185)	AB	5	
EPIKURE 3125	Liquid	90	7d, 25 (77)	90(195)	ABCEFH	5	
EPIKURE 3140	Liquid	75	7d, 25 (77)	115(240)	ABCEFH	5	
Amindoamines							
EPIKURE 3015	Liquid	50	16h, 25 (77) & 2h, 93 (200)	—	ABCDEFHI	5	
EPIKURE 3055	Liquid	50	16h, 25 (77) & 2h, 93 (200)	67(153)	ABCDEFHI	5	
EPIKURE 3072	Liquid	35	14d, 25 (77)	59(138)	ABCDEFHI	5	
Aromatic Amines							
EPIKURE W	Liquid					5	
Metaphenylenediamine (MPDA)	Solid	14	2h, 80 (175) & 2h, 150 (300)	150(300)	BCDGH I	3	
Methylene dianiline (MDA)	Solid	27	2h, 80 (175) & 2h, 150 (300)	160(320)	BCDEGH I	13	
Diaminodiphenyl Sulfone (DADS)	Solid	25	5h, 125 (257) & 1h, 200 (392)	170(350)	BCDGH I	2, 13	

Table 1 / Curing Agents for EPON™ 828, cont.

<u>Curing Agent</u> ¹	<u>Physical State</u>	<u>Recommended Concentration Range, phr</u> ²	<u>Typical Cure Schedule Time</u> <u>°C (°F)</u>	<u>Deflection Temperature</u> <u>°C (°F)</u>	<u>Applications</u> ⁴	<u>Suppliers</u> ⁵
Anhydrides						
Methyl tetrahydrophthalic Anhydride (MTHPA)	Liquid	80	2h, 120 (250) & 2h, 150 (300)	130(266)	BCDGHI	9, 11, 14
NADIC Methyl Anhydride (NMA)	Liquid	90	1h, 120 (250) & 2-24h, 260(500)	180(356)	BCDGHI	9, 14
Hexahydrophthalic Anhydride (HHPA)	Solid	80	1h, 80 (175) & 2h, 150 (300)	130(265)	BCDGHI	8, 12, 14
Catalysts and Miscellaneous						
2-Ethyl- 4-Methyl Imidazole (EMI-24)	Metastable Liquid	3	4h, 50 (122) & 2h, 170 (340)	170(340)	BCDGHI	15, 16
BF3-Monoethylamine (BF3-MEA)	Liquid	3	1h, 120 (250) & 2h, 170 (340)	170(340)	BCDGHI	17
Diethylaminopropylamine ⁶	Solid	6	30 min, 115(240)	100(212)	ABC	6
Dicyandiamide	Solid	4	1h, 177 (350)	150(300)	BCDGHI	18, 19

¹ Cures can be effected with these curing agents over a wide range of temperatures. Higher temperatures yield shorter cure times and highest T_g.

² Parts of curing agent per 100 parts of resin.

³ Systems cured at room temperature were post cured at elevated temperature to achieve deflection values.

⁴ Application codes: A - Coatings; B - Adhesives; C - Castings; D - Moldings; E - Flooring; F - Paving; G - Electrical Laminates; H - Structural Laminates; I-Filament Winding.

⁵ Supplier Code:

1. Huntsman Chemical

2. RSA Corporation

3. E.I. DuPont de Nemours & Co., Chemicals & Pigments Dept.

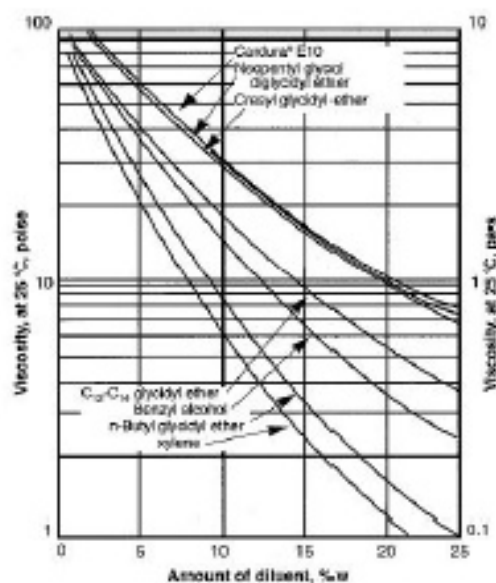
4. Harshaw Chemical Company

5. Hexion Specialty Chemical

6. BASF Corporation
7. American Cyanamid - Industrial Chemical Div.
8. Milliken & Company
9. Lindau Chemicals, Inc.
10. Anhydrides and Chemicals, Inc.
11. Dixie Chemical Co., Inc.
12. Buffalo Color Corp.
13. Air Products and Chemicals, Inc.
14. Lonza
15. Interchem
16. Polyorganix
17. Atotech
18. SKW Trotsbery
19. Ashland Chemical

* Dimethylamino propylamine may be substituted at expense of slightly reduced pot life. Sources are 2 and 16.

Figure 1 / Viscosity at 25 °C of EPON™ Resin 828 blends with various diluents



Fusion Technology

EPON Resin 828 is the product of choice for a resin chemist using a specific fusion catalyst when processing proprietary solid epoxy resins or epoxy esters. Upon request, Hexion Specialty Chemicals can provide EPON Resin 828 exhibiting extremely low hydrolyzable and total chlorine, two end groups that may be deleterious to resin curing and long term performance in electrical uses.

FDA Status

Provisions are made in the FDA regulations for the use of EPON Resin 828, when properly formulated, applied and cured, for food contact applications under Title 21 Code of Federal Regulations 175.300. The regulations should be consulted for complete details. In particular, we direct your attention to subparagraph (b) of 21 CFR 174.5 and the general provisions applicable to indirect food additives listed there.

Identification and Classification

Chemical Abstract Service Registry Number: 25068-38-8 (EPA/TSCA inventory designation)

Generic name: Liquid Bisphenol A Epichlorohydrin based epoxy resin.

Chemical designation: Phenol, 4,4O - (1-methylethylidene) bis-polymer with (chloromethyl) oxirane.

Figure 2 / Viscosity - temperature profile for EPON™ Resin 828

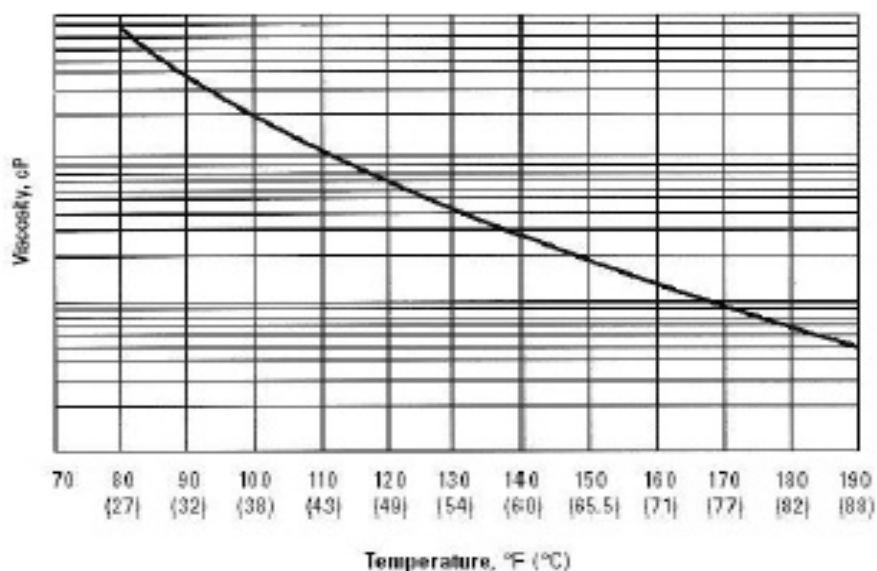
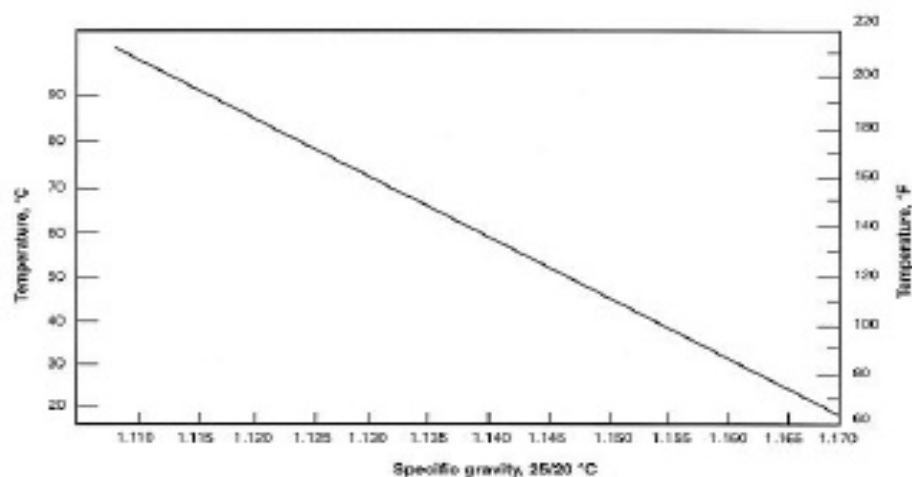


Figure 3 / Specific gravity - temperature profile for EPON™ Resin 828

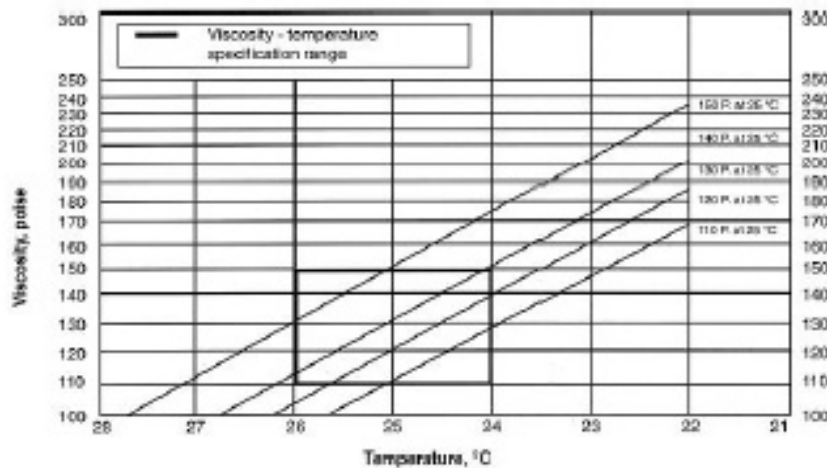


Formulation and Application Information

For additional performance characteristics information covering adhesives, laminating, casting and

applications, consult bulletin SC:67, entitled "EPON Resin Structural Reference Manual." For epoxy resin amine-cured coatings, consult bulletin SC:193, entitled "Formulating Amine-Cured Coatings with EPON Resin."

Figure 4 / Viscosity - temperature profile (for 5 samples of EPON™ Resin 828 ranging in viscosity from 110-150 poise)



Safety, Storage & Handling

Please refer to the MSDS for the most current Safety and Handling information.

Please refer to the Hexion web site for Shelf Life and recommended Storage information.

EPON Resin 828 is an undiluted liquid epoxy resin that is available in tank cars, tank trucks and 500 pound net closed head drums. EPON Resin 828 is normally shipped in bulk from 150 °F (66 °C) to 180 °F (82 °C) and can be stored at 120-140 °F (49-60 °C) for ease of handling. The viscosity/temperature profile and the specific gravity/temperature profile for EPON Resin 828 are displayed in Figures 2 and 3 respectively for your guidance.

NOTE OF CAUTION: When checking viscosity of EPON Resin 828 incoming samples, we caution you to make certain that the product is maintained at 25 +/- 0.01 °C before testing. You will note in Figure 4 that EPON Resin 828 can vary in viscosity by 10-15 poise for each degree in temperature the product varies from 25 °C.

Exposure to these materials should be minimized and avoided, if feasible, through the observance of proper precautions, use of appropriate engineering controls and proper personal protective clothing and equipment, and adherence to proper handling procedures. None of these materials should be used, stored, or transported until the handling precautions and recommendations as stated in the Material Safety Data Sheet (MSDS) for these and all other products being used are understood by all persons who will work with them. Questions and requests for information on Hexion Specialty Chemicals, Inc. ("Hexion") products should be directed to your Hexion sales representative, or the nearest Hexion sales office. Information and MSDSs on non-Hexion products should be obtained from the respective manufacturer.

Packaging

Available in bulk and drum quantities.

Contact Information

For product prices, availability, or order placement, call our toll-free customer service number at:
1-877-859-2800

For literature and technical assistance, visit our website at: www.hexion.com

© and ™ Licensed trademarks of Hexion Specialty Chemicals, Inc.

DISCLAIMER

The information provided herein was believed by Hexion Specialty Chemicals to be accurate at the time of preparation or prepared from sources believed to be reliable, but it is the responsibility of the user to investigate and understand other pertinent sources of information, to comply with all laws and procedures applicable to the safe handling and use of the product and to determine the suitability of the product for its intended use. **HEXION SPECIALTY CHEMICALS MAKES NO WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, CONCERNING ANY PRODUCT OR THE MERCHANTABILITY OR FITNESS THEREOF FOR ANY PURPOSE OR CONCERNING THE ACCURACY OF ANY INFORMATION PROVIDED BY HEXION SPECIALTY CHEMICALS**, except that the product shall conform to contracted specifications, and that the product does not infringe any valid United States patent.

PDS-3942- (Rev.7/4/2010 1:14:46 AM)

APÉNDICE D

HOJAS TÉCNICAS DEL AGENTE CURADOR JEFFAMINE D-230

JEFFAMINE[®] D-230 Epoxy Curing Agent

JEFFAMINE[®] D-230 is a polyether diamine with low color, low viscosity, and moderate reactivity in epoxy curing. The polyether backbone gives cured resins with relatively high elongation and good toughness and thermal shock resistance. It can be blended with higher-viscosity curing agents to reduce viscosity, or with cycloaliphatics to improve the elongation of higher-T_g cured resins.

Typical Physical Properties		Epoxy Formulation Properties ^a	
Brookfield viscosity, cps (77°F)	9	Viscosity, cps (25°C)	600
Specific gravity, 20/20°C	0.948	Pot life (min) (time to 10,000 cps)	~280
Density, lb/gal, 20°C	7.9	Peak exotherm T, °C (°F)	64 (147)
Flash point, PMCC, °F	250	Time to peak T, min	395
Water, wt%	0.1	T _g , °C (°F)	90 (194)
Total acetyltables, meq/g	8.7	Tensile strength, psi	9800
Total amine, meq/g	8.4	Elongation, %	10
Primary amine, meq/g	8.2	Flexural strength, psi	15700
Amine hydrogen eq. wt.	60	Flexural modulus, psi	454000

^a The resin was a liquid DGEBA resin of approximately 12,500 cps and 188 eew; test panels were cured for 2 hr at 80°C (175°F) and 3 hr at 125°C (257°F); the T_g was determined by DSC.

The D-230 (32 phr) should be mixed thoroughly with the resin. Curing at elevated temperature is desirable to develop the full properties shown above. Good properties can be obtained, however, with cures at lower temperatures. For room temperature cures a cure accelerator (such as Huntsman Accelerator 399, 2-10 phr) is generally added.

Huntsman Corporation warrants only that its products meet the stated specifications. Typical properties, where stated, are to be considered as representative of current production and should not be treated as specifications. While all the information presented in this document is believed to be reliable and to represent the best available data on these products, NO GUARANTEE, WARRANTY, OR REPRESENTATION IS MADE, INTENDED, OR IMPLIED AS TO THE CORRECTNESS OR SUFFICIENCY OF ANY INFORMATION, OR AS TO THE SUITABILITY OF ANY CHEMICAL COMPOUNDS FOR ANY PARTICULAR USE, 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. EACH USER SHOULD CONDUCT A SUFFICIENT INVESTIGATION TO ESTABLISH THE SUITABILITY OF ANY PRODUCT FOR ITS INTENDED USE. Products may be toxic and require special precautions in handling. For all products listed, user should obtain detailed information on toxicity, together with proper shipping, handling, and storage procedures, and comply with all applicable safety and environmental standards.

Main Offices: Huntsman Corporation / P. O. Box 27707 / Houston, Texas 77227-7707 / 713-235-6000

Technical Services Section: P. O. Box 15730 / Austin, Texas 78761 / 512-483-0056

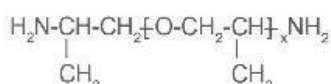
Technical Bulletin

HUNTSMAN

JEFFAMINE® D-230 POLYOXYPROPYLENEDIAMINE

[CAS 9046-10-0]

STRUCTURE



x = 2.6

DESCRIPTION

JEFFAMINE D-230 polyoxypropylenediamine is one of a family of Huntsman Corporation's polyamines having as their backbones repeated oxypropylene units. As shown by the above structure, JEFFAMINE D-230 is a difunctional primary amine having an average molecular weight of approximately 230. Its amine groups are located on secondary carbon atoms at the ends of an aliphatic polyether chain.

JEFFAMINE D-230 is light in color, low in viscosity and vapor pressure, high in primary amine content, and completely miscible in a wide variety of solvents, including water.

SALES SPECIFICATIONS

Appearance	Colorless to slight yellow with slight haze
Color, Pt-Co	100 max.
Total acetyltables, meq/g	8.3 min. 9.1 max.
Primary amine, % of total amine	97 min.
Total amine, meq/g	8.1 min. 8.7 max.
Water, %	0.25 max.

TYPICAL PHYSICAL PROPERTIES

Brookfield viscosity, cps, 25°C (77°F)	9
Specific gravity, 20/20°C	0.9480
Density, lb/gal, 20°C	7.9
Refractive index, n _D ²⁰	1.4466
Flash point, PMCC, °C (°F)	121 (250)
Vapor pressure, mm Hg/°C	1/100 10/133
pH, 5% aqueous solution	11.7
Equivalent weight with epoxies ("Amine hydrogen equivalent weight," or AHEW)	60

AVAILABILITY

JEFFAMINE D-230 is available in tank cars, tank wagons, 55-gallon drums of 430 pounds net weight, and 5-gallon cans. Samples are available from any Huntsman Corporation sales office.

APPLICATIONS

JEFFAMINE D-230 polyoxypropylenediamine undergoes reactions typical of primary amines. Because of its unique structure, however, JEFFAMINE D-230 has found its most significant use as an epoxy curing agent. The use of JEFFAMINE D-230 leads to tough, clear, impact-resistant coatings, castings, and adhesives. Examples include coatings for decoupage and furniture, reinforced composites, electrical encapsulation, and lamination. Coatings made with unmodified JEFFAMINE D-230 are free of the surface "blush" prevalent with many amine curing agents. JEFFAMINE D-230 has found its way into

HUNTSMAN**MATERIAL SAFETY DATA SHEET**

READ AND UNDERSTAND MATERIAL SAFETY DATA SHEET BEFORE HANDLING OR DISPOSING OF PRODUCT

MSDS CODE AND NAME : JAD230 JEFFAMINE® D-230
DATE ISSUED : 3/31/2003
DATE PRINTED : 3/31/2003

1. CHEMICAL PRODUCT AND COMPANY IDENTIFICATION

MATERIAL IDENTITY

MSDS CODE AND NAME

JAD230 JEFFAMINE® D-230

Chemical Name and/or Family or Description:

Polyoxypropylenediamine

COMPANY INFORMATION

Huntsman Petrochemical Corporation
P.O. Box 27707
Houston, TX 77227-7707

TELEPHONE NUMBERS

Transportation Emergency

Company: (409) 727-0831

CHEMTREC: (800) 424-9300

Medical Emergency: (409) 722-9673 (24 Hour)

General MSDS Assistance: (713) 235-6432

Technical Information: (512) 459-6543

2. COMPOSITION AND INFORMATION ON INGREDIENTS

THE CRITERIA FOR LISTING COMPONENTS IN THE COMPOSITION SECTION ARE AS FOLLOWS: CARCINOGENS ARE LISTED WHEN PRESENT AT 0.1 % OR GREATER; COMPONENTS WHICH ARE OTHERWISE HAZARDOUS ACCORDING TO OSHA ARE LISTED WHEN PRESENT AT 1.0 % OR GREATER; NON-HAZARDOUS COMPONENTS ARE LISTED AT 3.0 % OR GREATER. THIS IS NOT INTENDED TO BE COMPLETE COMPOSITIONAL DISCLOSURE. REFER TO SECTION 14 FOR APPLICABLE STATES' RIGHT TO KNOW AND OTHER REGULATORY INFORMATION.

Product and/or Component(s) Carcinogenic According to:

OSHA IARC NTP OTHER NONE X

Composition:

Chemical Name	CAS Number	Exposure Limits	Range in %
Poly(oxy(methyl-1,2-ethanedyl)),alpha-(2-aminomethylethyl)omega-(2-aminomethylethoxy)-	9048-10-0		100.00

MSDS CODE AND NAME : JAD230 JEFFAMINE® D-230
DATE ISSUED : 3/31/2003
DATE PRINTED : 3/31/2003
COMPANY : HUNTSMAN

3. HAZARD IDENTIFICATION

EMERGENCY OVERVIEW

Appearance:
 Colorless to slightly yellow liquid with a slight haze

Odor:
 Ammonia-like

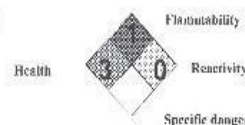
WARNING STATEMENT

DANGER ! CORROSIVE - CAUSES EYE AND SKIN BURNS
 HARMFUL OR FATAL IF SWALLOWED
 CAUSES RESPIRATORY TRACT IRRITATION AND CAN CAUSE DAMAGE
 ASPIRATION HAZARD IF SWALLOWED -
 CAN ENTER LUNGS AND CAUSE DAMAGE

**Hazardous Material
 Information System
 (United States)**

Health	3
Fire	1
Reactivity	0
Personal protection	2

**National Fire Protection
 Association NFPA
 (United States)**



POTENTIAL HEALTH EFFECTS

Primary Route of Exposure

Eye X Skin X Inhalation X Ingestion

Effects of Overexposure

Acute:

Eyes: Causes irritation, experienced as pain, with excess blinking and tear production, and soon as extreme redness and swelling of the eye and chemical burns of the eye. Severe eye damage may cause blindness.

Skin: Causes severe irritation with pain, severe excess redness and swelling with chemical burns, blister formation, and possible tissue destruction. Other than the potential skin irritation effects noted above, acute (short term) adverse effects are not expected from brief skin contact; see other effects, below, and Section 11 for information regarding potential long term effects.

Inhalation: Vapors or mist, especially as generated from heating the material or as from exposure in poorly ventilated areas or confined spaces, are irritating and cause nasal discharge, coughing, and discomfort in nose and throat. Prolonged or repeated overexposure may result in lung damage.

Ingestion: Causes burning of mouth, throat, and stomach with abdominal and chest pain, nausea, vomiting, diarrhea, thirst, weakness, and collapse. Aspiration may occur during swallowing or vomiting, resulting in lung damage.

Sensitization Properties: This product is not expected to be a human skin sensitizer based on animal data.

Chronic:

Repeated skin contact may cause a persistent irritation or dermatitis. Repeated inhalation may cause lung damage.

Medical Conditions Aggravated by Exposure:

Skin contact may aggravate an existing dermatitis (skin condition). Overexposure to vapor, dust or mist may aggravate existing respiratory conditions, such as asthma, bronchitis, and inflammatory or fibrotic respiratory disease.

MSDS CODE AND NAME : JAD230 JEFFAMINE® D-230
DATE ISSUED : 3/31/2003
DATE PRINTED : 3/31/2003
COMPANY : HUNTSMAN

Other Remarks:

This product contains one or more amines which may produce temporary and reversible hazy or blurred vision. Symptoms disappear when exposure is terminated.

4. FIRST AID MEASURES

Eyes:

Immediately flush eyes with large amounts of running water for at least 15 minutes. Hold eyelids apart while flushing to rinse entire surface of eye and lids with water. Do not attempt to neutralize with chemical agents. Obtain medical attention immediately. Continue flushing for an additional 15 minutes if medical attention is not immediately available.

Skin:

Immediately remove contaminated clothing and shoes. Under a safety shower, flush skin thoroughly with large amounts of running water for at least 15 minutes. Do not attempt to neutralize with chemical agents. Get medical attention immediately. Discard or decontaminate clothing and shoes before reuse.

Ingestion:

If person is conscious and can swallow, immediately give two glasses of water (16 oz.), but do not induce vomiting. This material is corrosive. If vomiting occurs, give fluids again. Have a physician determine if condition of patient will permit induction of vomiting or evacuation of stomach. Do not give anything by mouth to an unconscious or convulsing person.

Inhalation:

If inhaled, remove to fresh air. If not breathing or in respiratory distress, clear person's airway and start artificial respiration. With a physician's advice, give supplemental oxygen using a bag-valve mask or manually triggered oxygen supply.

Other instructions:

Swallowing of this corrosive material may result in severe ulceration, inflammation, and possible perforation of the upper alimentary tract, with hemorrhage and fluid loss. Aspiration of this product during induced emesis can result in severe lung injury. If evacuation of stomach is necessary, use method least likely to cause aspiration, such as gastric lavage after endotracheal intubation. Contact a Poison Control Center for additional treatment information.

5. FIRE-FIGHTING MEASURES

Ignition Temperature - AIT (degrees C):

Not determined.

Flash Point (degrees C):

121.1 (250°F) (PMCC)

Flammable Limits % (Lower-Upper):

Lower: Not determined.

Upper: Not determined.

Recommended Fire Extinguishing Agents And Special Procedures:

Use water spray, dry chemical, foam or carbon dioxide to extinguish flames. Use water spray to cool fire-exposed containers. Water or foam may cause frothing.

Unusual or Explosive Hazards:

None

Special Protective Equipment for Firefighters:

Wear special chemical protective clothing and positive pressure self-contained breathing apparatus. Approach fire from upwind to avoid hazardous vapors and toxic decomposition products. Decontaminate or discard any clothing that may contain chemical residues.

MSDS CODE AND NAME : JAD230 JEFFAMINE® D-230
DATE ISSUED : 3/31/2003
DATE PRINTED : 3/31/2003
COMPANY : HUNTSMAN

6. ACCIDENTAL RELEASE MEASURES (Transportation Spills: CHEMTREC (800)424-9300)

Procedures in Case of Accidental Release, Breakage or Leakage:

Ventilate area. Avoid breathing vapor. Wear appropriate personal protective equipment, including appropriate respiratory protection. Contain spill if possible. Wipe up or absorb on suitable material and shovel up. Prevent entry into sewers and waterways. Avoid contact with skin, eyes or clothing.

7. HANDLING AND STORAGE

Precautions to be Taken in

Handling:

Minimum feasible handling temperatures should be maintained. Eye wash and safety shower should be available nearby when this product is handled or used.

Storage:

Periods of exposure to high temperatures should be minimized. Water contamination should be avoided. If stored above 100°F, a nitrogen atmosphere is recommended.

8. EXPOSURE CONTROLS/PERSONAL PROTECTION

Protective Equipment (Type)

Eye/Face Protection:

Avoid eye contact. Chemical type goggles with face shield must be worn. Do not wear contact lenses.

Skin Protection:

Protective clothing such as coveralls or lab coats should be worn. Launder or dry-clean when soiled. Gloves resistant to chemicals and petroleum distillates required. When handling large quantities, impervious suits, gloves, and rubber boots must be worn. Remove and dry-clean or launder clothing soaked or soiled with this material before reuse. Dry cleaning of contaminated clothing may be more effective than normal laundering. Inform individuals responsible for cleaning of potential hazards associated with handling contaminated clothing.

Respiratory Protection:

Airborne concentrations should be kept to lowest levels possible. If vapor, mist or dust is generated and the occupational exposure limit of the product, or any component of the product, is exceeded, use appropriate NIOSH approved air purifying or air supplied respirator after determining the airborne concentration of the contaminant. Air supplied respirators should always be worn when airborne concentration of the contaminant or oxygen content is unknown.

Ventilation:

Local exhaust ventilation recommended if generating vapor, dust, or mist. If exhaust ventilation is not available or inadequate, use NIOSH approved respirator as appropriate.

Exposure Limit for the Total Product:

None established for product.

9. PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES

Appearance:

Colorless to slightly yellow liquid with a slight haze

Odor:

Ammonia-like

Boiling Point (degrees C):

260 (500°F)

Melting/Freezing Point (degrees C):

Not determined.

MSDS CODE AND NAME : JAD230 JEFFAMINE® D-230
DATE ISSUED : 3/31/2003
DATE PRINTED : 3/31/2003
COMPANY : HUNTSMAN

Specific Gravity (water=1):

0.948 @ 20/20°C

pH:

11.7 (5% aqueous)

Vapor Pressure:

1 mmHg at 100°C (212°F)

Viscosity:

9.5 cSt at 25°C (77°F)

VOC Content:

25% by ASTM D 2369

Vapor Density (Air=1):

>1

Solubility in Water (%):

>10

Other:

None

10. STABILITY AND REACTIVITY

This Material Reacts Violently With:

Air Water Heat Strong Oxidizers Others X None of these

Comments:

This material reacts violently with acids.

Products Evolved When Subjected to Heat or Combustion:

Toxic levels of ammonia, combustion products of nitrogen, carbon monoxide, carbon dioxide, irritating aldehydes and ketones may be formed on burning in a limited air supply.

Hazardous Polymerizations:

DO NOT OCCUR

11. TOXICOLOGICAL INFORMATION

TOXICOLOGICAL INFORMATION (ANIMAL TOXICITY DATA)

Oral:

LD50 2.88 g/kg (rat) slightly toxic

Dermal:

LD50 2.98 g/kg (rabbit) practically non-toxic

Inhalation:

Not determined

IRRITATION INDEX, ESTIMATION OF IRRITATION (SPECIES)

Eyes:

(Draize) Believed to be > 80.00 - 110.00/110 (rabbit) extremely irritating

Skin:

(Draize) Believed to be > 6.50 - 8.00/8.0 (rabbit) corrosive

Sensitization:

(Buehler) Negative - skin (guinea pig)

Other:

None

MSDS CODE AND NAME : JAD230 JEFFAMINE® D-230
DATE ISSUED : 3/31/2003
DATE PRINTED : 3/31/2003
COMPANY : HUNTSMAN

12. DISPOSAL CONSIDERATIONS:

Waste Disposal Methods:

This product has been evaluated for RCRA characteristics and does not meet the criteria of a hazardous waste if discarded in its purchased form. Under RCRA, it is the responsibility of the user of the product to determine at the time of disposal, whether the product meets RCRA criteria for hazardous waste. This is because product uses, transformations, mixtures, processes, etc. may render the resulting materials hazardous.

Remarks:

None

13. TRANSPORT INFORMATION

Transportation

DOT:

Proper Shipping Name:

Amines, liquid, corrosive, n.o.s. (polyoxypropylene diamine)

Hazard Class:

Class 8: Corrosive material

Identification Number:

UN2735

Packing Group:

III

Label Required:

Class 8: Corrosive

IMDG:

Proper Shipping Name:

AMINES, LIQUID, CORROSIVE, N.O.S. (polyoxypropylene diamine)

Hazard Class

Class 8

Identification Number

UN2735

Packing Group

III

Label Required

Class 8 - Corrosive substances

ICAO:

Proper Shipping Name:

Amines, liquid, corrosive, n.o.s. (polyoxypropylene diamine)

Hazard Class

Class 8

Identification Number

UN2735

Packing Group

III

Label Required

Class 8 - Corrosive

MSDS CODE AND NAME : JAD230 JEFFAMINE® D-230
DATE ISSUED : 3/31/2003
DATE PRINTED : 3/31/2003
COMPANY : HUNTSMAN

TDG

Proper Shipping Name:
Corrosive liquid, n.o.s. (polyoxypropylene diamine)

Hazard Class:
8

Identification Number:
UN1760

Packing Group:
III

Label Required:
Corrosive

14. REGULATORY INFORMATION

Federal Regulations:

SARA Title III:

Section 302/304 Extremely Hazardous Substances

Chemical Name	CAS Number	Range in %	TPQ	RQ
None.				

Section 311 Hazardous Categorization:

Acute X Chronic Fire Pressure Reactive N/A

Section 313 Toxic Chemical

Chemical Name	CAS Number	Concentration
None.		

CERCLA 102(u)/DOT Hazardous Substances:

Chemical Name	CAS Number	Range in %	RQ
None.			

States Right-to-Know Regulations:

Chemical Name	State Right-to-know
None.	

California Prop. 65:

The following detectable components of this product are substances, or belong to classes of substances, known to the State of California to cause cancer and/or reproductive toxicity.

Chemical Name	CAS Number
None.	

INTERNATIONAL REGULATIONS:

TSCA Inventory Status:

This product, or its components, are listed on or are exempt from the Toxic Substance Control Act (TSCA) Chemical Substance Inventory.

WHMIS Classification:

Class E: Corrosive

Canadian Inventory Status:

MSDS CODE AND NAME : JAD230 JEFFAMINE® D-230
DATE ISSUED : 3/31/2003
DATE PRINTED : 3/31/2003
COMPANY : HUNTSMAN

This product, or its components, are listed on or are exempt from the Canadian Domestic Substance List (DSL).

EINECS Inventory Status:

This product, or its components, are listed on or are exempt from the European Inventory of Existing Chemical Substances (EINECS) or the European List of Notified Chemical Substances (ELINCS).

Australian Inventory Status:

This product, or its components, are listed on or are exempt from the Australian Inventory of Chemical Substances (AICS).

Japan Inventory Status:

This product, or its components, are listed on or are exempt from the Japan Ministry of International Trade and Industry (MITI) inventory.

15. ENVIRONMENTAL INFORMATION

Aquatic Toxicity:

Not determined.

Mobility:

Not determined.

Persistence and Biodegradability:

Not determined.

Potential to Bioaccumulate:

Not determined.

Remarks:

None

16. OTHER INFORMATION 3/31/2003

None

THE INFORMATION CONTAINED HEREIN IS BELIEVED TO BE ACCURATE. IT IS PROVIDED INDEPENDENTLY OF ANY SALE OF THE PRODUCT FOR PURPOSE OF HAZARD COMMUNICATION AS PART OF HUNTSMAN'S PRODUCT SAFETY PROGRAM. IT IS NOT INTENDED TO CONSTITUTE PERFORMANCE INFORMATION CONCERNING THE PRODUCT. NO EXPRESS WARRANTY, OR IMPLIED WARRANTY OF MERCHANTABILITY OR FITNESS FOR A PARTICULAR PURPOSE IS MADE WITH RESPECT TO THE PRODUCT OR THE INFORMATION CONTAINED HEREIN. DATA SHEETS ARE AVAILABLE FOR ALL HUNTSMAN PRODUCTS. YOU ARE URGED TO OBTAIN DATA SHEETS FOR ALL HUNTSMAN PRODUCTS YOU BUY, PROCESS, USE OR DISTRIBUTE AND YOU ARE ENCOURAGED AND REQUESTED TO ADVISE THOSE WHO MAY COME IN CONTACT WITH SUCH PRODUCTS OF THE INFORMATION CONTAINED HEREIN.

TO DETERMINE APPLICABILITY OR EFFECTS OF ANY LAW OR REGULATION WITH RESPECT TO THE PRODUCT, USER SHOULD CONSULT HIS LEGAL ADVISOR OR THE APPROPRIATE GOVERNMENT AGENCY. HUNTSMAN DOES NOT UNDERTAKE TO FURNISH ADVICE ON SUCH MATTERS.

Date Issued: 3/31/2003.

Inquiries regarding MSDS should be directed to:

HUNTSMAN
Coordinator, Product Safety
P.O. Box 27707
Houston, TX 77227-7707

APÉNDICE E

HOJA TÉCNICA DEL ADITIVO BYK306



Folleto técnico S201
Editado 08/09

BYK-306 **BYK-307** **BYK-333**
BYK-337 **BYK-341**

Aditivos superficiales de silicona con una fuerte reducción de la tensión superficial

Composición

BYK-306 BYK-337 BYK-341	Disolución de un polidimetilsiloxano modificado con poliéter
BYK-307 BYK-333	Polidimetilsiloxano modificado con poliéter

Datos técnicos

	Densidad a 20°C en g/ml	No volátiles en %	Punto de inflamación en °C
BYK-306	0,93 Disolventes: xileno/monofenilglicol 7/2	12,5	25
BYK-307	1,03	> 97	> 100
BYK-333	1,04	> 97	> 100
BYK-337	0,96 Disolventes: dipropilenglicol monometil éter	15	78
BYK-341	0,97 Disolventes: butilglicol	51,5	64

Los valores indicados no representan especificaciones, sino datos típicos.

Dosificación

	% aditivo en forma de suministro sobre formulación total	
BYK-306	0,1 - 0,5	–
BYK-307	0,01 - 0,15	–
BYK-333	0,05 - 0,3	En sistemas acuosos y curados por UV hasta el 1
BYK-337	0,1 - 1	–
BYK-341	0,1 - 0,3	–

Modo de incorporación

Estos aditivos se pueden añadir en cualquier momento del proceso de producción e incluso como post-aditivos. Para una dosificación más fácil puede ser recomendable diluir los aditivos (especialmente BYK-307 y BYK-333) con disolvente(s) adecuado(s).

Campos de aplicación

	Sistemas al disolvente	Sistemas sin disolventes	Sistemas acuosos
BYK-306	■	□	□
BYK-307	■	■	□
BYK-333	■	■	■
BYK-337	■	□	■
BYK-341	■	□	■

■ recomendado □ adecuado

Forma de actuar

Estos aditivos reducen de forma **importante** la tensión superficial de la pintura. Este hecho mejora considerablemente la humectación del sustrato y las propiedades anticráter. De forma adicional aumentan el deslizamiento superficial y el brillo. Al contrario de los llamados aceites de silicona, estos aditivos son compatibles con todos los sistemas de pinturas. A pesar de ello debería realizarse una serie de ensayos antes de utilizar estos productos a gran escala para comprobar si estos aditivos estabilizan la espuma. Igualmente hay que evaluar el repintado y la formación de cráteres.

Propiedades y ventajas

BYK-306	BYK-306 es un aditivo muy eficaz para la humectación de sustratos críticos. Ayuda a evitar los defectos causados por el polvo y la niebla de pulverización de otra pistola mejorando su aceptación en la pintura. BYK-306 reduce la sensibilidad a las corrientes de aire de los barnices para madera y muebles. También mejora la orientación de los agentes mateantes.
BYK-307	BYK-307 tiene características similares a BYK-306. Como se presenta sin disolventes se usa preferentemente para sistemas en los que se necesitan aditivos exentos de disolventes o se requieren disolventes especiales.
BYK-333	BYK-333 mejora de forma considerable el deslizamiento superficial y la humectación del sustrato. Se puede usar de forma universal en todos los sistemas. En sistemas acuosos aumenta las propiedades antiblocking. BYK-333 muestra una excelente compatibilidad y puede usarse como aditivo anticráter.
BYK-337	BYK-337 es un aditivo muy eficaz para la humectación de sustratos críticos. Mejora las propiedades antiblocking en sistemas acuosos y en sistemas al disolvente. BYK-337 mejora el deslizamiento superficial. BYK-337 se caracteriza por su excelente compatibilidad y no afecta a la transparencia de los barnices.
BYK-341	BYK-341 mejora la humectación del sustrato y actúa como aditivo anticráter en sistemas al disolvente y acuosos.

Observaciones

BYK-341	El aditivo contiene polímero modificado con floor.
---------	--

Almacenamiento y transporte

BYK-306	A temperaturas inferiores a 5°C puede producirse separación o turbidez.
BYK-333	Calentar a 20°C y mezclar bien.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Jiménez J. *Aplicación de arcillas en procesos de depuración*. <http://hosting.udlap.mx/profesores/carlos.acosta/home/Investigacion/Tesisdirigidas/jimenez/capitulo4.pdf>
- [2] Apolo A. *Optimización de una metodología para modificar a nivel nanomolecular las propiedades de las arcillas tipo montmorillonita*. Guayaquil – Ecuador, Año 2009.
- [3] García E. *Las arcillas: propiedades y usos*. <http://www.uclm.es/users/higueras/yymm/Arcillas.htm>
- [4] Paredes C., Cornejo M., Rigail A. *Optimización de una metodología para la obtención de nanoarcillas a partir de arcillas pertenecientes a la península de Santa Elena (PSE)*. Guayaquil-Ecuador.
- [5] Abeiga P., Pérez J., Tapia A. *Investigación de organoarcillas a base de mezcla de aminos*. Guayaquil – Ecuador, Año 2011.
- [6] Baquerizo L. *Estudio de la relación estructura – propiedades de barrera en nanocompuestos a base de resinas epóxicas y arcillas*. Guayaquil – Ecuador, Año 2008.
- [7] Aguilar E. *Evaluación de pinturas anticorrosivas de nanocompuestos a base de resinas epóxicas y nanoarcillas*. Guayaquil – Ecuador, Año 2006.
- [8] Guevara M., Tomalá M. *Aplicación de Nuevas Organoarcillas en el Desarrollo de Pinturas Epóxicas Anticorrosivas*. Guayaquil – Ecuador, Año 2011.
- [9] Saglimbeni G., Silva J. *Propiedades de la Estructura Reticular de un Nanocompuesto de Epóxico. Curados con Diferentes Porcentajes de Amina*. Guayaquil – Ecuador, Año 2011.
- [10] Del Olmo Martín J. *La corrosión en la industria*. http://www.aloj.us.es/notas_tecnicas/La_Corrosion_en_la_Industria.pdf
- [11] Orozco R., Martínez E., Galván R., Ramírez J., Fernández I. *Corrosión: fenómeno natural, visible y catastrófico*. Revista de

Divulgación Científica y Tecnológica de la Universidad Veracruzana, Año 2010.

<http://www.uv.mx/cienciahombre/revistae/vol20num2/articulos/corrosion/>

[12] Rodríguez N. *Optimización de arcillas tratadas con un inhibidor orgánico volátil para su aplicación como medio de resistencia a la corrosión en aceros de bajo carbono*. Guayaquil – Ecuador, Año 2011.

[13] Universidad Politécnica de Cataluña. *Características y ensayos de corrosión de pinturas modificadas con polímeros conductores*. <http://upcommons.upc.edu/pfc/bitstream/2099.1/3162/1/54858-1.pdf>

[14] Lidering S.A. *Resinas epoxi*. Barcelona. <http://www.lidering.com/pdfs/productos%20para%20fabricacion/resinas%20epoxi%20weicon.pdf>

[15] Ibermutuamur. *Riesgos en el empleo de resinas epoxi*. http://www.ibermutuamur.es/IMG/pdf/Seguridad_bip20.pdf

[16] Hormisol. *Tratamiento de superficie con: resina epoxi, pintura epoxi y multicapa-epoxi*. <http://www.hormisol.com/pdf/epoxi.pdf>

[17] Nervion Pinturas. *Recubrimientos anticorrosivos*. <http://www.nervion.com.mx/web/Tecnologia/fundamen.htm>

[18] Epoxy resins. *Performance resins & Composite systems*. http://www.epigen.com.au/Techdata/Epoxy_Resins_Intro.pdf

[19] Lan T., Pinnavia T. *Clay reinforced epoxy nanocomposites*. pág 2218, Año 1994.

[20] Resinas Epoxi. *Adhesivos de endurecimiento físico-adhesivos termofundibles*. <http://resinasepoxi.com.ar/page/2/>

[21] Tecnología de Plásticos Resina Epoxi. <http://tecnologiadelosplasticos.blogspot.com/2011/08/resina-epoxi.html>

[22] Gillham J. *Formation and Properties of thermosetting and high Tg polymeric materials*. Año 1986.

- [23] Jang-Kyo Kim, Chugang Hu, Ricky S.C. Woo, Man-Lung Sham. *Moisture barrier characteristics of organoclay-epoxy nanocomposites*. Elsevier, Composites Science and Technology, 2005.
- [24] Kim J., Hu C., Woo R., Sham M. *Moisture barrier characteristics of organoclays-epoxy nanocomposites*, Año 2004.
- [25] Departamento de Edafología y Química Agrícola. *Estructura de los filosilicatos de arcilla*. Universidad de Granada España. <http://edafologia.ugr.es/imaginter/arcillas/arcilla5.htm>
- [26] Jorden K. *Polimer-clay nanocomposite literatura*. Año 2001
- [27] Vaia R.A... *Interlayer structure and molecular environment of alkylammonium layered silicates*. Cornell University, Año 1994.
- [28] Peter C. *Polymer-layered silicate nanocomposites: an overview*. Michigan State University, El Sevier, Año 1999.
- [29] Quitmeyer, J.A.. *Amine carboxylates: additives in metalworking fluids*. Lubr. Eng., Año 1996.
- [30] Vourinen, E., W. Skinner. *Amine carboxylates as vapour phase corrosion inhibitors*. Br. Corros. J., Año 2002.
- [31] James G. *Chemistry of corrosion inhibitors, Cement & Concrete Composite*. 26 (2004), 181-189
- [32] Bastidas J.M., Mora E., Feliu S. *Tributylamine as corrosion inhibitor for mild steel in hydrochloric acid*. Año 1990.
- [33] Cortec. *Inhibidores de Corrosión de nueva generación*. <http://www.cortecvci.com>
- [34] Additives & Instruments. *BYK306 ficha de datos de seguridad*. www.comindex.es/HDS/BYK/BYK-306_FDS.PDF
- [35] Quarmley J, Rossi A. *Nanoclays: opportunities in polymer compounds*. Revista: Industrial Minerals, núm: 400 , pág: 47-49, 52-53, ISSN: 0019-8544. Jan. 2001.

- [36] Rockboot Additive. *Cloisite and nanofil additives*. http://www.nanoclay.com/selection_chart.asp
- [37] Kim J., Hu C., Woo R., Sham M. *Moisture barrier characteristics of organoclays-epoxy nanocomposites*. Año 2004.
- [38] Montoya D., García M. *Arcillas industriales: yacimientos y aplicaciones. En: yacimientos minerales*. Editores: R. Lunar y R. Oyarzun. Editorial Centro de Estudios Ramon Areces, S. A. Madrid. pgs 582-608.
- [39] Sealy, Cordelia. *Nanomaterials – the driving force*. Revista: Nanotoday, pág: 20-29. Dic 2004.
- [40] Euroinnova. *Investigación en Nanotecnología*. Año 2011. <http://www.euroinnova-navarra.eu>.
- [41] Chenggang Chen. *Epoxy layered-silicate nanocomposites*. Elsevier, Año 2003.
- [42] Southern Clay Product. *Nanoclay*. Enero 2011. www.nanoclay.com.
- [43] Neunano. *Cloisite 20A typical physical properties bulletin*. http://www.neunano.com/index.php?option=com_content&view=article&id=71&Itemid=82
- [44] Southern Clay Products, INC./ Product Bulletin. *Cloisite Na typical physical properties bulletin*. Gonzales - USA.
- [45] Southern Clay Products, INC./ Product Bulletin. *Cloisite 20A typical physical properties bulletin*. Gonzales - USA.
- [46] Orte Crespo J. *Sistemas de protección mediante el uso de inhibidores de corrosión migratorios*. Año 2009 <http://www.portal-watch.es/index.php?item=529>
- [47] Tratamientos Epoxi. *Tratamiento de superficie con: resina epoxi, pintura epoxi y multicapa epoxi*. <http://www.hormisol.com/pdf/epoxi.pdf>

[48] Southern Clay Products, INC./ Product Bulletin. *Jeffamine D-230. Typical physical properties bulletin.*

[49] Additives & Instruments. *Folleto técnico BYK.* Germany. <http://es.scribd.com/doc/52256620/BYK-306-Folleto-Tecnico>

[50] Graco Inc. *Sistemas de secado de aire con desecante.* Minneapolis. [http://wwwd.graco.com/Distributors/DLibrary.nsf/Files/312124/\\$file/312124G.pdf](http://wwwd.graco.com/Distributors/DLibrary.nsf/Files/312124/$file/312124G.pdf)

[51] Mol Labs. Reactivos para análisis. *Hoja técnica alcohol etílico.* http://seia.sea.gob.cl/archivos/Anexo_A1.XII_3._Ficha_Tecnica_Alcohol_Etilico_Mol_Labs.pdf

[52] Winkler. *Ficha de seguridad Química acetona.* <http://www.lco.cl/operations/safety-and-health/technical-info/safety-data-sheets/Ficha%20seguridad%20Acetona.pdf>

[53] Marie-Claude, Martine C. *Cosmetología.* Barcelona – España. http://books.google.com.ec/books?id=HM0TI6T0IKkC&pg=PA24&dq=AGUA+DESMINERALIZADA&hl=es&ei=Bno1TtmWFsW4twe2-oSUDQ&sa=X&oi=book_result&ct=book-thumbnail&resnum=1&ved=0CC8Q6wEwAA#v=onepage&q=AGUA%20DESMINERALIZADA&f=false

[54] Polilibros. *Instrumental del laboratorio clínico, limpieza y esterilización.* http://www.cecyt15.ipn.mx/polilibros/instrumenta/contenido/unidades/unidad_1.htm

[55] Open Course Ware. *Plásticos.* Universidad de Salamanca. <http://ocw.usal.es/eduCommons/enseanzas-tecnicas/materiales-ii/contenidos/PLASTICOS.pdf>

[56] Soleus Air. *Deshumidificador portátil manual de instrucciones.* http://www.soleusair.com/Manuals/Dehumidifiers/SG_DEH-45_1_Manual.pdf

[57] Twilight. Equipo de laboratorio y pruebas para la industria. *Kit de adherencia.* <http://www.twilight.com.mx/bg/ka/kitadherencia.htm>

[58] Gardco. *Pencil hardness gauge*.
<http://www.gardco.com/pages/hardness/pdf/h501pencilhardness.pdf>

[59] Yareth Químicos Ltda. *Agitador mecánico con indicador de velocidad, ficha técnica*.
<http://www.yarethquimicos.com/>

[60] Wikipedia. *Mechero de bunsen*.
http://es.wikipedia.org/wiki/Mechero_Bunsen

[61] PANalytical. *Análisis estructural DRX*.
<http://www.electrargen.com.ar/drx.asp>

[62] Cabrera A. *Difracción de Bragg*. Universidad Católica de Chile.
<http://servicios.fis.puc.cl/rayosx/teoria.html>

[63] Donald P., Gary L., George K. *Introduction to spectroscopy*. Saunders College Publishing---United States of America, Año 1929.

[64] ASTM D3359. *Standard Test Methods for Measuring Adhesion by Tape Test*.

[65] López A., Sifuentes P., Jin Kap. *Síntesis de nanocompuestos de nylon 6-peo/arcilla mediante una polimerización hidrolítica*. Universidad Juárez Autónoma de Tabasco, México.
<http://www.imiq.org/wp-content/uploads/2012/02/19106.pdf>

[66] Elsevier. *The influence of some new montmorillonite modifier agents on the epoxy-montmorillonite nanocomposite structure*. Applied Clay Science, Año 2010.

[67] PDMS Reactive & Functional Polymers. *Organic-inorganic hybrids containing polyimide, OMT clay and in situ fomed*, Año 2007.

[68] Garea S., Horia L., Ancuta B. *New organophilic agents of montmorillonite used as reinforcing agent in epoxy nanocomposites*. Romania, Septiembre 2007.

[69] García C. *Propiedades mecánicas de los materiales*. Universidad Nacional de Colombia, Medellín.
<http://www.unalmed.edu.co/~cpgarcia/mecanicas.PDF>

[70] Mott R. *Diseño de elementos de máquinas*. Cuarta Edición. http://books.google.com.ec/books?id=nrYd_BjTL0UC&pg=PA35&lpg=PA35&dq=a+que+porcentaje+de+elongacion+se+considera+que+un+material+es+fragil&source=bl&ots=1AJu19oecG&sig=EAXy2brjZBjaFUkuquCVjFQDwcM&hl=es&sa=X&ei=9zYoT5fcEaWc2AXPkIngAg&ved=0CCEQ6AEwAA#v=onepage&q=a%20que%20porcentaje%20de%20elongacion%20se%20considera%20que%20un%20material%20es%20fragil&f=false

[71] Vivancos V. *Práctica de agentes limpiantes*. Universidad Politécnica de Valencia, Año 2009.
<http://victoriavivancos.blogspot.com/2009/01/pctica-de-agentes-limpantes.html>

[72] Jose A., Gonzalez F. *Teoría y práctica de la lucha contra la corrosión*.

[73] Giudice C., Pereira A. *Control de calidad de películas de pinturas*. Universidad Tecnológica Nacional Facultad Regional La Plata, Buenos Aires.
<http://www.frlp.utn.edu.ar/materias/protecmat/calidad.pdf>