

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y MATEMÁTICAS**

INFORME DE MATERIA INTEGRADORA

**“DESARROLLO DE COMPUESTOS DE EPÓXICO Y
GRAFITO EXPANDIDO PARA PLACA BIPOLAR DE CELDA
DE COMBUSTIBLE”**

Previo a la obtención del título de

INGENIERO QUÍMICO

Autores

**KAROL VERÓNICA LEAL ZAVALA
JORGE GUSTAVO MEDINA ANDRADE**

GUAYAQUIL – ECUADOR

AÑO 2018

RESUMEN

Las celdas de combustibles de hidrógeno y aire son una alternativa prometedora frente a los combustibles fósiles. Una parte fundamental de estas celdas son las placas bipolares que deben cumplir con buenas propiedades mecánicas y de conductividad eléctrica. Los materiales con que se elaboran las placas bipolares son de gran importancia para las propiedades que estas presenten.

El presente proyecto se enfoca en la obtención de un compuesto que pueda ser empleado como placa bipolar basado en los requerimientos establecidos por normativas internacionales. Se divide en tres etapas: Primero, el estudio y determinación del procedimiento para la elaboración de placas bipolares mediante estudio bibliográfico y experimental, segundo, determinación de tipo de relleno secundario y composición en la que presente la mejor conductividad eléctrica, y finalmente, la determinación de la composición óptima de resina – grafito que brinde los mejores resultados en las propiedades eléctricas y mecánicas del compuesto.

Se comparan las conductividades eléctricas de nano-láminas y negro de carbono como refuerzos secundarios. Una combinación 10% en peso de negro de carbono en una mezcla de 40% grafito – 60% resina epóxica, presenta los mejores resultados con una conductividad de $3,05 \cdot 10^{-2} \text{ S/cm}$.

Se estudia la influencia del contenido de grafito usando grafito expandido como refuerzo principal en las propiedades eléctricas y mecánicas de flexión y tracción en composiciones que variaron del 40% al 70%, donde se requirieron elevadas concentraciones de grafito para obtener altas conductividades eléctricas, pero disminuyen las propiedades mecánicas y se complica la manufactura.

Para la elaboración de estos compuestos se empleó un mezclador de alta velocidad y se utilizaron materiales fácilmente comerciables como grafito expandible, resina epóxica EPON – 828, y el agente curante Epikure 3233.

Palabras clave: *placas bipolares, conductividad eléctrica, flexión, tracción, relleno secundario*

ABSTRACT

Fuel cells that use hydrogen and Oxygen from air are a promising alternative in front of fossil fuels. A fundamental piece of fuel cells are the bipolar plates which must have to achieve good mechanical and electrical properties. Materials from which bipolar plates are elaborates have huge importance in the final properties of this element.

The present work focuses on the obtaining of a composites that could be employed as a material for bipolar plates, based on international requirements. It is divided in three stages, first, the study and determination of the procedure to produce bipolar plates through references and experimentation, secondly, the determination of secondary conductive filler that gives the best electric conductivity. At last, the determination of optimum composition of resin-graphite that will deliver the best results in electric and mechanical properties.

It is being compared the conductivities of composites with nanoplatelets and Carbon black. A 10% weight of CB in a 40% Graphite-60% resin composites, presents the best results with an electrical conductivity $3,05 \times 10^{-2}$ S/cm.

The influence of the graphite content on electrical properties and mechanical properties of tension and flexural strength is being studied. Compositions from 40% to 70% of graphite were used. At higher graphite compositions, electrical properties improve, but mechanical properties get compromised and the manufacture gets complicated.

For the elaboration of this composites the SpeedMixer from Flacktek was used. And as an aggregate value, commercial materials were used, such as, expandable graphite, epoxy resin EPON-828, and the curing agent Epikure 3233.

Key words: *bipolar plates, electric conductivity, flexion, traction, secondary filler.*

DEDICATORIA

El presente trabajo se lo dedico a mis padres, por su apoyo incondicional y por su esfuerzo, comprensión y sacrificio para que esta meta se vuelva realidad.

A mis hermanos y abuelos, por su amor y porque son una parte fundamental en mi vida.

Karol Leal Zavala

Este trabajo se lo dedico a mis padres, que siempre han sido fieles a su filosofía de vida y me han guiado a lo largo de todo el trayecto.

Jorge Medina Andrade

AGRADECIMIENTOS

Nuestros más sinceros agradecimientos a Dios por su protección y bendiciones.

A nuestra familia, que nos han guiado y apoyado a lo largo de este camino.

A nuestro tutor de tesis, el Dr. Andrés Rigail, por su tiempo y constante apoyo.

A José, por su colaboración en la ejecución de este proyecto.

A los ingenieros Julio Cáceres, Mónica Chávez y Jimmy Córdova, y a todo el personal de LEMAT, ya que gracias a ellos pudimos culminar este proyecto.

DECLARACIÓN EXPRESA

“La responsabilidad del contenido desarrollado en la presente propuesta de la materia integradora corresponde exclusivamente al equipo conformado por:

Karol Verónica Leal Zavala

Jorge Gustavo Medina Andrade

Y el patrimonio intelectual del mismo a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL”.

Karol Leal Zavala

Jorge Medina Andrade

SIGLAS

ASTM	American Society for Testing and Material
CB	Negro de carbono
DOE	Departamento de Energía
GE	Grafito Expandido
ESPOL	Escuela Superior Politécnica del Litoral
HTD	Temperatura de distorsión térmica
IEA	Agencia Internacional de Energía
LEMAT	Laboratorio de Materiales
MEA	Montaje de membrana y electrones
N99	Nano 99
PEM	Membrana polimérica de intercambio de protones
SEM	Microscopio Electrónico de Barrido
T _c	Temperatura de curado
T _g	Temperatura de transición vítrea

ÍNDICE GENERAL

RESUMEN.....	II
ABSTRACT.....	III
DEDICATORIA	IV
AGRADECIMIENTOS.....	V
DECLARACIÓN EXPRESA	VI
SIGLAS.....	VII
ÍNDICE DE GRÁFICOS	XI
ÍNDICE DE ILUSTRACIONES	XII
ÍNDICE DE TABLAS	XIII
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPÍTULO 1.....	5
1. MARCO TEÓRICO	5
1.1. Celdas de combustible	5
1.1.1. Componentes de Celdas de Combustible	6
1.1.2. Placas bipolares.....	7
1.2. Grafito expandible intercalado	9
1.3. Conductividad en placas bipolares	10
1.3.1. Teoría de Percolación	10
1.3.2. Tamaño de partícula	12
1.3.3. Relleno secundario	13
1.4. Polímero de compuesto	14
1.5. Reacción de curado.....	15
1.5.1. Consideraciones del curado de termoestables.....	16
CAPÍTULO 2.....	21
2. METODOLOGÍA	21
2.1. Selección de materiales	21

2.1.1.	Relación de agente curante con resina epóxica	21
2.1.2.	Expansión de grafito expandible	22
2.2.	Preparación de los compuestos	22
2.2.1.	Contenido de grafito menor o igual a 0,50.....	23
2.2.2.	Contenido de grafito mayor a 0,50	24
2.2.3.	Preparación del molde	25
2.2.4.	Equipos empleados	25
2.2.5.	Variables del proceso.....	26
2.3.	Determinación del relleno Secundario.	29
2.4.	Microscopía electrónica de barrido (SEM)	30
2.5.	Espectroscopia de dispersión de energía de rayos X (EDX)	30
2.6.	Propiedades Mecánicas.....	30
CAPÍTULO 3.....		35
3.	RESULTADOS.....	35
3.1.	Velocidad de mezcla resina – grafito – curador.	35
3.2.	Tiempo de vacío	37
3.3.	Tiempo de pre – curado.....	37
3.4.	Elección del desmoldante	38
3.5.	SEM.....	40
3.5.1.	Grafito sin expandir	40
3.5.2.	Grafito expandido.....	40
3.5.3.	Nano 99	41
3.5.4.	Negro de carbono	41
3.6.	Espectroscopia de dispersión de energía de rayos X	42
3.6.1.	Grafito sin expandir	42
3.6.2.	Grafito expandido	44
3.7.	Determinación de relleno secundario.....	45

3.7.1. Nano 99 como relleno secundario	45
3.7.2. Negro de carbono como relleno secundario	46
3.8. Determinación de la composición óptima de resina – grafito.	47
CAPÍTULO 4.....	54
4. Análisis de resultados	54
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	59
Conclusiones.....	59
Recomendaciones.....	60
REFERENCIAS	62
GLOSARIO DE TÉRMINOS Y SIMBOLOGÍA.....	65
SIMBOLOGÍA.....	65
ANEXOS.....	66
ANEXO A. PLACA BIPOLAR EUROPEA	67
ANEXO B. DESARROLLO DE PLACA BIPOLAR.....	68
ANEXO C. FICHA TÉCNICA DE EPON 828.....	70
ANEXO D. FICHA TÉCNICA DE AGENTE CURADOR.....	78
ANEXO E. DETERMINACIÓN DE COMPOSICIÓN RESINA/CURADOR.....	80

ÍNDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 1.1. Variación de la temperatura de distorsión con la concentración de JEFFAMINE.....	19
Gráfico 2.1. Diagrama de proceso para la elaboración de probetas con contenido de grafito menor o igual al 50% en peso.....	23
Gráfico 2.2. Diagrama de proceso para la elaboración de probetas con un contenido de grafito mayor al 50% en peso.....	24
Gráfico 3.1. Curva de viscosidad en función del tiempo, de una muestra de grafito - resina epóxica - agente curante.....	38
Gráfico 3.2. Conductividades eléctricas en función de la variación en la concentración de N99 como relleno secundario.....	46
Gráfico 3.3. Conductividades eléctricas en función de la variación en la concentración del CB como relleno secundario	47
Gráfico 3.4. Conductividades eléctricas en función de la variación en la concentración de grafito.....	49
Gráfico 3.5. Variación del esfuerzo de tensión en función del contenido de grafito expandido con 10% de CB.....	50
Gráfico 3.6. Variación del esfuerzo de flexión en función del contenido de grafito expandido	52

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

Ilustración 1.1. Principio de operación de las celdas de combustible tipo PEM.....	5
Ilustración 1.2 Componentes de una celda de combustible	7
Ilustración 1.3. Representación de grafito intercalado sin expandir y expandido..	10
Ilustración 1.4. Variación de la conductividad en base al contenido del relleno....	11
Ilustración 1.5. Rango de conductividades ($S\ cm^{-1}$) para compuestos aislantes, semiconductores y conductores.....	12
Ilustración 1.6. Representación del fenómeno de percolación.	12
Ilustración 1.7 Estructuras moleculares de: a) Resina EPON 828, y b) EPIKURE 3233.....	15
Ilustración 1.8 Reacción de curado de una amina genérica con grupos epoxi	15
Ilustración 1.9. Curado de termoestables.....	17
Ilustración 2.1. Grafito intercalado antes y después de ser expandido en un microondas.	22
Ilustración 2.2. Preparación del molde previo a la elaboración de probetas	25
Ilustración 2.3 Equipos utilizados para la metodología a) Sistema de vacío: Bomba de vacío y recipiente de vacío, b) SpeedMixer.....	26
Ilustración 2.4 Mezcla homogénea de acetona y resina EPON – 828	28
Ilustración 2.5 Polvo resultante de la evaporación de acetona	28
Ilustración 2.6 Opciones de desmoldantes a) Nitruro de Boro,.....	29
Ilustración 2.7. CPC 100, OMICROM.....	30
Ilustración 2.8. Ejemplo de medición empleando MEGGER.....	30
Ilustración 2.9 Esquema para prueba de flexión	31
Ilustración 2.10 Tipo de probeta utilizada para prueba de flexión.....	32
Ilustración 2.11 Equipo y tipo de probetas utilizadas en prueba de tensión.....	33
Ilustración 3.1. SEM del grafito sin expandir.	40
Ilustración 3.2. SEM del grafito expandido	40
Ilustración 3.3. SEM del N99.....	41
Ilustración 3.4. SEM del CB	41
Ilustración 3.5. EDX de una partícula del grafito sin expandir	42
Ilustración 3.6. EDX de una partícula del grafito sin expandir	43
Ilustración 3.7. EDX de una partícula del grafito expandido	44

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 Parámetros DOE para Placas Bipolares	8
Tabla 2.1. Composiciones en peso del compuesto resina – grafito expandido	23
Tabla 3.1. Resultados de mezcla resina – grafito – curador a diferentes velocidades de mezclado	35
Tabla 3.2. Resultados de apreciación de burbujas en las probetas a diferentes velocidades de mezcla.....	36
Tabla 3.3. Burbujas en acabado final en base al tiempo de vacío.....	37
Tabla 3.4. Comparación de desmoldantes comerciales en base a su aplicación frente a resina epóxica.....	39
Tabla 3.5. Conductividades eléctricas en función de la variación en la concentración del N99 como relleno secundario	45
Tabla 3.6. Conductividades eléctricas en función de la variación en la concentración de CB como relleno secundario	46
Tabla 3.7. Conductividades eléctricas en función de la variación en la concentración de grafito.....	48
Tabla 3.8. Variación del esfuerzo de tensión en función del contenido de grafito expandido	50
Tabla 3.9. Variación del esfuerzo de flexión en función del contenido de grafito expandido	51

INTRODUCCIÓN

El uso de combustibles fósiles para la generación de energía data desde la Revolución Industrial en el siglo XVIII y ha ido incrementando paulatinamente con el paso de los años, representando al año 2014 el 80.81% de la energía total que se produce. (The World Data Bank, 2017)

La energía fósil contribuye a un representativo progreso económico y social en diversos países, pero a su vez, genera grandes emisiones de gases de efecto invernadero como: dióxido de carbono, monóxido de carbono, óxidos de nitrógeno y metano, asociados con el aumento de la temperatura superficial del planeta; y de óxidos de nitrógeno y de azufre, causantes de lluvias ácidas (Independent Statistics & Analysis & U.S. Department of Energy, 2017). Una de las principales fuentes son los automóviles, que generan aproximadamente $\frac{1}{3}$ de las emisiones generales. (López, 2011)

El uso de energías fósiles no representa solamente un riesgo para el medioambiente, sino también para la salud. La Agencia Internacional de Energía (IEA por sus siglas en inglés), manifiesta que la polución ocasionada por quema de carbón y derivados del petróleo en plantas eléctricas, industrias y en automotores, son las responsables de aproximadamente 3 millones de muertes prematuras cada año.

Entre las alternativas al uso de energías de origen fósil están las celdas de combustibles, las cuales usan hidrógeno y oxígeno del aire como combustible. Si bien son una fuente de energía eficiente, debido a que la energía se la obtiene directamente de una reacción química, aún son costosas tanto por el almacenaje del combustible, hidrógeno, como de las partes que la componen. Una pieza clave de las celdas de combustible es la placa bipolar. Las placas bipolares son un componente que, si bien no intervienen con la reacción ni la generación de energía, son imprescindibles para el ensamblaje de varias celdas en serie y/o paralelo. Las placas bipolares representan el 80% del peso total de una celda de combustible, y el 40% del costo total. (Kang, Park, & Ju, 2014)

Las placas bipolares tradicionalmente son de grafito por su estabilidad química y alta conductividad, pero su fragilidad aumenta los costos de producción y limita su aplicabilidad. Alternativas prometedoras al grafito son las aleaciones metálicas y los compuestos de polímero – grafito. (Heo et al., 2007)

Antunes, De Oliveira, Ett, & Ett, 2011, recopilan el desarrollo de compuestos para placas bipolares y los autores dan un listado completo de los factores que más interesan a la comunidad científica para dar seguimiento e investigación. Entre los factores están: El tamaño de partícula de relleno conductivo, uso de rellenos secundarios de tamaño de partícula menor, temperatura y tiempo de curado, entre otros. Kang et al., 2014 describe y estudia las tendencias que tiene el incremento del porcentaje de resina en las propiedades mecánicas, concluyendo que a mayor contenido de resina mejoran las propiedades mecánicas, disminuye la fragilidad, y disminuyen las eléctricas, afectando a la conductividad. Suherman, Sahari, & Sulong, 2013 estudiaron la viabilidad de usar negro de carbono como relleno secundario en placas bipolares demostrando que genera un efecto sinérgico, en conjunto con grafito, mejorando las propiedades tanto eléctrica como mecánicas de compuestos de resina grafito. A su vez, los autores señalan que el negro de carbono presenta resultados variados en múltiples investigaciones dando composiciones óptimas de CB de 5%, 10% y 20%.

A partir de esto, se plantea el estudio de compuestos de resinas epóxicas y grafito expandido, que cumplirán con las especificaciones del Departamento de energía, DOE, para su aplicación como placas bipolares, empleando rellenos primarios y secundarios que aportarán mejoras en sus propiedades.

El objetivo general de la investigación es desarrollar un material que sea técnicamente viable como materia prima de placas bipolares de celdas de combustible, que cumpla los parámetros técnicos; mediante la comparación de propiedades eléctricas y mecánicas de compuestos resina-carbono de distintas composiciones. Para esto, se determina el porcentaje de relleno secundario adecuado, entre Nano 99 (N99) y CB, comparando conductividades con la finalidad de mejorar las propiedades eléctricas del compuesto. Se desarrolla un procedimiento sistematizado para la elaboración de las probetas, basado en las

propiedades de los compuestos a mezclarse y equipos a utilizarse. Y se analizan las tendencias de las propiedades eléctricas y mecánicas del compuesto a través de gráficas para comparar resultados.

El estudio tuvo una duración de 4 meses y a continuación se presentarán la metodología, el desarrollo y los resultados de la investigación.

CAPÍTULO 1

MARCO TEÓRICO

CAPÍTULO 1

1. MARCO TEÓRICO

1.1. Celdas de combustible

Las celdas de combustible son equipos que transforman energía química en energía eléctrica. Aunque las celdas se asemejan a las baterías, ya que ambos poseen un electrolito y electrodos negativo y positivo, se distinguen de las pilas electroquímicas en que las celdas de combustible reciben un flujo continuo de combustible, por lo que no hay agotamiento, mientras que las pilas tienen una cantidad fija de combustible que se consume con el tiempo y una vez agotado, se desechan o se deben recargar. (Asensio, 2011)

El combustible que emplean estas celdas son hidrógeno (H_2) y Oxígeno (O_2), obtenido del aire, y sus productos son agua y energía. El funcionamiento de estas pilas, junto con su reacción se puede apreciar en la Ilustración 1.1., a continuación:

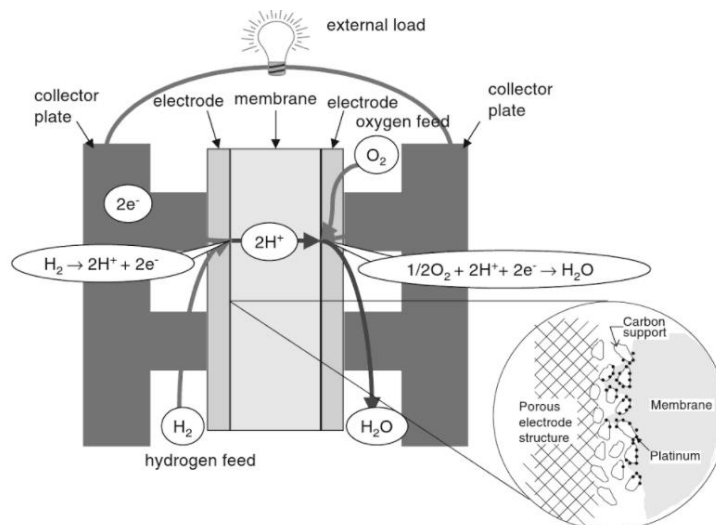


Ilustración 1.1. Principio de operación de las celdas de combustible tipo PEM

Fuente: Barbir, 2013

1.1.1. Componentes de Celdas de Combustible

Típicamente, una celda de combustible se compone de una membrana polimérica de intercambio de protones, PEM por sus siglas en inglés, que es el corazón de la celda de combustible y debe permitir el paso solo de protones mas no de electrones ni otras sustancias con potencial de alterar la reacción química. Los protones se generan en el ánodo y la reacción que genera agua, en el cátodo. Ambos electrodos son catalizadores.

Capa catalítica. Una capa fina se agrega a ambos lados de la PEM. La capa consta de partículas en el orden de los nanómetros de platino dispersos en un soporte de carbono. El platino se mezcla con un ionómero y es compactado entre la membrana y capas difusoras de gases. El platino es el responsable de la separación de la molécula de hidrógeno en protones y electrones y de permitir la reducción del oxígeno del aire. En conjunto, la membrana, el catalizador y las capas difusoras de gases forman el montaje de la membrana y electrodos, MEA por sus siglas en inglés.

Placas bipolares. Una celda individual entrega hasta 1 V en condiciones de operación normales, cantidad muy baja para la mayoría de las aplicaciones por lo que se debe poner celdas en serie y para que se den los voltajes necesarios. Las placas bipolares cumplen la función de comprimir la MEA y de unir celdas en serie (U.S. Department of Energy, 2018b). Estos componentes, junto con partes adicionales necesarias para el funcionamiento de la celda se muestran en la Ilustración 1.2.

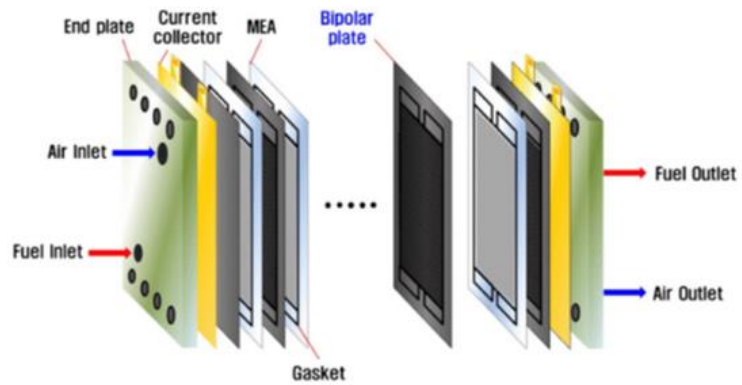


Ilustración 1.2 Componentes de una celda de combustible

Fuente: Kang et al., 2014

1.1.2. Placas bipolares

Las celdas de combustible se componen de elementos repetidos de la celda, una membrana, y placas bipolares. Las placas bipolares cumplen diversas funciones.

- Distribuyen uniformemente el combustible y el agente oxidante dentro de la celda.
- Facilitan el manejo del agua producida dentro de la celda.
- Separan celdas individuales
- Ayudan al transporte de carga
- Son el soporte estructural de la membrana de intercambio de protones.

Las placas bipolares, además de sus múltiples funciones, son críticas en la viabilidad de producción a gran escala de celdas de combustible pues representan el 80% del peso y el 40% del costo total de producción. (Kang et al., 2014)

Para que una placa bipolar sea comerciable el Departamento de Energía de los Estados Unidos plantea parámetros mínimos que debe cumplir, los cuales se aprecian en la tabla 1.1:

Tabla 1.1 Parámetros DOE para Placas Bipolares

Propiedad	Valor
Peso	<0,4 Kg KW ⁻¹
Resistencia a la Flexión	>25MPa
Flexibilidad	3-5%
Conductividad eléctrica	>100 S cm ⁻¹
Conductividad térmica	>10 W (mK) ⁻¹
Permeabilidad a Gases	<2x10 ⁻⁶ cm ³ cm ⁻² s ⁻¹ a 80°C y 3 atm
Resistencia a la corrosión	<1μA cm ⁻²

Fuente: U.S. Department of Energy, 2018

Aún pese a esto se comercializan placas bipolares con conductividades de mínimo 10 S cm⁻¹. (Ver Anexos)

1.1.2.1. Materiales de placas bipolares

Las placas bipolares se fabrican normalmente de grafito puro, que es un excelente conductor y con gran estabilidad química, pero quebradizo lo cual limita su aplicación dentro de vehículos.

El grafito es inherentemente poroso, por lo que debe pasar por tratamientos que lo vuelvan impermeable para evitar la difusión de gases de una celda a otra. Por el otro lado, fabricantes han utilizado esta misma porosidad del grafito para controlar el flujo saliente de agua. (Barbir, 2013; Kang et al., 2014)

Las *Aleaciones de metales* son una alternativa que presenta alta conductividad y rigidez, pero se les debe dar tratamientos adicionales para evitar corrosión que aumenta sus costos. Ya que las placas son expuestas a un ambiente corrosivo (pHs de 2 a 3 y temperaturas desde 60°C a 80°C). Las aleaciones que se pueden encontrar en el mercado son de Aluminio, Acero, Titanio y Níquel. Además, la posible disociación de iones en las condiciones ácidas de la celda y su posterior difusión representa

un riesgo para la conductividad y la eficiencia de la celda y de su vida útil ya que la membrana resultaría envenenada. (Barbir, 2013; Kang et al., 2014)

El uso de *compuestos de resina y grafito* se vuelve popular por su bajo costo y fácil fabricación. Las resinas pueden ser termoplásticas, como polipropileno, polietileno, o poliésteres de vinilo. O termoestables, como resinas fenólicas y epóxicas. Los rellenos conductores son tipos de grafitos como negro de carbono, grafito expandido, nanoplatelets, etc. De las características que atraen al uso de este material para placas bipolares resalta el del bajo tiempo de procesamiento, ya que pueden demorar desde 20 segundos en adelante (si se utiliza moldeo por inyección) o desde 20 min en adelante como moldeo por compresión. (Barbir, 2013)

1.2. Grafito expandible intercalado

El intercalado consiste en la adición de un material entre las capas de una partícula. Por lo tanto, el material intercalado posee la mayoría de sus propiedades originales, que se ven ligeramente afectadas por las características físicas y químicas del intercalante.

El grafito expandible, se obtiene del tratamiento de un grafito cristalino con ácido sulfúrico. El objetivo de este intercalado es permitir la formación de un compuesto exfoliante al ser sometido a altas temperaturas debido a la volatilización de los gases de sulfuro que producen presiones suficientemente altas que son capaces de separar las capas de grafito. En la ilustración 1.2. se enseñan dos partículas de grafito intercaladas, en a) sin expandir y en b) expandido luego de ser sometido al calor.

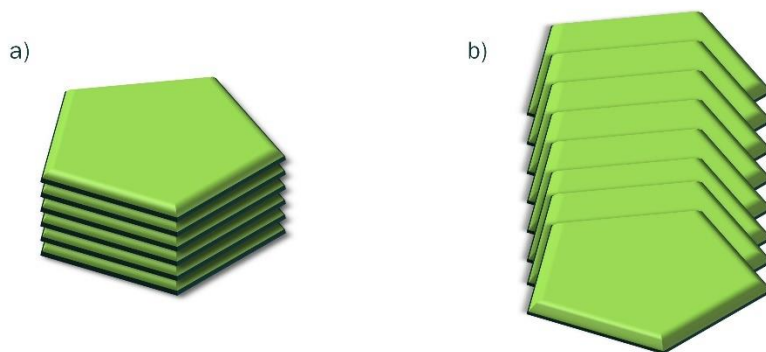


Ilustración 1.3. Representación de grafito intercalado sin expandir y expandido.

Fuente: Asbury Carbons, 2018b

1.3. Conductividad en placas bipolares

Las conductividades eléctricas se obtienen a partir de la resistencia eléctrica, empleando la siguiente ecuación:

$$C = \frac{1}{R} \times \frac{t}{l \times w} \quad (1.1)$$

Donde

C = conductividad eléctrica (S/cm)

R = resistencia eléctrica (Ω)

t = espesor

l = longitud de medición

w = ancho

Esta medición, se basa en la norma ASTM D 4496-87, en la cual indica que se miden las resistencias o conductividades de materiales medianamente conductivos para determinar sus propiedades eléctricas.

1.3.1. Teoría de Percolación

La conductividad de las placas bipolares se explica mediante la teoría de percolación. Se asume que el compuesto actúa como un

aislante cuando la fracción volumétrica del grafito es menor a un valor específico, conocido como el límite de percolación. Por encima de este valor, se forman infinidad de ramificaciones, caminos que permiten el paso de electrones, volviendo al compuesto conductor. (Antunes et al., 2011)

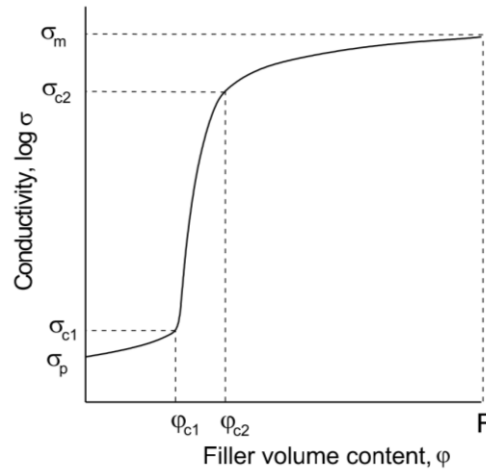


Ilustración 1.4. Variación de la conductividad en base al contenido del relleno.

Fuente: Mamunya, Davydenko, Pissis, & Lebedev, 2002

Como se aprecia en la Ilustración 1.4., cuando la composición de grafito es menor que ϕ_{c1} , la conductividad del compuesto la determina la resina, el compuesto es aislante. Entre las composiciones ϕ_{c1} y ϕ_{c2} , el compuesto está en zona de transición y tiene propiedades como semiconductor, y a composiciones mayores a ϕ_{c2} , el compuesto es un conductor. (Antunes et al., 2011).

En la ilustración 1.5. se observa los rangos de conductividad de compuestos poliméricos. De este se puede determinar si los compuestos obtenidos son aislantes, semiconductores o conductores.

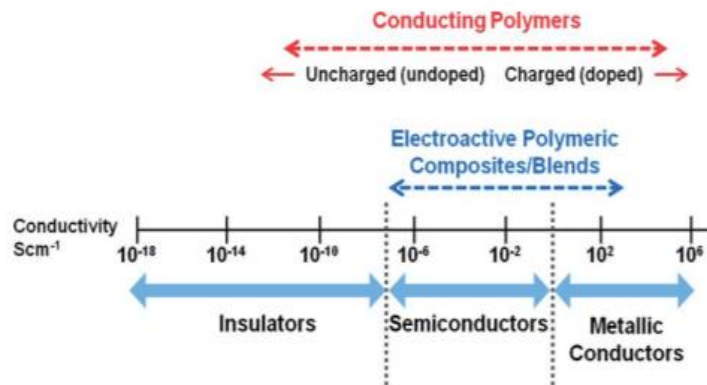


Ilustración 1.5. Rango de conductividades ($S\text{ cm}^{-1}$) para compuestos aislantes, semiconductores y conductores

Fuente: Kaur, Adhikari, Cass, Bown, & Gunatillake, 2015

Para dar una representación visual, en la Ilustración 1.6., se muestra la distribución que tiene el grafito en la matriz polimérica. En la figura a), se logran pocas o ninguna conexión efectiva del grafito que permita el paso de electrones, en la figura b), en donde la composición de grafito es mayor, se empieza a formar ramificaciones conductivas, y en la figura c), se forman infinidad de ramificaciones, el compuesto se vuelve un conductor.



Ilustración 1.6. Representación del fenómeno de percolación.

Fuente: Antunes, De Oliveira, Ett, & Ett, 2011

1.3.2. Tamaño de partícula

El tamaño de partícula del relleno conductor en las placas bipolares se ha determinado que influye tanto en la conductividad como en el procesamiento de las placas bipolares. A mayor tamaño de partícula del relleno conductor, menor área superficial de

contacto, disminuyendo la resistencia inter-partícula, Por otro lado, a menor tamaño de partícula existe una mayor compactación que con tamaños de partícula mayor, por lo que permite trabajar con composiciones de grafito mayores facilitando la producción de placas bipolares. (Hui, Hong-bo, Li, Jian-xin, & Li, 2010)

1.3.3. Relleno secundario

Debido a que en la aglomeración de partículas de un solo tamaño de partícula aparecen vacíos, espacios solo con resina aislante, se utilizan rellenos de grafito de tamaño de partícula menor para disminuir el tamaño de estos vacíos, aumentar los caminos conductivos, y de este modo aumentar la conductividad. (Chunhui, Mu, & Runzhang, 2008) Aun así, si la composición de relleno secundario aumenta suficiente, la estructura del relleno primario puede ser destruida, aumentando los poros del compuesto, lo que aumenta la resistividad. (Antunes et al., 2011)

El Negro de carbono es uno de los rellenos secundarios más estudiados. Su pequeño tamaño de partícula permite el relleno de vacíos entre las ramificaciones de grafito. (Antunes et al., 2011)

1.3.3.1. Negro de carbono

Negro de carbono es un carbón sólido amorfo que se produce por la deposición de partículas sólidas de carbono formadas en una fase gaseosa. Se manufactura por la combustión o craqueo térmico de hidrocarburos en condiciones reductoras. Posee el tamaño de partícula más fino de entre todos los grafitos industriales. (Asbury Carbons, 2018a)

Los resultados con negro de carbono varían en la literatura. Mighri et al. (Citado en Antunes et al., 2011) utilizó cuatro diferentes tipos de negro de carbono con distintas áreas superficiales y se determinó que la conductividad incrementaba a mayores áreas superficiales. Lee et al. (Citado en Antunes

et al., 2011) reporta que con refuerzo de negro de carbono se disminuye la cantidad total de relleno conductivo necesario, sin embargo, a proporciones mayores de 7.5% la conductividad disminuye. El valor optimo obtenido por dicho autor es de 5%. Mientras que Dhakate et al. (Citado en Antunes et al., 2011) obtiene resultados con tendencia similar, aunque la composición optima de negro de carbono es de 20% es dicho estudio. Esta diferencia surge de propiedades eléctricas intrínsecas y de la morfología tanto del relleno primario como del secundario.

1.3.3.2. Nano-99

El grafito Nano – 99, es un material elaborado a partir de grafito natural. Tiene un área superficial nominal de 400 m²/g. (Asbury Carbons, 2018a) .

En la literatura, no se encuentran estudios donde se utilice como relleno secundario, pero por su área superficial y bajo tamaño de partícula se plantea su uso en este trabajo.

1.4. Polímero de compuesto

Existen sin número de polímeros utilizados en compuestos de grafito para placas bipolares para celdas de combustible. Se clasifican en termoestables y termoplásticos. Los polímeros termoestables no son reciclables puesto que se degradan una vez que se vuelven a calentar, sin embargo, son más factibles de procesar incluyendo elevadas concentraciones de grafito. En este trabajo se emplean resinas termoestables epóxicas, las cuales se curan a temperaturas encima de la temperatura de transición vítrea, pero además se realizó un post – curado para asegurar un completo reticulado y evitar la presencia de monómeros libres, los cuales disminuyen la vida útil de la membrana de intercambio de protones de las celdas de combustible. (Antunes et al., 2011)

1.5. Reacción de curado

Para este trabajo se emplea el uso de resina Diglicidil éter de bisfenol A con nombre comercial EPON 828, un derivado de Bisfenol A y epiclorhidrina, con EPIKURE 3233 como agente curante. Las estructuras moleculares se observan en la ilustración 1.7 a continuación.

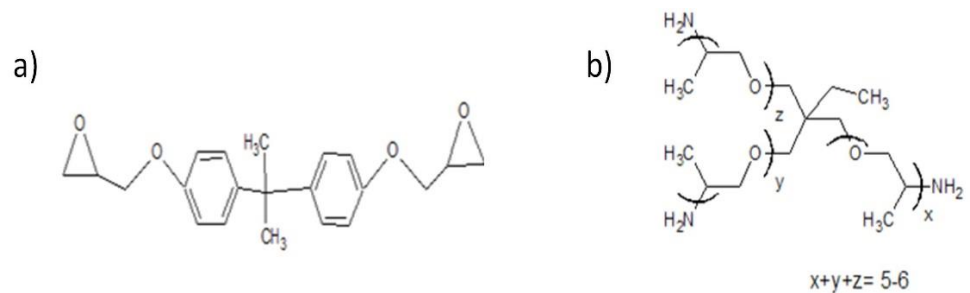


Ilustración 1.7 Estructuras moleculares de: a) Resina EPON 828, y b) EPIKURE 3233

La reacción ocurre entre los grupos amino del agente curante y los grupos epóxicos del DGEBPA. Cada grupo amino, al ser aminas primarias, puede reaccionar dos veces, y debido a sus características alifáticas el segundo hidrógeno de cada amina mantiene una reactividad similar a la inicial. La reacción se muestra en la ilustración 1.8:

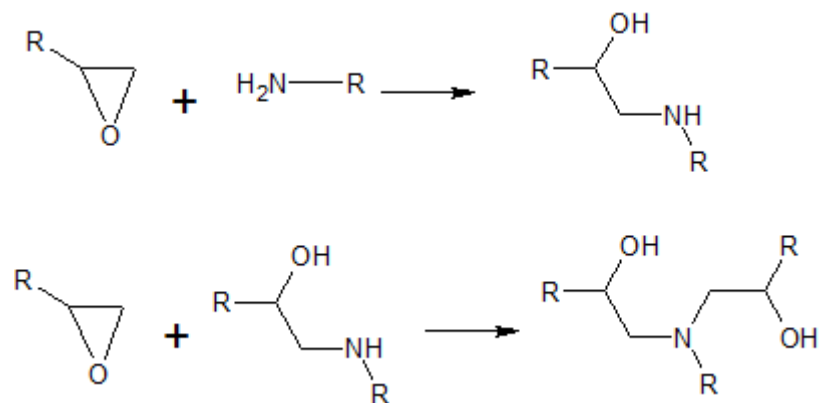


Ilustración 1.8 Reacción de curado de una amina genérica con grupos epoxi

Fuente: Castrillo Sánchez, 2010

Las reacciones de curado no solo se dan entre grupos amino sino también con grupos alcoholes. Si la concentración de grupos epoxi es menor que la de grupos amino, se disminuyen las reacciones secundarias con alcoholes, caso contrario, si la concentración de grupos epoxi es mayor, el agente curante se consume y los grupos funcionales sin reaccionar formarán enlaces con los mismos grupos OH formados en la reacción de curado. Se pueden dar reacciones de esterificación o epoxi – epóxico solo cuando la reacción se produce a elevadas temperaturas (Castrillo Sánchez, 2010)

1.5.1. Consideraciones del curado de termoestables

El curado de un termoestable es un proceso complejo que involucra una serie de pasos. La reacción empieza con la formación y prolongación de cadenas de monómeros, que luego empiezan a formar ramificaciones y a entrecruzarse. A medida que la reacción avanza, el peso molecular aumenta rápidamente y eventualmente se llega a pesos molecular infinitamente altos. Esto genera un cambio de estado de líquido a gel. El punto en que se logra el aumento repentino y elevado del peso molecular se conoce como el punto de gelación. Este proceso se puede observar en la Ilustración 1.9.

La gelación es una característica de los termoestables, su importancia yace en que a partir que se alcanza, el polímero ya no es procesable. Una vez alcanzado este punto, burbujas dentro del polímero ya no son liberables. Otro fenómeno, que sucede a la gelación, es la vitrificación de las cadenas. La vitrificación es la transformación a partir de un estado fluido viscoso a sólido y ocurre cuando la temperatura vítrea de la mezcla es igual a la temperatura de curado. De ahí que se deba curar a temperaturas mayores que la temperatura de transición vítrea para que no se dé el fenómeno de vitrificación y se alcance mayor grado de curado. (Turi, 1981) (Castrillo Sánchez, 2010)

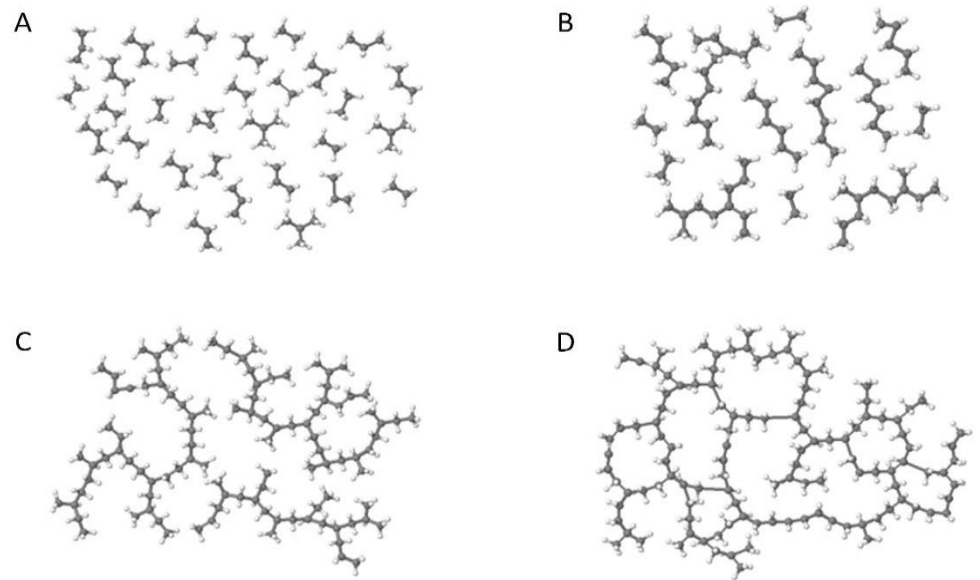


Ilustración 1.9. Curado de termoestables

Fuente: Turi, 1981

1.5.1.1. Temperatura

Como ya se mencionó arriba, la temperatura de curado debe ser escogida de tal modo que permita un curado correcto. De acuerdo *Kang, Park, & Ju, 2014* la temperatura de curado se elige en base a la temperatura de transición vítrea de la resina epóxica resultante de la reacción. La temperatura de curado, T_c , es ligeramente mayor a la T_g para asegurar que la reacción se lleve a cabo de una mejor manera puesto que si la $T_c \leq T_g$, las moléculas se congelan y la velocidad de reacción disminuirá significativamente.

En esta investigación se usa como reactivo curador a la amina comercial a base de polietertriaminas, EPIKURE 3233, cuya composición es igual al JEFFAMINE T-403 la cual acorde según su ficha técnica, al reaccionar con diversos compuestos epóxicos no presenta temperaturas de transición vítrea mayores a 90°C . Usualmente, cuando se han mezclado resinas termoestables con refuerzo, se suele post – curar a temperaturas

mayores para así inducir un movimiento de las cadenas y poder obtener un mayor grado de curado.

1.5.1.2. Tiempo de curado

El estudio del tiempo de curado toma mayor importancia para la optimización de un proceso a gran escala puesto que a menores tiempos de curado se obtienen velocidades de producción mayor.

Yang & Shi, 2008, estudiaron la influencia del tiempo de curado, en dicho estudio se consideró como tiempo de curado al tiempo en el que la composición se encontraba en el punto más alto de temperatura y presión. Se determina que existe un tiempo de curado sobre el cual las propiedades eléctricas sufren cambios insignificantes, lo que se percibe como el fin de la reacción de curado. (*Antunes et al., 2011*) Por lo tanto, el tiempo de curado asegura una conversión de reacción aceptable y por ende las propiedades mejoran considerablemente.

1.5.1.3. Relación agente curador y resina epóxica

La relación másica entre resina y curador es un punto crítico y debe ser elegido con sumo cuidado debido a que reactivos en exceso o limitantes pueden afectar el grado de reticulado o curado y por ende a las propiedades mecánicas de la resina epóxica. La relación óptima se consigue mezclando equivalentes químicos iguales de resina epóxica y curador, el cual se puede calcular teóricamente en base a pesos moleculares promedios y estructuras moleculares (número de grupos funcionales por molécula), o por métodos empíricos. Los métodos empíricos se prefieren debido a que toman en cuenta las condiciones reales de trabajo. (*Garibay Vasquez et al., 2005*)

El método empírico optimiza la temperatura de distorsión térmica (HTD) y la temperatura vítrea del polímero resultante. La HTD es

la temperatura a la cual el polímero resultante se distorsiona frente a una carga fija que, a diferencia de la temperatura vítrea, es una propiedad macromolecular. Ambas se relacionan, pero no deben intercambiarse. (R., Vasant; Gowariker, 1986) En el Gráfico 1.1. se muestra la variación de la HTD y T_g con respecto a la concentración de agente curante con respecto a la resina epóxica cuando su peso molecular promedio es 185.

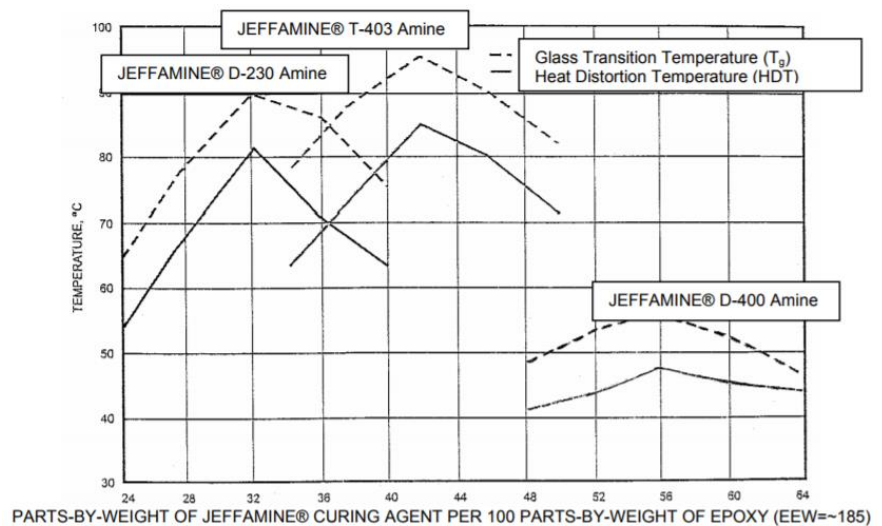


Gráfico 1.1. Variación de la temperatura de distorsión con la concentración de JEFFAMINE.

Fuente: Garibay Vasquez et al., 2005

CAPÍTULO 2

METODOLOGÍA

CAPÍTULO 2

2. METODOLOGÍA

El proyecto se desarrolló en el Laboratorio de Síntesis de Materiales de FIMCP y se basa en la elaboración de probetas de compuestos de resina epóxica y grafito expandido. Para lo cual se separa la investigación en tres etapas.

La primera etapa es la determinación de un proceso estándar para la preparación de las probetas de los diferentes ensayos de caracterización o propiedades eléctricas o mecánicas. La segunda etapa es la determinación del mejor refuerzo secundario, Nano 99 o Negro de carbono, y en que composición dentro del compuesto. Finalmente, la tercera etapa es la variación de las composiciones grafito – resina para analizar los cambios de las propiedades eléctricas y mecánicas.

La elaboración de las probetas de los compuestos de grafito incluye la selección de materiales a base de carbono, preparación de grafito expandible, selección de resinas epóxicas y amina, condiciones de procesamiento tanto de mezclado de materiales como del curado y sus variables.

2.1. Selección de materiales

Se utiliza la resina epóxica EPON – 828 y el agente curante EPIKURE 3233. Además, se trabaja con grafito expandido como relleno principal y, Nano 99 y negro de carbono como refuerzos secundarios.

2.1.1. Relación de agente curante con resina epóxica

Para la determinación de la relación entre agente curante y resina epóxica se utiliza el gráfico 1.1. ya que la resina EPON – 828 tiene un peso molecular promedio entre 185 y 192. Además, el agente

curante EPIKURE 3233 tiene la misma composición que la Jeffamine T-403.

Por lo tanto, se elige una relación de 43 partes agente curante por cada 100 partes de resina, phr, en donde se maximiza la temperatura de distorsión y temperatura vítrea.

2.1.2. Expansión de grafito expandible

El grafito expandible es la materia prima indispensable en el proceso ya que es el relleno principal del compuesto. Normalmente, la expansión de grafito expandible se realiza en un horno en un tiempo de 4 horas mínimo, pero de acuerdo con Wei, Fan, Luo, Zheng, & Xie, 2009 y Falcao et al., 2007. el uso de un microondas casero a máxima potencia por un minuto da resultados aceptables.

Para esta preparación se utilizó un microondas marca General Electric con máxima potencia de 1200W durante 1 minuto. En la Ilustración 2.1. se aprecia el grafito antes a) y después b) de ser expandido, siendo notorio el aumento de volumen.

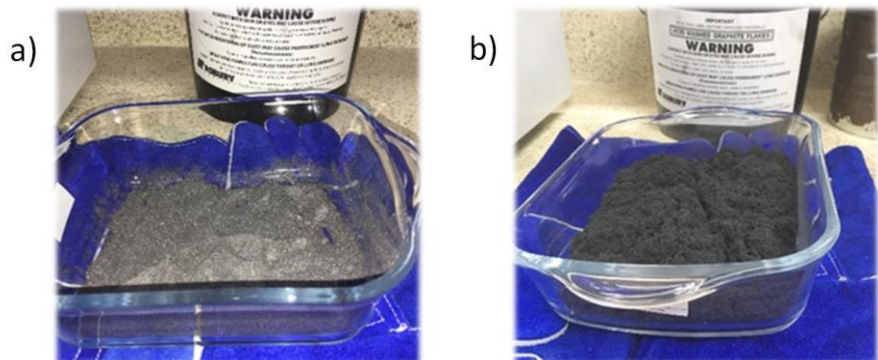


Ilustración 2.1. Grafito intercalado antes y después de ser expandido en un microondas.

2.2. Preparación de los compuestos

Se elaboraron compuestos con 40% resina – 60% grafito, variando la concentración de relleno secundario (Nano 99 y negro de carbono) entre 5% y 20%.

Posteriormente, se prepararon materiales con concentraciones de grafito desde el 40% hasta el 70% en peso, detallados en la Tabla 2.1. Para esto, se determinaron dos procedimientos diferentes para la elaboración de las probetas, dependiendo del contenido de grafito empleado.

Tabla 2.1. Composiciones en peso del compuesto resina – grafito expandido

Resina [%]	Grafito expandido [%]	FS*
60	40	0
60	40 – X	X
50	50 – X	X
40	60 – X	X
30	70 – X	X

X: proporción de relleno secundario

**FS: Relleno secundario, Nano99 o Negro de carbono*

2.2.1. Contenido de grafito menor o igual a 0,50

Para la elaboración de probetas con un contenido de grafito menor o igual al 50%, el procedimiento se detalla en el diagrama de bloques del Gráfico 2.1.

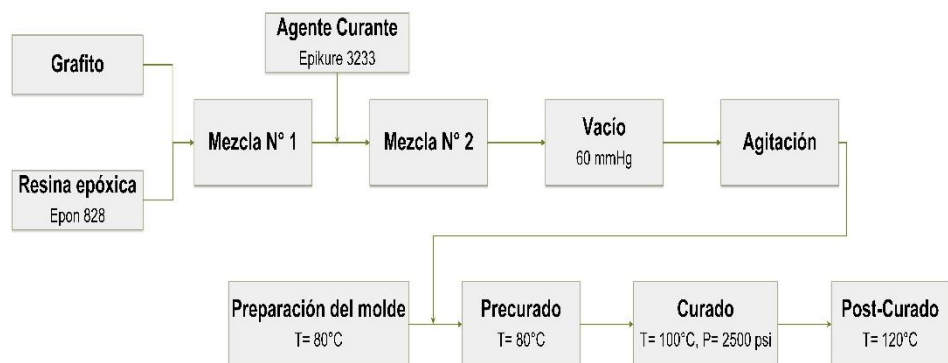


Gráfico 2.1. Diagrama de proceso para la elaboración de probetas con contenido de grafito menor o igual al 50% en peso.

Para estas probetas, se mezcla el grafito expandido con la resina epóxica en el SpeedMixer a 2500 RPM por dos minutos, se le añade el agente curante y se mezcla nuevamente para proceder a realizar vacíos por 5 minutos y agitación a 30 segundos. Paralelamente se prepara el molde y se lo precalienta a 80 °C. La mezcla N° 2, se vierte en el molde y se realiza el pre-curado, seguido por un curado de 15 minutos a 100 °C y 2500 psi de presión, para finalizar con un post-curado de 120 °C.

2.2.2. Contenido de grafito mayor a 0,50

Para mezclas con un contenido de grafito mayor al 50% en peso, el proceso de elaboración de probetas se detalla en el Gráfico 2.2.

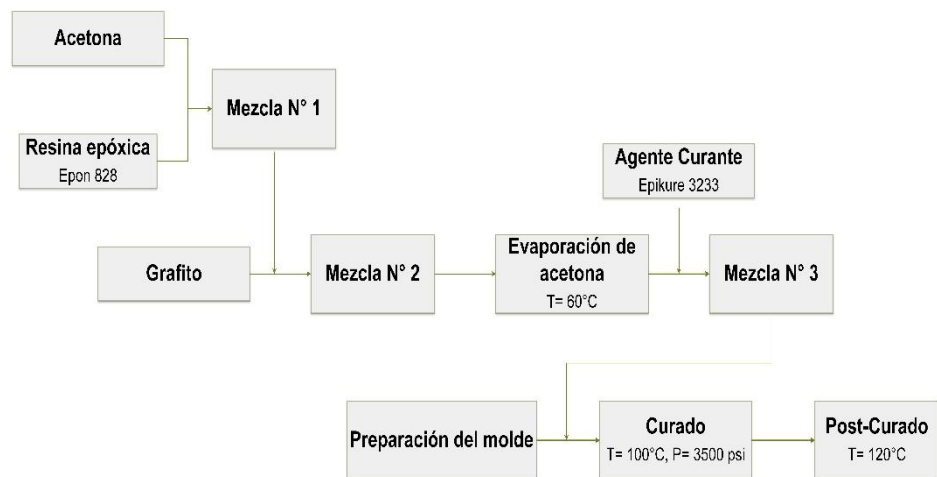


Gráfico 2.2. Diagrama de proceso para la elaboración de probetas con un contenido de grafito mayor al 50% en peso.

En la elaboración de estas probetas se emplea acetona debido a la dificultad de procesamiento de estas, dada a su consistencia tipo polvo. Para esto, se procede a mezclar la resina epóxica y la acetona, utilizando un agitador de vidrio y se lo añade al grafito, se mezcla en el SpeedMixer a 2500 RPM por dos minutos.

Posteriormente, se procede a evaporar la acetona de la mezcla N° 2 en baño maría, a una temperatura de 60° C. Cuando la mezcla

esté libre de acetona, se le añade el agente curante y se mezcla en el SpeedMixer. Una vez listo el molde se procede a verter la mezcla N° 3 para continuar con el curado a 100 °C y una presión de 3500 psi, finalizando con el post-curado a 120 °C

2.2.3. Preparación del molde

Para toda elaboración de probetas se sigue el mismo procedimiento de preparación del molde que consiste en una limpieza de este, seguido de la aplicación de una delgada capa de desmoldante, recubrimiento con una lámina de aluminio moldeada a la forma de las cavidades, finalizando con otra capa de desmoldante y el calentamiento del molde. En la Ilustración 2.2., se aprecia un molde listo para ser utilizado.



Ilustración 2.2. Preparación del molde previo a la elaboración de probetas

2.2.4. Equipos empleados

Para llevar a cabo este proyecto, se emplearon los equipos observados en la ilustración 2.3., ubicados en el Laboratorio de Síntesis de Materiales de FIMCP.

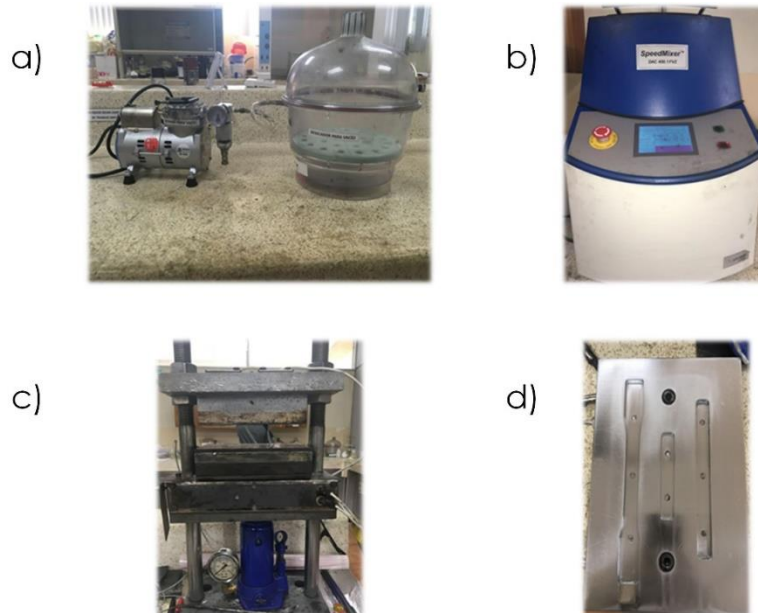


Ilustración 2.3 Equipos utilizados para la metodología a) Sistema de vacío: Bomba de vacío y recipiente de vacío, b) SpeedMixer c) Prensa y molde, d) molde para probetas

2.2.5. Variables del proceso

La elaboración de probetas incluye diversas variables en las condiciones del procesamiento:

2.2.5.1. Velocidad de mezclado resina – grafito

La velocidad de mezcla con el SpeedMixer de Flacktek se selecciona en base al trabajo realizado por Rigail & Schmidt en el 2015, donde se especifica una velocidad de 2500 RPM por un tiempo de 2 minutos.

2.2.5.2. Velocidad de mezclado resina – grafito – curador

La velocidad de esta mezcla influye en la presencia de burbujas en la probeta resultante. Para la determinación de la velocidad de mezclado se realizan pruebas con tres velocidades: 1500, 2000 y 2500 RPM; y se comparan criterios cualitativos: homogeneidad del mezclado y acabado superficial de la probeta resultante.

2.2.5.3. Tiempo de vacío

Por recomendación de Flacktek, se utiliza vacío para disminuir la presencia de burbujas en el acabado de la probeta resultante, previo a un mezclado para liberar las burbujas. Para determinar el tiempo de exposición al vacío, se realizan probetas con 15 y 20 min de vacío y se compara el acabado de la probeta resultante.

2.2.5.4. Tiempo de pre-curado

El pre-curado es el calentamiento de la muestra a una temperatura menor que la de curado. Se utiliza con el propósito de endurecer la mezcla líquida para que poder ejercer la presión necesaria con el molde. Se determina en base al punto de gelación, punto en que la viscosidad de la mezcla aumenta drásticamente, a $T=80^{\circ}\text{C}$. Esta prueba se realiza en el Laboratorio de Reología de FIMCP.

2.2.5.5. Temperatura de post-curado

Después que se alcanza el estado vítreo, la reacción ocurre solo por difusión por lo cual es extremadamente lenta. Por tanto, se requiere una mayor temperatura para conseguir que la reacción continúe y disminuyan la cantidad de cadenas cortas o monómeros sin reaccionar. La temperatura habitual de post-curado habitualmente oscila entre 20 y 30°C más que la temperatura de curado. (Castrillo Sánchez, 2010)

2.2.5.6. Uso de acetona como solvente

El uso de solvente se ve como necesidad a concentraciones elevadas de grafito ya que permite una mezcla homogénea con la resina. Para eso, se prepara una solución, empleando la resina epóxica y el solvente, que posteriormente será vertida en el grafito. En la Ilustración 2.4., se aprecia una mezcla

homogénea entre el solvente empleado, acetona y la resina epóxica EPON – 828.

En caso de no emplear solvente, se da una aglomeración de la resina, lo que evita una distribución uniforme en el compuesto. A concentraciones de grafito mayores a 50% se usan 30 mL de solvente que luego son volatilizados a baño maría a 60°C, obteniendo un polvo como se aprecia en la Ilustración 2.5.



Ilustración 2.4 Mezcla homogénea de acetona y resina EPON – 828



Ilustración 2.5 Polvo resultante de la evaporación de acetona

2.2.5.7. Selección de desmoldante

Luego de preparar el material, este se deposita en el molde de acero para obtener las probetas necesarias para cada prueba. Como se trabaja con resinas epóxicas se debe emplear un desmoldante para evitar que las muestras se adhieran al molde.

Para esto, se realizan pruebas sobre placas pulidas a las que se les aplica un tratamiento con desmoldante. Luego, se agrega

una mezcla de resina – grafito – curador y se deja en un horno a 100°C por 2 horas. Finalmente, se procede a retirar la muestra.

Con esto se busca determinar cualitativamente el desmoldante que permita de mejor manera la separación de la placa y la mezcla.

Se emplearon tres desmoldantes, que se aprecian en la Ilustración 2.6., Nitruro de boro, Anti-Rust OMYA MPP-12 y Pure – Eze Release.



Ilustración 2.6 Opciones de desmoldantes a) Nitruro de Boro, b) Pure – Eze Release c) Anti-Rust OMYA MPP-12

2.3. Determinación del relleno Secundario.

Se determina con cual relleno secundario y en qué concentración, se obtienen mejores resultados de conductividad eléctrica para usarse en la etapa 3 de la investigación.

Las pruebas se realizan en el Laboratorio de Sistemas de Potencia de FIEC con dos equipos que miden resistencia de manera confiable a diferentes rangos. Para resistencias mayores a los 10,000 ohm se utiliza el MIT520/2 de MEGGER y para menores a 10,000 ohm se utiliza el CPC 100 de OMICROM. En las Ilustraciones 2.7. y 2.8. se observan los instrumentos de medición empleados.



Ilustración 2.7. CPC 100, OMICROM



Ilustración 2.8. Ejemplo de medición empleando MEGGER.

2.4. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Se realizan pruebas de Microscopía Electrónica de Barrido tanto al Nano – 99 como al Negro de carbono para permitir una comparación y evaluación de resultados de acuerdo con la estructura de estos grafitos. Este análisis se realiza en las instalaciones LEMAT.

2.5. Espectroscopia de dispersión de energía de rayos X (EDX)

Se realizaron análisis para determinar el contenido de azufre en el grafito sin expandir y compararlo con el contenido de este en el grafito expandido. Para esto se empleó el equipo EDAX de LEMAT.

2.6. Propiedades Mecánicas

Se determina en base a pruebas eléctricas y mecánicas de tensión y flexión, las últimas basadas en las normas ASTM D 638 – 02a y ASTM D 790 – 02, respectivamente.

Las probetas de tensión y flexión se envían al LEMAT para ser ensayadas. Se deben medir por lo menos cinco probetas distintas y se reportan los promedios y la desviación estándar de los datos obtenidos. Las pruebas eléctricas se realizan como se mencionaron en el apartado 2.3.

2.6.1. Prueba de flexión

Esta prueba determina la carga de flexión de materiales plásticos con o sin refuerzos. En este ensayo se utilizó una carga sobre una probeta en un sistema de tres puntos basándose en la norma ASTM D790-02.

El procedimiento es el siguiente:

- Colocar la probeta de prueba en el equipo de acuerdo con la ilustración 2.9.:

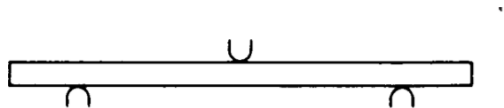


Ilustración 2.9 Esquema para prueba de flexión

- Aplicar la carga sobre el espécimen a una velocidad de 1mm/min.
- Tomar datos de carga y deflexión simultáneamente.
- Tomar dato de carga en punto de ruptura de espécimen como fuerza de flexión

En la Ilustración 2.10., se aprecia una probeta empleada para esta prueba.



Ilustración 2.10 Tipo de probeta utilizada para prueba de flexión

2.6.2. Prueba de tensión

Esta prueba determina propiedades de tracción de materiales plásticos con o sin refuerzos. Se basa en la prueba ASTM D 638 – 02a.

El procedimiento es el siguiente:

- Medir ancho y grosos de los especímenes a diferentes puntos a lo largo de la sección angosta de la probeta. Ver ilustración 2.11 b)
- Colocar los extremos anchos de la probeta en los agarres de la máquina, asegurándose de mantener una correcta alineación. El equipo empleado se aprecia en la Ilustración 2.11. a)
- Comenzar la elongación a una velocidad de 1mm/min.
- Recopilar información de tensión vs elongación hasta rompimiento de espécimen.



a)



b)

Ilustración 2.11 Equipo y tipo de probetas utilizadas en prueba de tensión

CAPÍTULO 3

RESULTADOS

CAPÍTULO 3

3. RESULTADOS

3.1. Velocidad de mezcla resina – grafito – curador.





Al variar la velocidad de mezclado del compuesto resina – grafito – curador en el SpeedMixer, la consistencia de la mezcla se vio afectada, dando como resultado las observaciones presentadas en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1. Resultados de mezcla resina – grafito – curador a diferentes velocidades de mezclado

Velocidad de mezcla	Mezcla	Observaciones
1000 RPM		La mezcla no es homogénea, se aprecian grumos y grafito sin mezclar con la resina
1500 RPM		Mezcla aparentemente homogénea
2000 RPM		Mezcla aparentemente homogénea
2500 RPM		Mezcla homogénea

A partir de los resultados presentados en la tabla anterior, se seleccionaron 1500, 2000 y 2500 RPM como velocidades de mezcla base para el presente proyecto, elaborando a partir de esto probetas a las cuales se les examinó la presencia de burbujas y se detallan en la Tabla 3.2. Debido a las buenas cualidades de las probetas a 1500 RPM y 2000 RPM, se decidió probar una velocidad de mezcla de 1750 RPM, con la cual se apreciaron pocas burbujas, asegurando así un correcto mezclado y un buen acabado superficial.

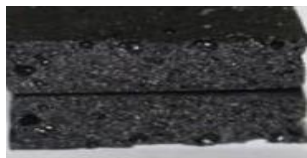


Tabla 3.2. Resultados de apreciación de burbujas en las probetas a diferentes velocidades de mezcla.

Velocidad de mezcla	Probetas	Observaciones
1500 RPM		Burbujas superficiales despreciables.
1750 RPM		Burbujas superficiales despreciables.
2000 RPM		Aparición de pequeñas burbujas superficiales
2500 RPM		Burbujas superficiales grandes y notorias.

3.2. Tiempo de vacío

Se realizaron variaciones del tiempo de vacío de la mezcla resina – grafito – curador, a una presión a -700 mmHg, con la finalidad de determinar el que nos permita obtener probetas con menor cantidad de burbujas. Los resultados se aprecian en la Tabla 3.3., obteniendo 20 minutos como tiempo óptimo de vacío.

Tabla 3.3. Burbujas en acabado final en base al tiempo de vacío

Tiempo de vacío	Probetas	Observaciones
Sin vacío		Burbujas superficiales e internas grandes.
15 minutos		Burbujas superficiales notorias
20 minutos		Burbujas superficiales despreciables.

3.3. Tiempo de pre – curado

El tiempo de pre – curado se obtuvo en base al punto de gelación, representado en el Gráfico 3.1., donde el punto máximo en la gráfica corresponde al tiempo óptimo que la muestra debería calentarse para poder ser moldeada. Este tiempo es de aproximadamente 1150 s, equivalentes a 19 min con 10 s, lo que nos indica que se puede aplicar presión a partir de ese tiempo, ya que antes de esto el líquido de saldrá de molde.

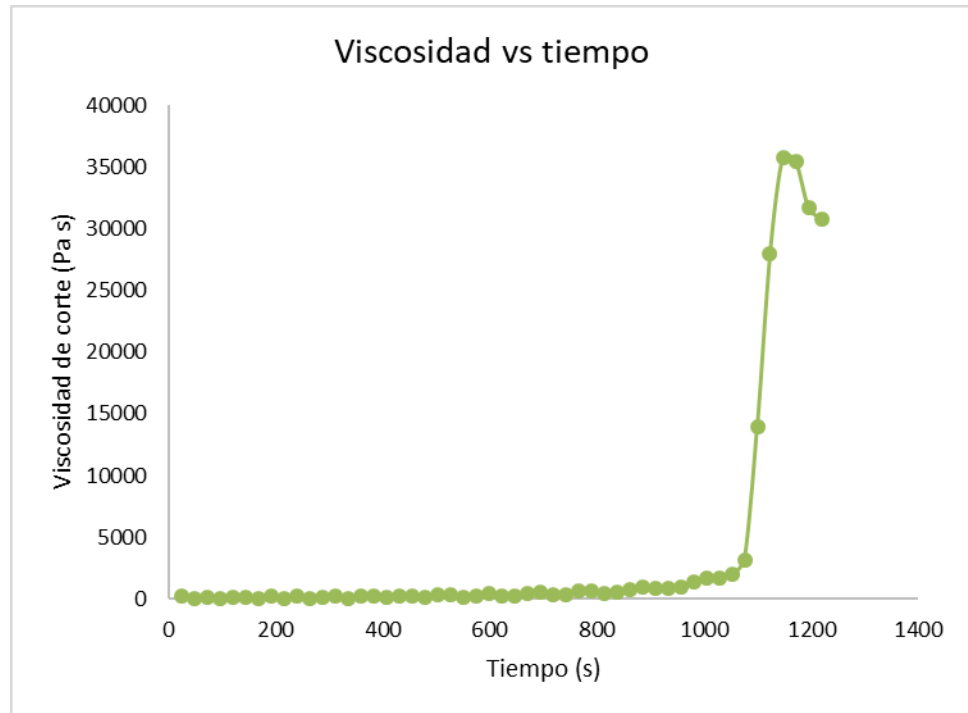





Gráfico 3.1. Curva de viscosidad en función del tiempo, de una muestra de grafito - resina epóxica - agente curante.

3.4. Elección del desmoldante

Se realizaron pruebas de la efectividad de distintos desmoldantes frente a la mezcla resina epóxica – grafito, obteniendo los resultados detallados en la Tabla 3.4., a continuación:

Tabla 3.4. Comparación de desmoldantes comerciales en base a su aplicación frente a resina epóxica

Desmoldante	Observaciones
<p data-bbox="564 405 762 432">Nitruro de boro</p> 	<p data-bbox="890 427 1406 501">En la prueba sin presión la mezcla se quedó adherida a la placa metálica.</p> <p data-bbox="890 562 1406 680">En la prueba en el molde, el desmoldante se mezcló con la matriz epóxica permanentemente.</p>
<p data-bbox="603 824 724 851">Anti Rust</p> 	<p data-bbox="890 748 1406 866">En la prueba sin presión, la mezcla se removió fácilmente y sin adherencia a la placa metálica.</p> <p data-bbox="890 927 1406 1001">La probeta del molde a presión se removió con facilidad y sin adherencia al aluminio</p> <p data-bbox="890 1061 1406 1225">En ambas pruebas se aprecia una capa del desmoldante en la mezcla resina – grafito, pero puede ser removida sin inconvenientes.</p>
<p data-bbox="555 1279 778 1305">Pure Eze Release</p> 	<p data-bbox="890 1301 1406 1375">Mezcla se desprendió con facilidad en molde sin presión, sin adherencias.</p> <p data-bbox="890 1435 1406 1509">En el molde a presión, no se logró remover el papel aluminio de la probeta.</p>

En base a los resultados presentados en la tabla anterior, se seleccionó Anti – Rust como desmoldante para este proyecto.

3.5. SEM

Se analizaron todos los materiales de carbono empleados durante el proyecto con la finalidad de identificarlos.

3.5.1. Grafito sin expandir

Se realizó Microscopía Electrónica de Barrido del grafito sin expandir, en la Ilustración 3.1. se aprecia una partícula vista a diferentes ángulos.

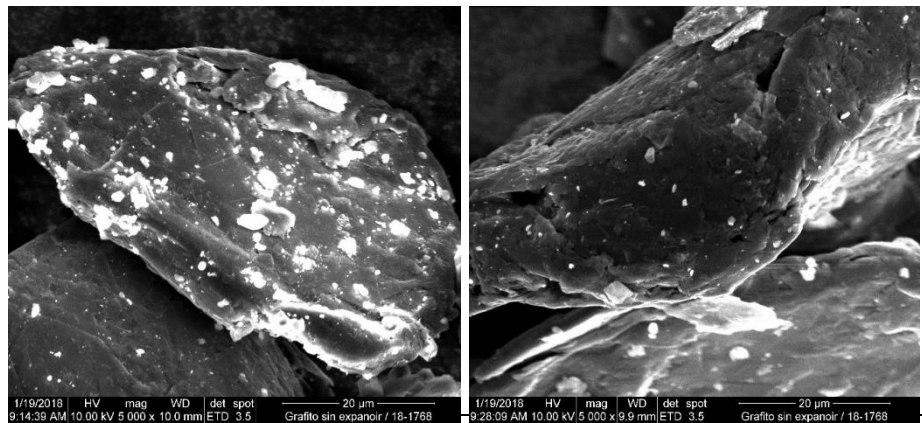


Ilustración 3.1. SEM del grafito sin expandir.

3.5.2. Grafito expandido

En la Ilustración 3.2. se aprecia una partícula de grafito expandido con diferentes acercamientos.

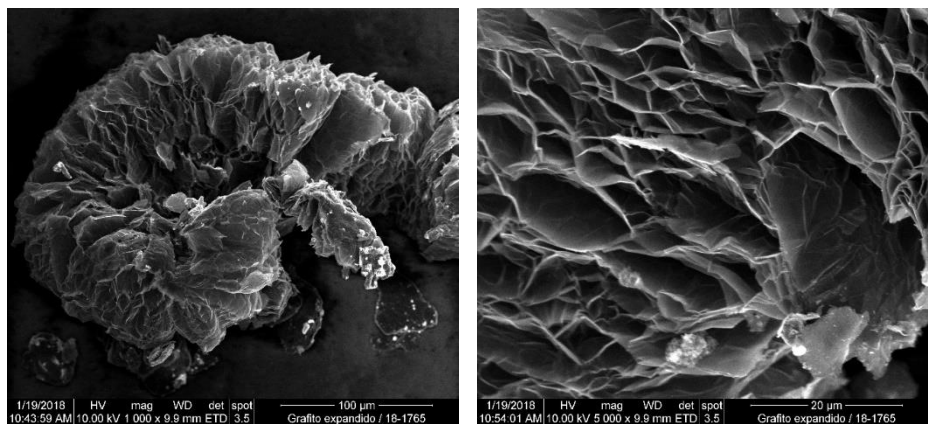


Ilustración 3.2. SEM del grafito expandido

3.5.3. Nano 99

En la ilustración 3.3. se observan partículas del N99 a diferentes acercamientos. No se pudo conseguir una imagen nítida donde se aprecie su forma.

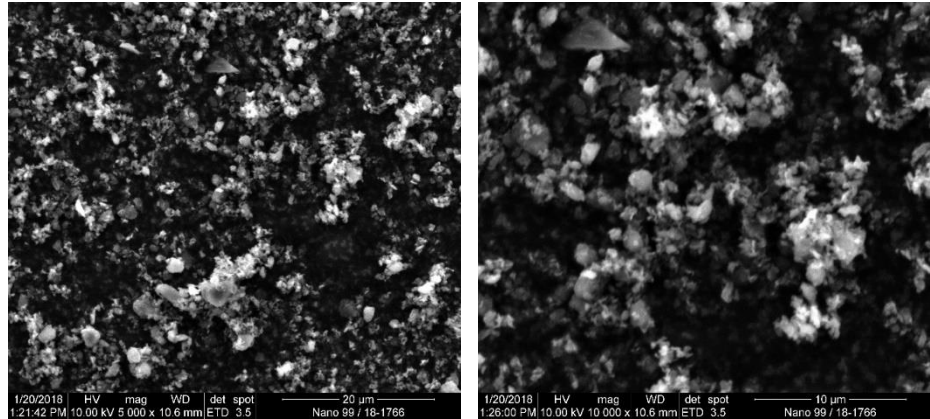


Ilustración 3.3. SEM del N99

3.5.4. Negro de carbono

En la ilustración 3.4. se aprecian partículas del CB a diferentes acercamientos. No se logró obtener una imagen nítida donde se aprecia la forma de este material.

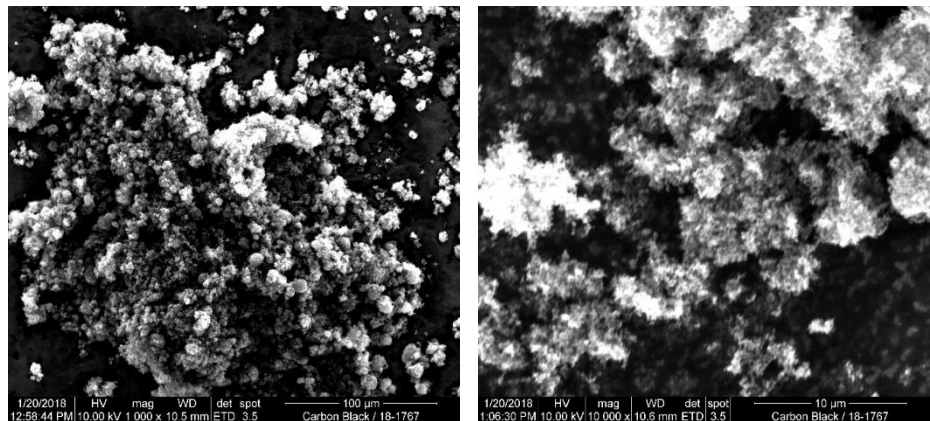


Ilustración 3.4. SEM del CB

3.6. Espectroscopia de dispersión de energía de rayos X

3.6.1. Grafito sin expandir

Se analizó la composición del grafito sin expandir en diferentes partículas de este y se observan los resultados en las Ilustraciones 3.5. y 3.6., donde se aprecia el contenido de azufre de dos muestras. De acuerdo con la ficha técnica, el %S es de 2,6%

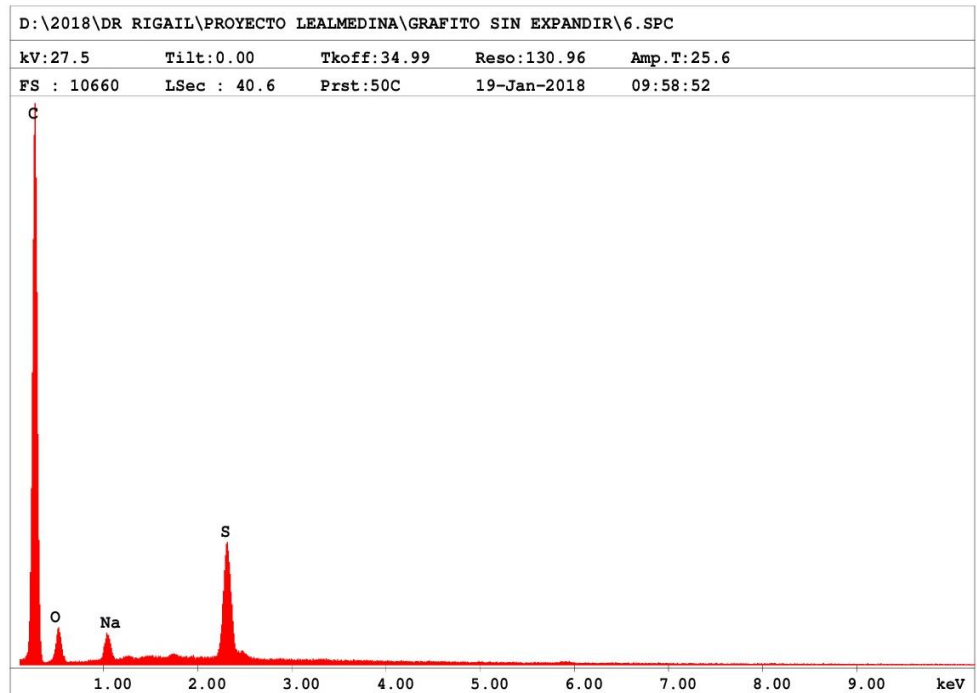
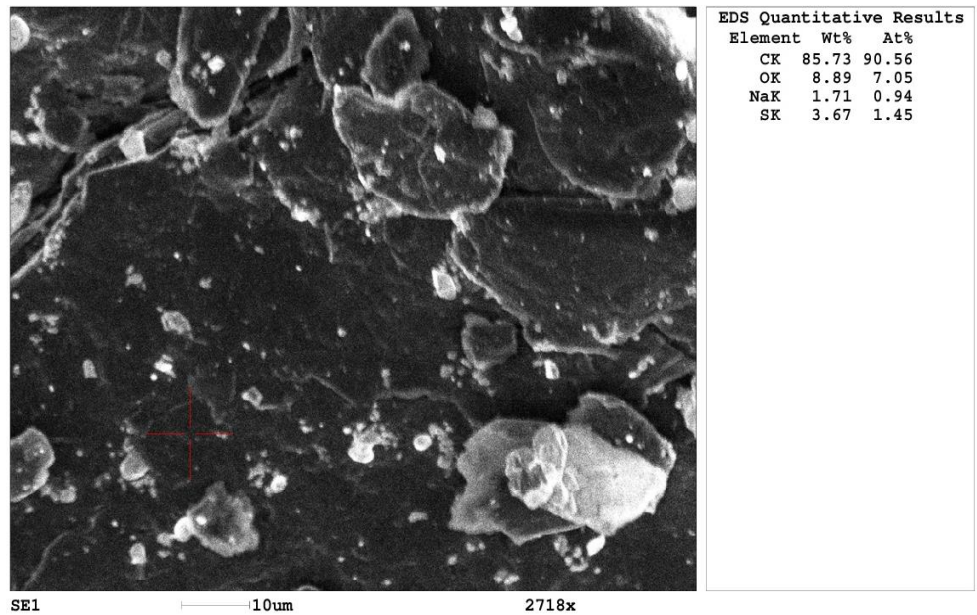


Ilustración 3.5. EDX de una partícula del grafito sin expandir

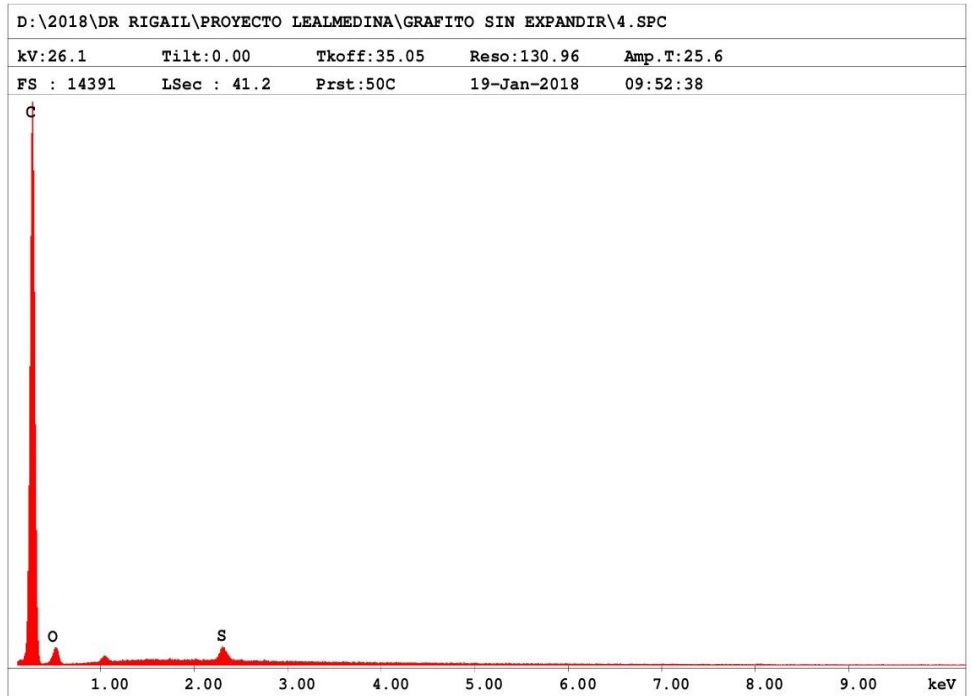
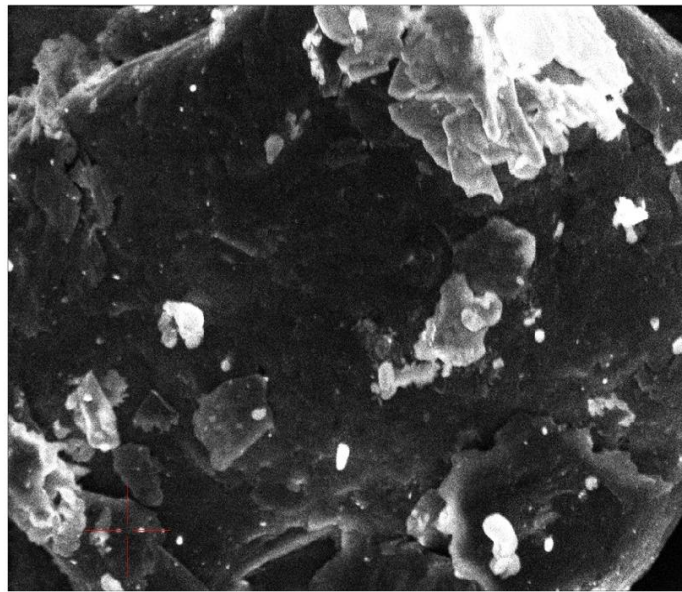


Ilustración 3.6. EDX de una partícula del grafito sin expandir

3.6.2. Grafito expandido

En la Ilustración 3.7., a continuación, se aprecia el EDX del grafito expandido, donde se observa que no quedan rastros de azufre.

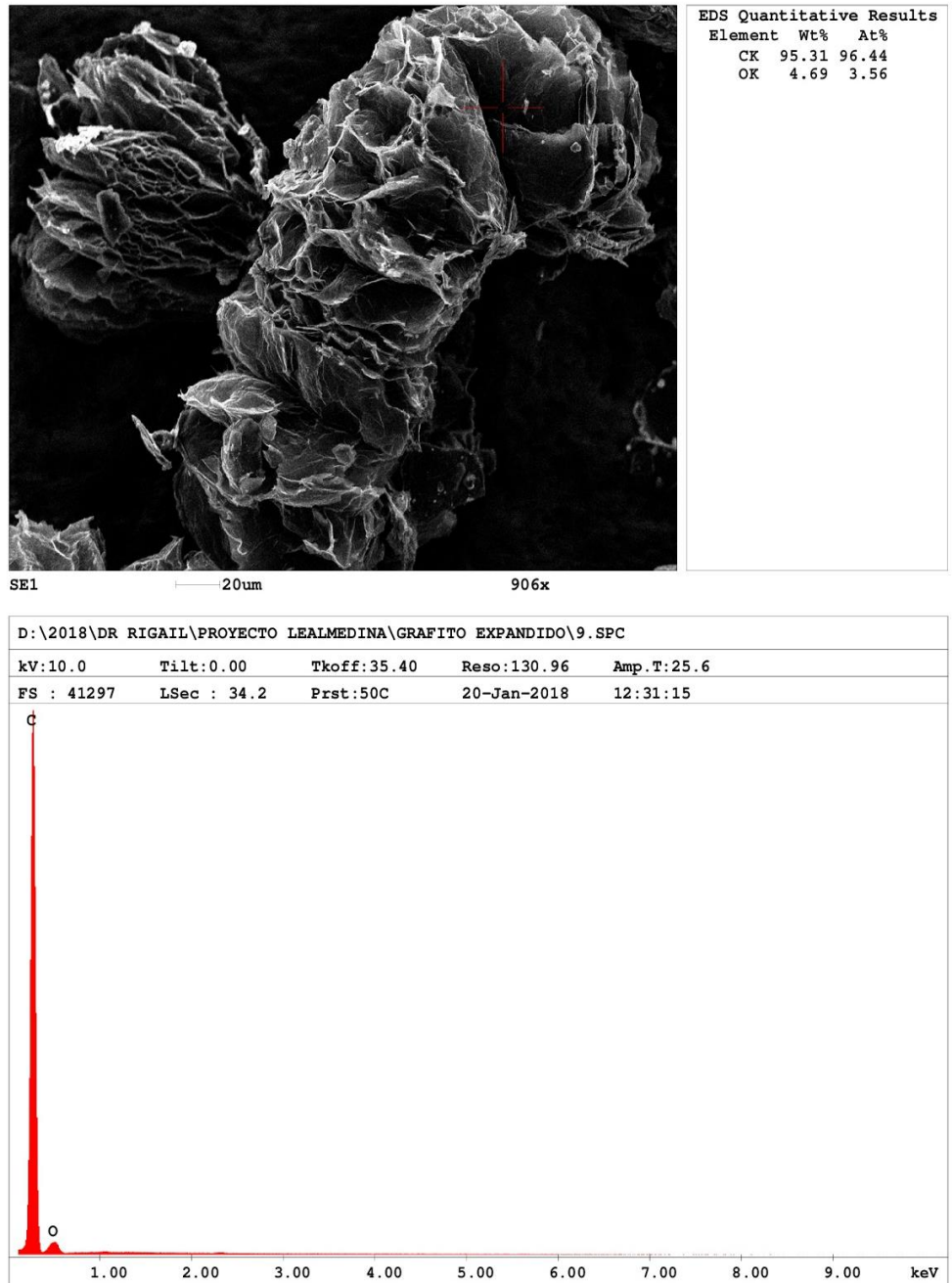


Ilustración 3.7. EDX de una partícula del grafito expandido

3.7. Determinación de relleno secundario.

Se realizaron pruebas de conductividad eléctrica en probetas con 60% resina – 40% grafito, variando las concentraciones de los rellenos secundarios Nano 99 y Negro de carbono, como se muestran en las Tablas 3.5. y 3.6. Para este análisis, se elaboraron 5 probetas por composición, con dimensiones 127x70x50 mm.

3.7.1. Nano 99 como relleno secundario

Tabla 3.5. Conductividades eléctricas en función de la variación en la concentración del N99 como relleno secundario

Contenido N99	Conductividad eléctrica (S cm ⁻¹)
0%	1,37 x10 ⁻⁰⁴ n=5
1%	2,74 x10 ⁻⁰³ n=5
5%	3,52 x10 ⁻⁰⁴ n=5
10%	1,64 x10 ⁻⁰⁴ n=5
15%	7,62 x10 ⁻⁰⁵ n=5
20%	1,94 x10 ⁻⁰⁵ n=5

Los datos se representaron en el gráfico 3.2. se puede observar que la conductividad eléctrica decrece a medida que se aumenta el contenido de Nano99, con un valor máximo promedio de 2,74x10⁻⁰³ al trabajar con 1% de relleno secundario.

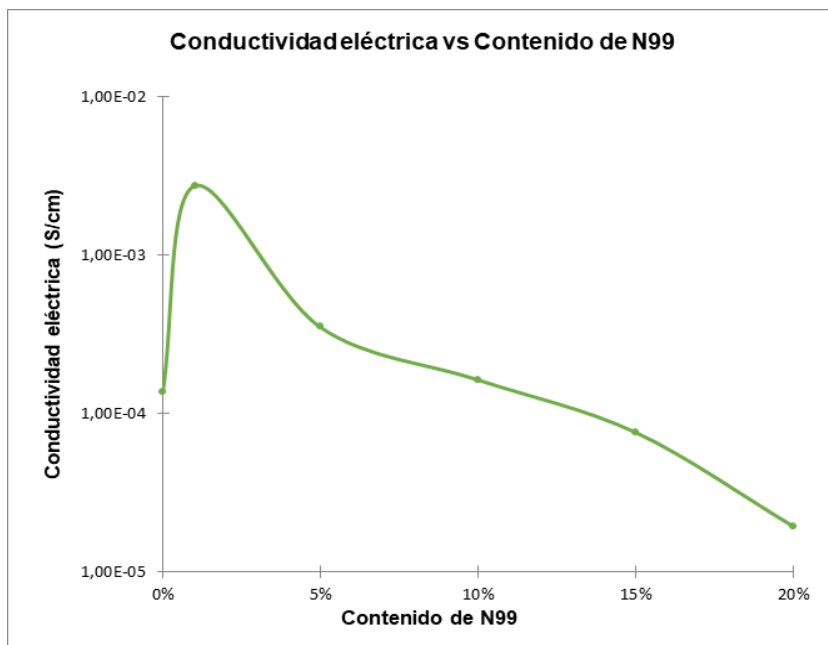


Gráfico 3.2. Conductividades eléctricas en función de la variación en la concentración de N99 como relleno secundario

3.7.2. Negro de carbono como relleno secundario

Tabla 3.6. Conductividades eléctricas en función de la variación en la concentración de CB como relleno secundario

Contenido CB	Conductividad eléctrica (S cm ⁻¹)
0%	1,37x10 ⁻⁰⁴ n=5
5%	6,95x10 ⁻⁰³ n=5
10%	3,05x10 ⁻⁰² n=5
15%	1,72x10 ⁻⁰² n=5
20%	1,18x10 ⁻⁰² n=5

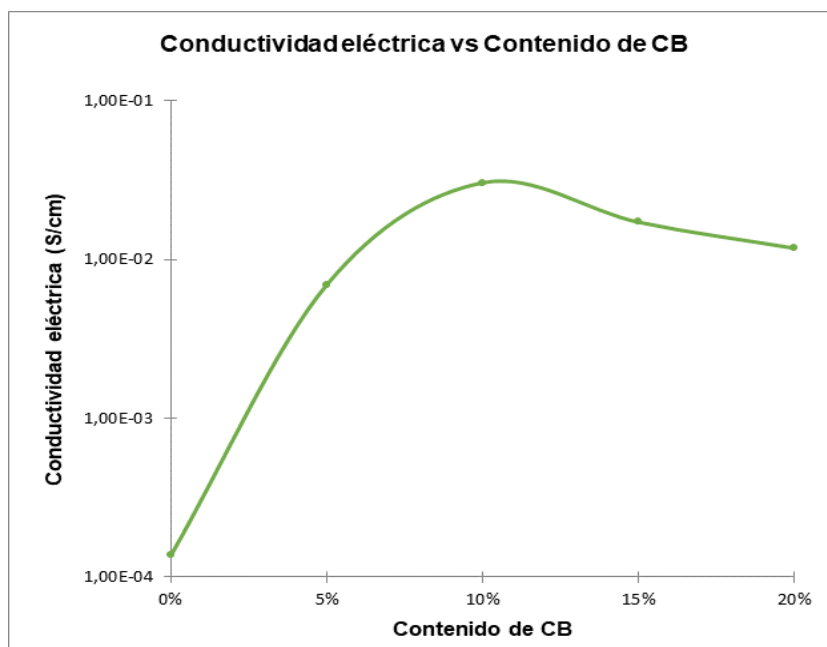


Gráfico 3.3. Conductividades eléctricas en función de la variación en la concentración del CB como relleno secundario

En el gráfico 3.3. se aprecia que a medida que se incrementa el contenido de Negro de carbono en la mezcla, la conductividad eléctrica aumenta. Pero, a porcentajes mayores al 10%, la conductividad eléctrica disminuye.

En base a los resultados obtenidos en esta prueba, se determinó que el Negro de carbono presenta mejores propiedades eléctricas con un contenido de 10% en mezclas de 40% grafito – 60% resina, por lo cual es el seleccionado para ser empleado en el siguiente segmento.

3.8. Determinación de la composición óptima de resina – grafito.

Se procedieron a evaluar las propiedades eléctricas y mecánicas de compuestos resina – grafito, reforzados con un 10% de negro de carbono. Para esto, se elaboraron probetas con una variación en el contenido de grafito desde 40% hasta el 70%.

3.8.1. Pruebas de conductividad eléctrica

Se variaron las concentraciones de grafito expandido con un 10% de negro de carbono como refuerzo secundario y se obtuvieron los resultados presentados en la Tabla 3.7., a continuación:

Tabla 3.7. Conductividades eléctricas en función de la variación en la concentración de grafito.

Contenido de grafito	Conductividad eléctrica (S cm ⁻¹)
0%*	1 X10 ⁻¹²
40%	2,76 x10 ⁻³ n=3
50%	1,44 x10 ⁻² n=4
60%	2,68 x10 ⁺⁰ n=3
70%	1,85 x10 ⁺¹ n=3

**Valor referencial*

Con el aumento de grafito, se evidencia un notorio aumento en la conductividad eléctrica de los compuestos. En el Gráfico 3.4. se aprecia el rápido crecimiento en esta propiedad al incrementar el contenido de grafito de 50% a 60%.

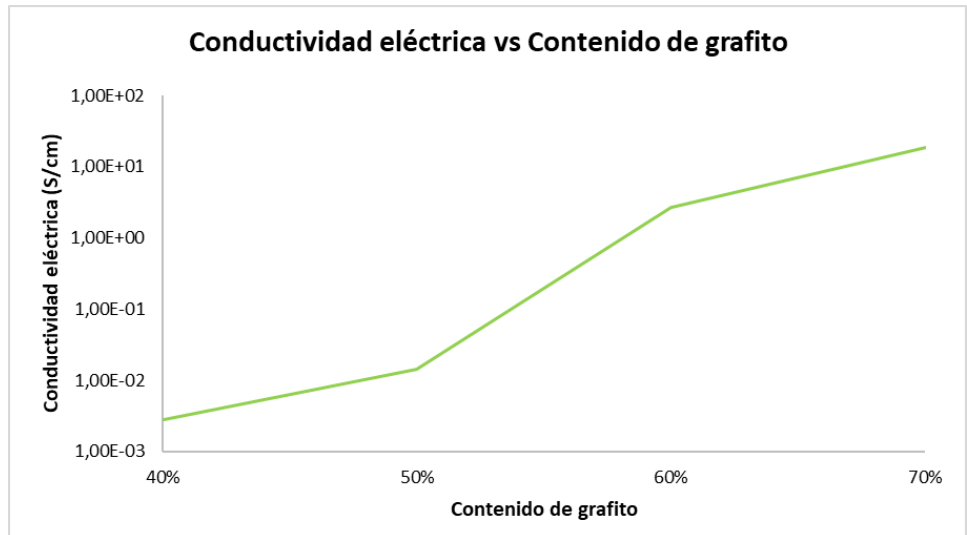


Gráfico 3.4. Conductividades eléctricas en función de la variación en la concentración de grafito

3.8.2. Pruebas mecánicas

Se realizaron pruebas mecánicas de tensión y flexión, variando la concentración de grafito expandido como se muestra en las Tablas 3.8. y 3.9.

3.8.2.1. Tensión

Se elaboraron 5 probetas por composición, conteniendo 10% de negro de carbono, con 13x3,5mm de ancho por espesor en la parte central. Los promedios por grupos se presentan en la Tabla 3.8, donde el mejor promedio corresponde al 40% de GE con 26,43 MPa.

Tabla 3.8. Variación del esfuerzo de tensión en función del contenido de grafito expandido

Contenido de grafito	Esfuerzo de tensión (MPa)	Módulo de Young (MPa)
0%*	65,5	-
40% GE	26,43 ±2.24 n=3	2553.7
50% GE	25,07 ±0,93 n=3	2221.23
60% GE	11,27 ±0,82 n=3	3073.44
70% GE	6,16 ±1,80 n=4	2512

*Valor referencial obtenido de la literatura. (Garibay Vásquez et al., 2005)

Los resultados se representaron en el Gráfico 3.5., donde se aprecia una disminución a medida que aumenta el contenido de grafito expandido.

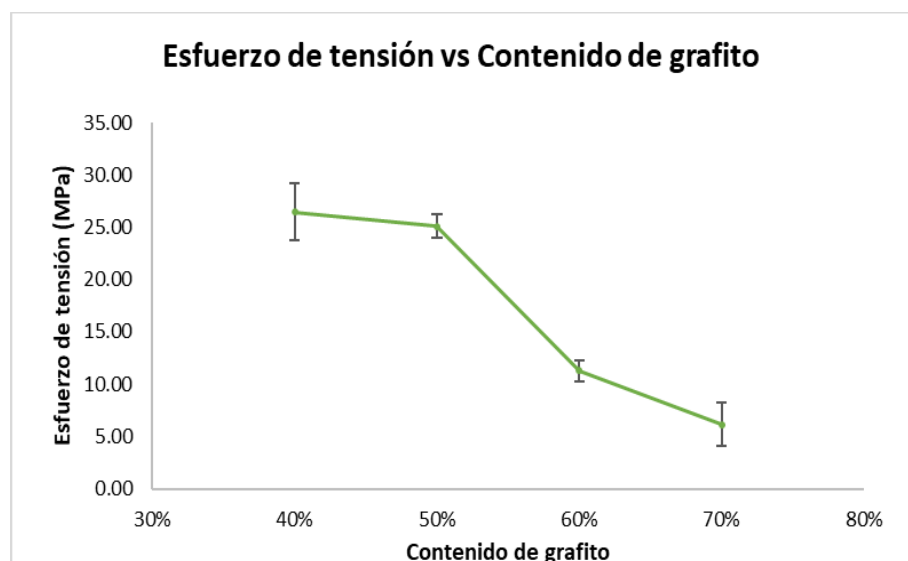


Gráfico 3.5. Variación del esfuerzo de tensión en función del contenido de grafito expandido con 10% de CB

3.8.2.2. Tracción

Se elaboraron 5 probetas por composición, conteniendo 10% de negro de carbono, con dimensiones 12,7x3,5 mm. Los promedios por grupos se presentan en la Tabla 3.9., donde el mejor promedio corresponde al 50% de GE con 43,2 MPa.

Tabla 3.9. Variación del esfuerzo de flexión en función del contenido de grafito expandido

Contenido de GE	Esfuerzo de flexión (MPa)	Deformación (%)	Módulo de Young (MPa)
0%*	107	-	-
40%	38,83 ±1,30 n=3	2,45	1747,17
50%	43,17 0±1,27 n=3	2,10	2253,91
60%	25,70 ±3,05 n=3	1,58	1812,53
70%	22,20 ±3,84 n=3	1,66	2738,21

*Valor referencial obtenido de la literatura. (Garibay Vásquez et al., 2005)

Los resultados se representaron en el Gráfico 3.6., donde se aprecia una disminución a medida que aumenta el contenido de grafito expandido, exceptuando el incremento con una composición del 50%.

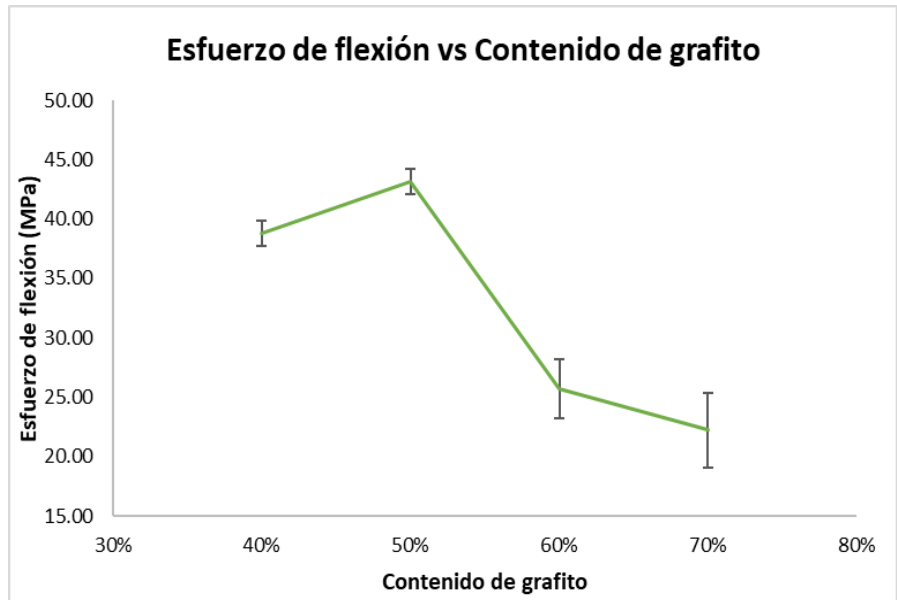


Gráfico 3.6. Variación del esfuerzo de flexión en función del contenido de grafito expandido

CAPÍTULO 4

ANÁLISIS DE RESULTADOS

CAPÍTULO 4

4. ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1. Variables del proceso

En base a los resultados de las velocidades de mezclado con el SpeedMixer se determinó que velocidades mayores 1500 RPM por un tiempo de 2 minutos se obtienen mezclas aparentemente homogéneas, pero a medida que se aumentan las revoluciones por minuto las burbujas superficiales aparecen. A 1500 RPM y 2000 RPM, se obtienen probetas con un buen acabado, por lo que se decide establecer una velocidad intermedia de 1750 RPM con la finalidad de asegurar un correcto mezclado y la poca aparición de burbujas.

A su vez, se estudió el tiempo de vacío bajo indicaciones de FlackTek para disminuir la aparición de burbujas. Trabajando a una presión de -700 mmHg se obtuvo que 20 *min*, intercalando 5 *min* de vacío y 30 s de mezclado a 1750 RPM, es suficiente para obtener mezclados homogéneos y probetas con burbujas superficiales despreciables. Además, ya que el vacío es a temperatura ambiente no hay riesgo de que la resina se gelifique antes de empezar el proceso de curado.

Se estableció un tiempo de pre – curado de 19:10 *min* a 80°C en base al punto de gelación de la mezcla resina – grafito – curador. Durante la elaboración de probetas se trabajó con una temperatura de pre – curado entre 74 °C – 86°C, debido a que el molde no permitía mantener una temperatura constante, durante un lapso de 20 *min*.

Al analizar la eficacia de los desmoldantes para evitar que la mezcla se adhiera al molde y al papel aluminio, se escogió el Anti Rust ya que presentó las mejores cualidades antiadherentes, aunque deja residuos sobre el material que pueden ser removido fácilmente. El Nitruro de Boro, se mezcló con la matriz epóxica y se descartó

inmediatamente ya que podía interferir en las propiedades del compuesto a analizar. El antiadherente Pure Eze Release, desmoldante especial para resinas, presenta buenas cualidades al ser trabajado sin presión, no deja residuos en la muestra, pero al usarlo en el molde bajo presión, presenta dificultad a ser removido además de que se adhiere al papel aluminio.

4.2. Grafito expandido

Se observó la concentración de azufre del grafito expandible y grafito expandido en el análisis EDX en la Ilustración 3.7. y se apreció que no presenta azufre. Esto demuestra una expansión satisfactoria del grafito. Además, las imágenes SEM muestran la comparación del tamaño y forma de ambos grafitos. La estructura del GE ayuda a mejorar el contacto entre partículas mejorando la conductividad.

4.3. Determinación del relleno secundario

Se estudió la influencia del N99 y CB en las propiedades eléctrica, siendo empleados como refuerzos secundarios, obteniendo notables mejoras frente al uso de grafito expandido como único relleno cuya conductividad fue de $1,37 \times 10^{-04} \text{ S cm}^{-1}$. Este efecto se debe a que el uso de rellenos conductivos secundarios de menor tamaño de partícula a composiciones bajas mejora las propiedades eléctricas ya que ocupan espacios que ocuparía la resina, conectando cadenas conductivas que antes no lo estaban.

En el gráfico 3.2., se observa que el N99 presenta mejores conductividades al ser empleado en bajas concentraciones, obteniendo una mejora del 1900% en la conductividad eléctrica frente a solo grafito expandido, con un valor de $2,74 \times 10^{-03} \text{ S/cm}$ al usarse una concentración del 1%.

En el gráfico 3.3. se aprecia la variación de la conductividad eléctrica empleando diferentes concentraciones CB como relleno secundario, obteniendo un incremento en un 22100% de la conductividad del

compuesto frente al uso de grafito expandido como único relleno, con un $3,05 \times 10^{-02}$ S/cm al utilizar una concentración de 10% de CB.

El incremento de la composición de los rellenos secundarios para mejorar la conductividad eléctrica es limitado, ya que grandes concentraciones destruyen la estructura conductiva del relleno primario aumentando los poros del compuesto.

Además, la mejora del CB frente al N99 se explica en base a que el negro de carbono presenta un área superficial de $254 \text{ m}^2/\text{g}$ mientras que el N99 de $402 \text{ m}^2/\text{g}$. Un área superficial menor indica un tamaño de partícula mayor, y a mayor tamaño de partícula existe menor resistencia inter partícula dentro del compuesto y por ende mayor conductividad.

En base a los resultados obtenidos, se escogió un 10% de CB como relleno secundario.

4.4. Composición óptima entre resina epóxica y grafito.

Se estudió la relación entre el contenido de grafito y las propiedades eléctricas y mecánicas del material. Obteniendo que a medida que incrementa el contenido de grafito, aumenta la conductividad eléctrica y disminuyen las propiedades mecánicas ya que el compuesto se torna frágil.

En el análisis de las propiedades eléctricas se obtuvo un límite de conductividad del 50% como se aprecia en el gráfico 3.4. Por debajo de dicho valor el compuesto es semi – conductor con $1,44 \times 10^{-02}$ S/cm, llegando a ser conductor a una concentración del 60% de grafito con $2,68 \text{ S/cm}$.

Se obtuvo una conductividad promedio máxima de $18,5 \text{ S/cm}$, menor a la exigida por el DOE, pero mayor que placas bipolares comerciables europeas, de 10 S/cm

En los análisis de tensión se determinó un esfuerzo de tensión máximo de 26,43 MPa y un esfuerzo de flexión máximo de 45,58 MPa al utilizar 60% y 50% de resina, respectivamente. Se esperaría que, en ambas pruebas el máximo sea con 60% de resina, ya que, a mayor composición de resina, mayor resistencia mecánica. Es probable que estos resultados sean debido a las desviaciones estándar obtenidas de la medición, debido a que con altas concentraciones de resina la mezcla es menos viscosa y el proceso de manufactura es más complicada ya que el proceso de moldeo por compresión es viable con mezclas sólidas y semi-sólidas. Además, no se tiene certeza sobre la homogeneidad del grafito expandido, es decir, si el grafito se expande el mismo grado.

Pese a que no se logró llegar a los valores conductividad y de esfuerzo de flexión establecidos en el DOE, se estima que, si se ejerce una mejor presión además de una optimización en el proceso de elaboración, tiempos y temperaturas, se obtendrán mejores resultados en estos parámetros.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

CONCLUSIONES

- El material desarrollado en este proyecto es técnicamente viable, elaborado a partir de la resina epóxica EPON 828, grafito expandido, agente curante Epikure 3233 y negro de carbono, materiales de libre alcance en el mercado, tiene propiedades eléctricas y mecánicas cercanas a productos comerciables europeos, aunque distante con los parámetros del DOE de los Estados Unidos
- Al comparar las propiedades eléctricas y mecánicas de compuestos de resina epóxica – grafito expandido de distintas composiciones, se obtuvieron una conductividad máxima de 18,5 S/cm al utilizar 70% de grafito y un esfuerzo máximo de flexión de 43,2 MPa cuando se trabaja con 50% de grafito.
- El negro de carbono como material de refuerzo dio mejores resultados que el N99. Comprobando así, que el uso de rellenos secundarios con menor tamaño mejora las propiedades eléctricas de los compuestos resina – grafito con el negro de carbono y con el nano 99 para los porcentajes estudiados.
- El procedimiento desarrollado permite la obtención de probetas sin burbujas superficiales y fácilmente desmontables.
- Incrementos en el contenido de grafito expandido causan aumentos en las conductividades eléctricas, debido a la formación de más caminos conductivos dentro de la matriz polimérica, y disminuciones en las propiedades mecánicas ya que el material se vuelve quebradizo.

RECOMENDACIONES

- Se sugiere mejorar el diseño de molde agregando macho para presionar correctamente sobre el compuesto. Ya que, con una superficie plana, la presión se distribuye en la cara del molde y no solo en las probetas, las cuales se desea comprimir.
- Debido a que no se obtuvo un compuesto que cumpla tanto con los parámetros eléctricos y mecánicos, se recomienda profundizar el desarrollo del procedimiento para la elaboración de probetas optimizando distintas variables como: presiones, temperaturas y tiempos de curado y mayores tiempos de secado de solvente.
- Realizar las mediciones de conductividad eléctrica en un equipo estandarizado para evitar usar diferentes equipos, usando condiciones establecidas en la norma ASTM 4496 donde se indica que estas medidas son tomadas ejerciendo presiones de 140 a 700 KPa.
- Se recomienda la instalación de un controlador de temperatura para poder obtener un proceso con menos variabilidad.

REFERENCIAS

REFERENCIAS

- Antunes, R. A., De Oliveira, M. C. L., Ett, G., & Ett, V. (2011). Carbon materials in composite bipolar plates for polymer electrolyte membrane fuel cells: A review of the main challenges to improve electrical performance. *Journal of Power Sources*, 196(6), 2945–2961. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2010.12.041>
- Asbury Carbons. (2018a). Carbon Black. Retrieved January 24, 2018, from <http://asbury.com>
- Asbury Carbons. (2018b). Expandable Flake Graphite Intercalation. Retrieved February 1, 2018, from <https://asbury.com>
- Asensio, P. (2011). Hidrógeno y pila de combustible. *Energías Renovables Para Todos*, 16.
- Barbir, F. (2013). *PEM Fuel Cells: Theory and Practice* (2nd ed.). California, USA: Elsevier B.V.
- Castrillo Sánchez, P. D. (2010). Preparación, caracterización y análisis de materiales nanocompuestos basados en sistemas epoxi-caolín. *Historia*, 1–341.
- Chunhui, S., Mu, P., & Runzhang, Y. (2008). The effect of particle size gradation of conductive fillers on the conductivity and the flexural strength of composite bipolar plate. *International Journal of Hydrogen Energy*, 33(3), 1035–1039. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2007.11.013>
- Falcao, E. H. L., Blair, R. G., Mack, J. J., Viculis, L. M., Kwon, C.-W., Bendikov, M., ... Wudl, F. (2007). Microwave exfoliation of a graphite intercalation compound. *Carbon*. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2007.01.018>
- Garibay Vasquez, A., Burton, B., Alexander, D., Klein, H., Pekarik, A., & Henkee, C. (2005, April). EPOXY FORMULATIONS USING JEFFAMINE ® POLYETHERAMINES. *HUNSTMAN*.
- Heo, S. I., Oh, K. S., Yun, J. C., Jung, S. H., Yang, Y. C., & Han, K. S. (2007). Development of preform molding technique using expanded graphite for proton exchange membrane fuel cell bipolar plates. *Journal of Power Sources*, 171(2), 396–403. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2007.05.110>
- Hui, C., Hong-bo, L., Li, Y., Jian-xin, L., & Li, Y. (2010). Study on the preparation and properties of novolac epoxy/graphite composite bipolar plate for PEMFC.

- International Journal of Hydrogen Energy*, 35(7), 3105–3109.
<https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2009.08.030>
- Independent Statistics & Analysis, & U.S. Department of Energy. (2017). U. S. Energy-Related Carbon Dioxide Emissions, 2016. *U.S. Energy Information Administration*, (October). Retrieved from <https://www.eia.gov/>
- Kang, K., Park, S., & Ju, H. (2014). Effects of type of graphite conductive filler on the performance of a composite bipolar plate for fuel cells. *Solid State Ionics*, 262, 332–336. <https://doi.org/10.1016/j.ssi.2013.11.024>
- Kaur, G., Adhikari, R., Cass, P., Bown, M., & Gunatillake, P. (2015). Electrically conductive polymers and composites for biomedical applications. *RSC Adv.*, 5(47), 37553–37567. <https://doi.org/10.1039/C5RA01851J>
- López, A. M. (2011). *Gestión térmica y del agua en una pila de combustible tipo PEM. Diseño y fabricación de pilas* (Tesis Doctoral). Universidad de Zaragoza. Retrieved from <https://zaguan.unizar.es/record/6209?ln=en>
- Mamunya, Y. P., Davydenko, V. V., Pissis, P., & Lebedev, E. V. (2002). Electrical and thermal conductivity of polymers filled with metal powders. *European Polymer Journal*, 38(9), 1887–1897. [https://doi.org/10.1016/S0014-3057\(02\)00064-2](https://doi.org/10.1016/S0014-3057(02)00064-2)
- R., Vasant; Gowariker, N. V. . J. S. (1986). Polymer Science. In *Polymer Science* (1st Editio, p. 172). New Delhi: New Age International (P) Ltd.
- Rigail, A., & Schmidt, D. F. (2015). Bio-based Aliphatic Epoxy Clay Nanocomposites. *AIP Conference Proceedings*, 1914, 2861–2865. <https://doi.org/10.1063/1.5016710>
- Suherman, H., Sahari, J., & Sulong, A. B. (2013). Effect of small-sized conductive filler on the properties of an epoxy composite for a bipolar plate in a PEMFC. *Ceramics International*, 39(6), 7159–7166. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.02.059>
- The World Data Bank. (2017). Fossil fuel energy consumption. Retrieved October 6, 2017, from <http://databank.worldbank.org/>
- Turi, E. A. (1981). *Thermal Characterization of Polymeric Material*. (E. A. Turi, Ed.) (1st Editio). Morristown, New Jersey.
- U.S. Department of Energy. (2018a). DOE Technical Targets Polymer Electrolyte Membrane Fuel Cells. Retrieved October 6, 2017, from <https://energy.gov/>
- U.S. Department of Energy. (2018b). Parts of a Fuel Cell. Retrieved January 24,

2018, from <https://energy.gov/>

Wei, T., Fan, Z., Luo, G., Zheng, C., & Xie, D. (2009). A rapid and efficient method to prepare exfoliated graphite by microwave irradiation. *Carbon*, 47(1), 337–339. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2008.10.013>

Yang, T., & Shi, P. (2008). Study on the mesocarbon microbeads / polyphenylene sulfide composite bipolar plates applied for proton exchange membrane fuel cells, 175, 390–396. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2007.08.113>

GLOSARIO DE TÉRMINOS Y SIMBOLOGÍA

SIMBOLOGÍA

A	Amperaje
atm.	Atmósferas
°C	Grados Centígrados
cm	Centímetro
g	Gramo
kg	Kilogramo
ϕ_c	Límite de percolación
mm	Milímetros
mL	Mililitros
m	Metros
MPa	Mega Pascales
μ	Micro
min	Minuto
Ω	Ohmio
phr	Por cada cien de resina
%	Porcentaje
RPM	Revoluciones por minuto
s	Segundos
S	Siemen
η	Viscosidad dinámica
W	Watt

ANEXOS

ANEXO A. PLACA BIPOLAR EUROPEA



Delivering low-cost product solutions for advanced fuel-cell engines.

Applications for Dana's technologies include bipolar plates for polymer electrolyte fuel-cell (PEFC) and flow battery energy storage systems, with markets extending to stationary power, industrial mobility, and transportation.

Features:

- Precision-molded graphite-polymer composite plates
- More than 10 years of production experience and proven field reliability
- Adhesively bonded plate modules with mold-in-place seals
- Custom seal design capability

Fuel-cell and flow battery components:

Composite bipolar plates and seals

Designs	Customized to your project	Minimum Plate Thickness	<0.028"/0.7 mm
Materials	Optimized to your design	Web Thickness	<0.3 mm
Conductivity	20 to 50 S/cm	Parallelism	<0.038 mm active area
Flexural Strength	45 to 55 MPa	Molded Plate Size	Up to 2,000 cm ²

Proven technologies for tomorrow's power sources.

A global leader in the fuel-cell market, Dana has the reliable alternative energy technologies that OEMs are looking for – both today and in the future.

[Learn more today by visiting dana.com/light-vehicle.](http://dana.com/light-vehicle)



Production Supply

Dana operates an established manufacturing facility for serial production of composite fuel-cell and flow battery plates, along with integrated seals.

Development Capabilities

Dana works with customers to create customized plate solutions to meet application requirements, while ensuring robust design for manufacturability and low cost. We use customized seal materials and application processes to ensure seal reliability and system compatibility. An extensive materials characterization laboratory – complete with fuel-cell testing equipment – is used for these projects.

Technology Development

Our customers benefit from Dana's ongoing technology improvements in plate and seal materials, as well as manufacturing improvements to reduce cost and improve product reliability. The combination of our strategic supplier alliances and in-house capabilities allows Dana to provide product solutions for a wide range of fuel-cell and flow battery applications.

Modularity

Dana offers its customers both bonded plate assemblies and optional short stack modules, each of which features integrated seals.

- Conductively bonded plate assemblies allow internal liquid cooling and improved plate-to-plate conductivity
- Mold-in-place seals and insulators on either side of bonded assemblies for robust stack sealing and simplified stack assembly

dana.com/ptg/contact



VICTOR REINZ®

Sealing Products

Application Policy

Capacity ratings, features, and specifications vary depending upon the model and type of service. Application approvals must be obtained from Dana; contact your representative for application approval. We reserve the right to change or modify our product specifications, configurations, or dimensions at any time without notice.

©2017 Dana Limited PTGCBPP_DPTG60824_042017

ANEXO B. DESARROLLO DE PLACA BIPOLAR

1

DEVELOPMENT OF A BIPOLAR ELEMENT FOR PE-FUEL CELLS DEMONSTRATION IN A 6 kW STACK

F. N. Büchi, M. Ruge (ETH Zürich)

The bipolar plate is the main construction element of a fuel cell stack. It needs to be optimized with respect to material and design. A bipolar element for a 200 cm² active area fuel cell stack has been designed and manufactured. The versatility of the element has been demonstrated by the construction of a 100 cell stack. The stack exhibits a specific power of 330 W/kg at the nominal power of 6.4 kW.

1 INTRODUCTION

The low single cell voltage of hydrogen/air fuel cells of typically 0.6 to 1.0 V (depending on the load) requires a series connection of many cells (10 to several 100) for obtaining voltages of practical interest. In cell designs optimized for high specific power, the series connection should exert a minimal electric resistance to minimize losses. Generally in these cases a *bipolar type* series connection is chosen, which interconnects individual cells over the entire active area and leads to filter-press type cell arrangements called stacks. The bipolar element or bipolar plate (because of its flat form, BIP) then becomes the main construction element of the fuel cell stack. Besides the performance of the electrochemical components, the characteristics of the bipolar plate determine the performance of the stack with respect to specific power and power density.

2 BIP REQUIREMENTS

An optimized BIP has to fulfill a series of requirements.

(i) Material requirements:

- Electric conductivity ≥ 10 S/cm
- Heat conductivity ≥ 20 W/m K

- Gas tightness: permeation $< 10^{-5}$ mbar l/s cm²
- Corrosion resistance in contact with an acidic electrolyte, oxygen, heat, and humidity.

The specified values for electric and heat conductivities are required to keep the voltage loss in the BIP below 3% at full load and ensure low temperature gradients, respectively. Gas tightness is required to prevent dangerous leaks to the exterior as well as cross leaks between the fluids in the stack.

(ii) Construction/manufacturing requirements

- Slim, for minimal volume
- Light, for minimal weight
- Cheap material and short production cycle, for minimal cost

(iii) Design features

- Distribution of gases on and removal of product water from active area
- Heat removal
- Inclusion of manifolds for fluids

3 BIP MATERIAL AND DESIGN

Fulfillment of the material requirements is easiest with

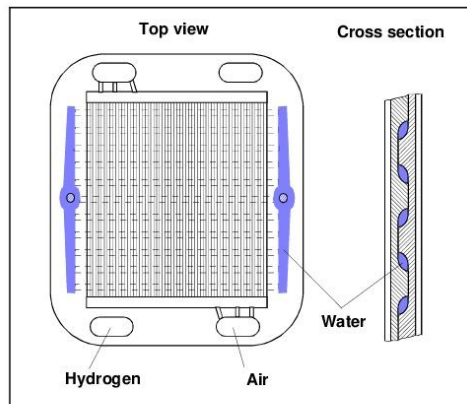


Fig. 1: Concept for internally liquid cooled bipolar plate, composed from two half plates.



Fig. 2: Bipolar plate with an active area of 200 cm² and internal water cooling, as shown schematically in Figure 1.



Fig. 3: 100 cell, water cooled, 200 cm² active area PEFC stack. Gross dry weight 19.5 kg, volume 14 l.

a graphite based material, because carbon exhibits a good corrosion resistance. Graphite also has a low specific weight ($\approx 2 \text{ g/cm}^3$). However pure graphite is not easily shaped, i.e. for shaping graphite needs to be milled which is time consuming and therefore expensive. As in the earlier development for an air-cooled bipolar plate [1] a graphite-polymer compound which can be shaped by pressure moulding was chosen as construction material. With a thermoplastic polymer compound the pressure moulding process needs high temperatures ($\approx 200 \text{ }^\circ\text{C}$) and requires a relatively long product cycle due to the necessity to cool the mould before releasing the part from the form. But even with these boundary conditions, moulding is a big advantage as compared to the milling process, i.e. it allows the production of plates with a thickness of less than 1.6 mm, which is difficult to achieve with the milling process. A critical issue with the moulding process is the variation of the plate thickness. Variations of less than 0.1 mm have to be achieved to guarantee the plate's functionality with respect to sealing and gas distribution properties.

Internal plate cooling is an elegant way for liquid cooling. If all plates are cooled internally then the heat variation in the stack can be easily controlled. To provide a void for the cooling fluid in the middle of the bipolar plate, the plate has to be composed from two half-plates. These half-plates are united by a glueing process in order to make the complete plate tight for the fluids with respect to leaks to the exterior and between the different fluids. Because gas tightness is crucial for the application, the parameters in the glueing process have to be carefully controlled.

4 RESULTS

Half-plates were produced by SGL Technik (D) and processed into complete bipolar plates at ETH and PSI. A complete bipolar plate is shown in Figure 2. It has a thickness of 3.1 mm and a weight of approximately 130 g.

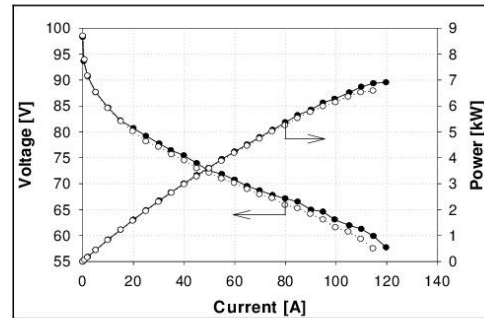


Fig. 4: Current/voltage and current/power characteristics of the 100 cell stack operated with pure H₂ and air. Stack temperature 70 °C, air stoichiometry 2.0; gas pressures 2.0 bar abs. Dew point of gases: ● 65 °C, ○ 50 °C.

As electrochemical components, Nafion[®] membranes from DuPont (USA) and electrodes from E-Tek (USA) were employed.

A 100 cell stack was completed for testing (see Figure 3). The pitch of a repetitive unit is 3.25 mm. Including optimized endplates, current collectors, tie-rods and gas connectors the dry weight of the stack is 19.5 kg. The performance of this 100-cell stack characterized by its current/voltage and current/power curves is shown in Figure 4. At a stack temperature of 70 °C, with gas pressures of 2 bar and well humidified conditions (dew point of the gases 65 °C) the nominal power of 6.4 kW is obtained at an average cell voltage of 626 mV and a current of 102 A. Under comparably more dry conditions (dew point of the gases 50 °C) the nominal power is reached at 106 A and an average cell voltage of 603 mV.

The specific power and power density of the stack at nominal (not maximum) power are 330 W/kg and 450 W/l, respectively.

5 ACKNOWLEDGMENT

Technical support from R. Panozzo, P. Hottinger, C. Marmy (PSI), the PSI workshop and H. Nef (ETH) as well as discussions with T. Pykkaenen and G.G. Scherer on plate design, are gratefully acknowledged.

6 REFERENCE

- [1] F.N. Büchi, C.A. Marmy, R. Panozzo, G.G. Scherer, O. Haas, *Development of a 1.6 kW PE Fuel Cell System*, PSI Scientific Report 1999, V, 92-93 (2000).

ANEXO C. FICHA TÉCNICA DE EPON 828



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 D 1652
Viscosity at 25°C	P	110 – 150	ASTM D445
Color	Gardner	1 max.	ASTM D 1544

Typical Properties

Property	Units	Value	Test Method/Standard
Density at 25°C	lb/gal	9.7	ASTM D 1475
Density 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

HCD-3942 (Rev. 6/21/2017 1:47:03 PM)

Page 1 of 8

EPON Resin 828

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

EPON Resin 828

materials is shown in Figure 1.

Table 1 / Curing Agents for EPON™ 828

Curing Agent ¹	Physical State	Recommended Concentration	Typical Cure Schedule Time °C (°F)	Deflection Temperature	Applications ⁴	Suppliers ⁵
		Range, phr ²		°C (°F)		
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

EPON Resin 828

Aromatic Amines							
EPIKURE W	Liquid						5
Metaphenylenediamine (MPDA)	Solid	14		2h, 80(175) & 2h, 150(300)	150(300)	BCDGHI	3
Methylene dianiline (MDA)	Solid	27		2h, 80(175) & 2h, 150(300)	160(320)	BCDEGHI	13
Diaminodiphenyl Sulfone (DADS)	Solid	25		5h, 125(257) & 1h, 200(392)	170(350)	BCDGHI	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> °C (°F)	<u>Deflection Temperature</u> °C (°F)	<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

EPON Resin 828

times and highest Tg.

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.

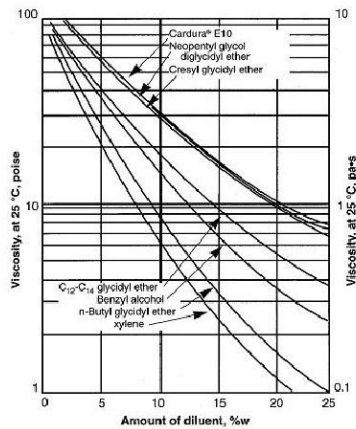
⁴ Application codes: A - Coatings; B - Adhesives; C - Castings; D - Moldings; E - Flooring; F - Paving; G - Electrical Laminates; H - Structural Laminates; I-Filament Winding.

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

⁶ 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

EPON Resin 828

epoxy resins or epoxy esters. Upon request, Hexion 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: 25068-38-6 (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

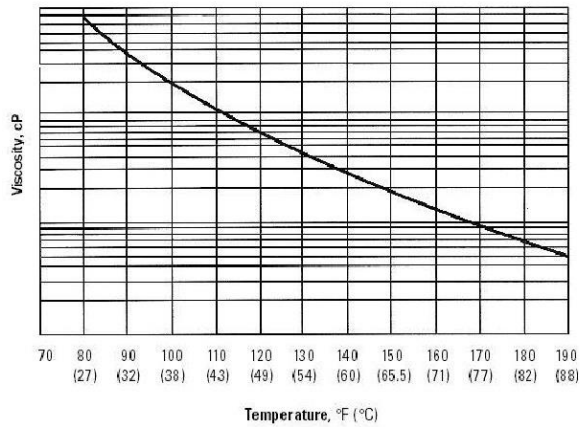
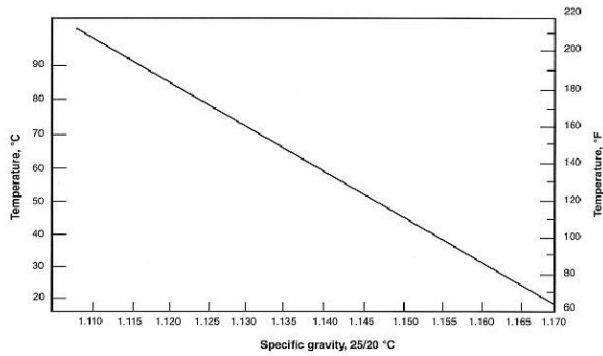


Figure 3 / Specific gravity - temperature profile for EPON™ Resin 828

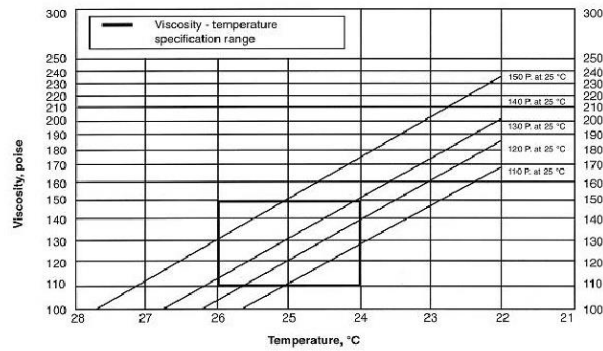
EPON Resin 828



Formulation and Application Information

For additional performance characteristics information covering adhesives, laminating, casting and molding 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.

EPON Resin 828

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 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, please contact customer service:
www.hexion.com/Contacts/

For literature and technical assistance, visit our website at: www.hexion.com

® and ™ Licensed trademarks of Hexion Inc.

DISCLAIMER

The information provided herein was believed by Hexion Inc. ("Hexion") 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. All products supplied by Hexion are subject to Hexion's terms and conditions of sale. **HEXION MAKES NO WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, CONCERNING THE PRODUCT OR THE MERCHANTABILITY OR FITNESS THEREOF FOR ANY PURPOSE OR CONCERNING THE ACCURACY OF ANY INFORMATION PROVIDED BY HEXION,** except that the product shall conform to Hexion's specifications. Nothing contained herein constitutes an offer for the sale of any product.

PDS-3942- (Rev.6/21/2017 1:46:56 PM)

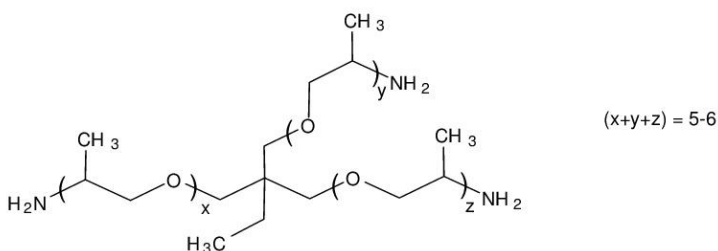
ANEXO D. FICHA TÉCNICA DE AGENTE CURADOR



Technical Bulletin

JEFFAMINE® T-403 Polyetheramine

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



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

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

SALES SPECIFICATIONS

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

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

ADDITIONAL INFORMATION

Regulatory Information

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

Typical Physical Properties

AHEW (amine hydrogen equivalent wt.), g/eq	81
Viscosity, cSt, 25°C (77°F)	72
Density, g/ml (lb/gal), 25°C	0.978 (8.12)
Flash point, PMCC, °C (°F)	196 (385)
pH, 5% aqueous solution	11.6
Refractive index, n _D ²⁰	1.46
Vapor Pressure, mmHg/°C	1/181
	5/207

TOXICITY AND SAFETY

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

HANDLING AND STORAGE**Materials of Construction****At temperatures of 75-100°F (34-38°C)**

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

At temperatures above 100°F (38°C)

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

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

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

AVAILABILITY

JEFFAMINE T-430 polyetheramine is available in tank cars, tank wagons, 55-gallon (208L) drums of 440 pounds (200kg) net weight, and 5-gallon (19L) cans. Samples are available in North America and Asia by contacting our sample department at 1-800-662-0924. Samples in other locations, including Europe, are available by contacting any Huntsman Corporation sales office.

Copyright © 2007, 2008 Huntsman Corporation or an affiliate thereof. All rights reserved.

JEFFAMINE® is a registered trademark of Huntsman Corporation or an affiliate thereof in one or more, but not all countries. VITON® and TEFLON® are registered trademarks of DuPont.

Huntsman Petrochemical Corporation warrants only that its products meet the specifications stated in the sales contract. Typical properties, where stated, are to be considered as representative of current production and should not be treated as specifications. 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 MERCHANTABILITY OR SUITABILITY, OR FITNESS OF ANY CHEMICAL COMPOUNDS FOR ANY PARTICULAR USE OR PURPOSE, OR THAT ANY CHEMICAL COMPOUNDS OR USE THEREOF ARE NOT SUBJECT TO A CLAIM BY A THIRD PARTY FOR INFRINGEMENT OF ANY PATENT OR OTHER INTELLECTUAL PROPERTY RIGHT. EACH USER SHOULD CONDUCT A SUFFICIENT INVESTIGATION TO ESTABLISH THE SUITABILITY OF ANY PRODUCT FOR ITS INTENDED USE. Liability of Huntsman Petrochemical Corporation and its affiliates for all claims is limited to the purchase price of the material. Products may be toxic and require special precautions in handling. For all products 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 US: Huntsman Corporation / 10003 Woodloch Forest Drive / The Woodlands, Texas 77380 / 281-719-6000
Technical Service US: 8600 Gosling Road / The Woodlands, Texas 77381 / 281-719-7780

Main Offices Europe: Huntsman Belgium BVBA / Everslaan 45 / B-3078 Everberg, Belgium / 32-2-758-9211
Technical Service Europe: Technical Services Representative / Everberg Office / 32-2-758-9392

Main Offices Asia Pacific: Huntsman Singapore PTE / 150 Beach Road #37-00 Gateway West / Singapore 189720 / 65 6297 3363
Technical Service Asia Pacific: Huntsman Performance Products / 61 Market Road, Brooklyn, Victoria / Australia 3012 / 61 3 9933 6666

www.huntsman.com

5209-0208

ANEXO E. DETERMINACIÓN DE COMPOSICIÓN RESINA/CURADOR

4. JEFFAMINE® PEA As Epoxy Curing Agents

4. JEFFAMINE® PEA AS EPOXY CURING AGENTS

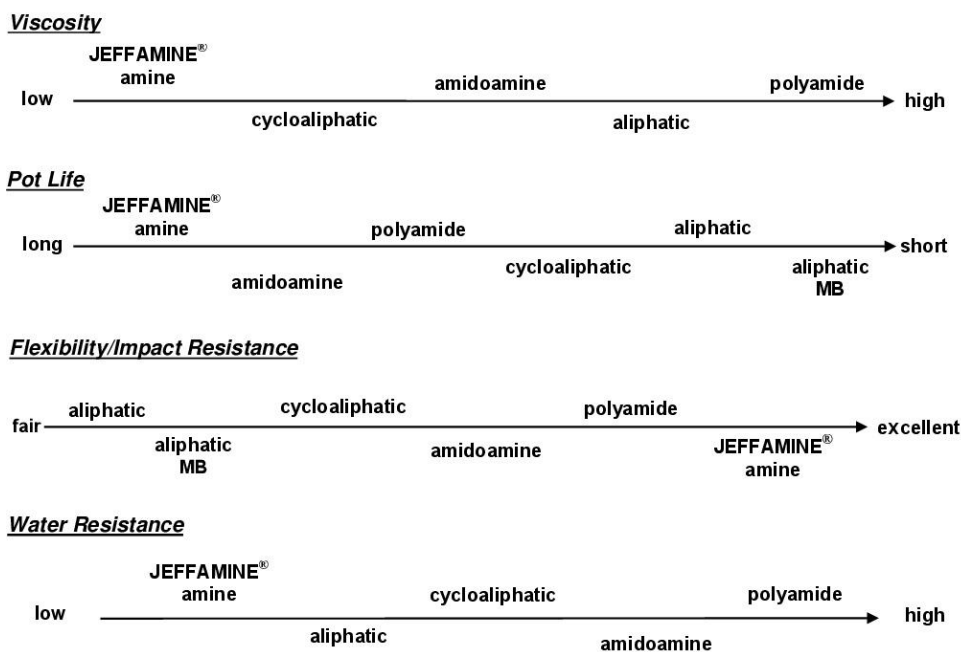
THE JEFFAMINE® PEA AS EPOXY CURING AGENTS

A wide range of properties may be developed through the incorporation of JEFFAMINE® products into epoxy resin formulations. Low shrinkage, good color, flexibility and tough, high gloss are characteristics of epoxy resins cured with JEFFAMINE® PEA's. For example, curing with JEFFAMINE® D-230 amine and JEFFAMINE® T-403 amine results in thermosetting products that are extremely tough and quite resistant to impact stress, and extreme thermal cycling. Room temperature curing with JEFFAMINE® T-403 amine results in composites with a high degree of strength. Formulating with the higher molecular weight products, such as JEFFAMINE® D-400 amine and JEFFAMINE® D-2000 amine can increase flexibility.

Surface imperfections (e.g., amine-blush and pinholes) of epoxy coatings cured with many unmodified aliphatic amines are largely overcome through the use of JEFFAMINE® products as curatives. Modifications used with many aliphatic amine curatives, through cyanoethylation, propoxylation, or epoxy-amine adduct preparation, necessary to reduce amine basicity, are not required for any of the JEFFAMINE® PEAs.

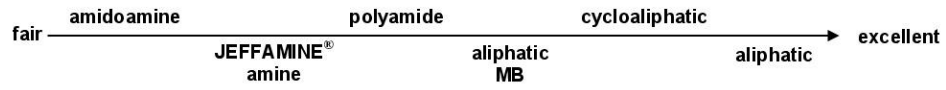
Table 4.1 compares JEFFAMINE® PEA's with other common epoxy curatives. The advantages of color, long pot life, flexibility, and low viscosity are highlighted.

Table 4.1 –Comparison of JEFFAMINE® PEA's vs. Other Conventional Epoxy Curing Agents



4. JEFFAMINE® PEA As Epoxy Curing Agents

Table 4.1 Continued
Solvent Resistance



Color

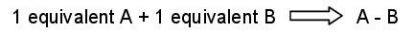


POLYETHERAMINE FORMULATION BASICS

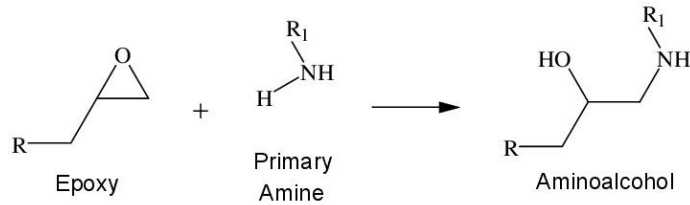
STOICHIOMETRY

The term "stoichiometry" refers to that area of chemistry that deals with the quantities, or proportions, of substances that enter into chemical reactions.

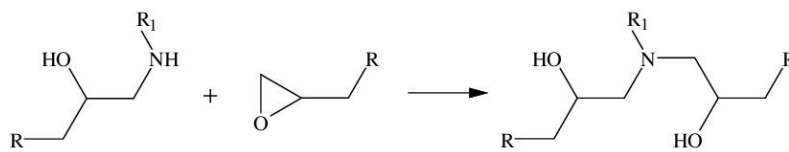
Chemicals react in definite proportions. In the simple chemical equation below, a given weight of Chemical A will always react with a given "equivalent," or "stoichiometric," amount of Chemical B to form Chemical A-B... at least as long as conditions are such that the reaction can proceed to completion.



With epoxies, when the curing agent is a "primary" amine like one of the JEFFAMINE® PEAs, two reactions take place. First, the oxirane ring in the epoxy resin is opened up.

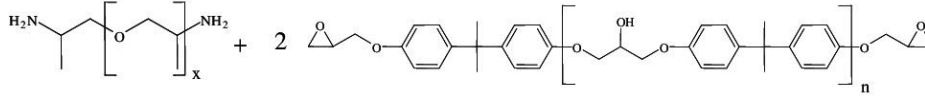


The reaction product is an aminoalcohol, and the amine nitrogen still has one hydrogen available for reaction. In a second step, this "secondary" amine can react with yet another epoxy, or oxirane, group to build molecular weight and branching.



4. JEFFAMINE® PEA As Epoxy Curing Agents

Thus, every -NH₂, or primary amine group, requires *two* oxirane, or $\begin{array}{c} \text{O} \\ \diagup \quad \diagdown \\ -\text{CH}-\text{CH}_2- \end{array}$ groups for complete reaction. When the reactants are, for example, a JEFFAMINE® polyetherdiamine and a typical bisphenol A-type epoxy resin, each molecule of diamine, with its *two* primary amine groups, may react with four oxirane groups. Each molecule of resin contains two oxirane groups, as shown below.



Therefore, in regard to chemical balancing, *how does one arrive at the correct, or optimum, proportions of reactants with epoxy systems?* In general, there are two ways: (1) calculate the quantities involved from the chemical "equivalent" weights of all the reactants, or (2) determine the balance empirically.

Generally, the empirical, or experimental, method of chemical balancing should be the more accurate of the two procedures, since actual working conditions are used. Differences in the two calculating methods often arise from factors such as steric hindrance or catalytic effects.

CALCULATED METHOD

How is the equivalent weight of a JEFFAMINE® product calculated? First, the equivalent weight may be approximated from the approximate molecular weight, which is the number following the letter that follows the JEFFAMINE® trade name. For example, the approximate molecular weight of JEFFAMINE® D-400 amine is 400. JEFFAMINE® D-400 amine, being a diamine, has four active hydrogens to react with epoxy groups, so the approximate equivalent weight is 400/4, or 100. This follows from the general formula:

$$\text{Amine hydrogen equivalent weight (AHEW)} = \frac{\text{Amine molecular weight}}{\text{Number of available hydrogens}}$$

and, of course, one "amine hydrogen equivalent weight" will react with one "equivalent weight" of epoxy resin.

A more accurate method for determining an amine hydrogen equivalent weight is to use the *primary amine content*, a value that is always available for each lot of product. This value, expressed in milliequivalents per gram (meq/g), is plugged into the formula

$$\text{Amine hydrogen equivalent weight (AHEW)} = \frac{1,000}{2 \times \text{primary amine content (meq/g)}}$$

For amine hardeners that contain a significant amount of secondary amine groups, as well as primary amines, the formula above should be modified as follows:

$$\text{AHEW} = \frac{1,000}{[2 \times \text{primary amine content (meq/g)}] + (\text{secondary amine content (meq/g)})}$$

These simple formulas for equivalent weight can be used for *any* JEFFAMINE® product, whatever the "functionality," or number of amine groups per molecule. Thus, if a sample of JEFFAMINE® D-230 amine has a primary amine content of 8.3 meq/g (from Table 1), the AHEW of the D-230 will be:

$$\text{AHEW} = \frac{1,000}{2 \times 8.3} = 60$$

(Note that these calculations of AHEW were designed for epoxy resin formulating. When amines are used in some other applications, such as for polyureas, the equations change because under most process conditions the isocyanate group will react only once with a primary amine group.)

4. JEFFAMINE® PEA As Epoxy Curing Agents

EMPIRICAL METHOD

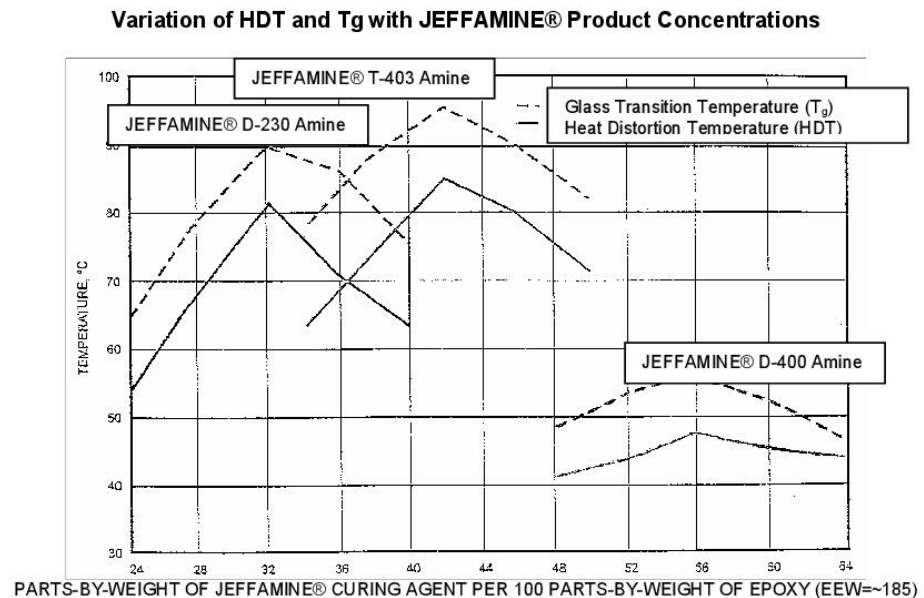
To empirically determine reactant proportions, two "indicators" may be employed: (1) heat distortion temperature (HDT) ASTM D 648, and (2) glass transition temperature (T_g). Both are measures of the degree of epoxy cure. In practice, the method is fairly simple if only two reactants are involved, namely, a single epoxy resin and curing agent.

Procedure: Proportions of the reactants are varied, the blends are cured as completely as possible, and the HDTs or T_gs are determined and plotted against reactant concentration.

The optimum reactant ratios are, in most cases, considered to be those at which HDTs and/or T_gs are maximized when the formulation is polymerized using the desired process conditions. (HDT and T_g are discussed in greater detail on page 54) At such an optimum ratio, the formulation is likely to have the least amount of "leftover" amine or epoxy groups. This is good, because it minimizes changes that can be caused by further reactions.

In Figure 4.1, HDT and T_g are plotted against the amount of amine hardener for three JEFFAMINE® products—"D-230", "D-400", and "T-403". Needless to say, the empirical method is potentially cumbersome when more than two reactants are involved, which is frequently the case with epoxies. A simpler way to proportion epoxy reactants is to use calculated equivalent weights. How do the calculated AHEWs of the JEFFAMINE® polyamines compare with empirically determined values? First of all, AHEWs calculated from typical primary amine values have been given in Table 3.1, and are repeated below. Second, empirical equivalent weights can be derived from Figure 4.1.

Figure 4.1



$$\text{Empirical AHEW} = \frac{\text{Weight of curative at maximum HDT or } T_g \times \text{Equivalent weight of epoxy resin}^*}{100 \text{ parts by wt. of epoxy resin}}$$

*(EEW, from the manufacturer)

For example, in the case of JEFFAMINE® D-230 amine, and an epoxy resin with EEW = 185, the numbers are:

$$\text{Empirical AHEW} = \frac{32}{100} \times 185 = 59 \text{ (60, by calculation).}$$

(compared to 60, obtained using the calculation method).

4. JEFFAMINE® PEA As Epoxy Curing Agents

Following this procedure, we obtain the comparative numbers for the products shown in the following table:

Product	Equivalent Weight	
	Calculated	Empirical
JEFFAMINE® D-230 amine	60	59
JEFFAMINE® D-400 amine	115	104
JEFFAMINE® T-403 amine	81	78

Thus, empirical equivalent weights for the JEFFAMINE® products are found to be within a few percent of the calculated values. So, in working with epoxies, one can safely use amine hydrogen equivalent weights derived from the primary amine values that are available for each lot of JEFFAMINE® product.

It is notable that in most epoxy work, formulations are based on 100 parts by weight (pbw) of epoxy resin, not on an epoxide equivalent weight (EEW) quantity (one "equivalent"). One must therefore calculate the amount of curative required to react with 100 pbw of resin.

Procedure: By definition, equivalent weights of materials react in 1:1 proportions. That is, one equivalent weight quantity of amine curative will react exactly with one equivalent weight quantity of an epoxy resin. So, a proportion may be set up where X is the parts of amine curative required to react with 100 pbw of epoxy resin (phr).

$$\frac{\text{AHEW}}{\text{EEW}} = \frac{X}{100}, \text{ or } X = \frac{\text{AHEW}}{\text{EEW}} \times 100$$

EXAMPLE: JEFFAMINE® D-230 PEA + 188 EEW Epoxy Resin.

The resin producer furnishes the epoxy equivalent weight (EEW) for his product—e.g., 188. If JEFFAMINE® D-230 amine is used as a curative, the AHEW will be 60 so 32 parts of JEFFAMINE® D-230 amine will be required to react with 100 parts of this epoxy (EEW = 188).

$$X = \frac{60}{188} \times 100 = 32 \text{ phr of JEFFAMINE® D-230 amine}$$

While discussing chemical stoichiometry, it is worth noting that considerable latitude in compounding is available to the epoxy formulator when JEFFAMINE® products are used. Deviation from chemically equivalent amounts of curative may be tolerated with minimal effect on many of the cured resin properties, a fact that is evident from the properties shown in Tables 4.2, 4.3 and 4.4. The tables show that near-optimum values for a number of properties may be obtained over a rather wide concentration variation with the JEFFAMINE® products. This is not generally the case with other amine curatives.

Thus, the epoxy formulator can use simple and precise calculated equivalent weights for JEFFAMINE® products, but at the same time enjoy rather wide compounding latitudes, deviating somewhat from the optimum stoichiometry, without serious deleterious effects on the properties of his finished products.

Note: Although several epoxy resins have been used to develop the data in this brochure, the most commonly used resin was the industry workhorse, a diglycidyl ether of bisphenol A (DGEBA or BADGE) based material having an EEW of ~188 and viscosity of ~13,000 cP (mPa-sec) (Araldite GY-6010). Wherever "EEW ~188" is used to designate an epoxy resin, the reader should assume it is this standard, general-purpose DGEBA resin. Standard resins may be obtained from Huntsman Advanced Materials as well as a number of other suppliers. Where other types of resins were used, that fact has been noted.

4. JEFFAMINE® PEA As Epoxy Curing Agents

Table 4.2 - Properties of an Epoxy Resin Cured with Differing Amounts of JEFFAMINE® D-230 amine

Formulation	A	B	C	D	E
Epoxy Resin (EEW 188) Araldite GY-6010	100	100	100	100	100
Curative concentration, phr ¹	24	28	32	36	40
Properties of cured 1/8-inch castings²					
Izod impact strength, ft-lb/in (J/m)	0.34 (18)	0.80 (43)	1.10 (59)	1.80 (96)	2.40 (13)
Dynatup® impact, total energy, in-lb (J)	16 (1.8)	36 (4.1)	78 (8.8)	61 (6.9)	78 (8.8)
Shore D hardness, 0-10 sec	76-73	77-75	77-74	77-74	76-73
Tensile strength, psi (MPa)	10,900 (75.2)	10,900 (75.2)	9,800 (67.6)	9,200 (63.4)	9,500 (65.5)
Tensile modulus, psi (GPa)	517,500 (3.57)	475,000 (3.28)	417,500 (2.88)	417,500 (2.88)	455,000 (3.14)
Elongation at break, %	2.9	5.5	9.6	4.8	6.1
Flexural strength, psi (Mpa)	17,000 (117)	17,600 (121)	15,700 (108)	14,700 (101)	15,600 (108)
Flexural modulus, psi (GPa)	546,000 (3.76)	512,500 (3.53)	454,000 (3.13)	454,000 (3.13)	480,500 (3.31)
Glass Transition Temp., T _g , °C	65	79	90	86	75
HDT, °C, 264 psi load (1.82 Mpa load)	53	67	80	69	61
% weight gain, 24-hr water boil	2.3	2.8	2.7	3.3	3.9
3-hr acetone boil	32.0	13.3	6.5	8.7	11.4
Compressive strength ³ psi, at yield (Mpa), at yield psi, at failure (Mpa), at failure	- -- 12,800 (88.3)	- -- 46,700 (322)	14,300 (98.6) 35,000 (221)	11,900 (82.0) 46,900 (323)	11,300 (77.9) 46,200 (319)
Adhesive properties⁴					
Tensile shear strength, psi (MPa)	4,400 (30.3)	4,100 (28.3)	3,500 (24.1)	4,100 (28.3)	4,400 (30.3)
T-peel strength, pli (g/mm)	2.6 (46)	2.0 (36)	2.5 (45)	2.6 (46)	2.8 (50)

¹ With standard, general-purpose epoxy resin, EEW 185-192, 11,000-15,000 cP (mPa-sec) (Araldite GY-6010).

² Cured 2 hr, 80oC; 3 hr, 125oC.

³ 1-inch tall cylinders of 1/8 inch diameter, (2.54 cm tall cylinders of 1.27 cm diameter)

⁴ Cured 1 hr., 125oC

Table 4.3 - Properties of an Epoxy Resin Cured with Differing Amounts of JEFFAMINE® D-400 amine

Formulation	A	B	C	D	E
Epoxy Resin (EEW 188) Araldite GY-6010	100	100	100	100	100
Curative concentration, phr ¹	48	52	56	60	64
Properties of cured 1/8-inch castings²					
Izod impact strength, ft-lb/in (J/m)	0.46 (25)	0.46 (25)	0.41 (22)	0.86 (46)	1.40 (75)
Dynatup® impact, total energy, in-lb (J)	84 (9.5)	69 (7.8)	156 (17.6)	134 (15.1)	141 (15.9)
Shore D hardness, 0-10 sec	74-70	74-70	74-70	74-70	73-69
Tensile strength, psi (MPa)	7,900 (54.5)	8,400 (57.9)	8,000 (55.1)	7,400 (51.0)	7,400 (51.0)
Tensile modulus, psi (GPa)	401,000 (2.77)	425,000 (2.93)	422,000 (2.910)	385,000 (2.654)	414,000 (2.854)
Elongation at break, %	3.7	3.8	4.7	4.5	5.5
Flexural strength, psi (MPa)	12,700 (87.6)	13,400 (92.4)	13,100 (90.3)	11,600 (80.0)	12,700 (87.6)
Flexural modulus, psi (GPa)	447,000 (3.082)	452,000 (3.116)	449,500 (3.099)	434,000 (2.992)	452,000 (3.116)

4. JEFFAMINE® PEA As Epoxy Curing Agents

Table 4.3 Continued	A	B	C	D	E
Glass Transition Temp., T _g , °C	49.0	53.5	56.1	52.9	47.0
HDT, °C, 264 psi (1.82 MPa) load	41	44	47	45	44
% weight gain, 24-hr water boil	2.3	2.6	2.6	2.8	3.0
3-hr acetone boil	41.6	32.2	25.4	25.0	23.8
Compressive strength ³ psi, at yield	10,400	10,100	9,600	9,100	9,500
(MPa) at yield	(71.7)	(69.6)	(66.2)	(62.7)	(65.5)
psi at failure	41,000	47,100	45,300	46,400	44,300
(MPa) at failure	(283)	(325)	(312)	(320)	(305)
Adhesive properties⁴					
Tensile shear strength, psi	3,900	3,800	3,800	3,800	3,600
(MPa)	(26.9)	(26.2)	(26.2)	(26.2)	(24.8)
T-peel strength, pli	3.2	3.9	4.9	5.9	5.1
(g/mm)	(57)	(70)	(88)	(105)	(91)

1 With standard, general-purpose epoxy resin, EEW 185-192, 11,000-15,000 cP (mPa-sec) (Araldite GY-6010).

2 Cured 2 hr, 80°C; 3 hr, 125°C.

3 1-inch tall cylinders of ½ inch diameter. (2.54 cm tall cylinders of 1.27 cm diameter)

4 Cured 1 hr., 125°C

Table 4.4 - Properties of an Epoxy Resin Cured with Differing Amounts of JEFFAMINE® T-403 amine

Formulation	A	B	C	D	E
Curative concentration, phr ¹	34	38	42	46	50
Properties of cured ½-inch castings²					
Izod impact strength, ft-lb/in	0.71	0.90	0.90	1.00	1.40
(J/m)	(38)	(48)	(48)	(53)	(75)
Dynatup® impact, total energy, in-lb	22	63	54	45	61
(J)	(2.5)	(7.1)	(6.1)	(51)	(6.9)
Shore D hardness, 0-10 sec	77-75	76-74	78-75	78-75	75-72
Tensile strength, psi	11,400	10,600	9,500	9,300	8,900
(MPa)	(78.6)	(73.1)	(65.5)	(64.1)	(61.4)
Tensile modulus, psi	478,000	447,000	418,000	390,500	402,000
(GPa)	(3.30)	(3.08)	(2.88)	(2.69)	(2.77)
Elongation at break, %	5.4	7.3	6.7	11.2	12.1
Flexural strength, psi	19,100	17,000	15,500	15,100	14,700
(MPa)	(132)	(117)	(107)	(104)	(101)
Flexural modulus, psi	570,000	509,000	437,000	443,000	440,000
(GPa)	(3.93)	(3.51)	(3.01)	(3.05)	(3.03)
Glass Transition Temperature, T _g , °C	77.7	89.0	95.6	89.6	82.3
HDT, °C, 264 psi (1.82 MPa) load	62	73	83	78.5	70
% weight gain, 24-hr water boil	2.0	2.1	2.0	2.2	2.5
3-hr acetone boil	14.7	9.5	5.6	5.2	6.7
Compressive strength ³ psi, at yield	11,400	10,500	11,700	11,500	10,100
(MPa) at yield	(78.6)	(72.4)	(80.7)	(79.3)	(69.6)
psi at failure	34,900	41,100	41,000	44,300	43,700
(MPa) at failure	(241)	(283)	(283)	(305)	(301)
Adhesive properties⁴					
Tensile shear strength, psi	3,500	4,000	3,400	3,800	4,100
(MPa)	(24.1)	(27.6)	(23.4)	(26.2)	(28.3)
T-peel strength, pli	4.0	4.6	4.4	6.5	4.9
(g/mm)	(71)	(82)	(79)	(116)	(88)

1 With standard, general-purpose epoxy resin, EEW 185-192, 11,000-15,000 cP (mPa-sec) (Araldite GY-6010).

2 Cured 2 hr, 80°C; 3 hr, 125°C.

3 1-inch tall cylinders of ½ inch diameter. (2.54 cm tall cylinders of 1.27 cm diameter)

4 Cured 1 hr., 125°C