

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

INFORME DE MATERIA INTEGRADORA

**“DESARROLLO DE NANOCOMPUESTOS BIO-
ELASTOMÉRICOS EPÓXICOS LIBRES DE SOLVENTES
PARA APLICACIONES INDUSTRIALES”**

Previo a la obtención del Título de:

INGENIERO QUÍMICO

Autores

**MARÍA MERCEDES ALAVA VILLAFUERTE
YESENIA GABRIELA PACHECO CONDO**

GUAYAQUIL – ECUADOR

AÑO 2017

RESUMEN

El presente proyecto se basa en el desarrollo de elastómeros elaborados a partir de dos bio-resinas comerciales: un aceite de Castor epoxidizado (ECO), Heloxy 505 y un Sorbitol Glicidil Éter epoxidizado (SGE), GE-60, curadas con una diamina (DDA) basada en ácidos grasos. Estas resinas han sido obtenidas de fuentes renovables y son ambientalmente amigables comparadas con resinas de origen del petróleo. Las formulaciones de los termoestables fueron reforzadas con dos tipos de organoarcillas comerciales denominadas: Cloisite 20A ó Cloisite 30B.

Para la caracterización y evaluación del nanocompuesto se han empleado diferentes técnicas como: espectroscopía de infrarrojo por transformada de Fourier para realizar seguimiento del grado de conversión del grupo epoxi, revelando porcentajes de conversión de epoxi superiores al 75%. Con el objeto de estudiar la morfología de las diferentes composiciones y la dispersión de la arcilla se ha utilizado SEM y XRD; obteniéndose estructuras intercaladas en las 8 variantes en la composición.

Finalmente se evaluaron las propiedades mecánicas, evidenciando que la incorporación de las organoarcillas mejora significativamente las propiedades mecánicas (módulo de Young, esfuerzo de tensión y dureza) en comparación a un termoestable reticulado preparado únicamente por las resinas epóxicas y el agente curador.

Palabras claves: Elastómeros, epóxicas, nanocompuestos, organoarcillas, materiales renovables

ABSTRACT

The present project is based on the development of thermoset elastomers, elaborated from two bio resins (ECO and SEGE), varying the epoxy compositions and curing with diamine dimer (DDA) based on fat acids. These resins are bio-based and it becomes a full biobased thermoset elastomer reinforcing them with two types of clays: Cloisite 20A and Cloisite 30B. For the characterization and evaluation of the nanocomposite different characterization techniques were used. Infrared spectroscopy was used to follow-up the epoxy conversion, getting percentages of conversion greater than 75% for these systems. In order to study the morphology of the different compositions and the dispersion of the clay, SEM and XRD were used; there being obtained structures inserted in 8 variants in the composition. Finally the mechanical properties were evaluated, demonstrating that the incorporation of the clays improves significantly the mechanical properties (tension and hardness) in comparison to the neat thermoset elastomer prepared only by the epoxy resins and the curing agent.

Keywords: Elastomers, epoxy, nanocomposites, bio-based organoclay

DEDICATORIA

A mis padres: Ena Villafuerte y Sebastián Alava, quienes con esfuerzo y esmero me brindaron incondicionalmente su apoyo, inculcándome desde niña el deseo de superación.

A mis hermanos: María Judith y José Fabián, quienes han sido mi ejemplo a seguir y la fuente de inspiración para conseguir este logro.

A mis maestros, quienes me han enseñado que la vida es una escuela donde todos los días hay algo que aprender.

Y a Dios ya que gracias a él he culminado mi etapa universitaria, que no es otra cosa sino el comienzo de mi etapa profesional.

María Mercedes Alava.

A Dios, por acompañarme en todo momento y ser mi fortaleza interna.

A mis padres, Benito y Marcia, por su amor y apoyo en todos los momentos de mi vida.

A mis hermanas, Karen y Paola, y a mi sobrina Francesca por ser mis puntos de equilibrio y motivación constante para cumplir mis metas.

A mis compañeros de universidad, por ser la fuente de alegría de cada día.

Yesenia Pacheco.

AGRADECIMIENTO

En primer lugar, a Dios porque ha estado con nosotras en cada paso que damos, cuidándonos, guiándonos y dándonos fortaleza para continuar y permitir que se cumplan nuestras aspiraciones y esperanzas.

A nuestros padres, pilares fundamentales en nuestras vidas, quienes han velado por nuestro bienestar y educación siendo nuestro apoyo en todo momento.

A nuestros profesores a quienes les debemos gran parte de nuestros conocimientos, gracias por sus enseñanzas

Agradecemos de manera muy especial a nuestro tutor Phd. Andrés Rigail, por su esfuerzo y dedicación, quien con sus conocimientos, experiencia, paciencia y motivación ha contribuido a la culminación exitosa de esta tesis.

A todo el equipo que conforma el LEMAT por su predisposición y colaboración en la realización de cada una de las pruebas necesarias para la culminación del presente proyecto.

A las personas que han formado parte de nuestra etapa universitaria, por su amistad, consejos y apoyo. Les agradecemos por ser parte de nuestra vida y por todo lo que nos han brindado.

DECLARACIÓN EXPRESA

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

María Alava Villafuerte

Yesenia Pacheco Condo

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

María Alava Villafuerte

Yesenia Pacheco Condo

ACRÓNIMOS Y SIGLAS

AHEW	Cantidad equivalente de hidrógenos de la amina
ASTM	American Society for Testing and Materials
C20A	Cloisite 20 A
C30B	Cloisite 30B
CEC	Capacidad de Intercambio Catiónico
DDA	Dimer Diamine
DGEBA	Diglicidil éter de bisfenol A
ECO	Epoxidizil Castor Oil (Heloxy Modifier 505)
EEW	Cantidad equivalente de epóxico
ESPOL	Escuela Superior Politécnica del Litoral
FCNM	Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas
FIMCP	Facultad de Ingeniería Mecánica en Ciencias de la Producción
FTIR	Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier
IR	Infrarrojo
LEMAT	Laboratorio de Ensayos Meteorológicos y de Materiales
SEM	Microscopía Electrónica de Barrido
SGE	Sorbitol Glicidyl Ether (GE60)
TPE	Thermoplastic elastomeric (elastómeros termoplásticos)
TSE	Thermoset elastomeric (elastómeros termoestables)
XRD	Difracción de Rayos X

TABLA DE CONTENIDO

RESUMEN.....	i
ABSTRACT	ii
DEDICATORIA	iii
AGRADECIMIENTO	iv
DECLARACIÓN EXPRESA.....	iv
TABLA DE CONTENIDO	vii
ÍNDICE DE FIGURAS	xi
ÍNDICE DE TABLAS	xv
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPÍTULO 1	5
1. MARCO TEÓRICO	6
1.1 Elastómeros.....	6
1.1.1 Termoestables (TSE).....	6
1.1.2 Termoplástico (TPE)	6
1.2 Resinas epóxicas.....	7
1.2.1 Propiedades de las resinas epóxicas	8
1.2.2 Epoxidizil Castor Oil (ECO) - Heloxy Modifier 505	8
1.3 Agentes curadores	10
1.3.1 Agente de Curado Tipo Amina	10
1.3.2 Agente de curado alcalino	11
1.3.3 Agente de curado anhídrido	11
1.4 Reacciones entre epoxi-amina	12
1.5 Rellenos	13
1.5.1 Arcillas.....	14

1.5.2	Cloisite 20 A	14
1.5.3	Cloisite 30 B	15
1.6	Nanocompuestos	16
1.6.1	Morfología de los nanocompuestos	16
1.6.2	Aplicaciones de los nanocompuestos	17
1.7	Caracterización de nanocompuestos elastomericos	18
1.7.1	Ensayos de caracterización de nanocompuestos	18
1.7.2	Caracterización Físico Mecánico	23
1.7.3	Caracterización Físico Química	27
CAPÍTULO 2		28
2.	METODOLOGÍA	29
2.1	Preparación de la muestra	31
2.1.1	Mezclado de la muestra	32
2.1.2	Curado de las muestras	33
2.2	Caracterización de nanocompuestos epóxicos-arcillas	34
2.2.1	Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier, FTIR	34
2.2.2	Microscopía electrónica de barrido, SEM.....	36
2.2.3	Difracción de Rayos X, XRD	37
2.2.4	Dureza.....	38
2.2.5	Tensión	40
2.2.6	Hinchamiento	41
CAPÍTULO 3		44
3.	RESULTADOS	45
3.1	Grado de conversión de resina epóxica mediante FTIR.....	45
3.1.1	Sistema 30-70 (30% SGE - 70% ECO)	45
3.1.2	Sistema 30-70 (30% SGE - 70% ECO) + Cloisite 20A	46
3.1.3	Sistema 30-70 (30% SGE - 70% ECO) + Cloisite 30B	47

3.1.4	Sistema 50-50 (50% SGE - 50% ECO)	48
3.1.5	Sistema 50-50 (50% SGE - 50% ECO) + Cloisite 20A	49
3.1.6	Sistema 50-50 (50% SGE - 50% ECO) + Cloisite 30B	50
3.1.7	Sistema 70-30 (70% SGE - 30% ECO)	51
3.1.8	Sistema 70-30 (70% SGE - 30% ECO) + Cloisite 20A	52
3.1.9	Sistema 70-30 (70% SGE - 30% ECO)+ Cloisite 30B	54
3.1.10	Sistema 90-10 (90% SGE - 10% ECO)	55
3.1.11	Sistema 90-10 (90% SGE - 10% ECO)+ Cloisite 20 A	56
3.1.12	Sistema 90-10 (90% SGE - 10% ECO)+ Cloisite 30B	57
3.1.13	Comparación del grado de conversión de epoxi del sistema 30-70 ..	59
3.1.14	Comparación del grado de conversión de epoxi del sistema 50-50 ..	59
3.1.15	Comparación del grado de conversión de epoxi del sistema 70-30 ..	60
3.1.16	Comparación del grado de conversión de epoxi del sistema 90-10 ...	60
3.2	SEM	61
3.4	Pruebas mecánicas	66
3.4.1	Sistema 30% SGE - 70% ECO	66
3.4.2	Sistema 30% SGE - 70% ECO + Cloisite 20A	67
3.4.3	Sistema 30% SGE - 70% ECO + Cloisite 30B	68
3.4.4	Sistema 50% SGE - 50% ECO	69
3.4.5	Sistema 50% SGE - 50% ECO + Cloisite 20A	70
3.4.6	Sistema 50% SGE - 50% ECO + Cloisite 30B	71
3.4.7	Sistema 70% SGE - 30% ECO	72
3.4.8	Sistema 70% SGE - 30% ECO + Cloisite 20A	73
3.4.9	Sistema 70% SGE - 30% ECO + Cloisite 30B	74
3.4.10	Sistema 90% SGE - 10% ECO	75
3.4.11	Sistema 90% SGE - 10% ECO + Cloisite 20A	76
3.4.12	Sistema 90% SGE - 10% ECO + Cloisite 30B	77

3.4.13	Comparación porcentual de los valores de dureza	78
3.5	Resultados pruebas físico-químicas	79
3.5.1	Hinchamiento al agua	79
3.5.2	Hinchamiento al tolueno	82
CAPÍTULO 4	87
4.	ANÁLISIS DE RESULTADOS	88
4.1	Interpretación de los ensayos de FTIR	89
4.2	Interpretación de los ensayos de SEM	89
4.3	Interpretación de los ensayos de XRD	90
4.4	Interpretación de las propiedades mecánicas	91
4.5	Interpretación de los resultados de hinchamiento	92
4.5.1	Hinchamiento al agua	92
4.5.2	Hinchamiento al tolueno	92
CAPÍTULO 5	94
5.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	95
5.1	Recomendaciones	95
5.2	Conclusiones	95
Referencias	97
GLOSARIO DE TERMINOS	101
ABREVIATURAS	103
SIMBOLOGÍA	104
ANEXO	105
ANEXO A: Espectrofotogramas de los diferentes sistemas	106

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. 1. Grupo epoxi.....	7
Figura 1. 2. Estructura química de Heloxy Modifier 505	9
Figura 1. 3. Estructura química del GE60	9
Figura 1. 4. Estructura de Croda Priamine	11
Figura 1. 5. Reacciones epoxi-amina	13
Figura 1. 6. Estructura de la Cloisite 20 A	15
Figura 1. 7. Estructura de la Cloisite 30 B.....	15
Figura 1. 8. Distribuciones de la arcilla en la matriz polimerica: a) tactoides, b) intercalados y c) exfoliados	16
Figura 1. 9. Espectros FTIR durante el curado isotérmico de una muestra epóxica con respecto a la evolución del tiempo de los.....	19
Figura 1. 10. Las representaciones básicas del trazado de un haz de electrones y la señal emitida como función de la posición sobre una imagen / monitor de pixelado.....	21
Figura 1. 11. Principio de difracción de rayos X.....	22
Figura 1. 12. Picos característicos para diferentes fases del polímero.....	23
Figura 1. 13. Probetas para la prueba de tensión.....	25
Figura 1. 14. Gráfica deformación Vs esfuerzo de un elastómero.....	26
Figura 2. 1 Diagrama de bloques del proceso.....	30
Figura 2. 2 Speed Mixer	33
Figura 2. 3. Horno usado en el curado de las muestras.....	33
Figura 2. 4. Muestra para ensayo de FTIR.....	35
Figura 2. 5 Equipo utilizado para el ensayo de FTIR (Espectrofotómetro).....	36
Figura 2. 6. Equipo usado para el ensayo de SEM	36
Figura 2. 7. Difractómetro de Rayos X	37
Figura 2. 8. Muestra preparada para el ensayo XRD.....	38
Figura 2. 9. Durómetro Shore A.....	39
Figura 2. 10. Kit de bloques utilizados para la calibración del durómetro.	39
Figura 2. 11. Máquina Universal de Ensayos	40
Figura 2. 12. Probeta utilizada en el ensayo de tensión	41
Figura 2. 13. Ensayo de Hinchamiento en agua	42
Figura 2. 14. Muestras para la prueba de Hinchamiento en tolueno.....	43

Figura 2. 15. Pesaje de las muestras para pruebas de hinchamiento al tolueno ..	43
Figura 3.1. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (30%SGE - 70%ECO).....	46
Figura 3.2. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C20A- 30%SGE-70%ECO).....	47
Figura 3.3. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C30B- 30%SGE-70%ECO).....	48
Figura 3.4. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C50A- 50%SGE-50%ECO).....	49
Figura 3.5. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C20A- 50%SGE-50%ECO).....	50
Figura 3.6. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C30B- 50%SGE-50%ECO).....	51
Figura 3.7. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (70%SGE - 30%ECO).....	52
Figura 3.8. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C20A- 70%SGE-30%ECO).....	53
Figura 3.9. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C30B- 30%SGE-70%ECO).....	54
Figura 3.10. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (90%SGE - 10%ECO).....	56
Figura 3.11. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C20A- 90%SGE-10%ECO).....	57
Figura 3.12. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C30B- 90%SGE-10%ECO).....	58
Figura 3.13. Comparación del grado de conversión de epoxi del sistema 30-70..	59
Figura 3.14. Comparación del grado de conversión de epoxi del sistema 50-50..	59
Figura 3.15. Comparación del grado de conversión de epoxi del sistema 70-30..	60
Figura 3.16. Comparación del grado de conversión de epoxi del sistema 90-10..	60
Figura 3.17. Imagen de SEM - Sistema C20A - 30% SGE - 70% ECO.....	61
Figura 3.18. Imagen de SEM – Sistema C30B - 30% SGE - 70% ECO.....	61
Figura 3.19. Imagen de SEM - Sistema C20A - 50% SGE - 50% ECO.....	62
Figura 3.20. Imagen de SEM - Sistema C30B - 50% SGE - 50% ECO.....	62

Figura 3.21. Imagen de SEM - Sistema C20A - 70% SGE - 30% ECO.....	63
Figura 3.22. Imagen de SEM - Sistema C30B - 70% SGE - 30% ECO.....	63
Figura 3.23. Imagen de SEM - Sistema C20A - 90% SGE - 10% ECO.....	64
Figura 3.24. Imagen de SEM - Sistema C30B - 90% SGE - 10% ECO.....	64
Figura 3.25. Comparación de XRD de los sistemas con Cloisite 20A.....	65
Figura 3.26. Comparación de XRD de los sistemas con Cloisite 30B.....	65
Figura 3.27. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 30% SGE - 70% ECO	66
Figura 3.28. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 30% SGE - 70% ECO + Cloisite 20A.....	67
Figura 3.29. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 30% SGE - 70% ECO + Cloisite 30B.....	68
Figura 3.30. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 50% SGE - 50% ECO	69
Figura 3.31. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 50% SGE - 50% ECO + Cloisite 20A.....	70
Figura 3.32. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 50% SGE - 50% ECO + Cloisite 30B.....	71
Figura 3.33. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 70% SGE - 30% ECO	72
Figura 3.34. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 70% SGE - 30% ECO + Cloisite 20A.....	73
Figura 3.35. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 70% SGE - 30% ECO + Cloisite 30B.....	74
Figura 3.36. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 90% SGE - 10% ECO	75
Figura 3.37. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 90% SGE - 10% ECO + Cloisite 20A.....	76
Figura 3.38. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 90% SGE - 10% ECO + Cloisite 30B.....	77
Figura 3.39. Hinchamiento al agua – Sistema (30% SGE - 70% ECO).....	79
Figura 3.40. Hinchamiento al agua – Sistema (50% SGE - 50% ECO).....	79
Figura 3.41. Hinchamiento al agua – Sistema (70% SGE - 30% ECO).....	80
Figura 3.42. Hinchamiento al agua – Sistema (90% SGE - 10% ECO).....	80
Figura 3.43. Comparación de los diferentes sistemas en la prueba de hinchamiento agua	81
Figura 3.44. Hinchamiento al tolueno - Comparación entre los sistemas 30-70 ..	82

Figura 3.45. Hinchamiento al tolueno - Comparación entre los sistemas 50-50 ...	83
Figura 3.46. Hinchamiento al tolueno - Comparación entre los sistemas 70-30 ...	84
Figura 3.47. Hinchamiento al tolueno - Comparación entre los sistemas 90-10 ...	85
Figura 3.48. Comparación de los diferentes sistemas en la prueba de hinchamiento tolueno	86

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2. 1. Sistema epoxi/amina/arcilla con diferentes composiciones	29
Tabla 3.1. Curado del sistema (30%SGE-70%ECO).....	45
Tabla 3.2 Curado del sistema C20A (30%SGE-70%ECO)	46
Tabla 3.3 Curado del sistema C30B (30%SGE-70%ECO)	47
Tabla 3.4 Curado del sistema (50%SGE-50%ECO)	48
Tabla 3.5 Curado del sistema C20A (50%SGE-50%ECO)	49
Tabla 3.6 Curado del sistema C30B (50%SGE-50%ECO)	50
Tabla 3.7 Curado del sistema (70%SGE-30%ECO)	51
Tabla 3.8 Curado del sistema C20A (70%SGE-30%ECO)	52
Tabla 3.9 Curado del sistema C30B (70%SGE-30%ECO).....	54
Tabla 3.10 Curado del sistema (90%SGE-10%ECO)	55
Tabla 3.11. Curado del sistema C20A (90%SGE-10%ECO).....	56
Tabla 3.12. Curado del sistema C30B (90%SGE-10%ECO).....	57
Tabla 3.13. Propiedades mecánicas – Sistema 30% SGE - 70% ECO	66
Tabla 3.14. Propiedades mecánicas – Sistema 30% SGE - 70% ECO + Cloisite 20A.....	67
Tabla 3.15. Propiedades mecánicas – Sistema 30% SGE - 70% ECO + Cloisite 30B.....	68
Tabla 3.16. Propiedades mecánicas – Sistema 50% SGE - 50% ECO	69
Tabla 3.17. Propiedades mecánicas – Sistema 50% SGE - 50% ECO + Cloisite 20A.....	70
Tabla 3.18. Propiedades mecánicas – Sistema 50% SGE - 50% ECO + Cloisite 30B.....	71
Tabla 3.19. Propiedades mecánicas – Sistema 70% SGE - 30% ECO	72
Tabla 3.20. Propiedades mecánicas – Sistema 70% SGE - 30% ECO + Cloisite 20A.....	73
Tabla 3.21. Propiedades mecánicas – Sistema 70% SGE - 30% ECO + Cloisite 30B.....	74
Tabla 3.22. Propiedades mecánicas – Sistema 90% SGE - 10% ECO	75
Tabla 3.23. Propiedades mecánicas – Sistema 90% SGE - 10% ECO + Cloisite 20A.....	76

Tabla 3.24. Propiedades mecánicas – Sistema 90% SGE - 10% ECO + Cloisite 30B.....	77
Tabla 3.25. Valores de las pruebas de tensión de los diferentes sistemas	78
Tabla 3. 26. Valores de dureza Shore A de los diferentes sistemas y sus respectivos incrementos con respecto a los sistemas puros	78
Tabla 3.27. Datos de los coeficientes de Hill – Sistema 30% SGE - 70% ECO...	82
Tabla 3.28. Datos de los coeficientes de Hill – Sistema 50% SGE - 50% ECO...	83
Tabla 3.29. Datos de los coeficientes de Hill – Sistema 70% SGE - 30% ECO...	84
Tabla 3.30. Datos de los coeficientes de Hill – Sistema 90% SGE - 10% ECO....	85

INTRODUCCIÓN

En los últimos años un tema de gran interés en los materiales es mejorar sus propiedades, en especial incrementar sus propiedades mecánicas y disminuir su peso. Muchos estudios se enfocan en la incorporación de reforzamientos para desarrollar compuestos en escala nanométrica en una matriz polimérica, para obtener un producto final con propiedades superiores a las que tendría el polímero convencional.

Existe una gran variedad de rellenos a nanoescala como: silicatos, arcillas, negro de carbono (Paul y Robenson, 2016); los cuales están desplazando a los rellenos tradicionales debido a dos principales razones: son eficaces en poca cantidad (generalmente menos del 10% del peso total) y logran mejorar significativamente las propiedades tanto mecánica como térmicas, incluyendo módulo, resistencia al calor e impacto (Fengge, 2004).

Los nanocompuestos formados con arcillas despertaron el interés desde que en 1988 el grupo “Toyota’s Central Research and Development Laboratories” desarrollara los primeros compuestos de arcillas y con ello obtuviera la primera patente de este tipo de nanocompuestos (Okada et al, 1990). A partir de esa fecha hasta la actualidad se han venido desarrollando múltiples investigaciones de matrices termoplásticas y termoestables reforzadas con diferentes tipos de arcillas correspondientes al grupo de las esmectitas, por ejemplo, la montmorillonita.

A nivel local, en Ecuador, con el cambio de la matriz productiva se han venido desarrollando investigaciones; una de ellas es un trabajo previo desarrollado en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción, Escuela Superior Politécnica del Litoral (ESPOL) en Guayaquil, conjuntamente con Departamento de Ingeniería de Plásticos, Universidad de Massachusetts con la finalidad de desarrollar elastómeros epóxicos basados en bio-resinas, es decir resinas desarrolladas a partir de materiales o desechos renovables y con adiciones de organoarcillas para mejorar ciertas propiedades finales (Chavez, Vera, Rigail y Schmidt, 2016).

El Doctor Ulrich Giese (Guzmán, Pelaez y Zambrano, 2013), director general del Instituto Alemán para la Tecnología del Caucho en Hannover, Alemania, considera que existe un panorama de alto potencial para los elastómeros en el futuro. Dependiendo del relleno utilizado y del agente curador que se agregue al polímero serán diferentes las propiedades del elastómero final, así también se debe considerar los factores como: temperatura del proceso, tiempo de postcurado para lograr un curado óptimo, de manera que las propiedades mecánicas no se vean afectadas.

El presente trabajo pretende desarrollar un elastómero epóxico en base a una determinada cantidad agregada de arcilla para mejorar sus propiedades mecánicas, este elastómero no tendrá como base el petróleo sino dos bio-resinas: un epóxico basado en aceite de castor (Heloxy 505) y una resina proveniente de éter glicídico de sorbitol (GE60); y se utilizará un agente curador proveniente de ácidos grasos (Croda Priamine 1071). Este elastómero abrirá un nuevo campo en la fabricación de elastómeros libres de solventes con un bajo impacto ambiental, logrando aprovechar otros recursos no tóxicos como es la arcilla (Lipinska y Hutchinson, 2012).

Desde el punto de vista de sostenibilidad es recomendable el reemplazo de resinas a base de petróleo con resinas desarrolladas con materiales renovables. Por otro lado, se intenta disminuir los costos de procesamiento del elastómero termoestable. Los elastómeros usualmente se procesan a elevadas temperaturas y sus tiempos de curado son también elevados. Existe un trabajo previo ya desarrollado en el que se cura a menos de 100°C y el tiempo de curado es de tres horas aproximadamente. Estas características del procesamiento lo hacen bastante viable para aplicaciones industriales. Adicionalmente se incorporarán organoarcillas de manera que se mejorarán las propiedades mecánicas y físicas como es el caso de resistencia química o estabilidad hidrolítica y durabilidad.

Las nanoarcillas son más eficientes que los rellenos a escala micro en una matriz polimérica debido a que producen una mayor área interfacial, logrando interactuar de mejor manera con el polímero (Garzón, 2014). Una ventaja adicional en este tipo de materiales es que provienen de fuentes renovables,

con lo cual se influye positivamente en el balance de CO₂ en su vida. Por ello el desarrollo de nanocompuestos amigables o “Green composites” se está volviendo una tendencia a nivel mundial.

Actualmente existe una infinidad de elastómeros como: poliuretanos, siliconas de dos partes, caucho vulcanizado, entre otros. Los poliuretanos pese a tener poca estabilidad hidrolítica y térmica son los preferidos debido a la facilidad de su proceso, a sus buenas propiedades de adherencia a los sustratos y por su diverso rango en lo referente a propiedades mecánicas.

Los que presentan una estabilidad térmica e hidrolítica mejor que los poliuretanos son las siliconas y el caucho vulcanizado. El proceso para producir siliconas como caucho vulcanizado es parecido, y es relativamente caro. El limitante del uso de las siliconas es que requiere bastante tiempo para su curado y además se lo realiza a altas temperaturas, y su dureza es inferior a 80A, mientras que el caucho vulcanizado requiere una elevada temperatura de procesamiento y moldeo. Todos estos elastómeros tienen como base el petróleo, con lo cual sus procesos en su mayoría resultan ser tóxicos.

En los últimos años se ha incrementado el uso de elastómeros gracias a la facilidad de maleabilidad y a otras propiedades que presenta. Sin embargo, los elastómeros convencionales como cualquier otro tipo de plásticos provenientes del petróleo generan cada vez un mayor impacto ambiental, esto se debe principalmente a las siguientes razones:

- Dificil y lenta degradabilidad en el medio.
- Empleo de solventes y aditivos en su composición para mejorar sus propiedades, siendo algunos tóxicos.
- Generación de residuos, con su consecuente acumulación principalmente en océanos y mares.

Para lograr diferentes propiedades finales del polímero se utilizan diferentes aditivos químicos, como es el caso del Bisfenol A. Este aditivo químico está generando preocupación en la comunidad científica debido a que puede transmitirse a los seres humanos. Se ha demostrado que cuando una sustancia

química ingresa al cuerpo humano puede funcionar como hormonas, con lo cual se producen alteraciones en el desarrollo sexual, infertilidad e incluso cáncer (Tellez, 2012).

La hipótesis de este proyecto es: El desarrollo un elastómero epóxico con componentes de baja toxicidad y de fácil mezclado sin utilizar solventes. Además con la incorporación de organoarcillas a los nanocompuestos se mejorarán las propiedades mecánicas.

El objetivo general de este proyecto es desarrollar un nanocompuesto de elastómero bio-epóxico libre de solventes y curado a bajas temperaturas, y los objetivos específicos: 1) Optimizar la formulación y curado del elastómero epóxico-amina del nanocompuesto mediante el uso de infrarrojo y espectrometría UV; 2) Caracterizar la dispersión de las arcillas mediante el uso de espectrometría infrarroja, difracción rayos x, y microscopía electrónica de barrido; 3) Evaluar las propiedades mecánicas tales como resistencia a la tensión, dureza de cada uno de los sistemas desarrollados en este proyecto; 4) Disminuir los impactos ambientales generados con elastómeros convencionales mediante el empleo de materiales de relleno nanoescalados, mejorando de así su ciclo de vida.

CAPÍTULO 1

1. MARCO TEÓRICO

1.1 Elastómeros

Un elastómero es un polímero de tipo caucho que demuestra un comportamiento elástico en el momento de la carga. En los materiales elastomericos, las moléculas poliméricas tienen una interacción débil entre ellas. Por lo tanto, recuperan su forma original después de la eliminación de cargas. Un material elastomerico tiene alta resistencia al desgarro, es dimensionalmente más estable en el almacenamiento, altamente resistente al agua y resistente a la corrosión. Tiene un amplio campo de aplicaciones tales como pinturas, recubrimientos, revestimientos y techados.

Los polímeros elastomericos se pueden clasificar como termoestables y termoplásticos.

1.1.1 Termoestables (TSE)

Los elastómeros termoestables se distinguen por su estructura tridimensional, son más frágiles y tienen menor resistencia al impacto. En el proceso de curado, los polímeros termoestables generan enlaces químicos, esto se conoce como reticulación. Esta reticulación no es reversible y los materiales resisten la fusión en presencia calor. La resistencia natural al calor hace que los termoestables sean ideales para aplicaciones de alto calor, como electrodomésticos y electrónica. Se utilizan en aplicaciones de altos niveles de calor para evitar deformaciones.

1.1.2 Termoplástico (TPE)

Los materiales elastómeros termoplásticos son una mezcla física de polímeros (un plástico y un caucho). Exhiben las propiedades de los plásticos y de los cauchos. Las propiedades únicas de ambos materiales existen porque los

materiales de TPE son creados solamente por la mezcla física de un termoplástico y un elastómero y ninguna sustancia química o covalente.

Se utilizan en muchas aplicaciones, como adhesivos, calzado, dispositivos médicos, piezas de automóviles, artículos de retención de viviendas, etc.

Para este proyecto nos centraremos en los polímeros termoplásticos, específicamente en los elastómeros termoplásticos (TPE), obtenidos a partir de resinas epóxicas.

1.2 Resinas epóxicas

Las resinas epóxicas son prepolímeros o monómeros que contienen en su estructura al menos dos grupos epoxi. El grupo epoxi u oxirano es un éter cíclico, en el cual dos átomos de carbono están unidos a un átomo de oxígeno (Ege, 2000).

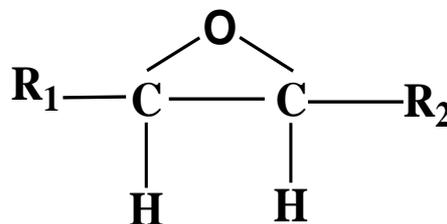


Figura 1. 1.Grupo epoxi

Fuente: Alava y Pacheco

Las resinas epóxicas se pueden clasificar en dos grandes grupos:

Resinas glicidílicas: se obtienen por reacción de condensación entre una sustancia que tenga dos grupos hidrógenos activos (diaminas, polioles) y la epíclorhidrina. La mayor parte de estas resinas corresponden a la reacción del diglicidil éter de bisfenol A (DGEBA) con la epíclorhidrina; esto representa el 80% de las resinas epóxicas.

Resinas no glicidílicas: se obtiene por epoxidación de dienos alifáticos o ciclos alifáticos (Ortega, 2012).

1.2.1 Propiedades de las resinas epóxicas

Las principales propiedades de las resinas epóxicas son:

- Elevada resistencia química
- Elevada resistencia a la humedad
- Buenas propiedades eléctricas
- Durante el proceso de curado presenta una baja contracción
- No emiten compuestos orgánicos volátiles mientras se curan
- Resistentes al impacto

La versatilidad de las resinas en diferentes campos se debe a que pueden ser modificadas para lograr distintas propiedades. Estas modificaciones pueden ser:

- Selección de una resina o combinar algunas resinas
- Selección de un agente curador adecuado de acuerdo al tipo de resina empleado
- Adición de una carga ya sea orgánica o inorgánica.

Estos cambios en las resinas se conocen como formulación o composición (Martínez, 2015).

Selección de una resina o combinación de algunas resinas: Las resinas utilizadas en el presente proyecto son Heloxy Modifier 505 y GE60.

1.2.2 Epoxidil Castor Oil (ECO) - Heloxy Modifier 505

Es una resina de poli epóxido con baja viscosidad. Es compatible para muchas variedades de sistemas epoxi, con agentes de curado con aminas (aminas aromáticas y aminas alifáticas) y también con ácidos (polibásicos y ácidos de Lewis). Entre sus principales características destaca su hidrofobicidad, además aporta flexibilidad y una alta resistencia al impacto en un sistema epoxi.

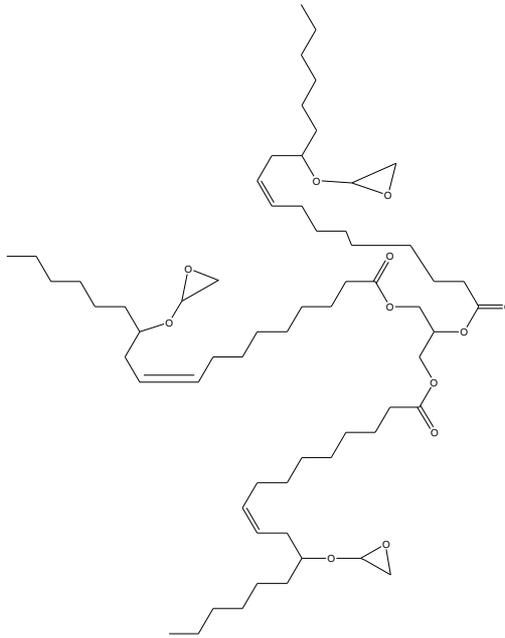


Figura 1. 2. Estructura química de Heloxy Modifier 505

Fuente: Alava y Pacheco

1.2.3 Sorbitol Glicidyl Ether (SGE) - GE60

Es una resina epóxica multifuncional alifática. En un sistema epoxi logra que reaccione más rápido, funcionando como acelerador de sus propiedades, también da una mayor densidad de reticulación al sistema.

Figura 1. 3. Estructura química del GE60

Fuente: Alava y Pacheco

Para preparar los diferentes compuestos se utilizó una mezcla de estas dos resinas, variando la composición de GE60 con respecto a la Heloxy 505 (30-70; 50-50; 70-30; 90-10, respectivamente).

1.3 Agentes curadores

Los agentes curadores promueven o controlan la resina de epoxi en el proceso de curado. La cinética de curación y T_g de resinas de epoxi son dependientes de la estructura molecular de los agentes de curación.

Los agentes curadores pueden ser divididos en: aminas que curan a agentes álcali, curadores de agentes anhídridos, y curadores catalíticos según sus composiciones químicas.

1.3.1 Agente de Curado Tipo Amina

Los agentes de curado de tipo amina son unos de los agentes de curado básicos para resinas epóxicas, y se pueden clasificar en tres categorías principales: Alifáticas, aromáticas o cicloalifáticas.

En el curado de tipo amina los agentes reaccionan con anillos epóxicos por adición nucleofílica.

Para el desarrollo de este proyecto se trabajó con Priamine 1071.

1.3.1.1 Dimer Diamine – Priamine 1071

El principal componente es Priamine 1071, un dímero diamina el componente básico funcional diseñado para el empleo en sistemas de epoxi.

Basado en su propia tecnología de ácidos grasos de dímero permite recubrimientos epóxicos formuladores, cumple requisitos ambientales y de seguridad aumentando la duración y velocidad de aplicación. El producto se puede aplicar como un solo agente de curado o en mezcla con otros curativos.

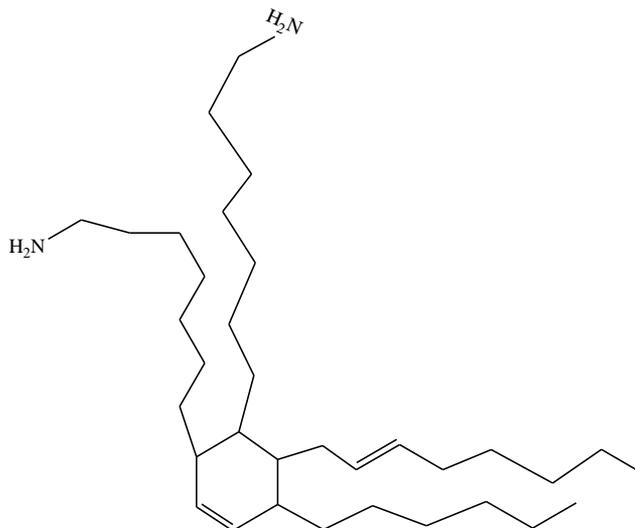


Figura 1. 4. Estructura de Croda Priamine

Fuente: Alava y Pacheco

1.3.2 Agente de curado alcalino

Los agentes de curado alcalino se pueden dividir en imidazoles y aminas terciarias. Los imidazoles se utilizan principalmente como aceleradores en las reacciones entre resinas epoxi y otros agentes de curado. También pueden ser utilizados como único agente de curado. Las aminas terciarias también comúnmente usados como aceleradores para otros agentes de curado de resina epoxi. Se usan típicamente conjuntamente con aminas, poliamidas, amidoaminas, mercaptanos, polisulfuros y anhídridos para acelerar la reacción epoxi-endurecedor.

1.3.3 Agente de curado anhídrido

Los agentes de curado con anhídrido tienen excelentes propiedades eléctricas, buena resistencia química y buenas propiedades físicas. El agente de curado es usualmente catalizado por la amina.

1.4 Reacciones entre epoxi-amina

Se conoce la reacción entre el epoxi y la amina como un proceso de multipaso y varias reacciones pueden ocurrir durante el proceso de curación. El proceso de curación implica tanto reacciones no catalíticas como autocatalíticas de amina primaria y secundaria con grupos de epóxido, así como el esterificación y reacciones de homo-polimerización. Al principio de curación, la reacción predominante está entre la amina primaria y el grupo de epoxi, en una energía de activación relativamente más alta, mientras con el aumento del grado de curación, la energía de activación se disminuye (Ferdosian, Yuan, Anderson y Xu, 2015).

La primera reacción se da por un ataque nucleofílico sobre el último carbono unido al anillo (es el átomo de carbono menos impedido), produciendo la apertura del anillo epoxi, el nitrógeno correspondiente a la amina se une a este carbono y un hidrógeno de la amina se une al oxígeno del grupo epoxi.

En la segunda reacción el nitrógeno de la amina secundaria reacciona con otro grupo epoxi, nuevamente se rompe el grupo oxirano y se forma el hidróxilo.

En la tercera reacción conocida como esterificación, un grupo hidroxilo reacciona con el anillo oxirano, al mismo tiempo que se consume para formar otro grupo hidróxilo; por ello se considera una reacción de adición logrando formar un éter. Muchos autores señalan que esta tercera reacción sólo se produce cuando se cura a elevadas temperaturas o cuando existe un exceso de epoxi en el sistema epoxi-amina.

En la cuarta reacción conocida como homopolimerización debido a que las resinas epóxicas reaccionan consigo mismas, incluso cuando ya no existen en el sistema aminas reactivas. Se produce por la presencia de aminas terciarias o por existir impurezas en la resina (Fraga, 2001).

Las 4 reacciones señaladas anteriormente, se pueden comprender mejor en el siguiente esquema:

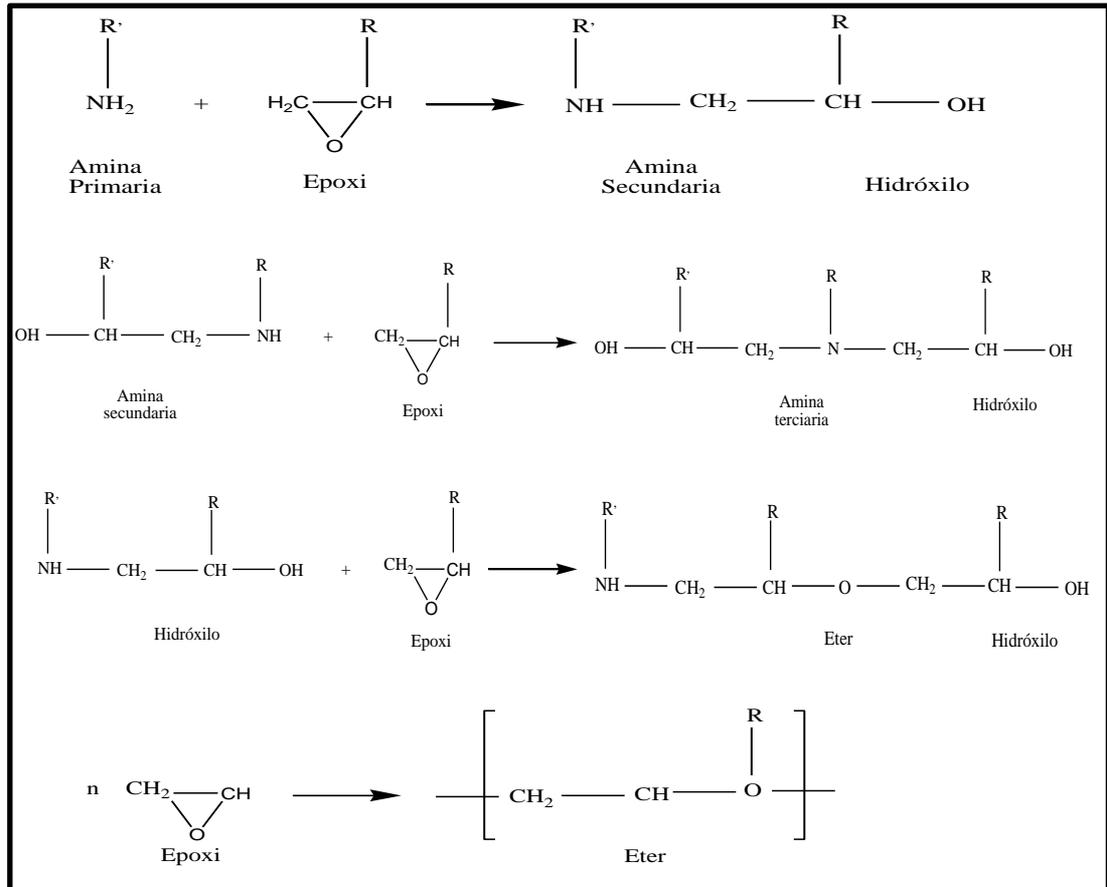


Figura 1. 5. Reacciones epoxi-amina

Fuente: Alava y Pacheco

1.5 Rellenos

En la actualidad, es común agregar fases orgánicas o inorgánicas a matrices poliméricas con el objetivo de reforzarlas y mejorar algunas de sus propiedades mecánicas, y en este sentido los nanocompuestos representan uno de los materiales que han tenido mayor auge en los últimos años, en el área de materiales compuestos (Rosales et al, 2006).

Las cargas inorgánicas como las arcillas dependiendo del grado de compatibilidad con el polímero afectan la permeabilidad de la matriz polimérica, si existe una compatibilidad alta el nanocompuesto será poco permeable ya que la nanoarcilla dificultará el paso del agente penetrante. Si la compatibilidad

es baja por el contrario se aumentará la permeabilidad, debido a que la adición de carga genera espacios interfaciales (Rogers y Stenberg, 1970).

1.5.1 Arcillas

Las arcillas son materiales naturales compuestas principalmente por alúmina, sílice y agua; y en pequeñas cantidades se encuentran presentes iones como: Ca^{2+} , Fe^{3+} , K^+ , Mg^{2+} y Na^+ (Chen, 2004).

La estructura de las arcillas está formada por capas tetraédricas de sílice y capas octaédricas de alúmina. Si la arcilla presenta una estructura tetraédrica y una octaédrica, se clasifica como bilaminar (1:1), mientras que si una capa octaédrica está entre dos capas tetraédricas es una trilaminar (2:1).

Un parámetro a considerar en las arcillas es su capacidad de intercambio catiónico (CEC) definido como los miliequivalentes de cationes intercambiables por cada 100 gramos de arcilla.

El espacio entre cada lámina se conoce como galería. En la galería se encuentran iones intercambiables de sodio o de calcio.

1.5.2 Cloisite 20 A

Esta arcilla con apariencia de polvo blanquecino, proviene de Southern Clay Products. Es una arcilla comercial modificada a partir de la Cloisite- Na^+ con una sal de alquil amonio cuaternaria.

La Cloisite 20 A es una amina cuaternaria, cuyos sustituyentes son: dos grupos metilo y dos cadenas largas hidrogenada de mezclas de carbonos (65%C18, 30%C16 y 5%C14).

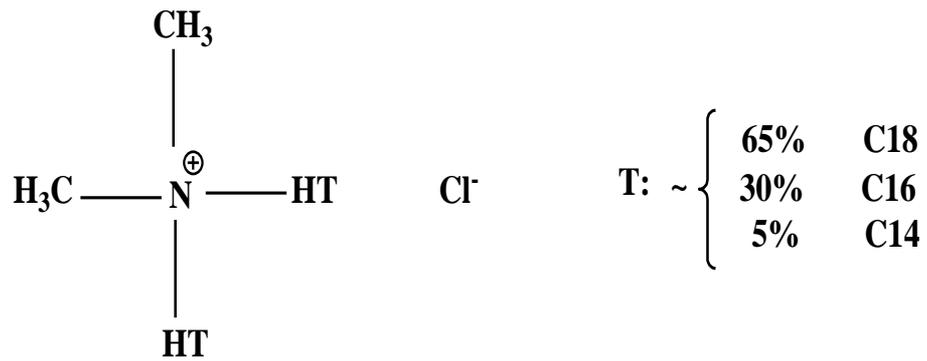


Figura 1. 6. Estructura de la Cloisite 20 A

Fuente: Alava y Pacheco

1.5.3 Cloisite 30 B

Así como la Cloisite 20A, también presenta una apariencia de polvo blanquecino, y proviene de Southern Clay Products. Es una arcilla comercial modificada a partir de la Cloisite- Na^+ con una sal de alquil amonio cuaternaria.

La Cloisite 30 B es una amina cuaternaria, cuyos sustituyentes son: un grupo metilo, dos grupos hidroxietilos y una cadena larga hidrogenada de mezclas de carbonos (65%C18, 30%C16 y 5%C14).

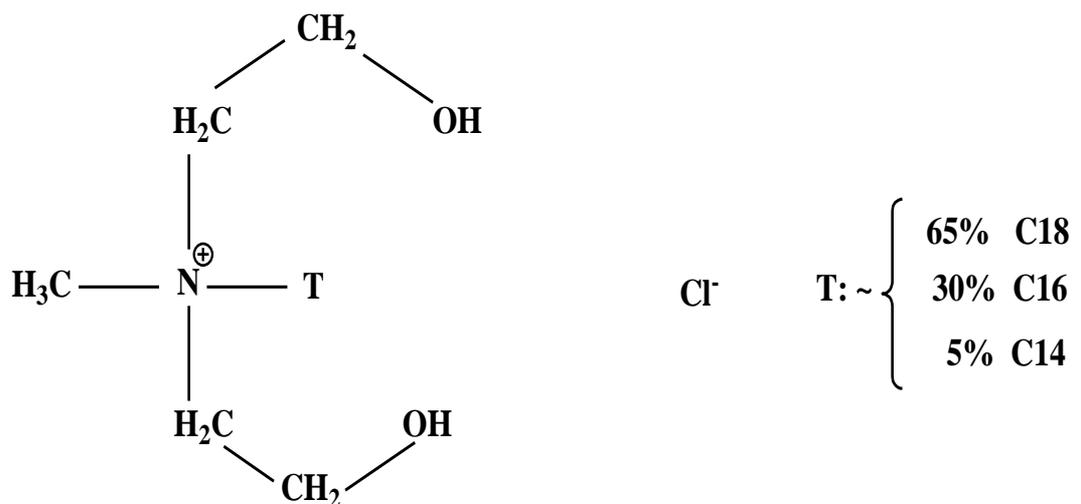


Figura 1. 7. Estructura de la Cloisite 30 B

Fuente: Alava y Pacheco

1.6 Nanocompuestos

Los nanocompuestos han surgido principalmente para superar las propiedades de los compuestos convencionales: los microcompuestos (Cury y Kestor, 2009). Las propiedades se ven superadas debido a que mientras más las partículas alcancen un nivel nano, las interfaces interaccionan de mejor manera.

Un nanocompuesto es aquel compuesto en el que al menos una de sus fases se encuentra en un rango nano ($1 \cdot 10^{-9}m$) (Roy, 1986). En el presente proyecto será la arcilla la que se encuentra en escala nanométrica, y al ser añadida al polímero producirá un nanocompuesto polimérico (Alexandre y Dubois, 2000).

1.6.1 Morfología de los nanocompuestos

Dependiendo de la dispersión de la arcilla en la matriz polimérica existen tres tipos de nanocompuestos poliméricos: microcompuestos, intercalados y exfoliados. En la Figura 2.9 se muestran las diferentes distribuciones.

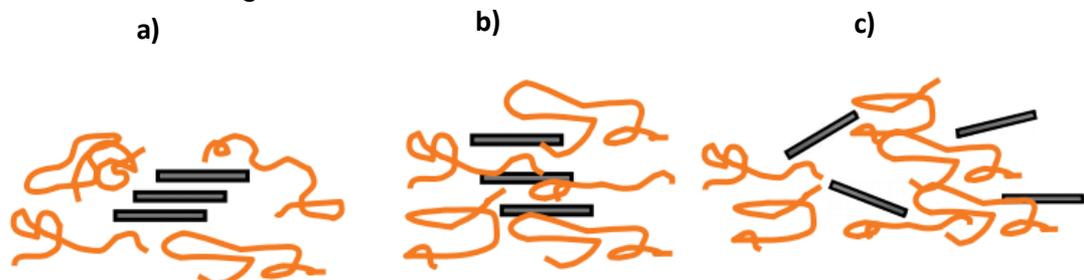


Figura 1. 8. Distribuciones de la arcilla en la matriz polimerica: a) tactoides, b) intercalados y c) exfoliados

Fuente: D.R. Paul-L.M. Robeson, 2008

a) Compuestos agregados (tactoides): se producen cuando el polímero y la arcilla no resultan ser compatibles o cuando el polímero no puede romper la estructura de las láminas de la arcilla, formándose un compuesto de fases separadas donde pueden existir partes donde se encuentra la nanocarga y otras donde el polímero se encuentra sin la nanocarga. Las propiedades de un compuesto agregado son similares a las de un microcompuesto.

b) Nanocompuestos intercalados: se forma cuando una o más cadenas del polímero se intercalan entre las láminas de la arcilla, manteniendo el orden de las láminas (Weiss, Takhistov y McClements, 2006). Aunque el espacio de las láminas aumente respecto al inicial, este tipo de nanocompuesto no es el óptimo ya que aún quedan fuerzas de atracción entre las láminas.

c) Nanocompuestos exfoliados: en este caso las láminas de la arcilla se encuentran dispersas al azar en la matriz polimérica de forma completa y uniforme, esto se debe a que el polímero ha logrado insertarse entre las galerías de la arcilla, separando cada lámina de la arcilla para que pueda actuar con la matriz polimérica. Este tipo de nanocompuesto es el ideal ya que presenta una mejora significativa en propiedades en la matriz polimérica (Utracki, 2004).

Existe una estructura intermedia a la intercalada y exfoliada, se trata de una exfoliación parcial en la cual existen láminas uniformemente distribuidas al azar, así como pequeñas láminas intercaladas.

1.6.2 Aplicaciones de los nanocompuestos

Los nanocompuestos se los utiliza en diversos campos (Patel, Somani, Bajaj, y Jasra, 2006), como:

- En la industria automotriz
- En medicina
- En electrónica
- Adhesivos, selladores
- Construcción
- Fabricación de films
- Fabricación de calzado deportivo

1.7 Caracterización de nanocompuestos elastomericos

Para caracterizar nanocompuestos elastomericos se emplean técnicas que comprueban y analizan la mejora de las propiedades físicas, mecánicas y químicas de la matriz polimérica antes y después de la adición de arcillas (Cubas, 2015).

Cada uno de las pruebas o ensayos que se realizan nos permiten analizar la influencia de la arcilla en los nanocompuestos a nivel molecular. Los principales ensayos que se realizaron son: FTIR, dureza, tensión, SEM, XRD, hinchamiento (agua y tolueno).

1.7.1 Ensayos de caracterización de nanocompuestos

1.7.1.1 FTIR (Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier)

La Espectrometría Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) es una técnica ampliamente usada en la detección y determinación de compuestos químicos y grupos funcionales de los mismos (Gomez, 2001). Es usada para la identificación de la mayoría de los elastómeros y sus mezclas por medio del análisis de los espectros. Es decir se emplea para examinar el impacto de vinculación de hidrógeno sobre la amina reactiva y los grupos epoxi (Sanchez, Diniz, Reis, Cassu y Dutra, 2006).

Para analizar procesos como el curado, la separación de fases o aún el envejecimiento, la interpretación de los espectros es crítica. La espectroscopia infrarroja ha sido extensamente usada para la caracterización de compuestos orgánicos, tanto en información cualitativa como cuantitativa. Aunque su empleo en sistemas de epóxicos es bastante restringido debido a la posición (ubicación) y la intensidad de las absorciones de los grupos principales. Dos absorciones características del anillo epoxi son observadas en la gama entre 4000 cm^{-1} y 400 cm^{-1} . El primer, en 915 cm^{-1} , es atribuido a la deformación C-O del grupo epoxi, aunque algunos trabajos hechos por Dannenberg (Dannenberg y Harp, 1956) mostraran que este pico no corresponde

exclusivamente a esta deformación. El segundo pico es localizado en 3050 cm^{-1} aproximadamente y es atribuida a la tensión C-H del grupo de metileno del anillo de epoxi. Este pico no es de gran utilidad debido a que su intensidad es muy baja, con lo cual no se lo considera. La espectroscopia de infrarrojo puede caracterizar la naturaleza del epoxi. En el rango cercano el pico a 4530 cm^{-1} corresponde a la vibración visible del anillo de epoxi, en el estiramiento con C-H (Chike, Myrick, Lyon y Angel, 1993). En este rango usualmente se observa menores interferencias que en el 915 cm^{-1} .

El grupo amino muestra absorciones bien definidas tanto en la mitad como cerca de las gamas infrarrojas. Estos picos también reflejan algunas diferencias entre aminas primarias y secundarias:

La deformación " N-H" es localizada en $1650\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$ en aminas primarias, mientras en aminas secundarias es menor ($1580\text{-}1490\text{ cm}^{-1}$) y es por lo general débil.

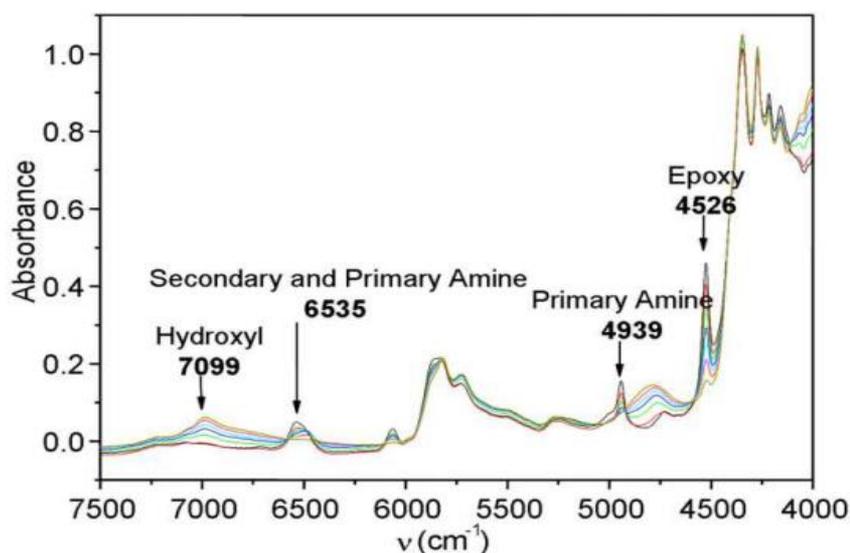


Figura 1. 9. Espectros FTIR durante el curado isotérmico de una muestra epóxica con respecto a la evolución del tiempo de los

Fuente: González- Cabanelas -Baselga, 2012

Considerando estas reacciones químicas, el proceso puede ser supervisado por la evolución de concentración de grupos de epoxi, aminas primarias o en algún grado, aminas secundarias. La concentración de especie cuantitativamente es relacionada con el área de los picos de la absorción sólo en la región lineal, donde la ley de Lambert Beer se cumple. Tomando esto en consideración, los cambios de la concentración de grupos de epoxi pueden ser determinados por la medición del área de los picos de la absorción.

1.7.1.2 SEM (Scanning Electron Microscope)

SEM puede proporcionar la información sobre la topografía superficial, la estructura cristalina, la composición química y el comportamiento eléctrico de la 1 μm de espécimen.

En lo que concierne a nano-materiales, es necesario observar la morfología y la composición de las muestras. Actualmente la microscopía electrónica de barrido (SEM) es usado en la caracterización de nano-materiales (Suga et al, 2014).

1.7.1.2.1 Principios básicos de SEM

SEM desmagnetiza un haz de electrones que es producido por una fuente en una sonda que escanea a través de la superficie de una muestra en forma raster. La interacción entre la muestra y la sonda electrónica (electrones impactados) produce varios tipos de emisiones, que son captadas por diferentes detectores colocados en posiciones apropiadas. Los datos morfológicos / topológicos-contrastantes y de composición se obtienen por separado seleccionando tipos específicos de electrones emitidos, conocidos como electrones secundarios (con energías menores de 50 eV) y electrones retrodifundidos (con energías mayores de 50 eV), respectivamente.

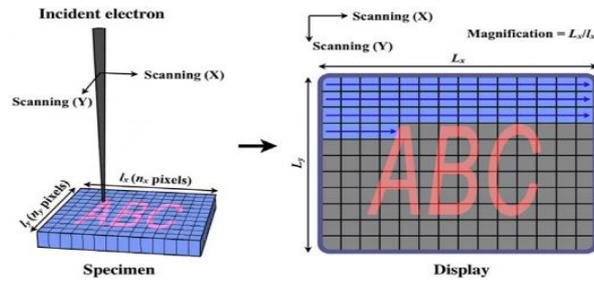


Figura 1. 10. Las representaciones básicas del trazado de un haz de electrones y la señal emitida como función de la posición sobre una imagen

Fuente: Suga et al, 2014

1.7.1.3 XRD (Difracción de rayos X)

La espectroscopia de difracción de rayos X (XRD) tiene una posición importante en caracterizar y optimizar interacciones en nanocompuestos. Las versátiles propiedades y aplicaciones presentadas por los nanocompuestos poliméricos, se originan a partir de sus estructuras e interacciones del polímero de relleno.

La técnica ha ganado popularidad debido a su simplicidad, fiabilidad, la información cuantitativa que proporciona y su naturaleza no destructiva.

Los nanocompuestos poliméricos son materiales híbridos de polímeros combinados con nanopartículas o nanofibras dispersadas en la matriz polimérica. Las nanofibras mejoran sustancialmente las propiedades en pequeñas cargas de nanocompuestos. Se ha observado mejoría en las características mecánicas, eléctricas, ópticas, térmicas, reológicas, y las propiedades de barrera.

1.7.1.3.1 Principios básicos de XRD

Cuando ocurre la radiación con rayos X de longitudes de onda fijas, los electrones interactúan con la radiación y sufren una colisión elástica para hacerlos oscilar. La nube de electrones actúa como una fuente secundaria para generar una fuente coherente de radiación electromagnética a la misma

frecuencia y fase que la de la radiografía entrante. Las radiaciones emitidas por diferentes átomos sufrirán interferencia constructiva o destructiva.

Para la interferencia constructiva, los picos de difracción se miden, registran y analizan para calcular el conjunto deseado de propiedades cristalinas aplicando la ley de Bragg.

La muestra se expone a un haz de rayos X de longitud de onda (λ) en un ángulo θ con la tangencial superficial, que experimenta difracción y se detecta con un ángulo de 2θ

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (1.1)$$

Donde:

n es un número entero,

λ es la longitud de onda del rayo X,

d es la distancia entre los planos atómicos,

θ es el ángulo de dispersión.

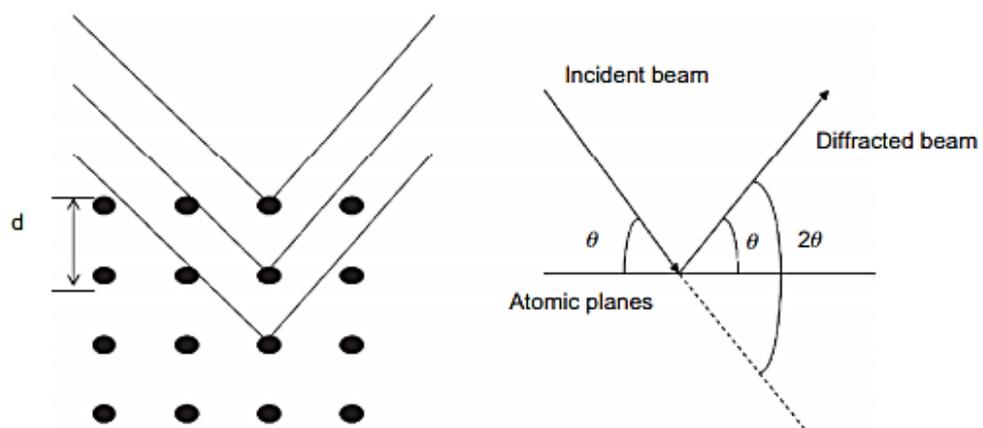


Figura 1. 11. Principio de difracción de rayos X

Fuente: Haschke & Boehm, 2017

Experimentalmente, existen dos métodos de XRD, el método de Laue, donde θ se mantiene constante y λ varía, y el método de difracción de polvo, donde λ

permanece constante y θ varía. En ambos casos, se mide la intensidad del haz de rayos X difractado frente al ángulo de difracción 2θ , lo que da el patrón de difracción del material. El patrón obtenido en los materiales cristalinos muestra máximos acentuados, llamados picos, en su respectivo ángulo de difracción y en sólidos amorfos está ausente la estructura ordenada, lo que da lugar a máximos y amplios picos llamados joroba (Haschke y Boehm, 2017).

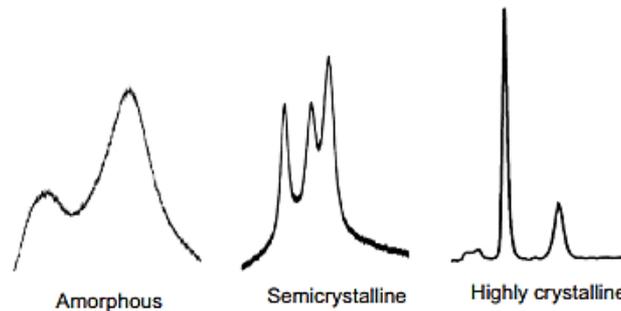


Figura 1. 12. Picos característicos para diferentes fases del polímero.

Fuente: Haschke & Boehm, 2017

Dado que los polímeros no son ni totalmente cristalinos ni totalmente amorfos, la cristalinidad se expresa en términos de un grado de cristalinidad, que es una medida en que el material es cristalino. La técnica ampliamente utilizada, XRD, se utiliza para estudiar el grado de cristalinidad.

1.7.2 Caracterización Físico Mecánico

1.7.2.1 Dureza

Se entiende por dureza la propiedad que tienen los materiales de resistir la penetración de un indentador bajo carga. En este sentido definiremos dureza como la resistencia de un material a la deformación plástica localizada (Davis, Troxell y Wiskocil, 1964).

Las medidas de dureza ofrecen un método rápido y fácilmente realizado para evaluar un sin número de materiales, incluidos entre ellos materiales

elastomericos. Tales pruebas son convenientes para el control de calidad y objetivos de especificación (Methananda, Parker, Patel y Braden, 2009).

Algunos fabricantes de materiales elastomericos lo usan para caracterizar la rigidez de materiales. Para la dureza Shore en el caso de elastómeros es predominantemente la naturaleza del elástico.

La dureza de elastómeros puede ser directamente relacionada con las propiedades elásticas y plásticas del material, entre ellas el módulo de Young.

1.7.2.1.1 Método Shore

La dureza Shore es usada para la determinación de la dureza de plásticos mediante durómetros de dos tipos: durómetros tipo A, usado para materiales más suaves y durómetro tipo D para materiales más rígidos. La dureza Shore es inversamente proporcional a la penetración y directamente al módulo de elasticidad y las propiedades viscoelásticas del material. La forma del indentador, la fuerza que se aplicó, la duración de su uso y algunos otros factores, pueden influir en los resultados obtenidos en la prueba.

El método Shore consiste en determinar el rebote que sufre un percutor al chocar contra la superficie que se ensaya, cuando se lo deja caer desde una altura determinada. El percutor utilizado es de acero duro de forma cilíndrica y punta redondeada de muy buena terminación (Mohamed y Aggag, 2002).

1.7.2.2 Tracción

Es uno de las pruebas más importantes al momento de determinar las propiedades mecánicas de un material. Se trata de aplicar una fuerza uniaxial continua F a una pieza de área transversal A_0 , esta pieza se le denomina probeta.



Figura 1. 13. Probetas para la prueba de tensión

Por definición, la tensión o esfuerzo es igual a la relación entre la fuerza aplicada F y el área transversal A_0 de la probeta.

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad (1.2)$$

Resistencia a la tracción: es el máximo esfuerzo que un material puede soportar antes de su rotura; siendo estirado desde ambos extremos a una velocidad determinada.

Deformación: es el cambio de longitud de la probeta respecto a su longitud inicial L_0 .

$$\varepsilon = \frac{L-L_0}{L_0} = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (1.3)$$

Frecuentemente se utiliza el % de deformación.

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \times 100 \quad (1.4)$$

Gráfica esfuerzo Vs deformación: permite determinar si un material es dúctil (soporta grandes deformaciones antes de su rotura) ó frágil (se deforma fácilmente).

Los elastómeros presentan una relación lineal (Figura 2.1.4). El módulo de elasticidad es la pendiente de la curva deformación Vs esfuerzo, mientras más alto es el módulo de Young indica que el material es más frágil (Hibbeler, 2006).

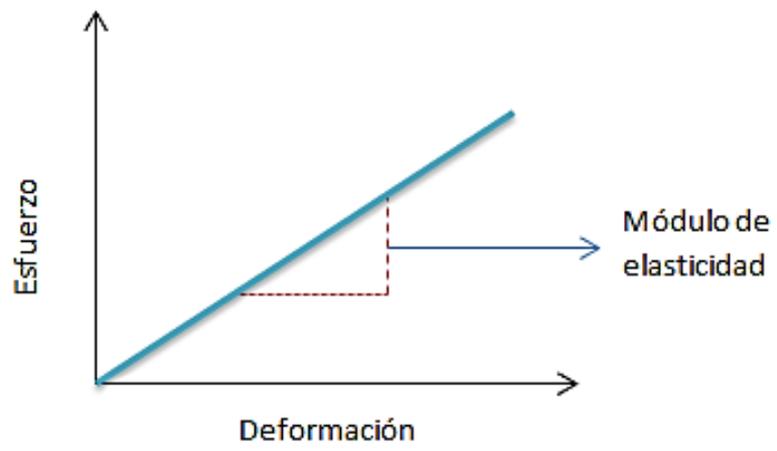


Figura 1. 14. Gráfica deformación Vs esfuerzo de un elastómero

Fuente: Hibbeler, 2006

1.7.3 Caracterización Físico Química

1.7.3.1 Hinchamiento al tolueno y agua

La incorporación de la arcilla en la matriz polimérica mejora muchas de sus propiedades, una de las principales son las propiedades de barrera. Al mejorar las propiedades de barrera se disminuye la absorción de un solvente, lo cual surge debido a que se obstaculiza la vía de difusión por medio del nanocompuesto (Galimberti, 2011).

En el presente proyecto se ha utilizado dos solventes: uno aromático (tolueno) y otro polar (agua). El comportamiento que exhibe el elastómero frente al hinchamiento será estudiado mediante la ecuación de Hill.

1.7.3.1.1 Ecuación de Hill

Esta ecuación se la utiliza frecuentemente en bioquímica, y sirve para estudiar la cinética de las reacciones que presentan un carácter sigmoidal.

$$y = \frac{y_{max}^n t^n}{k_{0,5}^n + t^n} \quad (1.5)$$

La gráfica de esta ecuación denota tres importantes parámetros:

- y_{max}^n : es la velocidad de reacción máxima por unidad de tiempo.
- $k_{0,5}^n$: es la concentración máxima media. A valores bajos de $k_{0,5}^n$ existe una mayor afinidad al solvente, mientras que a mayor $k_{0,5}^n$ menor afinidad.
- n : es el coeficiente de Hill. Si $n > 1$ indica que la estructura presenta una afinidad al solvente, por el contrario, si $n < 1$ indica que la estructura no tiene afinidad por el solvente. Si $n=1$ indica que la afinidad del solvente no cambia con el hinchamiento.

CAPÍTULO 2

2. METODOLOGÍA

En este capítulo se detalla la preparación de nanocompuestos con diferentes composiciones de resinas, Sorbitol Glicidyl Ether (SGE) y Epoxidized Castor Oil (ECO); variando el tipo de relleno (arcilla Cloisite 20 A y 30 B); así como las técnicas, procesos y análisis para su posterior caracterización y evaluación.

Se desarrollará un producto con potenciales mejores características a las de un epóxico convencional, reforzándolo con una determinada cantidad de organoarcillas; de esta forma se desarrollan algunas formulaciones con diferentes composiciones hasta obtener las condiciones óptimas, logrando mejorar sus propiedades tanto mecánicas como físicas.

Se inició empleando la mezcla de dos resinas (SGE y ECO), junto con la amina DDA (Dimer diamina) como agente curador y reforzándolas con dos tipos de arcillas (Cloisite 20A y Cloisite 30B) en 5% en peso. Algunas formulaciones se prepararon sin arcilla (puras) para realizar comparaciones entre la matriz polimérica pura y la matriz polimérica con las cargas añadidas.

Se desarrollaron las siguientes formulaciones:

Tabla 2. 1. Sistema epoxi/amina/arcilla con diferentes composiciones

SGE (%)	ECO %	Cloisite 20 A	Cloisite 30 B	Sin arcilla
30	70	x	x	X
50	50	x	x	X
70	30	x	x	X
90	10	x	x	X

Fuente: Alava y Pacheco

Proporciones fuera de los rangos de composiciones descritas anteriormente tuvieron propiedades mecánicas deficientes con baja concentraciones de SGE (<20%) y las mezclas de resina SGE (100%) y DDA fueron no miscibles

La parte experimental de este proyecto de investigación se compone de dos partes:

- Preparación de los compuestos de diferentes composiciones
- Caracterización y evaluación de nanocompuestos epóxicos-arcillas

Los diferentes ensayos de caracterización y evaluación se realizarán bajo las normas y procedimientos requeridos por los equipos.

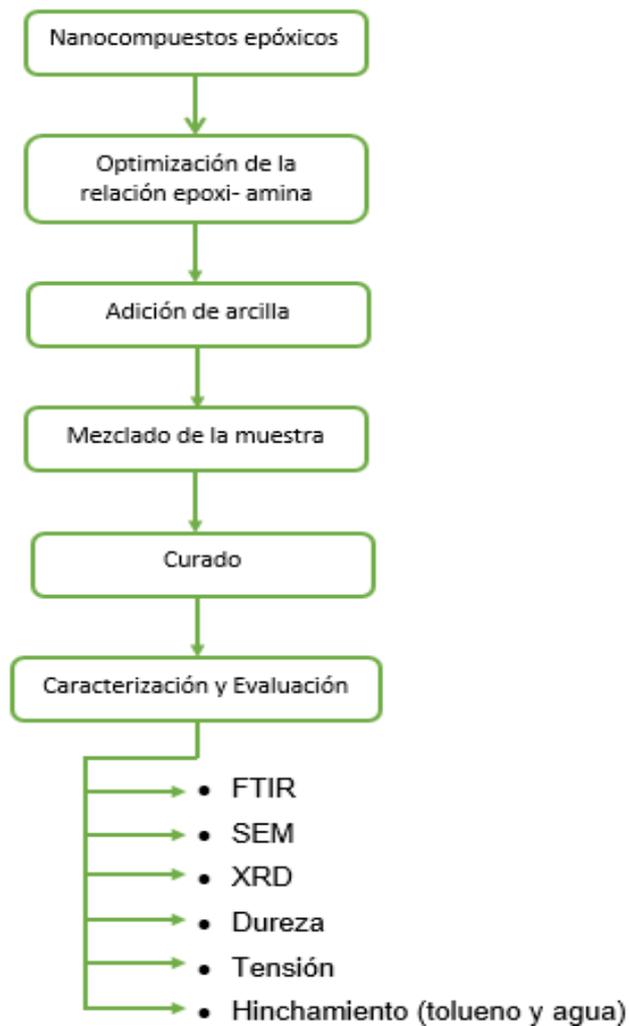


Figura 2. 1 Diagrama de bloques del proceso

2.1 Preparación de la muestra

Se realizaron doce diferentes composiciones variando la composición del sistema epóxico con las resinas SGE y ECO; como agente curador la amina DDA y se adicionó el 5% en peso de las organoarcillas Cloisite 20 A y Cloisite 30B.

1. Sistema epóxico-amina: 30% SGE, 70% ECO; DDA. (Sin arcilla)
2. Sistema epóxico-amina: 30% SGE, 70% ECO; DDA; 5% Cloisite 20 A.
3. Sistema epóxico-amina: 30% SGE, 70% ECO; DDA; 5% Cloisite 30 B.
4. Sistema epóxico-amina: 50% SGE, 50% ECO; DDA. (Sin arcilla).
5. Sistema epóxico-amina: 50% SGE, 50% ECO; DDA; 5% Cloisite 20 A.
6. Sistema epóxico-amina: 50% SGE, 50% ECO; DDA; 5% Cloisite 30 B.
7. Sistema epóxico-amina: 70% SGE, 30% ECO; DDA. (Sin arcilla).
8. Sistema epóxico-amina: 70% SGE, 30% ECO; DDA; 5% Cloisite 20 A.
9. Sistema epóxico-amina: 70% SGE, 30% ECO; DDA; 5% Cloisite 30 B.
10. Sistema epóxico-amina: 90% SGE, 10% ECO; DDA. (Sin arcilla).
11. Sistema epóxico-amina: 90% SGE, 10% ECO; DDA; 5% Cloisite 20 A.
12. Sistema epóxico-amina: 90% SGE, 10% ECO; DDA; 5% Cloisite 30 B.

Se emplearon las ecuaciones dadas por DOW CHEMICAL que determina la cantidad de amina en base a la cantidad de resina y que relaciona los pesos moleculares de las muestras de acuerdo al número de hidrógenos y una relación estequiométrica entre las resinas epóxicas y el agente de curado.

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

La resina SGE con un EEW (cantidad equivalente de epóxico) de 177,5 gr/eq, y la resina ECO con un EEW de 575 gr/eq mezclado con la amina DDA con un AHEW (cantidad equivalente de hidrogeno de la amina) de 155 gr/eq se tiene lo siguiente:

Se establece una base de cálculo considerando la relación antes mencionada. Aplicando la siguiente ecuación se calcula EEW de la mezcla

Para las composiciones sin arcilla (puras) se tiene la siguiente ecuación:

$$EEW_{mix} = \frac{m_{SGE} + m_{ECO}}{\frac{m_{SGE}}{EEW_{SGE}} + \frac{m_{ECO}}{EEW_{ECO}}} \quad (2.1)$$

En el caso de las composiciones con arcilla se tiene la siguiente ecuación:

$$EEW_{mix} = \frac{m_{SGE} + m_{ECO} + m_{Arcilla}}{\frac{m_{SGE}}{EEW_{SGE}} + \frac{m_{ECO}}{EEW_{ECO}}} \quad (2.2)$$

Se calcula el PHR de la composición epóxica/amina con la siguiente ecuación.

$$PHR_{DDA} = \frac{AHEW_{DDA}}{EEW_{mix}} \times 100 \quad (2.3)$$

De esta manera se obtiene la relación epóxico/amina de las diferentes composiciones.

2.1.1 Mezclado de la muestra

Una vez realizada la mezcla se coloca en el equipo Speed Mixer DAC 400 1 FVZ a 2500 rpm para lograr una mejor dispersión de la arcillas y homogeneidad de la mezcla, durante aproximadamente tres minutos. Al adicionar las organoarcillas se debe dejar un poco más de tiempo en el Speed Mixer para lograr una distribución homogénea en la matriz polimérica.

Para finalizar esta etapa se coloca la mezcla en una cámara de vacío para extraer el aire y generar un ambiente seco; evitando así la formación de burbujas que afectan en la realización de ensayos.



Figura 2. 2 Speed Mixer

Fuente: Alava y Pacheco

2.1.2 Curado de las muestras

Se coloca la mezcla en diferentes moldes dependiendo de los ensayos que se realizarán, y se la cura en el horno marca Memmert durante 6 horas a 60°C y una hora adicional a 100°C (etapa de postcurado).



Figura 2. 3. Horno usado en el curado de las muestras.

Fuente: Alava y Pacheco

2.2 Caracterización de nanocompuestos epóxicos-arcillas

La caracterización de los nanocompuestos se realiza principalmente con la finalidad de comprobar la mejora de las propiedades al compararlas con las muestras de diferente composición o con aquellas que no contienen arcilla

Los ensayos que se realizan son:

- Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)
- Microscopía electrónica de barrido (SEM)
- Difracción de rayos X (XRD)
- Dureza
- Tensión
- Swelling (Hinchamiento con solventes como: agua y tolueno)

2.2.1 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier, FTIR

Esta técnica se basa en las vibraciones de los átomos de una molécula, consiste en hacer pasar un haz de luz infrarroja a través de la muestra; y dependiendo de los picos de análisis se puede determinar la cantidad de luz que absorbe y los grupos funcionales existentes en la mezcla.

Este ensayo es uno de los más importantes en el monitoreo de los tiempos y proceso de curado en cada compuesto.

Procedimiento:

Preparación de la muestra

- Se coloca la muestra en finas láminas de vidrio, procurando no ensuciar sus paredes, para ello se puede emplear jeringuillas.
- Una vez colocada la muestra se hace una especie de “sanduche” (lamina de vidrio-muestra-lamina de vidrio; Figura 2.3) evitando la formación de burbujas.
- Limpiar los residuos excedentes de manera que al atravesar el haz de luz no existan obstáculos.

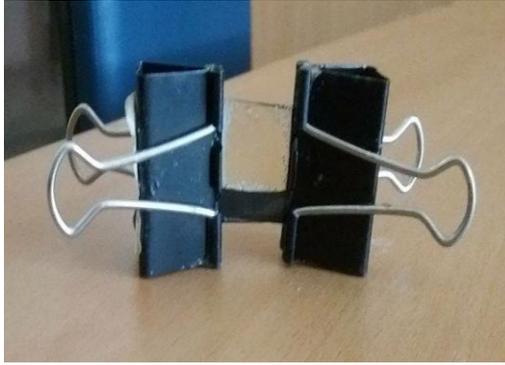


Figura 2. 4. Muestra para ensayo de FTIR.

Fuente: Alava y Pacheco

Equipo

- Se purga el equipo previamente antes de realizar el ensayo. Verificar que el humidificador esté de color celeste o azul antes de operar el equipo.
- Mediante la ayuda del software SPECTRUM se obtienen gráficas de longitud de onda versus absorbancia. Los rangos de longitud de onda deben estar entre $4500 - 7000 \text{ cm}^{-1}$ (infrarrojo cercano).
- Se establece una base o background.
- A medida que transcurre el tiempo en las gráficas se debe observar como disminuyen los picos de los grupos de principal interés (epóxico y amina); hasta llegar casi al eje x. Se realizan repeticiones a 0, 30, 60, 120, 240, 360 y 420 minutos.
- Cuando no haya demasiada variación entre sus últimas repeticiones se considera que se ha curado casi en su totalidad
- Se realiza el mismo proceso para cada una de las probetas con diferente composición antes mencionadas (Tabla 2.1).



Figura 2. 5 Equipo utilizado para el ensayo de FTIR (Espectrofotómetro)

Fuente: Alava y Pacheco

2.2.2 Microscopía electrónica de barrido, SEM

Se basa en la microscopía óptica y consiste en reemplazar un haz de luz por un haz de electrones.

Procedimiento:

- Una vez preparada la muestra se coloca en los moldes adecuados.
- Se cura la muestra a 60°C por 6 horas aproximadamente, se deja enfriar y se coloca en el equipo.



Figura 2. 6. Equipo usado para el ensayo de SEM

Fuente: Alava y Pacheco

2.2.3 Difracción de Rayos X, XRD

Esta técnica es ampliamente usada debido a que muestra detalladamente la estructura cristalina de los materiales y las fases existentes.

Este ensayo se realiza en un Difractómetro de Rayos X, modelo X'Pert PRO (Figura 2.7)



Figura 2. 7. Difractómetro de Rayos X

Fuente: Alava y Pacheco

Procedimiento:

- Una vez preparada la muestra se coloca en los moldes adecuados.
- Se cura la muestra a 60°C por 6 horas y se deja enfriar.
- Se coloca la muestra (Figura 2.7) de manera que se analice la cara frontal (TOP) mediante el modo Punto a Punto que dura aproximadamente 1 hora.
- Se define la rejilla de incidencia (1/2), la de difracción (1/4) y la mascarilla de 5".
- Para obtener las gráficas se hace uso del software X'Pert Data Collector donde se establecen ciertos parámetros como: ángulo inicial, ángulo final, tamaño de paso, tiempo por paso, y velocidad de escaneo.
- Una vez finalizado el proceso se analiza la cara posterior de la muestra (BOTTOM) bajo los mismos parámetros de TOP y se lo repite para cada una de las diferentes composiciones o muestras.



Figura 2. 8. Muestra preparada para el ensayo XRD

Fuente: Alava y Pacheco

2.2.4 Dureza

Para esta prueba se utiliza un equipo llamado durómetro, marca QUALITEST con un rango de dureza shore A de 0 a 99 (Figura 2.9).

Se realizan las mediciones a un mínimo de tres repeticiones para cada composición de acuerdo a la norma ASTM D 2240

Procedimiento:

- Una vez preparada la muestra se coloca en los moldes adecuados.
- Se cura la muestra a 60°C por 6 horas aproximadamente y se deja enfriar.
- Se calibra el equipo con los bloques de diferentes rangos de dureza (Figura 2.9) y se realizan las mediciones correspondientes.



Figura 2. 9. Durómetro Shore A

Fuente: Alava y Pacheco



Figura 2. 10. Kit de bloques utilizados para la calibración del durómetro

Fuente: Alava y Pacheco

2.2.5 Tensión

Una de las propiedades más significativas es la de esfuerzo - deformación, con este ensayo se puede determinar la fuerza necesaria para deformar las probetas y en general la calidad de los materiales.

Para cada una de las mezclas se hacen 5 repeticiones de acuerdo a la norma ASTM D-638 con una maquina universal de ensayos marca SHIMADZU de capacidad máxima 10 KN a una velocidad de 1 mm/min (Figura 2.11).



Figura 2. 11. Máquina Universal de Ensayos

Fuente: Alava y Pacheco

Procedimiento:

- Una vez preparada la muestra se coloca en los moldes adecuados.
- Se cura la muestra a 60°C por 6 horas aproximadamente y se deja enfriar la muestra
- Se debe medir el ancho y espesor de cada una de las probetas (Figura 2.12).



Figura 2. 12. Probeta utilizada en el ensayo de tensión

Fuente: Alava y Pacheco

- Se coloca la probeta en el equipo de manera vertical, hasta provocar su ruptura.

2.2.6 Hinchamiento

Consiste en la capacidad de absorción de solventes, en este caso en particular de agua y tolueno.

Estos ensayos se realizan bajo las respectivas normas: ASTM D 579 (agua) y ASTM D 543-87 (tolueno).

2.2.6.1 Hinchamiento al agua

Procedimiento:

- Una vez preparada la muestra se coloca en los moldes adecuados.
- Se cura la muestra a 60°C por 6 horas aproximadamente, y una hora más a 100°C y se dejan enfriar las muestras.
- Se realizan un mínimo de 5 repeticiones para cada composición. Se sumerge en agua cada una de las muestras y se las almacena en un envase de plástico.
- Se hace un seguimiento de los pesos durante 16 días y realizan las mediciones cada 24 horas.

- Para realizar las mediciones en los diferentes tiempos, se toma la muestra con la ayuda de una pinza y con toallas absorbentes se retira el exceso de agua.
- Se realizan los cálculos por diferencia de pesos y se expresan los resultados en porcentajes de absorción siguiendo la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Absorción} = \left(\frac{W_0 - W_t}{W_0} \right) \times 100 \quad (2.4)$$

Donde:

W_0 es el peso de la muestra al tiempo cero.

W_t es el peso de la muestra a diferentes tiempos.



Figura 2. 13. Ensayo de Hinchamiento en agua

Fuente: Alava y Pacheco

2.2.6.2 Hinchamiento al tolueno

Procedimiento:

- Una vez preparada la muestra se coloca en los moldes adecuados.
- Se cura la muestra a 60°C por 6 horas aproximadamente y se dejan enfriar.
- Se realizan un mínimo de 5 repeticiones para cada composición. Se sumerge en tolueno cada una de las muestras y se almacena en un envase de vidrio.



Figura 2. 14. Muestras para la prueba de Hinchamiento en tolueno

Fuente: Alava y Pacheco

- Se hace un seguimiento de los pesos durante 8 horas y realizan las mediciones cada hora.
- Para realizar las mediciones se toma el peso inicial y con la ayuda de una pinza y toallas absorbentes para retirar los excesos de tolueno se toman las mediciones cada hora.
- Se realizan los cálculos por diferencia de pesos y se expresan los resultados en porcentajes de absorción mediante la ecuación (2.4).



Figura 2. 15. Pesaje de las muestras para pruebas de hinchamiento al tolueno

Fuente: Alava y Pacheco

Nota: La afinidad de la muestra a cada uno de los solventes empleados (agua y tolueno) es determinada por la ecuación de Hill (1.5).

CAPÍTULO 3

3. RESULTADOS

3.1 Grado de conversión de resina epóxica mediante FTIR

3.1.1 Sistema 30-70 (30% SGE - 70% ECO)

Tabla 3.1. Curado del sistema (30%SGE-70%ECO)

Sistema 30-70						
t (min)	[E]	[Ap]	[As]	[At]	C Ep(%)	C Ap (%)
0	1.9015	0.9507	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
30	0.9817	0.3528	0.2760	0.3219	48.3734	62.8895
60	0.3145	0.1175	0.0794	0.7538	83.4612	87.6367
120	0.0851	0.0332	0.0188	0.8988	95.5226	96.5107
240	0.0084	0.0008	0.0068	0.9431	99.5560	99.9153
360	0.0078	0.0007	0.0064	0.9436	99.5911	99.9296
420	0.0078	0.0007	0.0064	0.9436	99.5907	99.9296

Fuente: Alava y Pacheco

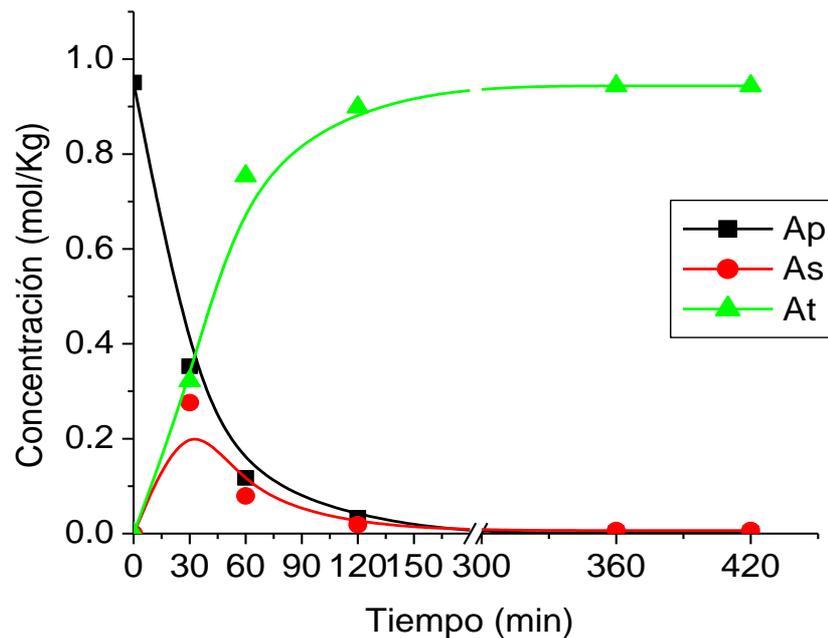


Figura 3.1. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (30%SGE-70%ECO)

Fuente: Alava y Pacheco

3.1.2 Sistema 30-70 (30% SGE - 70% ECO) + Cloisite 20A

Tabla 3.2 Curado del sistema C20A (30%SGE-70%ECO)

Sistema 30-70 Cloisite 20 ^a						
t (min)	[E]	[Ap]	[As]	[At]	C Ep(%)	C Ap (%)
0	1.8109	0.9055	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
30	0.8170	0.2880	0.2410	0.3764	54.8835	68.1927
60	0.2613	0.0647	0.1319	0.7089	85.5713	92.8555
120	0.0810	0.0149	0.0513	0.8393	95.5272	98.3588
240	0.0527	0.0127	0.0273	0.8655	97.0922	98.6002
360	0.0325	0.0056	0.0212	0.8786	98.2076	99.3766
420	0.0108	0.0035	0.0037	0.8982	99.4049	99.6116

Fuente: Alava y Pacheco

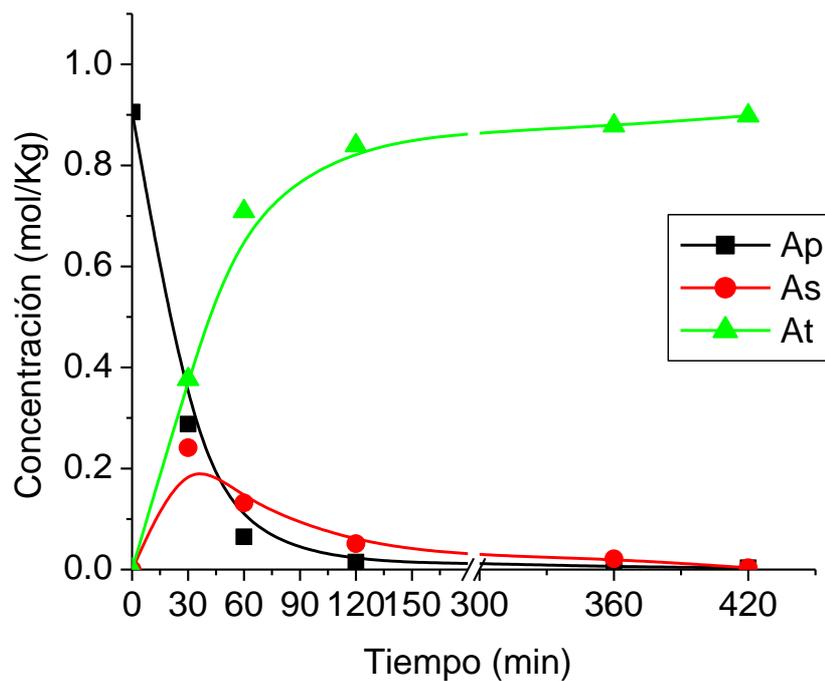


Figura 3.2. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C20A-30%SGE-70%ECO)

Fuente: Alava y Pacheco

3.1.3 Sistema 30-70 (30% SGE - 70% ECO) + Cloisite 30B

Tabla 3.3 Curado del sistema C30B (30%SGE-70%ECO)

Sistema 30-70 Cloisite 30B						
t (min)	[E]	[Ap]	[As]	[At]	C Ep(%)	C Ap (%)
0	1.8109	0.9055	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
30	1.0334	0.3987	0.2359	0.2708	42.9371	55.9658
60	0.4598	0.1547	0.1504	0.6004	74.6104	82.9144
120	0.1316	0.0386	0.0544	0.8125	92.7306	95.7329
240	0.0562	0.0146	0.027	0.8639	96.8973	98.3864
360	0.0560	0.0144	0.027	0.8639	96.9099	98.4059
420	0.0338	0.0107	0.0124	0.8824	98.1315	98.8145

Fuente: Alava y Pacheco

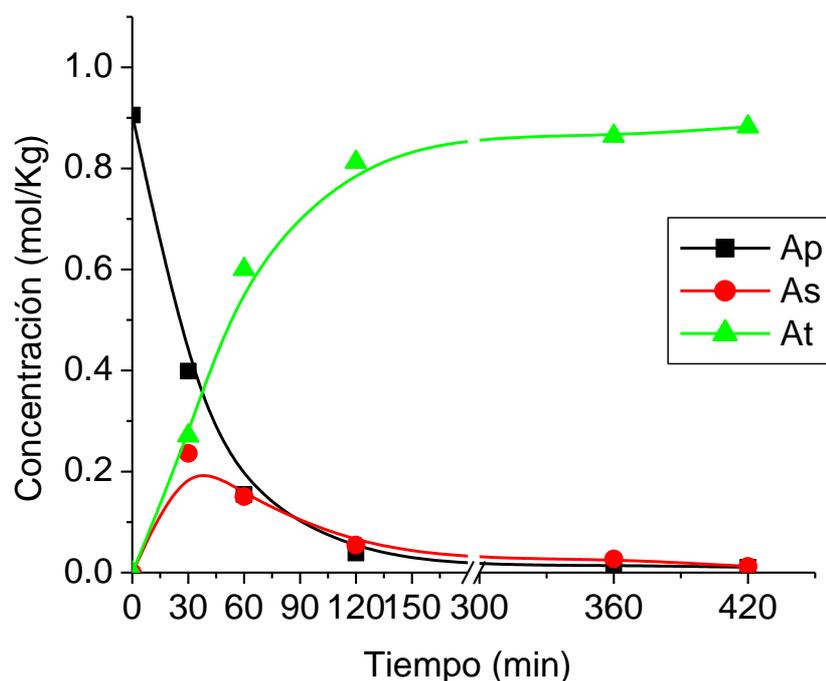


Figura 3.3. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C30B-30%SGE-70%ECO)

Fuente: Alava y Pacheco

3.1.4 Sistema 50-50 (50% SGE - 50% ECO)

Tabla 3.4 Curado del sistema (50%SGE-50%ECO)

Sistema 50-50 Puro						
t (min)	[E]	[Ap]	[As]	[At]	C Ep(%)	C Ap (%)
0	1.8065	0.9032	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
30	1.3407	0.5886	0.1635	0.1511	25.7841	34.8376
60	0.7973	0.2928	0.2117	0.3987	55.8662	67.5854
120	0.3223	0.1032	0.1159	0.6841	82.1603	88.5756
240	0.2098	0.0648	0.0803	0.7582	88.3837	92.8277
360	0.1834	0.0539	0.0802	0.7738	89.8486	94.0281
420	0.1406	0.0299	0.080	0.7925	92.2159	96.6869

Fuente: Alava y Pacheco

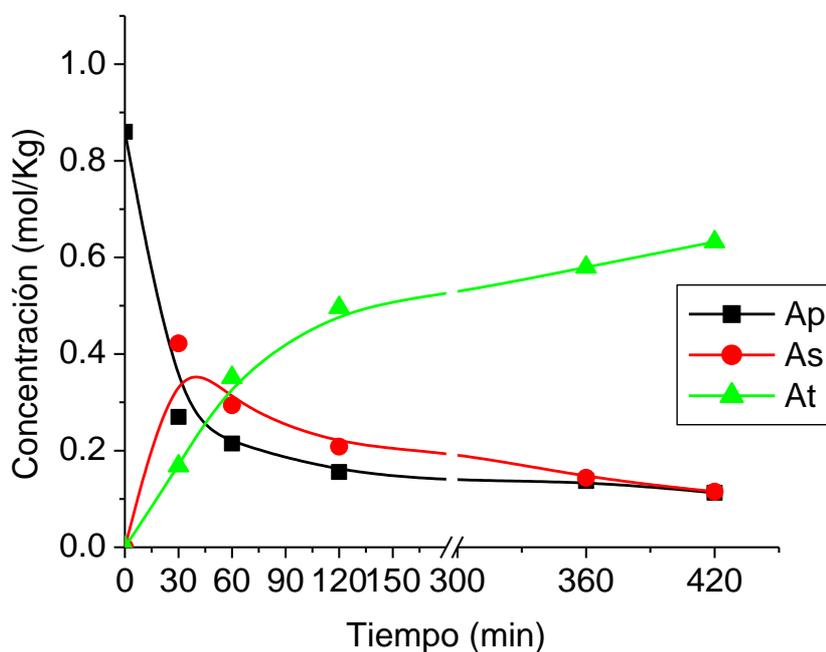


Figura 3.4. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C50A-50%SGE-50%ECO)

Fuente: Alava y Pacheco

3.1.5 Sistema 50-50 (50% SGE - 50% ECO) + Cloisite 20A

Tabla 3.5 Curado del sistema C20A (50%SGE-50%ECO)

Sistema 50-50 Cloisite 20 ^a						
t (min)	[E]	[Ap]	[As]	[At]	C Ep(%)	C Ap (%)
0	1.7204	0.8602	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
30	1.0300	0.4210	0.1880	0.2512	40.1292	51.0557
60	0.5527	0.1905	0.1718	0.4980	67.8725	77.8561
120	0.2704	0.0687	0.1330	0.6585	84.2857	92.0171
240	0.1771	0.0390	0.0991	0.7221	89.7036	95.4659

360	0.1417	0.0305	0.0806	0.7491	91.7649	96.4488
420	0.1390	0.0272	0.0846	0.7484	91.9194	96.8383

Fuente: Alava y Pacheco

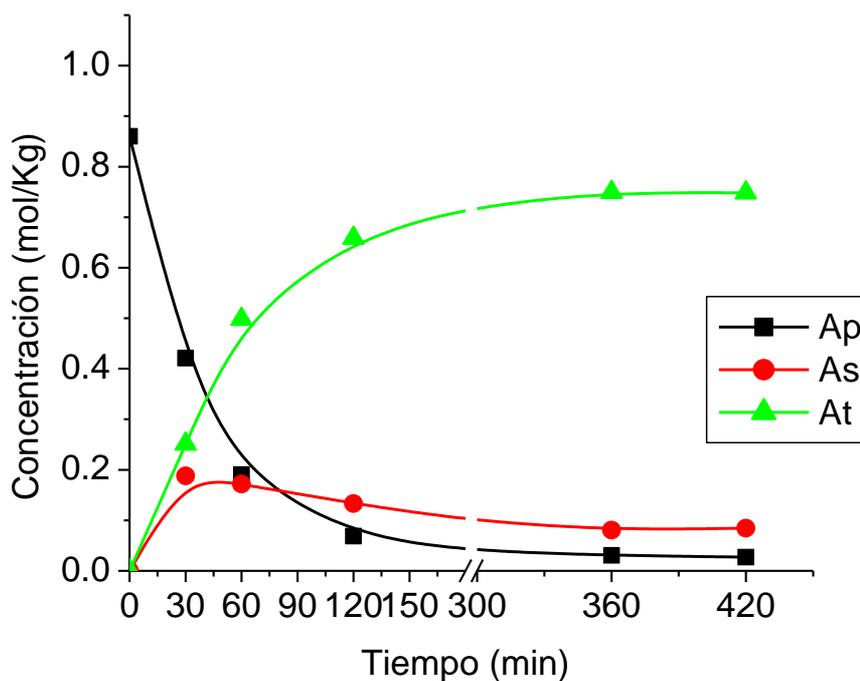


Figura 3.5. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C20A-50%SGE-50%ECO)

Fuente: Alava y Pacheco

3.1.6 Sistema 50-50 (50% SGE - 50% ECO) + Cloisite 30B

Tabla 3.6 Curado del sistema C30B (50%SGE-50%ECO)

Sistema 50-50 Cloisite 30B						
t (min)	[E]	[Ap]	[As]	[At]	C Ep(%)	C Ap (%)
0	1.7204	0.8602	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
30	0.9615	0.2697	0.4221	0.1684	44.1127	68.6450
60	0.7234	0.2147	0.2941	0.3514	57.9503	75.0464
120	0.5197	0.1558	0.2082	0.4963	69.7905	81.8901

240	0.4729	0.1371	0.1987	0.5244	72.5133	84.0651
360	0.4177	0.1370	0.1437	0.5795	75.7198	84.0738
420	0.3406	0.1127	0.1152	0.6323	80.2002	86.8977

Fuente: Alava y Pacheco

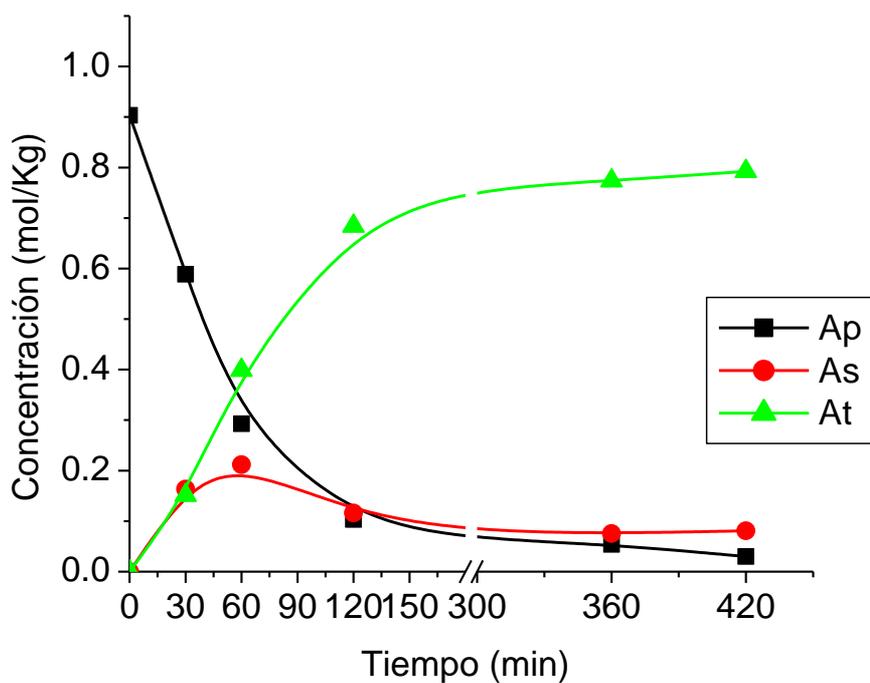


Figura 3.6. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C30B-50%SGE-50%ECO)

Fuente: Alava y Pacheco

3.1.7 Sistema 70-30 (70% SGE - 30% ECO)

Tabla 3.7 Curado del sistema (70%SGE-30%ECO)

Sistema 70-30						
t (min)	[E]	[Ap]	[As]	[At]	C Ep(%)	C Ap (%)
0	2.015	1.0071	0.000	0.000	0.000	0.000
30	1.298	0.505	0.288	0.215	35.574	49.847

60	0.817	0.276	0.265	0.466	59.467	72.629
120	0.534	0.138	0.259	0.611	73.475	86.342
240	0.420	0.103	0.213	0.691	79.152	89.734
360	0.351	0.099	0.153	0.756	82.588	90.176
420	0.305	0.083	0.139	0.786	84.884	91.777

Fuente: Alava y Pacheco

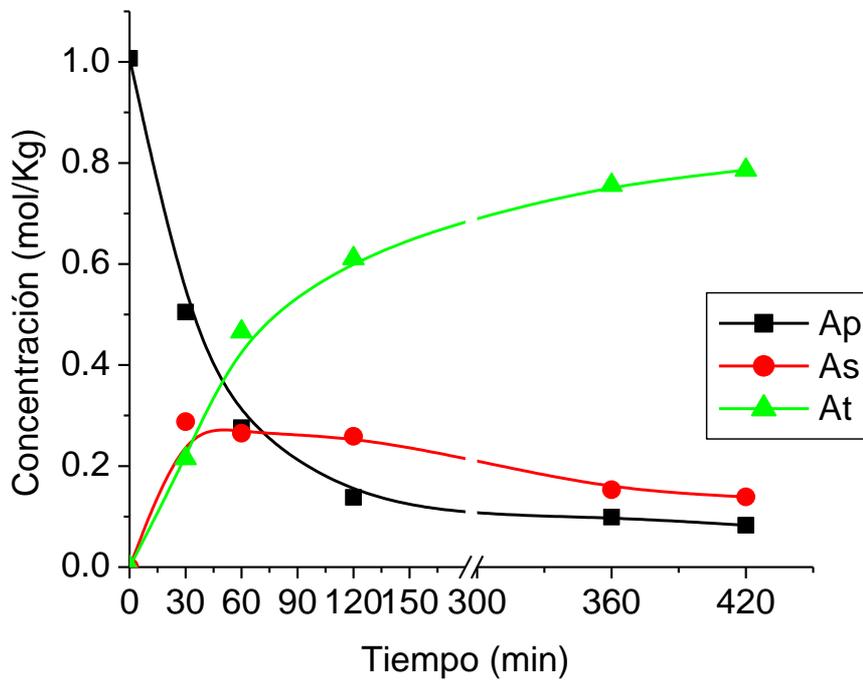


Figura 3.7. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (70%SGE-30%ECO)

Fuente: Alava y Pacheco

3.1.8 Sistema 70-30 (70% SGE - 30% ECO) + Cloisite 20A

Tabla 3.8 Curado del sistema C20A (70%SGE-30%ECO)

Sistema 70-30 Cloisite 20 ^a						
t (min)	[E]	[Ap]	[As]	[At]	C Ep(%)	C Ap (%)
0	1.919	0.959	0.000	0.000	0.000	0.000
30	1.119	0.365	0.388	0.206	41.695	61.939
60	0.560	0.165	0.231	0.564	70.821	82.838
120	0.449	0.132	0.184	0.643	76.620	86.194
240	0.384	0.119	0.145	0.695	79.984	87.555
360	0.340	0.098	0.144	0.717	82.295	89.81
420	0.314	0.095	0.124	0.74	83.622	90.060

Fuente: Alava y Pacheco

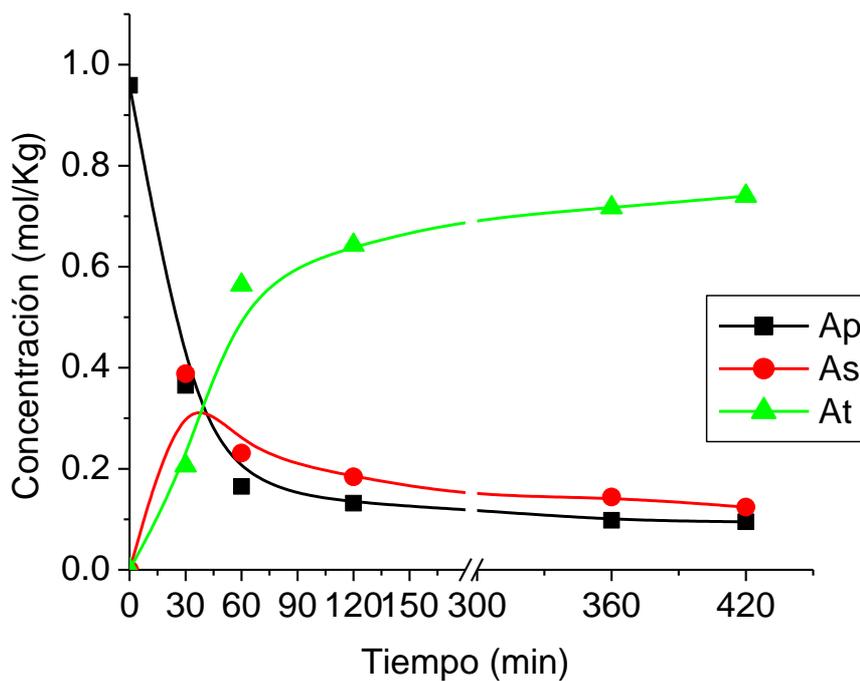


Figura 3.8. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C20A-70%SGE-30%ECO)

Fuente: Alava y Pacheco

3.1.9 Sistema 70-30 (70% SGE - 30% ECO)+ Cloisite 30B

Tabla 3.9 Curado del sistema C30B (70%SGE-30%ECO)

Sistema 70-30 Cloisite 30B						
t (min)	[E]	[Ap]	[As]	[At]	C Ep(%)	C Ap (%)
0	1.919	0.959	0.000	0.000	0.000	0.000
30	1.612	0.639	0.333	0.035	20.011	36.555
60	1.067	0.366	0.335	0.306	47.022	63.664
120	0.719	0.202	0.316	0.490	64.306	79.986
240	0.617	0.159	0.299	0.549	69.352	84.215
360	0.637	0.169	0.299	0.539	68.379	83.201
420	0.580	0.145	0.290	0.572	71.225	85.643

Fuente: Alava y Pacheco

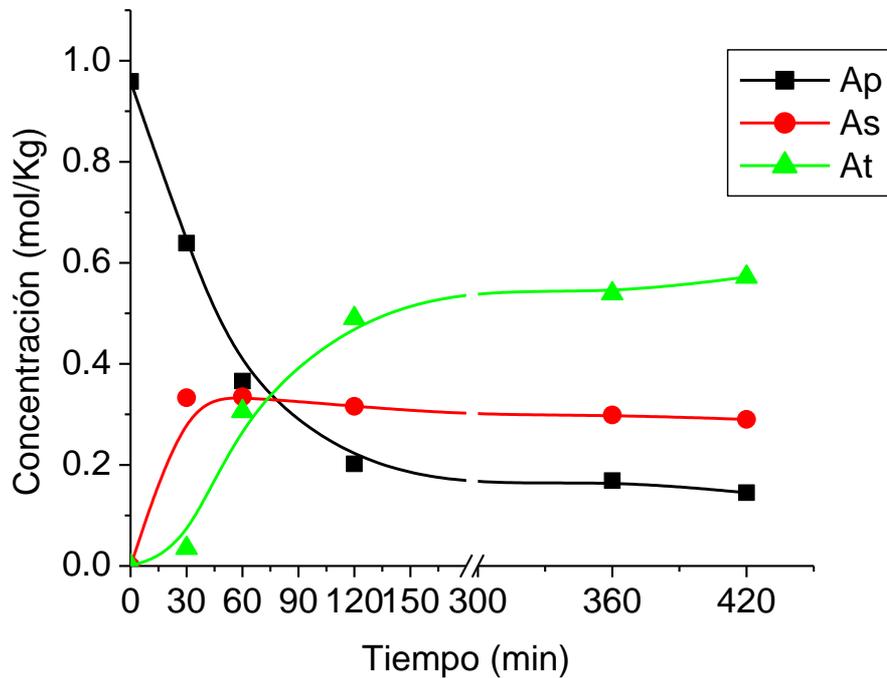


Figura 3.9. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C30B-30%SGE-70%ECO)

Fuente: Alava y Pacheco

3.1.10 Sistema 90-10 (90% SGE - 10% ECO)

Tabla 3.10 Curado del sistema (90%SGE-10%ECO)

Sistema 90-10						
t (min)	[E]	[Ap]	[As]	[At]	C Ep(%)	C Ap (%)
0	2.2472	1.1236	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
30	1.2597	0.4152	0.4293	0.2791	43.9434	63.0473
60	0.9501	0.2356	0.4789	0.4091	57.7213	79.0342
120	0.7464	0.2068	0.3329	0.5839	66.7844	81.5982
240	0.6674	0.1755	0.3164	0.6316	70.2990	84.3798
360	0.6372	0.1752	0.2867	0.6617	71.6457	84.4058
420	0.5047	0.1645	0.1758	0.7833	77.5393	85.3616

Fuente: Alava y Pacheco

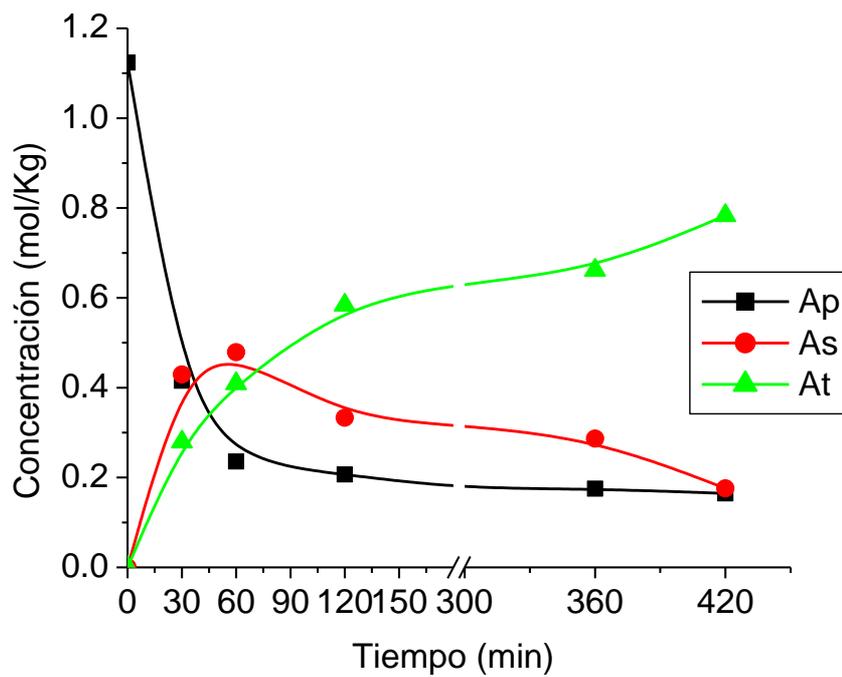


Figura 3.10. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (90%SGE-10%ECO)

Fuente: Alava y Pacheco

3.1.11 Sistema 90-10 (90% SGE - 10% ECO)+ Cloisite 20 A

Tabla 3.11. Curado del sistema C20A (90%SGE-10%ECO)

Sistema 90-10 Cloisite 20 ^a						
t (min)	[E]	[Ap]	[As]	[At]	C Ep(%)	C Ap (%)
0	2.1402	1.0701	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
30	1.2875	0.4850	0.3175	0.2676	39.8430	54.6792
60	0.8395	0.2292	0.3812	0.4597	60.7725	78.5833
120	0.6944	0.1692	0.3560	0.5449	67.5528	84.1856
240	0.6212	0.1643	0.2926	0.6132	70.9751	84.6451
360	0.5648	0.1414	0.2821	0.6466	73.6075	86.7900
420	0.5039	0.1119	0.2801	0.6781	76.4573	89.5441

Fuente: Alava y Pacheco

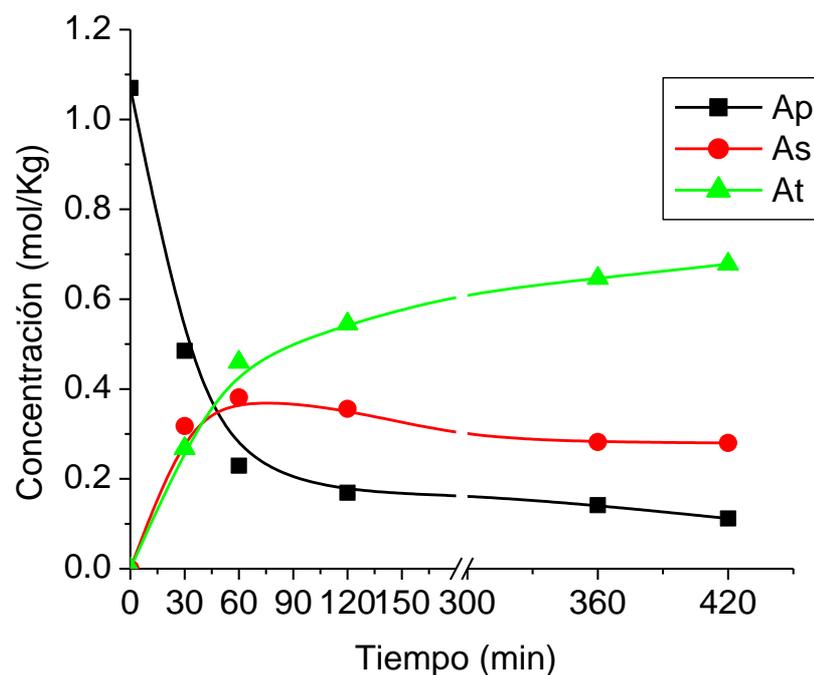


Figura 3.11. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C20A-90%SGE-10%ECO)

Fuente: Alava y Pacheco

3.1.12 Sistema 90-10 (90% SGE - 10% ECO)+ Cloisite 30B

Tabla 3.12. Curado del sistema C30B (90%SGE-10%ECO)

Sistema 90-10 Cloisite 30B						
t (min)	[E]	[Ap]	[As]	[At]	C Ep(%)	C Ap (%)
0	2.1402	1.0701	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
30	1.3102	0.5500	0.2101	0.3099	38.7829	48.6018
60	0.9852	0.3152	0.3549	0.4000	53.9649	70.5480
120	0.7781	0.2585	0.2611	0.5505	63.6411	75.8395
240	0.7139	0.2313	0.2513	0.5875	66.6429	78.3858
360	0.7051	0.2308	0.2435	0.5958	67.0551	78.4334

420	0.6414	0.2123	0.2167	0.6410	70.0313	80.1588
-----	--------	--------	--------	--------	---------	---------

Fuente: Alava y Pacheco

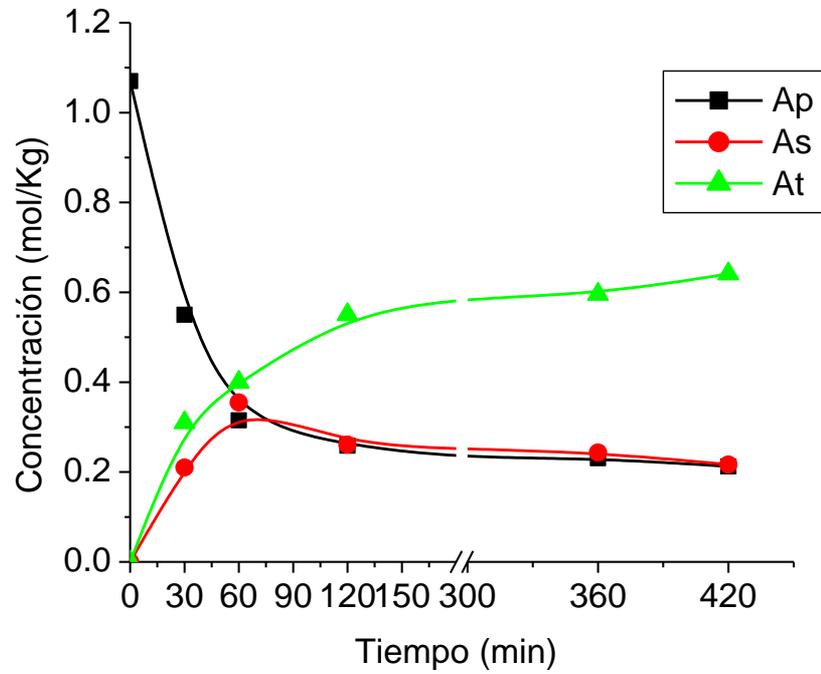


Figura 3.12. Concentración de aminas primaria, secundaria y terciaria (C30B-90%SGE-10%ECO)

Fuente: Alava y Pacheco

3.1.13 Comparación del grado de conversión de epoxi del sistema 30-70

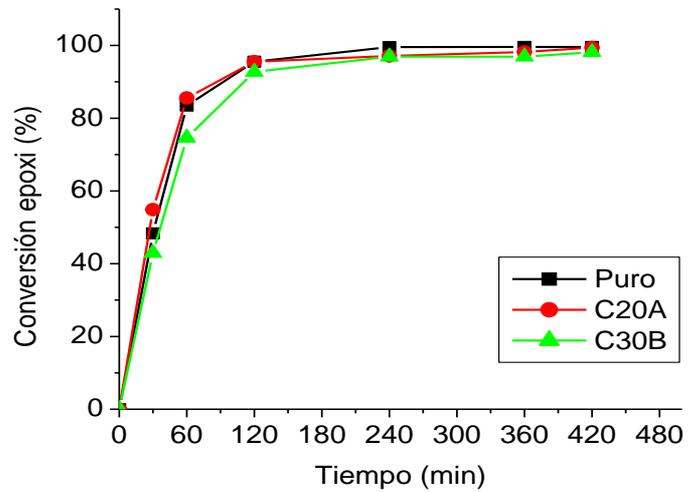


Figura 3.13. Comparación del grado de conversión de epoxi del sistema 30-70

Fuente: Alava y Pacheco

3.1.14 Comparación del grado de conversión de epoxi del sistema 50-50

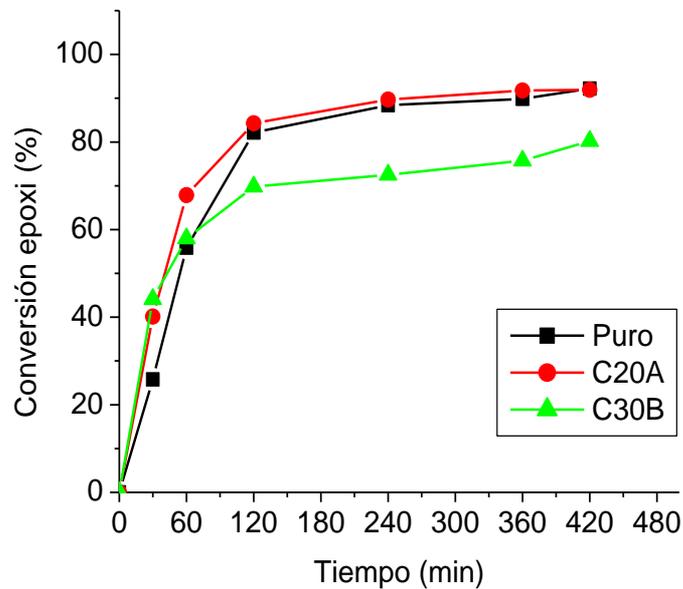


Figura 3.14. Comparación del grado de conversión de epoxi del sistema 50-50

Fuente: Alava y Pacheco

3.1.15 Comparación del grado de conversión de epoxi del sistema 70-30

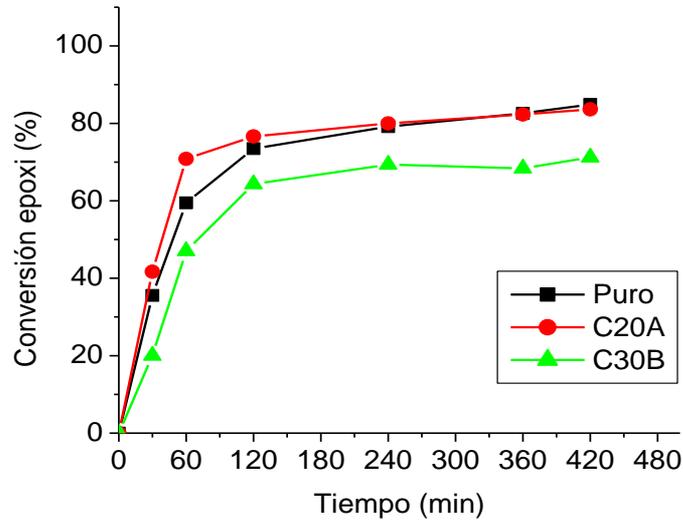


Figura 3.15. Comparación del grado de conversión de epoxi del sistema 70-30

Fuente: Alava y Pacheco

3.1.16 Comparación del grado de conversión de epoxi del sistema 90-10

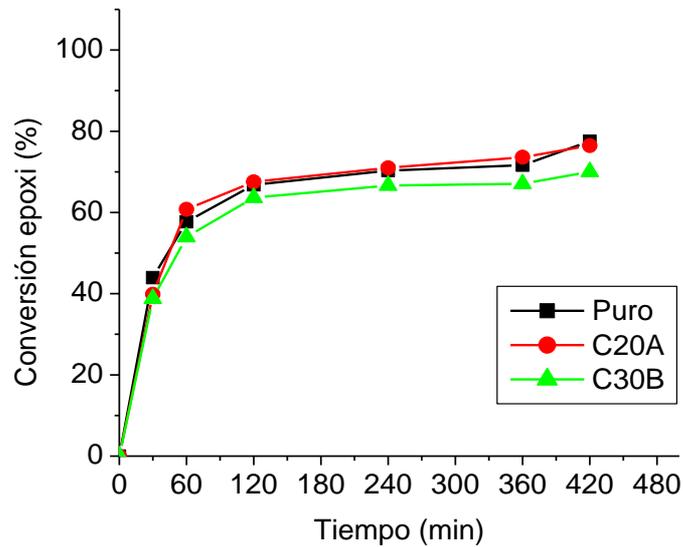


Figura 3.16. Comparación del grado de conversión de epoxi del sistema 90-10

Fuente: Alava y Pacheco

3.2 SEM

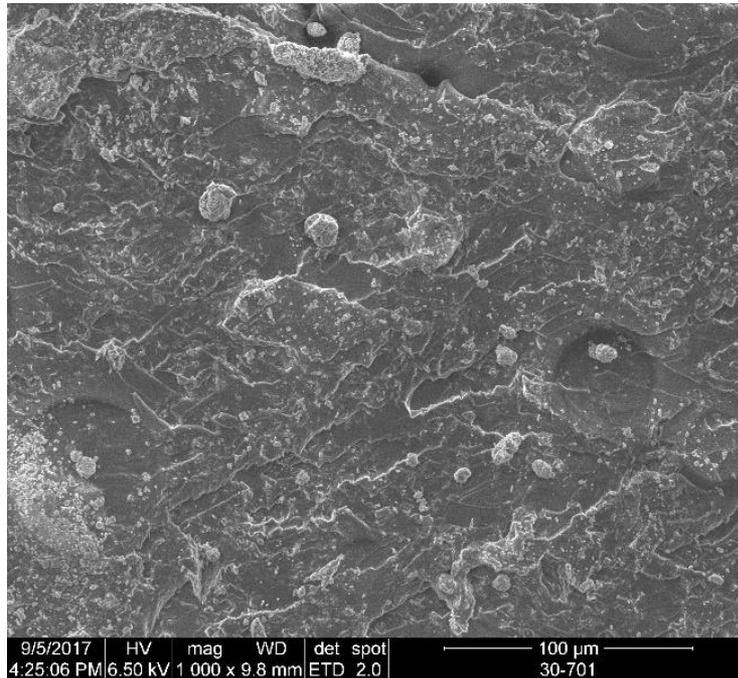


Figura 3.17. Imagen de SEM - Sistema C20A - 30% SGE - 70% ECO

Fuente: Alava y Pacheco

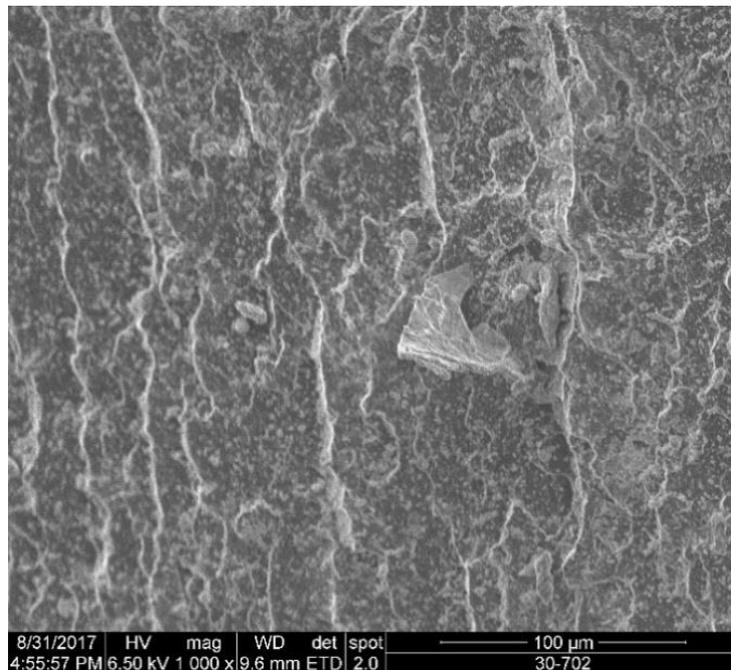


Figura 3.18. Imagen de SEM – Sistema C30B - 30% SGE - 70% ECO

Fuente: Alava y Pacheco

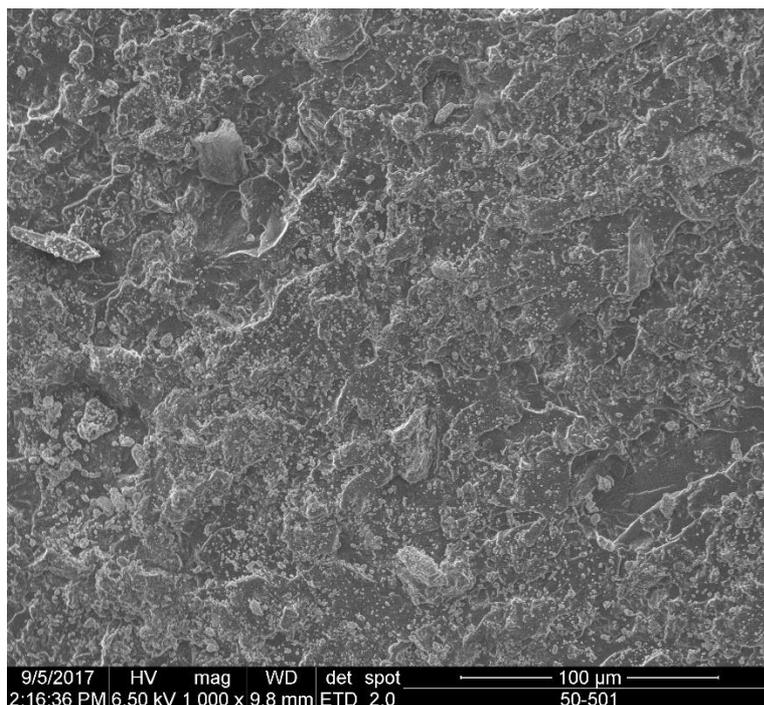


Figura 3.19. Imagen de SEM - Sistema C20A - 50% SGE - 50% ECO

Fuente: Alava y Pacheco

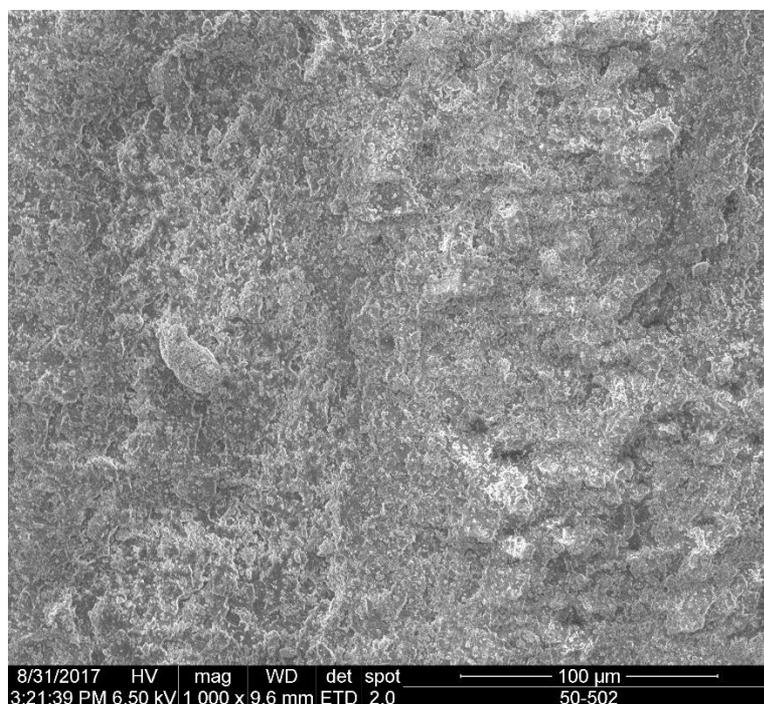


Figura 3.20. Imagen de SEM - Sistema C30B - 50% SGE - 50% ECO

Fuente: Alava y Pacheco

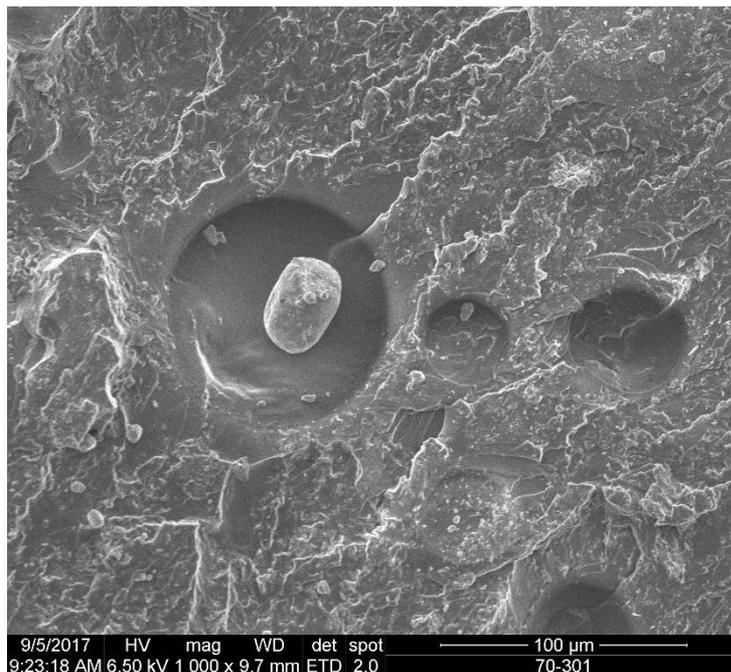


Figura 3.21. Imagen de SEM - Sistema C20A - 70% SGE - 30% ECO

Fuente: Alava y Pacheco

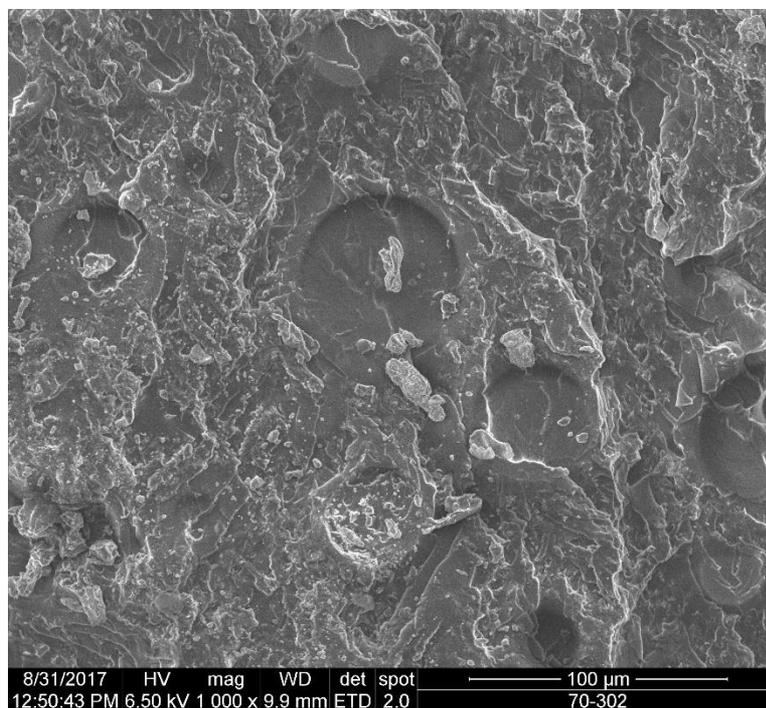


Figura 3.22. Imagen de SEM - Sistema C30B - 70% SGE - 30% ECO

Fuente: Alava y Pacheco

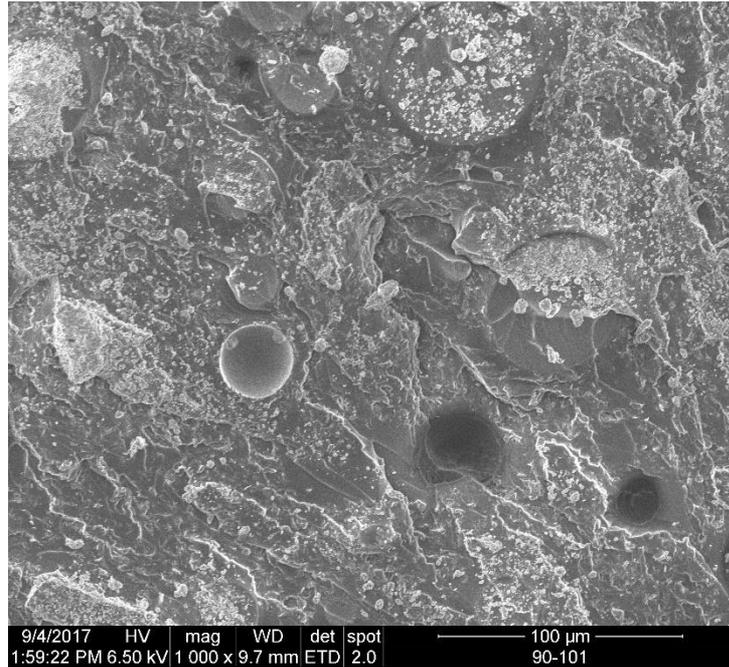


Figura 3.23. Imagen de SEM - Sistema C20A - 90% SGE - 10% ECO

Fuente: Alava y Pacheco

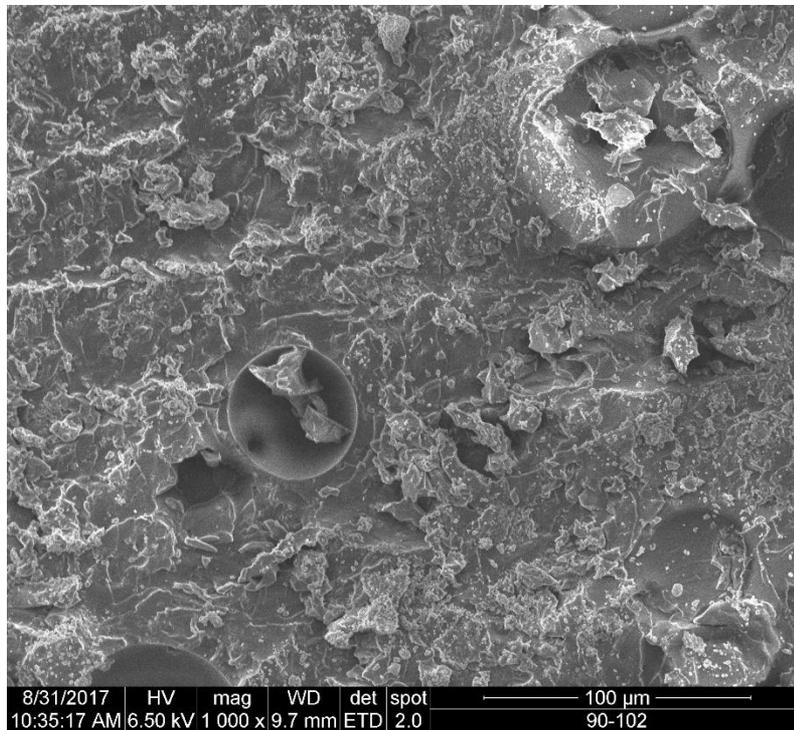


Figura 3.24. Imagen de SEM - Sistema C30B - 90% SGE - 10% ECO

Fuente: Alava y Pacheco

3.3 XRD

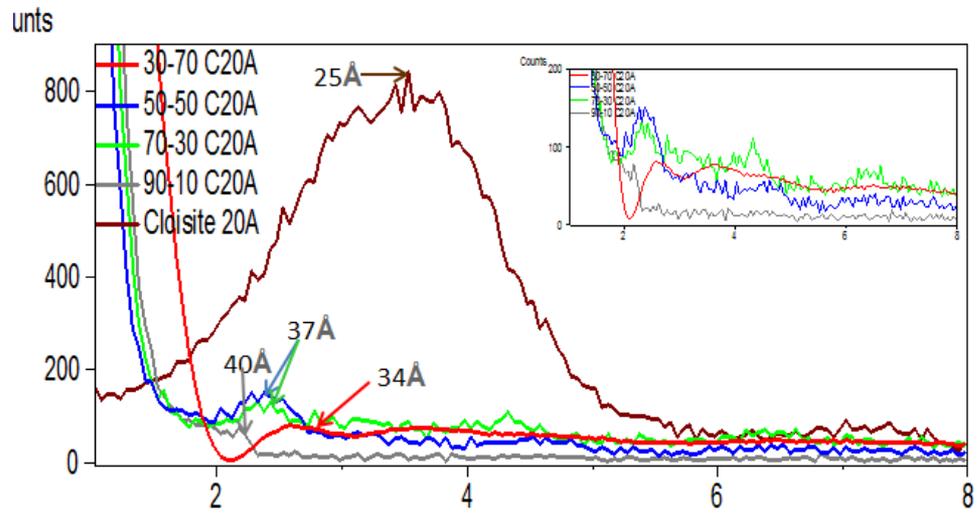


Figura 3.25. Comparación de XRD de los sistemas con Cloisite 20A

Fuente: Alava y Pacheco

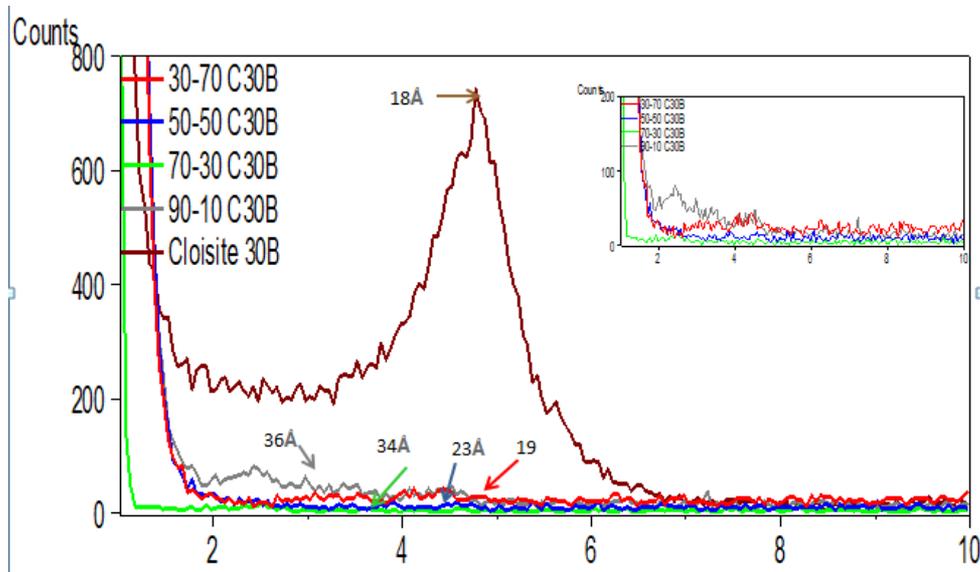


Figura 3.26. Comparación de XRD de los sistemas con Cloisite 30B

Fuente: Alava y Pacheco

3.4 Pruebas mecánicas

3.4.1 Sistema 30% SGE - 70% ECO

Tabla 3.13. Propiedades mecánicas – Sistema 30% SGE - 70% ECO

N	Deformación (%)	M. Elástico (MPa)	Break Stress (MPa)	Break Strain (%)	Energía (J)	Dureza (Shore A)
1	11,5187	1,90128	0,19021	11,6093	0,00292	37,4
2	9,02267	1,87686	0,15850	9,12267	0,00225	37,6
Promedio	10,27068	1,88907	0,17435	10,36599	0,00259	37,5
Desv. Est.	1,7649597	0,0172676	0,0224224	1,7583129	0,0004738	0,1414214

Fuente: Alava y Pacheco

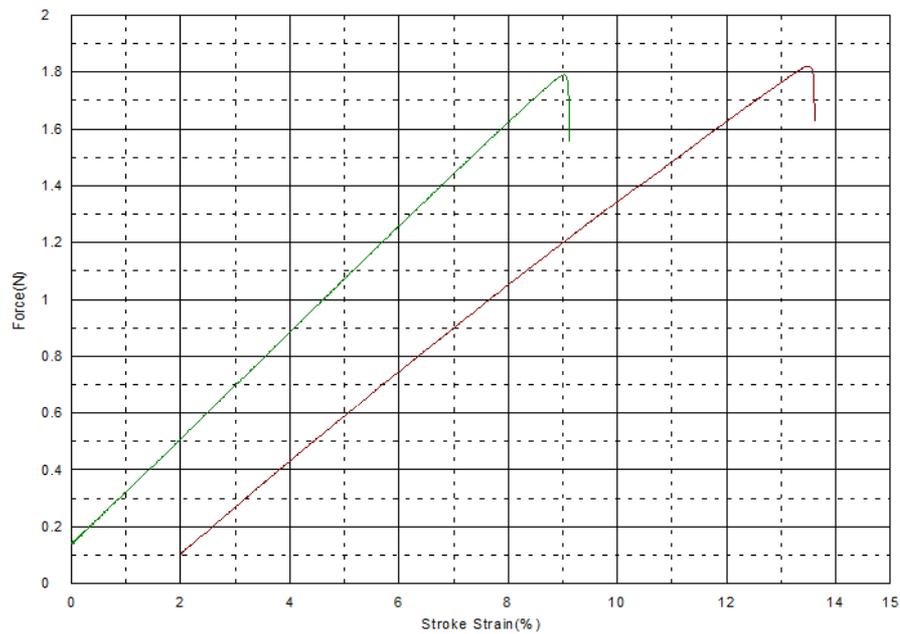


Figura 3.27. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 30% SGE - 70% ECO

Fuente: Alava y Pacheco

3.4.2 Sistema 30% SGE - 70% ECO + Cloisite 20A

Tabla 3.14. Propiedades mecánicas – Sistema 30% SGE - 70% ECO + Cloisite 20A

n	Deformación (%)	M. Elástico (MPa)	Break Stress (MPa)	Break Strain (%)	Energía (J)	Dureza (Shore A)
1	23,2940	1,4854	0,3276	23,5280	0,0134	59,0000
2	17,6960	1,5133	0,2993	17,6960	0,0072	58,9000
3	19,5640	1,47028	0,2874	19,3960	0,0061	58,0000
Promedio	20,1847	1,4993	0,3048	20,2067	0,0089	58,6333
Desv. Est.	2,8501	0,8657	0,0207	2,9993	0,0039	0,5508

Fuente: Alava y Pacheco

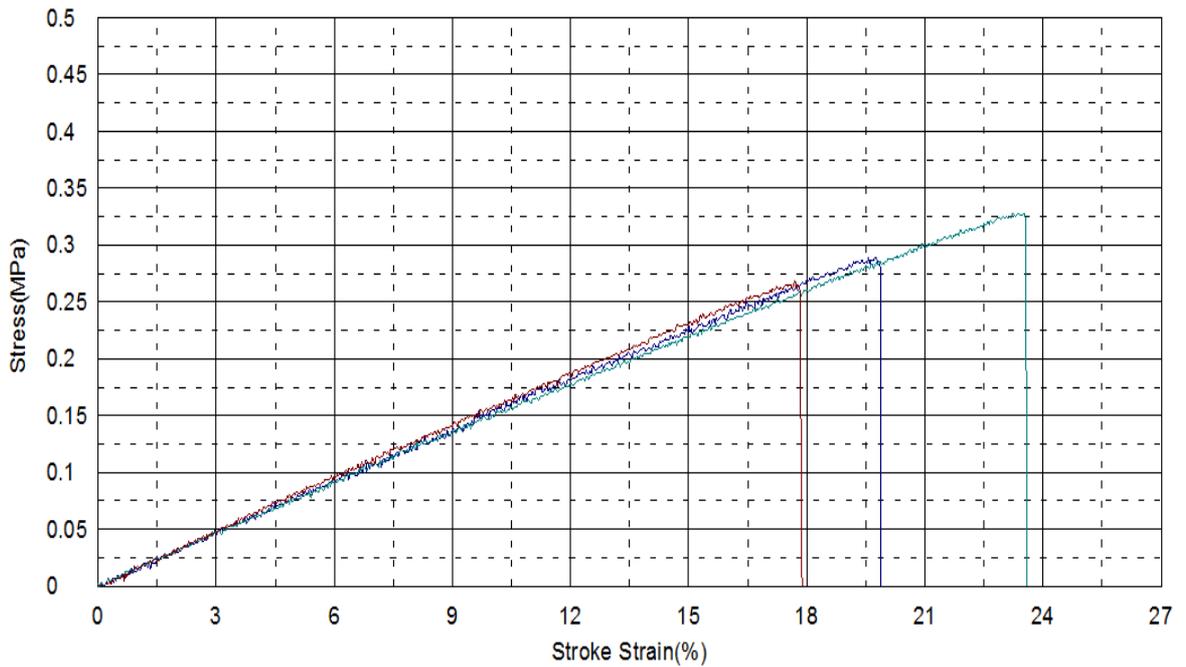


Figura 3.28. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 30% SGE - 70% ECO + Cloisite 20A

Fuente: Alava y Pacheco

3.4.3 Sistema 30% SGE - 70% ECO + Cloisite 30B

Tabla 3.15. Propiedades mecánicas – Sistema 30% SGE - 70% ECO + Cloisite 30B

N	Deformación (%)	M. Elástico (MPa)	Break Stress (MPa)	Break Strain (%)	Energía (J)	Dureza (Shore A)
1	22,4960	2,6288	0,5799	22,5280	0,0172	71,7000
2	22,7780	2,6058	0,5710	22,8600	0,0182	71,2000
3	19,0960	2,5565	0,4678	19,0960	0,0116	71,8000
Promedio	21,4567	2,5970	0,5395	21,4947	0,0157	71,5667
Desv. Est.	2,0493	0,0369	0,0623	2,0839	0,0036	0,3215

Fuente: Alava y Pacheco

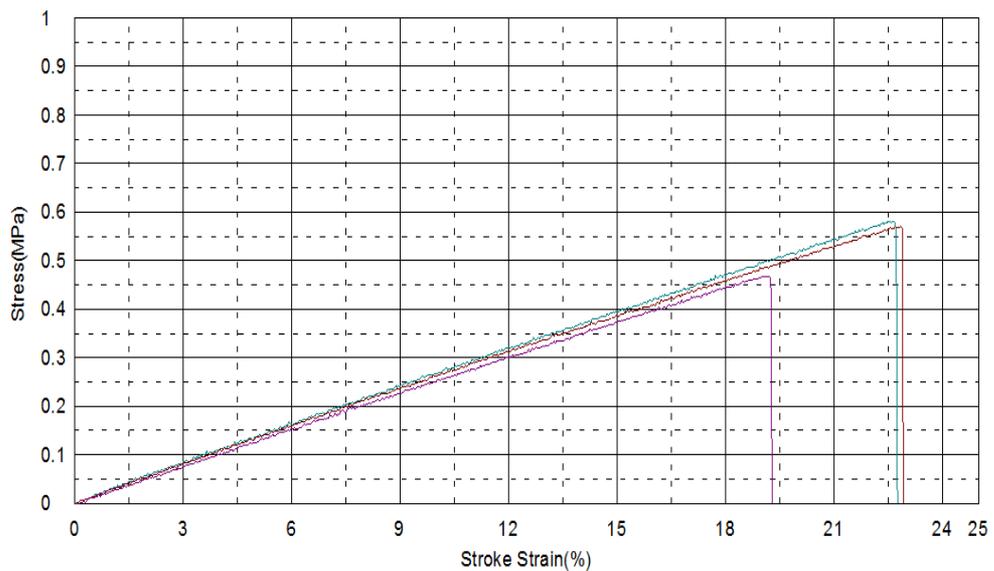


Figura 3.29. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 30% SGE - 70% ECO + Cloisite 30B

Fuente: Alava y Pacheco

3.4.4 Sistema 50% SGE - 50% ECO

Tabla 3.16. Propiedades mecánicas – Sistema 50% SGE - 50% ECO

n	Deformación (%)	M. Elástico (MPa)	Break Stress (MPa)	Break Strain (%)	Energía (J)	Dureza (Shore A)
1	11,32400	1,0788	0,0571	11,6240	0,00098	66,20
2	9,04933	1,2582	0,0497	9,4947	0,00127	68,50
Promedio	10,18666	1,1685	0,0534	10,5593	0,00112	67,35
Desv. Est.	1,60843	0,12684	0,00521	1,50566	0,00020	1,62634

Fuente: Alava y Pacheco

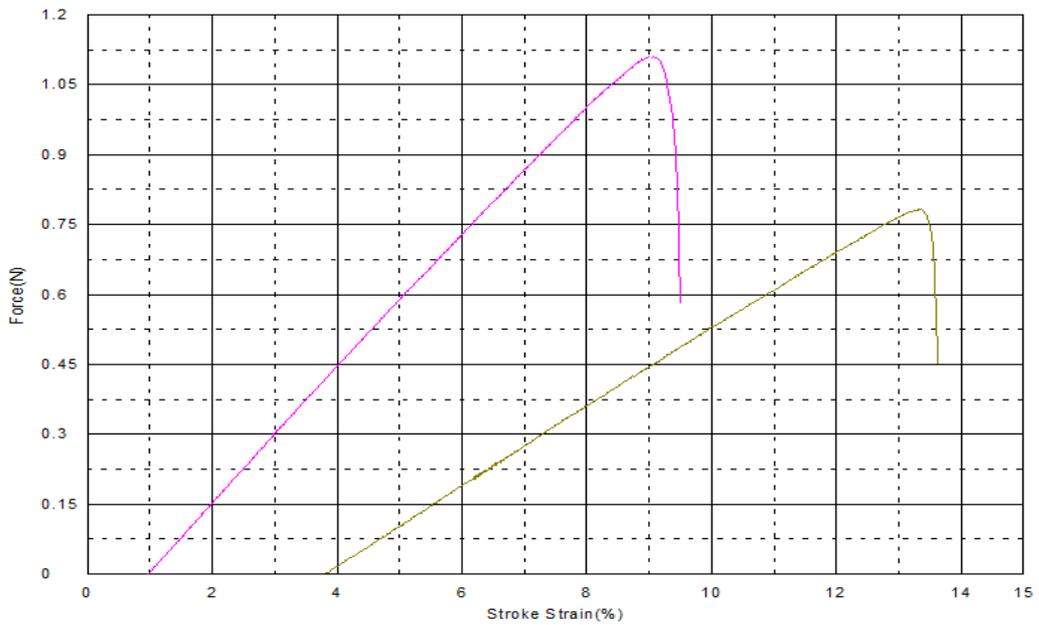


Figura 3.30. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 50% SGE - 50% ECO

Fuente: Alava y Pacheco

3.4.5 Sistema 50% SGE - 50% ECO + Cloisite 20A

Tabla 3.17. Propiedades mecánicas – Sistema 50% SGE - 50% ECO + Cloisite 20A

N	Deformación (%)	M. Elástico (MPa)	Break Stress (MPa)	Break Strain (%)	Energía (J)	Dureza (Shore A)
1	18,5820	2,7889	0,4925	18,4640	0,0142	74,4000
2	19,0960	4,1027	0,7259	19,1320	0,0172	74,2000
3	21,5640	2,8600	0,5908	21,4960	0,0170	74,7000
Promedio	19,7473	3,2505	0,6031	19,6973	0,0161	74,4333
Desv. Est.	1,5941	0,7389	0,1172	1,5931	0,0017	0,2517

Fuente: Alava y Pacheco

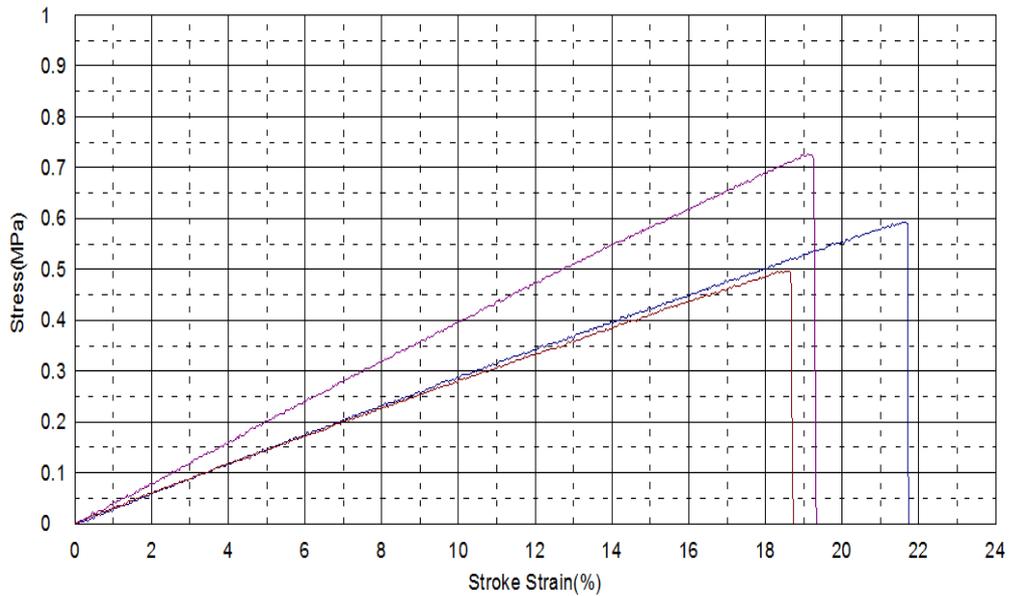


Figura 3.31. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 50% SGE - 50% ECO + Cloisite 20A

Fuente: Alava y Pacheco

3.4.6 Sistema 50% SGE - 50% ECO + Cloisite 30B

Tabla 3.18. Propiedades mecánicas – Sistema 50% SGE - 50% ECO + Cloisite 30B

N	Deformación (%)	M. Elástico (MPa)	Break Stress (MPa)	Break Strain (%)	Energía (J)	Dureza (Shore A)
1	16,1280	3,0137	0,4735	16,1600	0,0085	77,8000
2	16,8960	3,3313	0,5439	16,8640	0,0123	77,9000
3	20,0960	3,4908	0,8522	20,0960	0,0264	77,8000
Promedio	17,7067	3,2786	0,6232	17,7067	0,0157	77,8333
Desv. Est.	2,1046	0,2429	0,2014	2,0989	0,0094	0,0577

Fuente: Alava y Pacheco

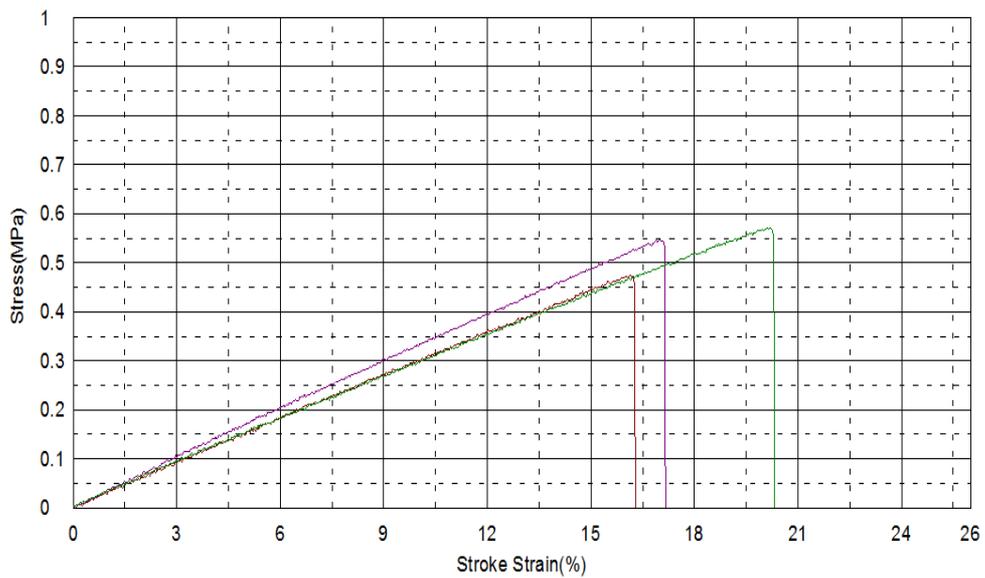


Figura 3.32. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 50% SGE - 50% ECO + Cloisite 30B

Fuente: Alava y Pacheco

3.4.7 Sistema 70% SGE - 30% ECO

Tabla 3.19. Propiedades mecánicas – Sistema 70% SGE - 30% ECO

n	Deformación (%)	M. Elástico (MPa)	Break Stress (MPa)	Break Strain (%)	Energía (J)	Dureza (Shore A)
1	12,386	0,76058	0,03535	12,8560	0,00060	65,90
2	11,360	0,83455	0,03398	11,8107	0,00056	66,20
Promedio	11,873	0,79757	0,03466	12,3333	0,00058	66,05
Desv. Est.	0,72549	0,05230	0,00097	0,73914	0,00003	0,21213

Fuente: Alava y Pacheco

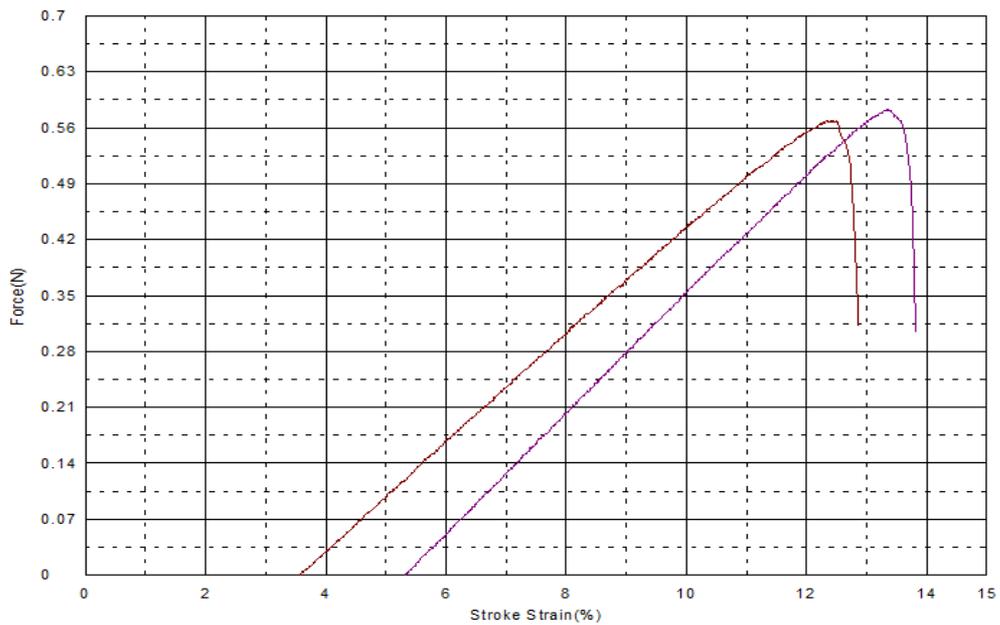


Figura 3.33. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 70% SGE - 30% ECO

Fuente: Alava y Pacheco

3.4.8 Sistema 70% SGE - 30% ECO + Cloisite 20A

Tabla 3.10. Propiedades mecánicas – Sistema 70% SGE - 30% ECO + Cloisite 20A

n	Deformación (%)	M. Elástico (MPa)	Break Stress (MPa)	Break Strain (%)	Energía (J)	Dureza (Shore A)
1	19,3640	3,2785	0,5267	19,6640	0,0197	77,3000
2	16,7960	3,2650	0,5194	16,7960	0,0113	77,0000
3	15,2280	3,2499	0,4797	15,1960	0,0109	76,9000
Promedio	17,1293	3,2645	0,5086	17,2187	0,0140	77,0667
Desv. Est.	2,0881	0,0143	0,0253	2,2638	0,0050	0,2082

Fuente: Alava y Pacheco

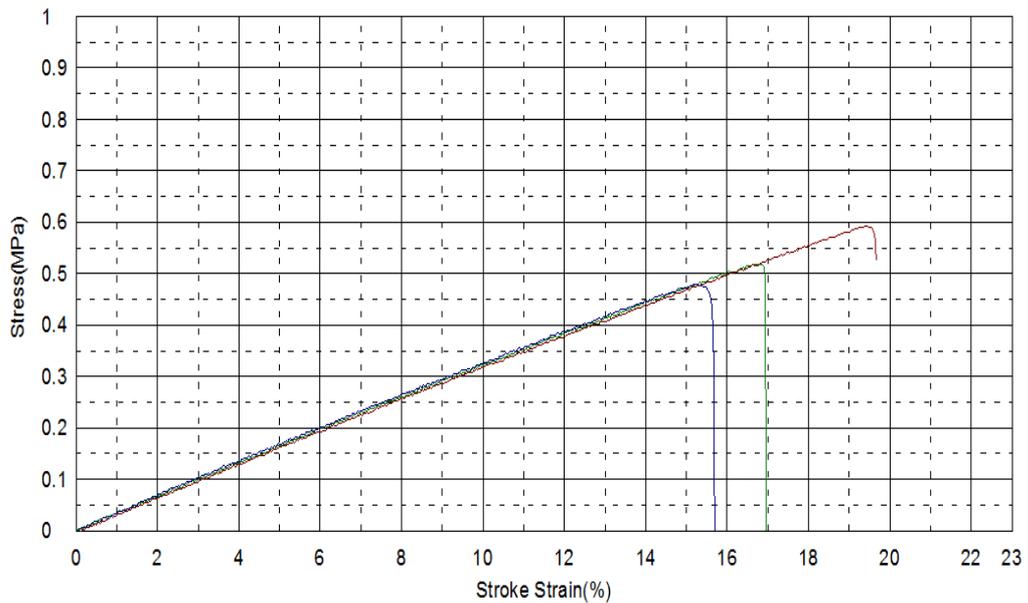


Figura 3.34. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 70% SGE - 30% ECO + Cloisite 20A

Fuente: Alava y Pacheco

3.4.9 Sistema 70% SGE - 30% ECO + Cloisite 30B

Tabla 3.21. Propiedades mecánicas – Sistema 70% SGE - 30% ECO + Cloisite 30B

N	Deformación (%)	M. Elástico (MPa)	Break Stress (MPa)	Break Strain (%)	Energía (J)	Dureza (Shore A)
1	23,9320	3,7450	0,7498	24,6320	0,0254	80,2000
2	23,9280	3,6756	0,7496	24,2280	0,0269	80,4000
3	23,7280	3,4961	0,7403	23,8960	0,0260	80,3000
Promedio	23,8627	3,6389	0,7466	24,2520	0,0261	80,3000
Desv. Est.	0,1166	0,1284	0,0054	0,3686	0,0008	0,1000

Fuente: Alava y Pacheco

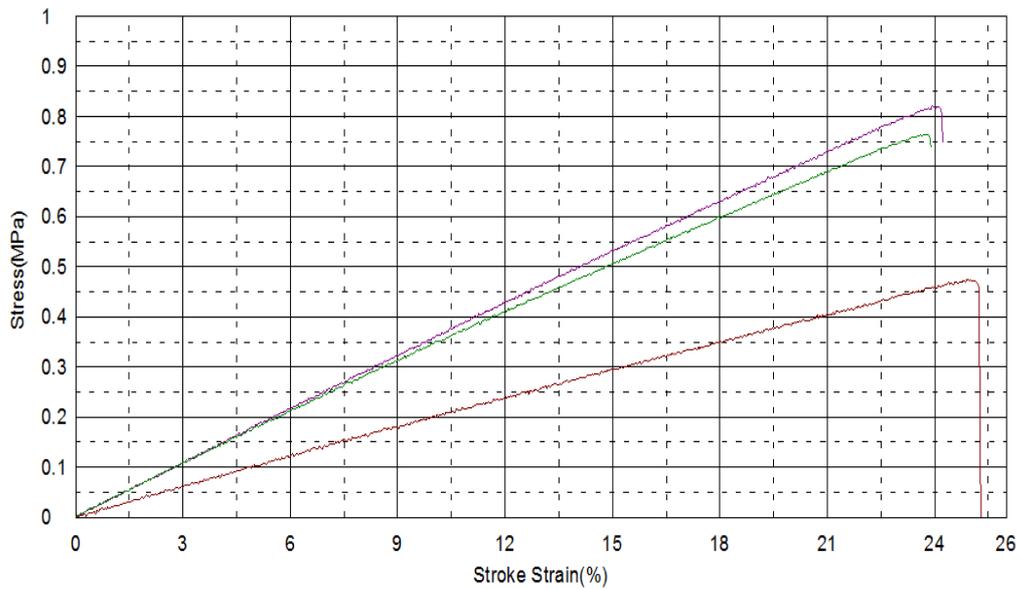


Figura 3.35. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 70% SGE - 30% ECO + Cloisite 30B

Fuente: Alava y Pacheco

3.4.10 Sistema 90% SGE - 10% ECO

Tabla 3.22. Propiedades mecánicas – Sistema 90% SGE - 10% ECO

n	Deformación (%)	M. Elástico (MPa)	Break Stress (MPa)	Break Strain (%)	Energía (J)	Dureza (Shore A)
1	18,0733	1,69396	0,22933	18,4133	0,00720	51,8000
2	18,3453	1,76356	0,22579	18,5547	0,00717	51,7000
Promedio	18,2093	1,72880	0,22760	18,4840	0,00720	51,7500
Desv. Est.	0,1923	0,04920	0,00250	0,1000	0,00000	0,0707

Fuente: Alava y Pacheco

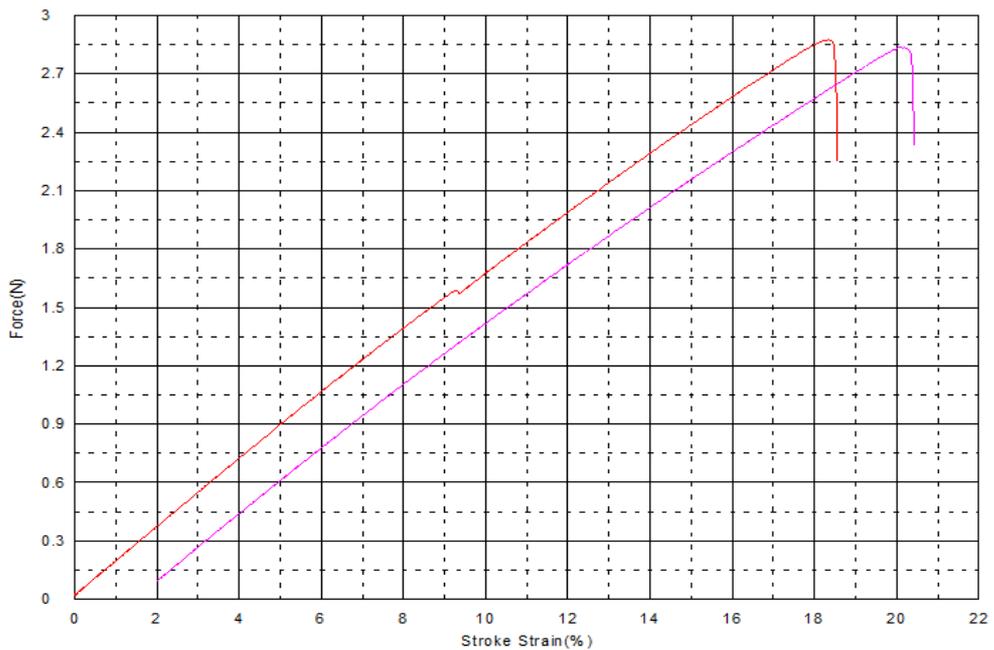


Figura 3.36. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 90% SGE - 10% ECO

Fuente: Alava y Pacheco

3.4.11 Sistema 90% SGE - 10% ECO + Cloisite 20A

Tabla 3.23. Propiedades mecánicas – Sistema 90% SGE - 10% ECO + Cloisite 20A

n	Deformación (%)	M. Elástico (MPa)	Break Stress (MPa)	Break Strain (%)	Energía (J)	Dureza (Shore A)
1	22,7280	4,0526	0,8240	22,8280	0,0317	80,0000
2	23,2640	4,2756	0,8315	23,5640	0,0241	80,2000
3	21,2320	3,9689	0,7196	21,4960	0,0228	80,3000
Promedio	22,4080	4,0990	0,7917	22,6293	0,0262	80,1667
Desv. Est.	1,0531	0,1585	0,0626	1,0482	0,0048	0,1528

Fuente: Alava y Pacheco

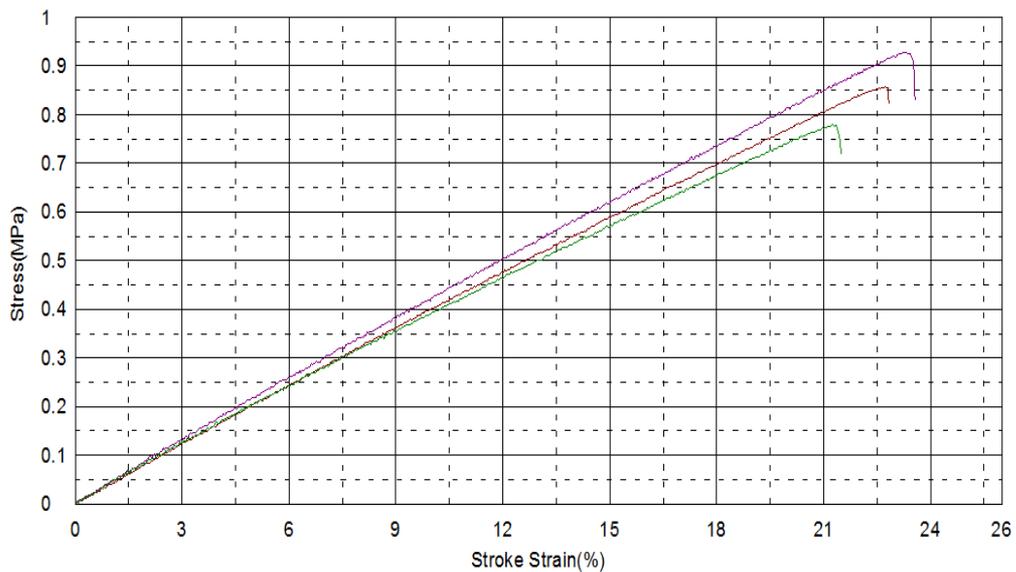


Figura 3.37. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 90% SGE - 10% ECO + Cloisite 20A

Fuente: Alava y Pacheco

3.4.12 Sistema 90% SGE - 10% ECO + Cloisite 30B

Tabla 3.24. Propiedades mecánicas – Sistema 90% SGE - 10% ECO + Cloisite 30B

N	Deformación (%)	M. Elástico (MPa)	Break Stress (MPa)	Break Strain (%)	Energía (J)	Dureza (Shore A)
1	24,4960	4,4804	0,7200	24,8280	0,0420	81,7000
2	23,8100	4,9824	0,9890	24,0600	0,0490	82,1000
3	25,5640	3,8798	0,8597	25,7640	0,0391	81,2000
Promedio	24,6233	4,4475	0,8562	24,8840	0,0434	81,6667
Desv. Est.	0,8839	0,5520	0,1346	0,8534	0,0051	0,4509

Fuente: Alava y Pacheco

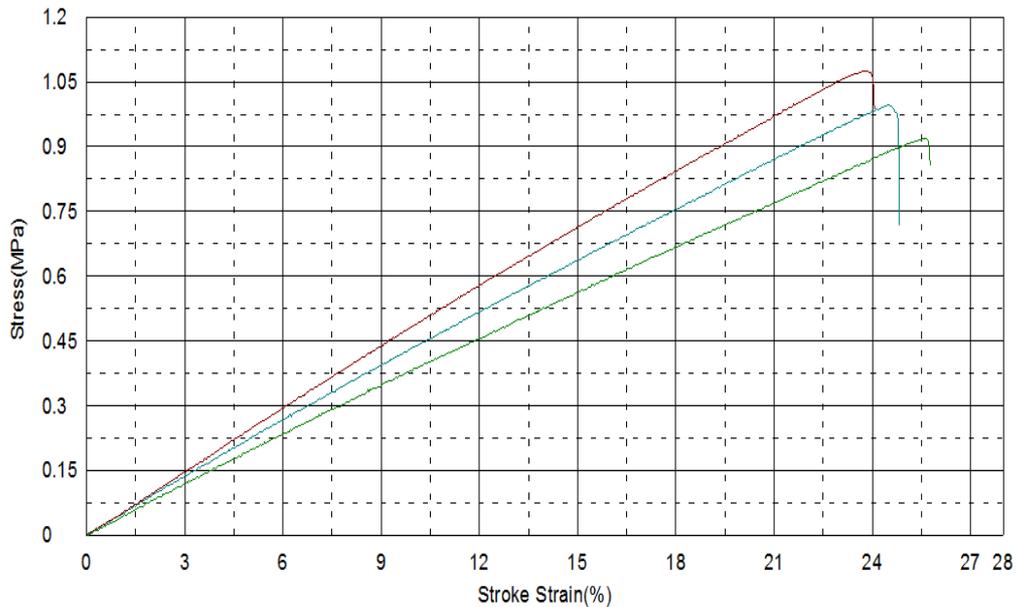


Figura 3.38. Esfuerzo vs Deformación - Sistema 90% SGE - 10% ECO + Cloisite 30B

Fuente: Alava y Pacheco

3.4.13 Comparación porcentual de los valores de dureza

Tabla 3.25. Valores de las pruebas de tensión de los diferentes sistemas

Tipo	SISTEMA SGE - ECO	Deformación (%)	M. Elástico (MPa)	Break Stress (MPa) *10 ⁻²	Break Strain (%)	Energía (J) *10 ⁻³
Puro	30 – 70	10,2 ± 1,7	1,8 ± 0,0	17,4 ± 2,0	10,3 ± 1,7	2,6 ± 0,5
	50 – 50	6,9 ± 1,6	1,3 ± 0,1	3,4 ± 1,0	7,6 ± 1,5	1,0 ± 0,1
	70 – 30	11,8 ± 0,7	0,7 ± 0,0	3,4 ± 1,0	12,3 ± 0,7	0,5 ± 0,1
	90 – 10	18,2 ± 0,1	1,7 ± 0,0	22,5 ± 1,0	18,4 ± 0,0	7,1 ± 0,01
Cloisite 20A	30 – 70	20,1 ± 2,8	1,4 ± 0,8	30,4 ± 2,0	20,2 ± 2,9	8,9 ± 3,90
	50 – 50	19,7 ± 1,5	3,2 ± 0,7	60,3 ± 6,0	19,6 ± 1,5	16,1 ± 1,7
	70 – 30	17,1 ± 2,0	3,2 ± 0,0	50,8 ± 2,0	17,2 ± 2,2	14,0 ± 1,7
	90 – 10	22,4 ± 1,0	4,0 ± 0,1	79,1 ± 6,0	22,6 ± 1,0	26,2 ± 4,0
Cloisite 30B	30 – 70	21,4 ± 2,0	2,5 ± 0,0	53,9 ± 6,0	21,4 ± 2,0	15,7 ± 3,6
	50 – 50	17,7 ± 2,1	3,2 ± 0,2	62,3 ± 2,1	17,7 ± 2,0	15,7 ± 1,4
	70 – 30	23,8 ± 0,1	3,6 ± 0,1	74,6 ± 1,1	24,2 ± 0,3	26,1 ± 0,1
	90 – 10	24,6 ± 0,8	4,4 ± 0,5	85,6 ± 7,0	24,8 ± 0,8	43,4 ± 3,7

Fuente: Alava y Pacheco

Tabla 3. 26. Valores de dureza Shore A de los diferentes sistemas y sus respectivos incrementos con respecto a los sistemas puros

Sistema SGE - ECO	Puro	C 20 A	C 30 B	%C20 A	%C 30 B
30-70	37,5 ± 0,2	58,6 ± 0,5	71,3 ± 0,3	56,34	90,21
50-50	67,6 ± 0,3	74,6 ± 0,2	77,8 ± 0,2	10,34	15,01
70-30	66,1 ± 0,2	77,1 ± 0,1	79,8 ± 0,1	16,64	20,74
90-10	52,2 ± 0,1	80,1 ± 0,1	81,6 ± 0,4	53,52	56,37

Fuente: Alava y Pacheco

3.5 Resultados pruebas físico-químicas

3.5.1 Hinchamiento al agua

3.5.1.1 Sistema 30-70 (30% SGE - 70% ECO)

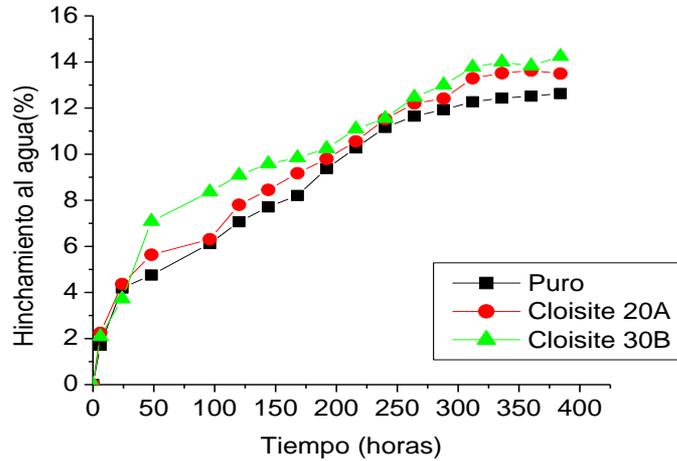


Figura 3.39. Hinchamiento al agua – Sistema (30% SGE - 70% ECO)

Fuente: Alava y Pacheco

3.5.1.2 Sistema 50-50 (50% SGE - 50% ECO)

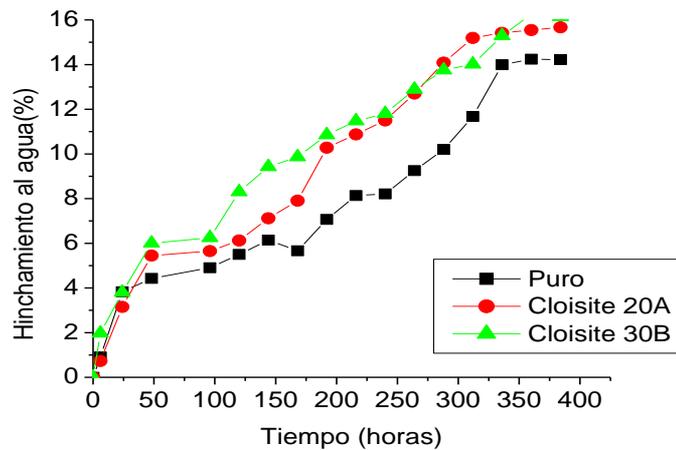


Figura 3.40. Hinchamiento al agua – Sistema (50% SGE - 50% ECO)

Fuente: Alava y Pacheco

3.5.1.3 Sistema 70-30 (70% SGE - 30% ECO)

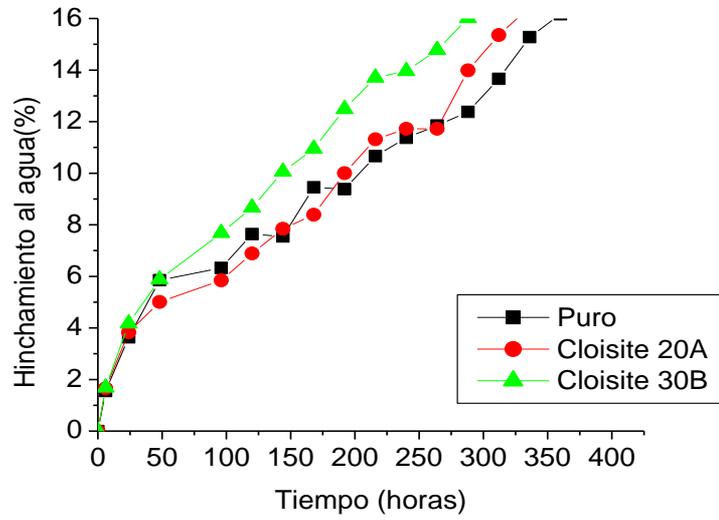


Figura 3.41. Hinchamiento al agua – Sistema (70% SGE - 30% ECO)

Fuente: Alava y Pacheco

3.5.1.4 Sistema 90-10 (90% SGE - 10% ECO)

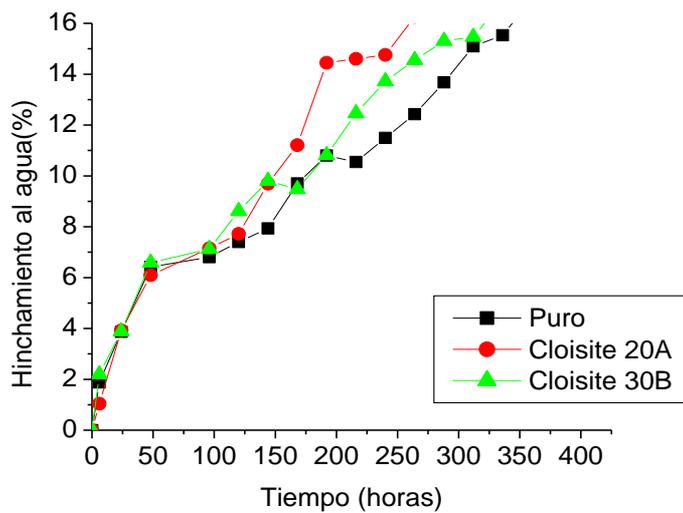


Figura 3.42. Hinchamiento al agua – Sistema (90% SGE - 10% ECO)

Fuente: Alava y Pacheco

3.5.1.5 Comparación de los diferentes sistemas en la prueba de hinchamiento agua

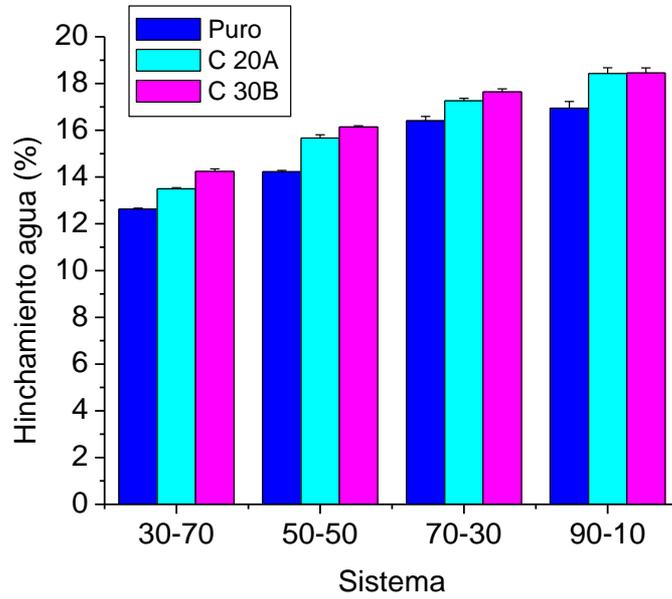


Figura 3.43. Comparación de los diferentes sistemas en la prueba de hinchamiento agua

Fuente: Alava y Pacheco

3.5.2 Hinchamiento al tolueno

3.5.2.1 Sistema 30-70 (30% SGE - 70% ECO)

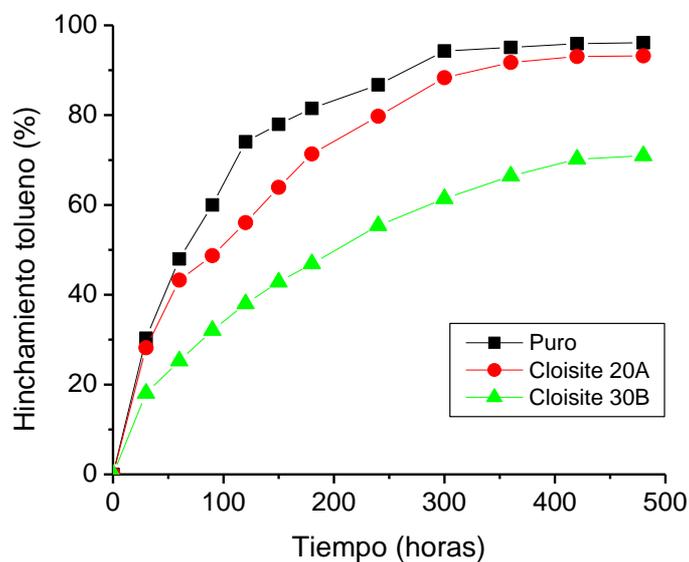


Figura 3.44. Hinchamiento al tolueno - Comparación entre los sistemas 30-70

Fuente: Alava y Pacheco

Tabla 3.27. Datos de los coeficientes de Hill – Sistema 30% SGE - 70% ECO

Datos de los coeficientes de Hill por ajuste de curvas					
Solvente	Sistema	y _{max} ± SD	k ± SD	n ± SD	r ²
Tolueno	Puro	106.6 ± 3.1	67.6 ± 4.1	1.2 ± 0.1	0.99
	C20A	139.8 ± 20.6	176.6 ± 69.7	0.8 ± 0.1	0.98
	C30B	146.3 ± 26.8	474.5 ± 226.9	0.7 ± 0.1	0.99

Fuente: Alava y Pacheco

3.5.2.2 Sistema 50-50 (50% SGE - 50% ECO)

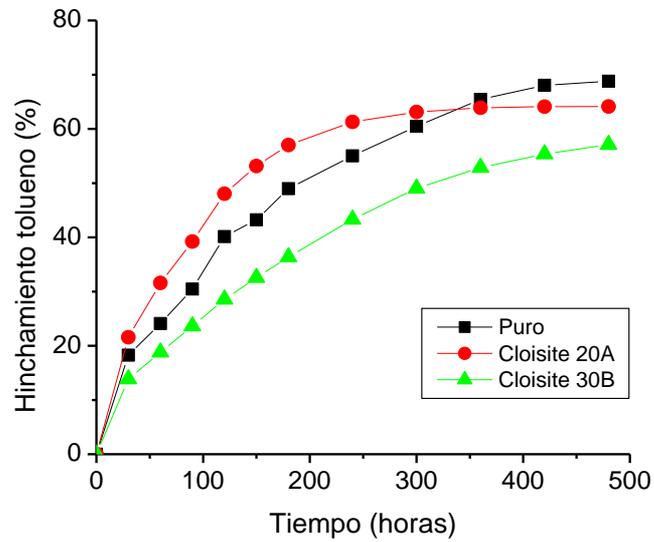


Figura 3.45. Hinchamiento al tolueno - Comparación entre los sistemas 50-50

Fuente: Alava y Pacheco

Tabla 3.28. Datos de los coeficientes de Hill – Sistema 50% SGE - 50% ECO

Datos de los coeficientes de Hill por ajuste de curvas					
Solvente	Sistema	y _{max} ± SD	k ± SD	n ± SD	r ²
Tolueno	Puro	103.9 ± 14.8	206.6 ± 72.9	0.9 ± 0.1	0.99
	C20A	71.9 ± 2.8	67.9 ± 5.5	1.2 ± 0.1	0.98
	C30B	128.7 ± 32.5	611.1 ± 379.9	0.7 ± 0.1	0.99

Fuente: Alava y Pacheco

3.5.2.3 Sistema 70-30 (70% SGE - 30% ECO)

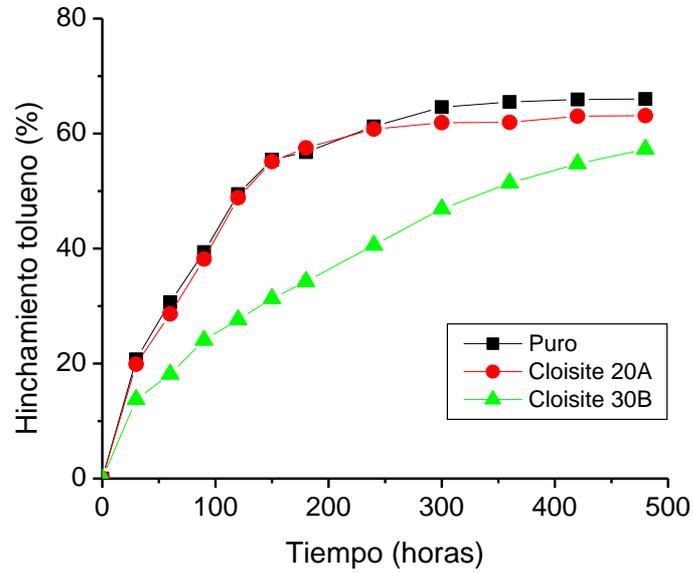


Figura 3.46. Hinchamiento al tolueno - Comparación entre los sistemas 70-30

Fuente: Alava y Pacheco

Tabla 3.29. Datos de los coeficientes de Hill – Sistema 70% SGE - 30% ECO

Datos de los coeficientes de Hill por ajuste de curvas					
Solvente	Sistema	y _{max} ± SD	k ± SD	n ± SD	r ²
Tolueno	Puro	73.2 ± 2.8	70.5 ± 5.6	1.3 ± 0.1	0.98
	C20A	68.1 ± 2.8	66.0 ± 5.7	1.5 ± 0.2	0.97
	C30B	106.9 ± 25.4	411.1 ± 237.6	0.8 ± 0.1	0.99

Fuente: Alava y Pacheco

3.5.2.4 Sistema 90-10 (90% SGE - 10% ECO)

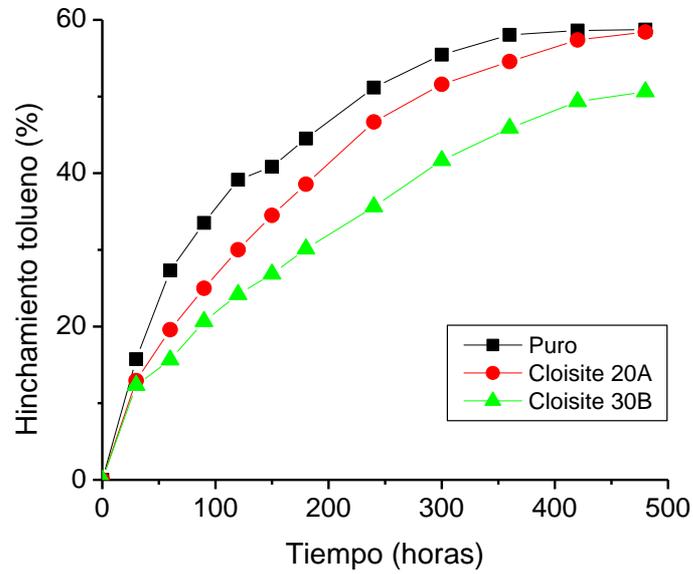


Figura 3.47. Hinchamiento al tolueno - Comparación entre los sistemas 90-10

Fuente: Alava y Pacheco

Tabla 3.10. Datos de los coeficientes de Hill – Sistema 90% SGE - 10% ECO

Datos de los coeficientes de Hill por ajuste de curvas					
Solvente	Sistema	y _{max} ± SD	k ± SD	n ± SD	r ²
Tolueno	Puro	75.1 ± 4.8	113.3 ± 17.2	1.0 ± 0.1	0.99
	C20A	95.5 ± 11.7	269.6 ± 76.4	0.9 ± 0.1	0.99
	C30B	101.4 ± 30.2	474.9 ± 330.2	0.8 ± 0.1	0.99

Fuente: Alava y Pacheco

3.5.2.5 Comparación de los diferentes sistemas en la prueba de hinchamiento tolueno

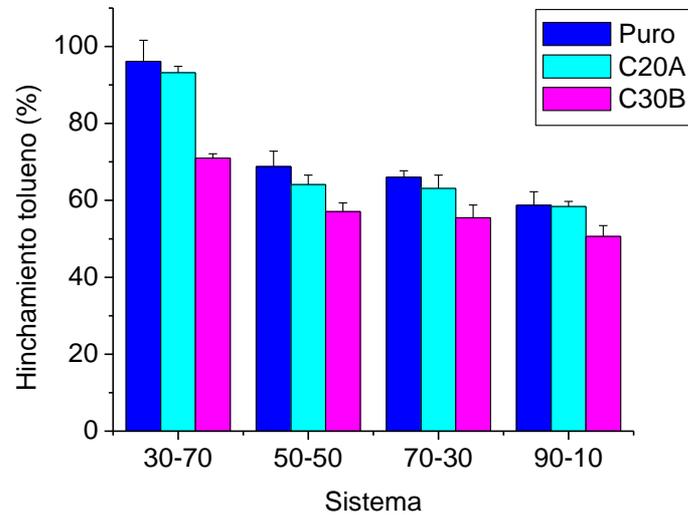


Figura 3.48. Comparación de los diferentes sistemas en la prueba de hinchamiento tolueno

Fuente: Alava y Pacheco

CAPÍTULO 4

4. ANÁLISIS DE RESULTADOS

En el presente capítulo se exponen los análisis de los resultados obtenidos en las pruebas de caracterización del nanocompuesto (FTIR, SEM, XRD); pruebas de propiedades mecánicas (tensión, dureza) y pruebas físico-químicas (hinchamiento al agua y tolueno).

Para una mejor interpretación se utilizará la siguiente nomenclatura para cada uno de los sistemas estudiados.

Sistema	Nomenclatura
30% SGE-70% ECO	30 - 70 Puro
30% SGE-70% ECO - Cloisite 20 A	30 - 70 C 20A
30% SGE-70% ECO - Cloisite 30 B	30 - 70 C 30B
50% SGE-50% ECO	50 - 50 Puro
50% SGE-50% ECO - Cloisite 20 A	50 - 50 C 20A
50% SGE-50% ECO - Cloisite 30 B	50 - 50 C 30B
70% SGE-30% ECO	70 - 30 Puro
70% SGE-30% ECO - Cloisite 20 A	70 - 30 C 20A
70% SGE-30% ECO - Cloisite 30 B	70 - 30 C 30B
90% SGE-10% ECO	90 - 10 Puro
90% SGE-10% ECO - Cloisite 20 A	90 - 10 C 20A
90% SGE-10% ECO - Cloisite 30 B	90 - 10 C 30B

Fuente: Alava y Pacheco

4.1 Interpretación de los ensayos de FTIR

En la síntesis de la matriz polimérica se producen cuatro reacciones en cadena de las cuales dos de ellas destacan: la reacción producida entre la amina primaria y el grupo epoxi que genera una amina secundaria (primera reacción); y esta amina formada a su vez vuelve a reaccionar con el grupo epoxi generando una amina terciaria (segunda reacción).

Mediante el análisis de Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier se calcula los grados de conversión del grupo epoxi y la amina primaria; se realiza un seguimiento al proceso de curado (6 horas a 60°C) y postcurado (1 hora adicional a 100°C), obteniéndose porcentajes de conversión hasta del 95% que corresponden a los sistemas de composición 30-70; ocurriendo la menor conversión en el sistema de composición 90 – 10, alrededor del 70%.

Mediante este análisis resulta evidente que al incrementar los porcentajes de resina de ECO se obtienen mayores conversiones. De acuerdo a las estructuras de cada uno de los componentes utilizados mediante la figura 1.3 se puede observar que la resina SGE presenta dos grupos hidróxilos, éstos aceleran la reacción, sin embargo, el mejor curado se obtiene cuando la resina SGE se encuentra en menor cantidad. Aunque la resina SGE acelere la reacción, muchos grupos epoxi no reaccionan completamente con la amina proveniente del agente curador, con lo cual los curados resultan ser inferiores aun cuando esta resina se incremente en proporción.

Con respecto a cada sistema estudiado (Puro, C20A, C30A) se puede observar mediante las gráficas 3.13; 3.14; 3.15; 3.16; que la incorporación de organoarcillas disminuye el grado de conversión del grupo epoxi, siendo necesario incrementar el tiempo de curado.

4.2 Interpretación de los ensayos de SEM

En las imágenes de SEM (Figuras 3.17-3.24) comparando cada composición con las organoarcillas utilizadas (Cloisite 20A y Cloisite 30B) se observa que no

existe una diferencia significativa en cada estructura, ya que en todos los sistemas (30-70; 50-50; 70-30; 90-10) la arcilla se encuentra dispersa en la matriz polimérica, con lo que se puede deducir que ambas arcillas son compatibles con las dos bioresinas empleadas.

Sin embargo en los sistemas 70-30 y 90-10 existen espacios donde el polímero no se mezcla completamente con la arcilla, esto sucede principalmente con la arcilla Cloisite 20A, lo que origina cierta permeabilidad a la estructura interna del sistema, esto se lo verifica en la prueba de hinchamiento de agua.

4.3 Interpretación de los ensayos de XRD

Para completar el estudio morfológico de los nanocompuestos se realizó pruebas de XRD. En la imagen 3.25 se observa que el pico característico de la Cloisite 20A se desplaza hacia la izquierda en todas las composiciones, lo que indica que la morfología de los nanocompuestos es intercalada.

En la figura 3.26 se observa que el pico característico de la Cloisite 30B se desplaza hacia la izquierda, con lo cual con este tipo de arcilla también se logra una estructura intercalada. Comparando ambas difractogramas de ambas arcillas se evidencia que con la Cloisite 30 B los picos disminuyen más que con los de arcilla 20A, es decir que con esta organoarcillas se da una mejor dispersión en la matriz polimérica, lo que influye en sus propiedades mecánicas.

Aunque no se haya logrado la exfoliación en ninguna composición, se obtuvo una buena compatibilidad entre arcilla y la matriz polimérica, ya que en ningún sistema presenta aglomerados (tactoides), esto se lo verificó en el ensayo SEM.

4.4 Interpretación de las propiedades mecánicas

Uno de los principales objetivos del presente proyecto es incrementar las propiedades mecánicas del compuesto, lo cual se logra con la incorporación de la organoarcillas.

Comparando los valores de dureza (Tabla 3.26) entre los sistemas reforzados con la Cloisite 20A y con la Cloisite 30B resulta evidente que la dureza es mayor cuando la matriz polimérica ha sido reforzada con la organoarcilla C 30B, lo que significa que en este sistema existe un mayor entrelazamiento entre las cadenas moleculares, es decir, existe una mejor compatibilidad en las proporciones mencionadas.

Mientras mayor sea la proporción de SGE en el sistema, la dureza se ve incrementada, ya que esta resina es la encargada de brindar rigidez debido a sus propiedades.

De acuerdo a la tabla 3.26 con la composición 30-70 se observa que con la arcilla Cloisite 20A el incremento en los valores de dureza con respecto al sistema puro es del 56,34%; mientras que con la arcilla Cloisite 30B se alcanza un incremento hasta del 90%. Con esta composición se logran los mayores incrementos porcentuales respecto al sistema puro, debido a que en esta composición tiene la menor rigidez, y con la incorporación de arcillas se obtiene una notable mejoría en su dureza.

Dependiendo de los valores de dureza se le da una aplicabilidad al elastómero, estos valores pueden verse afectados por diversos factores como: la selección del agente curador, proceso de curado.

De acuerdo al ensayo de tensión (Tabla 3.25) se observa que con las organoarcillas incorporadas el Módulo de Young aumenta; tiene un comportamiento similar a la dureza, es decir existe una relación directamente proporcional entre estos dos parámetros.

Comparando todos los sistemas, tanto puros como reforzados se observa que los mayores valores de propiedades mecánicas se obtienen con el refuerzo de la Coisite 30B.

4.5 Interpretación de los resultados de hinchamiento

4.5.1 Hinchamiento al agua

El hinchamiento de agua es una prueba clave para inferir en las aplicaciones industriales de los elastómeros obtenidos en cada composición.

Este ensayo se lo realizó durante 16 días, tiempo en el cual los pesos eran relativamente constantes respecto al día anterior.

En la figura 3.43 se muestra que el % absorción de agua aumenta a medida que se aumente la proporción de SGE, esto se debe a que la resina SGE es de carácter hidrofílico, es decir el sistema que mayor porcentaje de agua absorbe es el de composición 90-10.

Además, se observa que a medida que transcurre el tiempo, los sistemas reforzados con arcilla tienden a absorber una mayor cantidad de agua que los sistemas puros, esto se debe al carácter hidrofílico natural de las arcillas.

Los datos de hinchamiento de agua oscilan entre valores de 12-18%, los cuales son valores relativamente altos como para considerar que el elastómero sirva como recubrimiento. La posible causa de este porcentaje de agua absorbido puede ser que la muestra contenía burbujas en su interior, facilitando la dispersión del agua en la matriz polimérica, produciendo hinchazón en su interior.

4.5.2 Hinchamiento al tolueno

En la figura 3.48 se observa que las composiciones que tienen una proporción mayor de Heloxy son las que absorben más tolueno, debido a que la resina ECO es hidrofóbica, se diluye fácilmente en el tolueno. Por lo tanto, la composición 30-70 es la composición que mayor porcentaje absorbe, esto se

lo verifica mediante el coeficiente de la Ecuación de Hill que resulta ser mayor a 1 lo que indica que la muestra tiene afinidad a diluirse en el solvente empleado.

Los datos de los sistemas puros presentan las mayores desviaciones estándares debido a que la muestra no resistía estar mucho tiempo inmersa en el tolueno, con lo que se fraccionaba en pedazos pequeños, volviéndose difícil tomar su medida en los últimos instantes de tiempo de la prueba.

Los mayores valores de k se los obtiene con la incorporación de la Cloisite 30B, aunque inicialmente se absorba una cantidad mayor de tolueno con la Cloisite 20A y el sistema puro, conforme pase el tiempo los sistemas con Cloisite 30 B son los que continúan absorbiendo; logrando obtener mayores porcentajes de absorción con respecto a los 2 sistemas, lo que significa que con este sistema la absorción es más lenta.

CAPÍTULO 5

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 Recomendaciones

- ✓ El ambiente idóneo para la preparación de las mezclas debe ser bajo en humedad, para evitar la formación de burbujas que afectan la evaluación de las propiedades mecánicas.
- ✓ Prolongar el tiempo de curado para incrementar el grado de conversión del grupo epoxi, haciendo un seguimiento con FTIR.
- ✓ Para lograr apreciar las imágenes con mejor calidad en el ensayo SEM, el área de estudio debe tener un corte liso, sin fisuras; por lo que se recomienda congelar las muestras con nitrógeno líquido durante unos segundos y realizar el corte.
- ✓ Para asegurarse del curado de las muestras se debe realizar una etapa postcurado a una temperatura mayor.
- ✓ Complementar el estudio morfológico de los compuestos con alguna técnica microscópica de alta resolución, por ejemplo, TEM, ya que el ensayo XRD no proporciona información acerca de la dispersión real de la nanoarcilla en el polímero.

5.2 Conclusiones

- ✓ Los bioelastómeros epóxicos fueron preparados exitosamente, siendo evidente que los compuestos reforzados con arcillas (5% wt) presentan mejores propiedades mecánicas que las mezclas puras.
- ✓ Mediante Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) se hizo un seguimiento al proceso de curado y se determinó el tipo de estructura desarrollada después de esta etapa.
- ✓ Las propiedades mecánicas se mejoran con la adición de arcillas, más no con el incremento de la conversión epóxico – amina.
- ✓ Se pudo determinar la concentración de las aminas primarias, secundarias y terciarias, así como el porcentaje de curado de sistemas basados en la conversión de epóxicos.

- ✓ Se determinó que a mayor cantidad de resinas SGE se observaron mejores propiedades mecánicas en el sistema con arganoarcillas Cloisite 30B.
- ✓ Se observó que a mayor adición de SGE (resina hidrofílica) o disminución de ECO (resina hidrofílica), aumenta el hinchamiento al agua y disminuye el hinchamiento al tolueno.
- ✓ Los sistemas bio-elastoméricos reforzados podrían tener aplicación como sellos, recubrimientos elastoméricos, como material aislante o como reemplazante de silicona o poliuretanos.

REFERENCIAS

- [1] Paul, D.R. y Robenson, L.M. (2016). Polymer nanotechnology: Nanocomposites. *Polymer*, 49 (15), 3187-3204.
- [2] Fengge, G. (2004). Clay/polymer composites: the story. *Materials today*, 7 (11), 50-55.
- [3] Okada et al. (1990). Synthesis and properties of nylon-6/clay hybrids. *Polymers molecular composites*, 171 (1), 45-50.
- [4] Chavez, M., Vera, G., Rigail, A. y Schmidt, D. (2016). Elastomeric bioepoxi/ clay nanocomposite. Presentado en 251 st American Chemical Society National Meeting& Exposition.
- [5] Guzmán, J., Pelaez, I. y Zambrano, P. (2013, Octubre). Tecnología del plástico: Elastómeros materiales con presente y futuro. 28, 50-55.
- [6] Lipinska, M., Hutchinson, J.M. (2012). Elastomeric epoxy nanocomposites: Nanostructure and properties. *Composites Science and Technology*, 72 (1), 640-646.
- [7] Garzón, C.A. (2014). Desarrollo de materiales compuestos de polipropileno y nanoestructuras de carbono (Tesis doctoral). Universidad de Chile, Santiago de Chile, Chile.
- [8] Tellez, A. (2012). La complejidad de la problemática ambiental de los residuos plásticos: una aproximación al análisis narrativo de política pública en Bogotá (Tesis doctoral). Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, Colombia.
- [9] Ege, S. (2000). *Química Orgánica*. Barcelona, España: Editorial Reverté.
- [10] Ortega, M.A. (2012). Mezclas y nanocompuestos de Policaprolactona y resina fenoxi (Tesis doctoral). Universidad del País Vasco, España.
- [11] Martínez. I. (2015). Relación entre formulación y propiedades adhesivas de

resinas epoxi en piedra natural (Tesis doctoral). Universidad de Alicante, Alicante, España.

- [12] Ferdosian, F, Yuan, Z., Anderson, M., Xu, C. (2015). Sustainable Lignin-based Epoxy Resins Cured with Aromatic and Aliphatic Amine Curing Agents: Curing Kinetics and Thermal Properties. *Thermochimica Acta*, 618 (1), 48-55.
- [13] Fraga, L. (2001). Estudio cinético, dinamomecánico y termogravimétrico del sistema epoxídico BADGE (n=0)/m-XDA mediante las técnicas de análisis térmico: DSC, DMA y TGA. Construcción de un diagrama TTT (Tesis doctoral). Universidad Santiago de Compostela, Galicia, España
- [14] Rosales et al, (2006). Influencia de la morfología sobre las propiedades mecánicas de nanocompuestos y mezclas de polímeros. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 26 (1), 3-19.
- [15] Rogers, C.E., Stenberg, S. (1970). Transport through permselective membranes. *Journal of Macromolecular Science*, 5 (1), 189-206.
- [16] Chen, B. (2004). Polymer–clay nanocomposites: an overview with emphasis on interaction mechanisms. *British Ceramic Transactions*, 103 (6), 241–249.
- [17] Cury, P.H y Kestor, G.S. (2009). Nanocomposites: synthesis, structure, properties and new application opportunities. *Materials Research*, 12 (1), 763-792.
- [18] Roy, R.A. (1986). Alternative perspectives on "quasi-crystallinity": non-uniformity and nanocomposites. *Materials Letters*, 4 (8-9), 323-328.
- [19] Alexandre M, Dubois P. (2000). Polymer-layered silicate nanocomposites: preparation, properties and uses of a new class of materials. *Material Science and Engineering*, 28 (1), 1-63.
- [20] Weiss, J., Takhistov, P. y McClements, D. J. (2006). Functional materials in food nanotechnology. *Journal of Food Science*, 71(9), 107–116.
- [21] Utracki, L. A. (2004). Clay-Containing Polymeric Nanocomposites. *Rapra Technology: Shropshire*, 1 (2), 2628–2635.

- [22] Patel, H. A., Somani, R. S., Bajaj, H. C y Jasra, R. V. (2006). Nanoclays for polymer nanocomposites, paints, inks, greases and cosmetics formulations, drug delivery vehicle and waste water treatment. *Bulletin of Materials Science*, 29 (2), 133-145.
- [23] Cubas, J.L. (2015). Reforzamiento con arcilla de un nanocompuesto para modificar y reforzar las propiedades físico-químicas de caucho natural (Tesis de pregrado). Universidad Nacional de Trujillo, Trujillo, Perú.
- [24] Gomez, M. (2001). Utilidad de la espectrometría de infrarrojos por Transformada de Fourier en Microbiología (Tesis doctoral). Universidad de Valladolid, Valladolid, España.
- [25] Sanchez, N.B., Diniz, M.F., Reis, T.B., Cassu, S.N. y Dutra, R.C. (2006). Evaluation of PIR-G/FT-IR techniques for characterization of elastomers. *Polímeros*, 16 (3), 945-957.
- [26] Dannenberg, H.; Harp, W.R. (1956). Determination of cure and analysis of cured epoxy resins. *Analytical Chemistry*, 28 (1), 81-90.
- [27] Chike, K.E., Myrick M.L., Lyon, R.E. y Angel, S.M. (1993). Raman and near infrared studies of an epoxy resin. *Applied Spectroscopy*, 47 (10), 1631-1635.
- [28] Suga et al, (2014). Recent progress in scanning electron microscopy for the characterization of fine structural details of nano materials. *Progress in Solid State Chemistry*, 42 (1), 1-21.
- [29] Haschke, M. y Boehm, S. (2017). Micro-XRF in Scanning Electron Microscopes. *Advances in Imaging and Electron Physics*, 199 (1), 1-60.
- [30] Davis, H. E, Troxell, G. E y Wiskocil, C. W. (1964) *Ensayo e Inspección de los Materiales en Ingeniería*. Mexico, Mexico: Editorial McGRAW-HILL.
- [31] Methananda, I., Parker, S., Patel, M., y Braden, M. (2009). The relationship between Shore hardness of elastomeric dental materials and Young's modulus. *Dental Materials*, 25 (2), 956-999.
- [32] Mohamed, M.I. y Aggag, G.A. (2002). Uncertainty evaluation of shore

hardness testers. *Measurement*, 33 (1), 251-257.

- [33] Hibbeler, R.C.(2006) *Mecánica de Materiales*. Mexico, Mexico: Editorial Pearson Education.
- [34] Galimberti, M. (2011). *Rubber-clay nanocomposites*. Canadá, Canadá: Editorial Wiley.

GLOSARIO DE TERMINOS

Alcali	Llamados también bases, sustancias que poseen propiedades alcalinas.
Alifática	Cadenas de carbono e hidrógeno de tipo abierto.
Cicloalifáticas	Compuestos orgánicos cíclicos de cadena abierta.
Esterificación	Método para la síntesis de un éster.
Hidrofobicidad	Inmiscibilidad en agua.
Homo-Polimerización	La producción de un homopolímero por polimerización de una sola especie de monómero.
Homopolímero	Polímero que consta de unidades monoméricas idénticas.
Identado	Término usado para resaltar o definir una estructura.
Mercaptanos	Compuesto orgánico que contiene un grupo tiol S-H.
Microcompuestos	Compuestos por la mezcla de dos o más materiales de tal forma que se controle la dispersión entre ellos con el fin de optimizar sus propiedades.

Nanocompuestos

Nanofibras	Fibras poliméricas con diámetros pequeños, menos a 500 nm.
Pixelado	Efecto causado al hacer una ampliación de una imagen o una sección de la imagen.
Raster	Es un conjunto de celdas, filas y columnas que permiten dividir el área de estudio para mayor visualización.
Retrodifusión	Desviación media angular con diferentes ángulos de dispersión.
Sigmoidal	Gráfica que muestra un ascenso temporal hasta encontrar un punto máximo. Tiene forma de "S".
Tactoides	Cuando el polímero no puede romper la estructura de las láminas de la arcilla, formándose un compuesto de fases separadas.

ABREVIATURAS

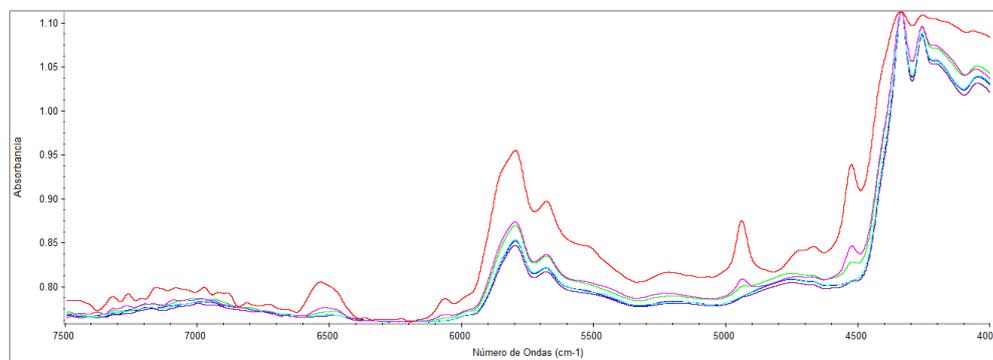
n	Número entero
λ	Longitud de onda
d	Distancia entre los planos atómicos
θ	Ángulo de dispersión
σ	Tensión o esfuerzo
F	Fuerza aplicada
A_0	Área transversal
L_0	Longitud inicial de la probeta
ε	Deformación
y_{\max}^n	Velocidad de reacción máxima
$k_{0,5}^n$	Concentración máxima media
n	Coefficiente de Hill
%	Porcentaje

SIMBOLOGÍA

°C	Grado(s) centígrado(s)
g	Gramo(s)
J	Joule(s)
Kg	Kilogramo(s)
MPa	Megapascal(es)
N	Newton(s)
T _g	Temperatura de transición vítrea
mm	Milímetros
m	Metros
Pa	Pascal
kPa	Kilo Pascal

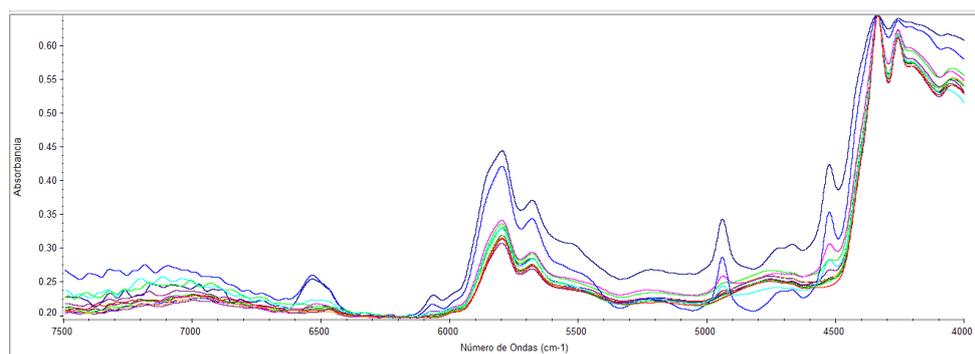
ANEXO

ANEXO A: Espectrofotogramas de los diferentes sistemas



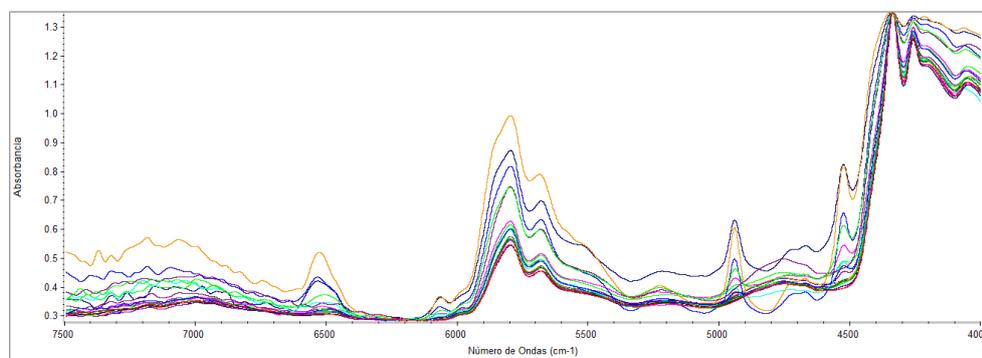
Anexo A1: Curado del sistema 30-70 Puro

Fuente: Alava y Pacheco



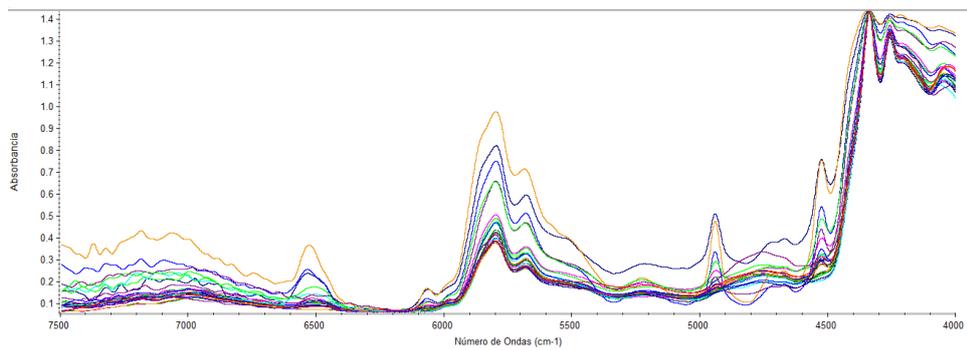
Anexo A2 : Curado del sistema 30-70 C20A

Fuente: Alava y Pacheco



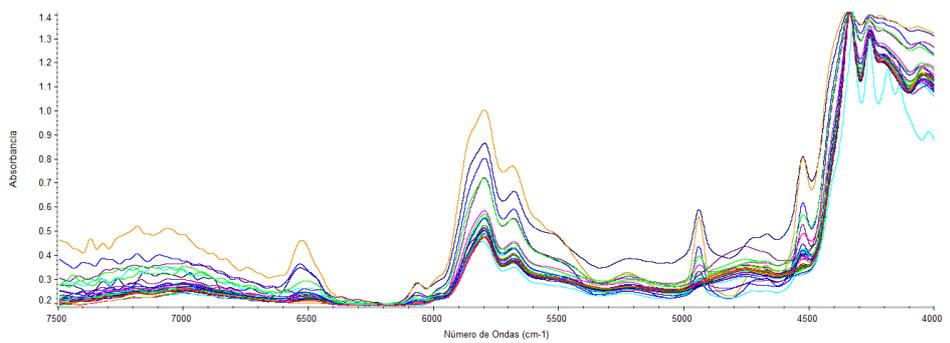
Anexo A3 : Curado del sistema 30-70 C30A

Fuente: Alava y Pacheco



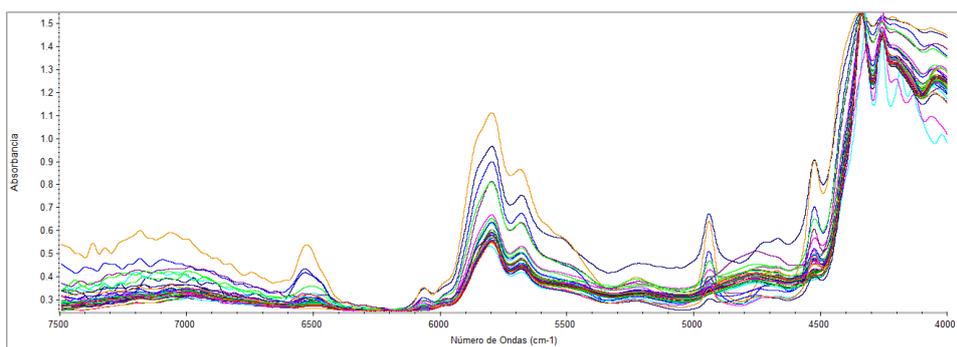
Anexo A4 : Curado del sistema 50-50 Puro

Fuente: Alava y Pacheco



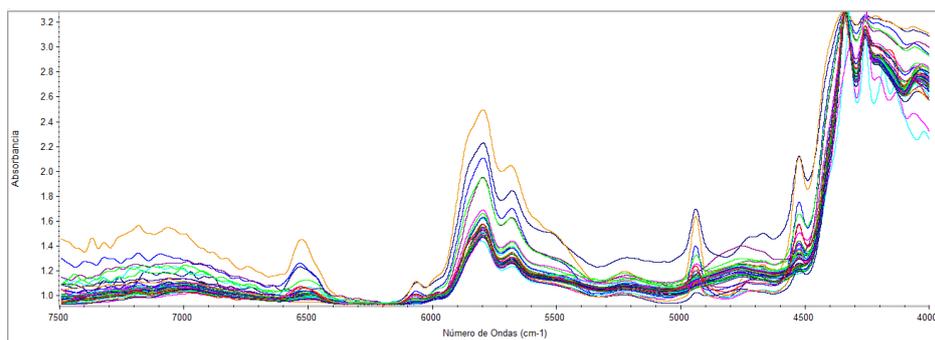
Anexo A5 : Curado del sistema 50-50 C20A

Fuente: Alava y Pacheco



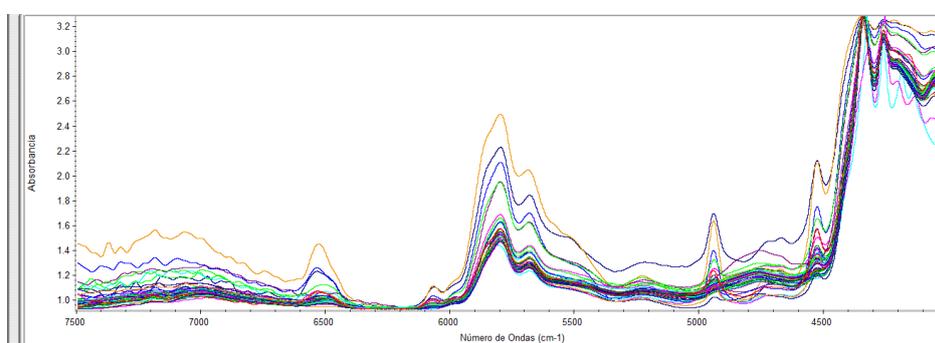
Anexo A6 : Curado del sistema 50-50 C 30A

Fuente: Alava y Pacheco



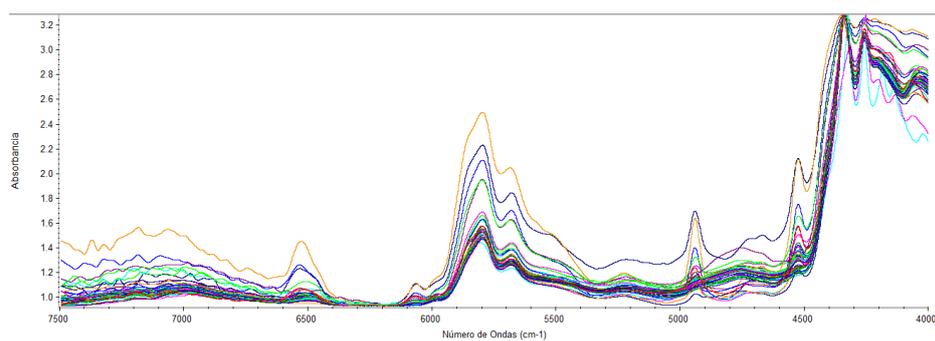
Anexo A7 : Curado del sistema 70-30 Puro

Fuente: Alava y Pacheco



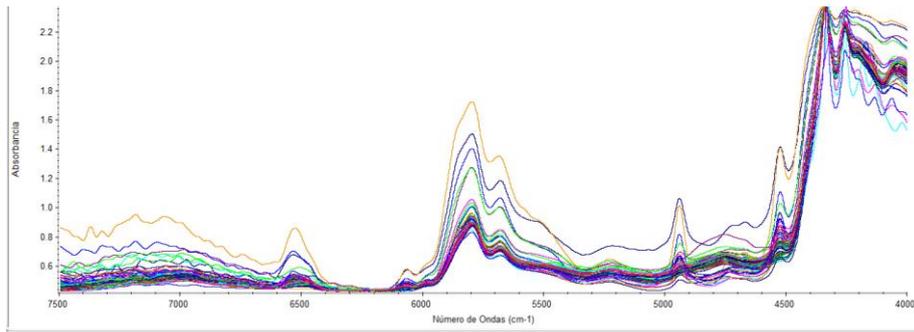
Anexo A8 : Curado del sistema 70-30 C20A

Fuente: Alava y Pacheco



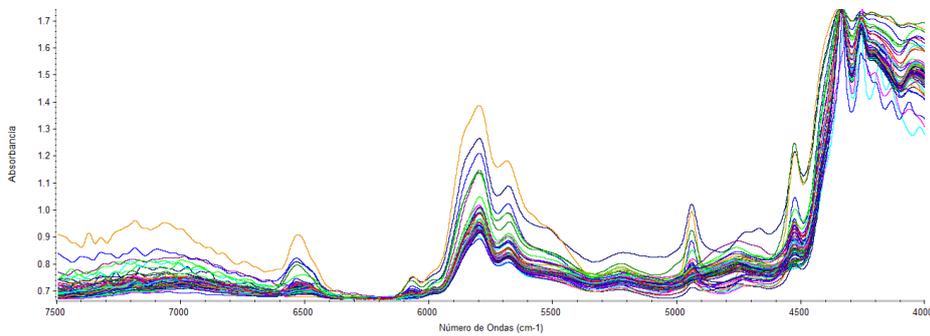
Anexo A9 : Curado del sistema 70-30 C30A

Fuente: Alava y Pacheco



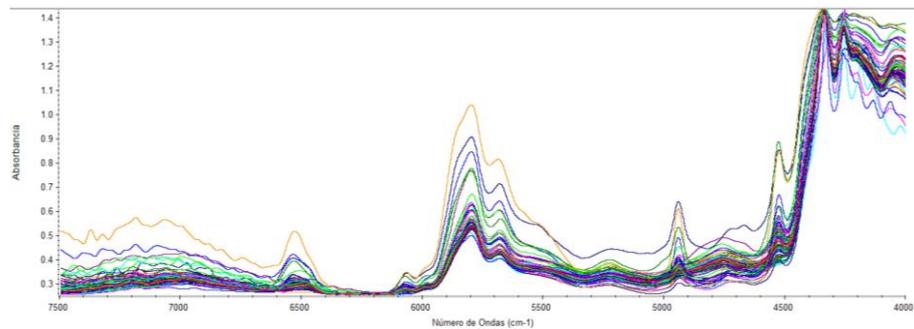
Anexo A10 : Curado del sistema 90-10 Puro

Fuente: Alava y Pacheco



Anexo A11 : Curado del sistema 70-70 C20A

Fuente: Alava y Pacheco



Anexo A12 : Curado del sistema 90-10 C30A

Fuente: Alava y Pacheco