



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL

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

“Relación entre el curado y propiedades de los recubrimientos de
Nanocompuestos de bio-epóxicas y aminas alifáticas”

TRABAJO FINAL DE GRADUACIÓN

Previo a la obtención del Título de:

INGENIERO MECÁNICO

Presentada por:

Ángel Ronald Macas Gaona

GUAYAQUIL - ECUADOR

AÑO: 2014

AGRADECIMIENTO

A Dios, por haber hecho realidad este proyecto.

A todas las personas que de uno u otro modo colaboraron en la realización de este trabajo al Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales (LEMAT).

De manera muy especial a mis padres y al MSc. Andrés Rigail director del trabajo de graduación, por su invaluable ayuda.

Ángel R. Macas Gaona

DEDICATORIA

El presente trabajo es un esfuerzo dedicado a mis padres Pedro Macas y Flora Gaona por todo lo que han hecho por mí, a mis hermanos Jhon Macas, Eduardo Macas familiares y amigos.

Ángel R. Macas Gaona

TRIBUNAL DE SUSTENTACIÓN

Dr. Kleber Barcia V., Ph.D.
DECANO DE LA FIMCP
PRESIDENTE

M.Sc. Andrés Rigail C.
DIRECTOR

Ing. Rodrigo Perugachi B.
VOCAL

DECLARACIÓN EXPRESA

“La responsabilidad del contenido de este trabajo final de Graduación, me corresponde exclusivamente; y el patrimonio intelectual del mismo a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL”

(Reglamento de Graduación de la ESPOL).

Ángel Ronald Macas Gaona

RESUMEN

La implementación de nuevas tecnologías en pinturas epóxicas como los nanocompuestos desarrolla cambios significativos a relativo bajo costo, siempre y cuando se utilice la cantidad adecuada de nanoarcillas, la adición en esta investigación fue 5% de arcilla y 1% inhibidor de corrosión.

En la matriz epóxica los defectos que pueden presentarse son que las organoarcillas se agrupan en un sitio, se lo denomina como nanocompuesto intercalado, si por gravedad se aglomera en un sitio se conoce como asentamiento. La mayor parte de estudios logra esparcimiento o exfoliación de organoarcillas al utilizar métodos que demandan demasiada energía, recursos y de difícil adaptación industrial, la investigación se la realizó sin procesos complejos de preparación a temperatura ambiente.

Se efectuaron pruebas de hinchamiento, el cual permite conocer la interacción entre las arcillas, resinas, aminas y determinar la capacidad de disminuir la absorción de diferentes solventes, pero al detectar muy poco hinchamiento en el nanocompuesto a la semana de medición, se continuo con el monitoreo de pesos hasta calcular coeficientes de difusión en varios solventes.

Se desarrollaron pruebas de dureza con el objetivo de determinar el grado de atracción entre todos los componentes del sistema y el cambio producido al

agregar arcillas e inhibidor de corrosión. La difracción de rayos X determinó el nivel de intercalación o exfoliación del nanocompuesto y el análisis térmico ayudaron a determinar si adicionalmente la exfoliación ayudó a mejorar las propiedades térmicas.

ÍNDICE GENERAL

	Pág.
RESUMEN	II
ÍNDICE GENERAL.....	IV
ABREVIATURAS	VII
SIMBOLOGÍA	VIII
ÍNDICE DE FIGURAS.....	IX
ÍNDICE DE TABLAS	XIII
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPÍTULO 1	
1. DESCRIPCIÓN GENERAL.....	3
1.1 Planteamiento del problema	4
1.2 Objetivos.....	5
1.2.1 Objetivos generales.....	5
1.2.2 Objetivos específicos.....	6
1.3 Metodología	6
CAPÍTULO 2	
2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS	9
2.1 Fundamento de Nanocompuestos.....	9
2.1.1 Resinas Epóxicas	12

2.1.2 Aminas Alifáticas.	15
2.1.3 Teoría de Arcillas y Nanoarcillas.	22
2.1.4 Inhibidores Volátiles de Corrosión	24
2.2 Caracterización de los Nanocompuestos.	25
2.2.1 Pruebas de hinchamiento.....	26
2.2.2 Pruebas de dureza	29
2.2.3 Termogravimetría (TGA)	30
2.2.4 Difractometría de Rayos X (XRD).....	32

CAPÍTULO 3

3. EXPERIMENTACIÓN	35
3.1 Materiales, Equipos y Accesorios	36
3.2 Preparación de Moldes	42
3.3 Preparación de las Muestras	44
3.4 Preparación de Probetas	48
3.5. Ensayos	55
3.5.1 Pruebas de Hinchamiento.	55
3.5.2 Pruebas de dureza	59
3.5.3 Ensayo Análisis Termogravimétrico (TGA).....	61
3.5.4 Ensayo Difractometría de Rayos X (XRD).....	63

CAPÍTULO 4

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS	67
4.1. Pruebas de Hinchamiento	67
4.2. Prueba de dureza	83
4.3 Ensayo Análisis Termogravimétrico (TGA)	90
4.4 Ensayo Difractometría de rayos X (XRD)	114

CAPÍTULO 5

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	133
-----------------------------------------------	------------

APÉNDICES**BIBLIOGRAFÍA**

ABREVIATURAS

93A	Cloisite 93A
AHEW	Peso molecular de Amina
CA	Carboxilato de Amino-inhibidor de corrosión RM210
Cant.	Cantidad
D230	Amina JEFFAMINE® D230
EDR148	Amina JEFFAMINE® EDR-148
EDR176	Amina JEFFAMINE® EDR-176
EEW	Peso molecular Resina-Arcilla
EEW _{R-A}	Peso molecular Resina-Arcilla
EEW _{R-A-I}	Peso molecular Resina-Arcilla-Inhibidor
GE60	Resina epóxica GE60
LEMAT	Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales.
PHR	Partes por ciento de resina
Res.	Resina
RM210	Inhibidor de corrosión RM210
T403	Amina JEFFAMINE® T403
TEPA	Amina TETRAETILENPENTAMINA.
TETA	Amina TRIETILENTETRAMINA.
TGA	Análisis Termogravimétrico
THF	Tetrahidrofurano
XRD	Difractometría de Rayos X

SIMBOLOGÍA

#H	Número de hidrógenos
%	Porcentaje
%Ex	Porcentaje de extracción.
Å	Angstrom
cm	Centímetros
d	Ancho de probeta en pruebas de hinchamiento
eq	Equivalente
gr	Gramos
h	Horas
M_{∞}	% Masa al final de medición
m_f	Masa final después del vacío.
mg	Miligramos
m_h	Masa hinchada
m_i	Masa antes de sumergirla solvente
ml	Mililitros
m_s	Masa seca
mm	Milímetros
M_t	% Masa de masa en el tiempo
Mw	Peso molecular de aminas
NH_3	Amoniaco
R_3N	Aminas terciarias
R_4N^+	Sales cuaternarias de amonio
RNH_2	Aminas primarias
Rpm	Revoluciones por minuto
t	Tiempo
V_n	Volumen Nanocompuesto
V_r	Velocidad de reticulado
ρ_m	Densidad matriz
ρ_s	Densidad del solvente
D	Coefficiente de difusión

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1.1.	Diagrama procesos realizados en la investigación.....8
Figura 2.1.	Esquema de los posibles nanocompuestos 12
Figura 2.2.	Formación de Resinas Epoxi 13
Figura 2.3.	Estructura molecular de Resina a base de Bisfenol A..... 14
Figura 2.4.	Resina líquida GE-60 y estructura molecular 15
Figura 2.5.	Nomenclatura de Aminas según el número de grupos orgánicos unidos al Hidrogeno 16
Figura 2.6.	Nomenclatura de Aminas según la naturaleza de los grupos unidos al Hidrógeno 16
Figura 2.7.	Aminas líquidas y estructura Jeffamine EDR16 18
Figura 2.8.	Amina líquida y estructura Jeffamine D..... 19
Figura 2.9.	Amina líquida y estructura Jeffamine T 20
Figura 2.10.	Amina líquida y estructura de Trietilentetramina 21
Figura 2.11.	Amina líquida Tetraetilenpentamina y estructura molecular..... 22
Figura 2.12.	Estructura química de organoarcillas Cloisite 93A 24
Figura 2.13.	Estructura inhibidor de corrosión Carboxilato de Amino..... 25
Figura 2.14.	Ecuación pruebas de Hinchamiento..... 27
Figura 2.15.	Dureza Shore de varios materiales 30
Figura 2.16.	Termograma de la descomposición del $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ en atmosfera inerte 31
Figura 2.17.	Difracción de rayos X por medio de un Cristal 33
Figura 3.1.	Esquema experimental..... 36
Figura 3.2.	Accesorios de uso para seguridad 37
Figura 3.3.	Deshumidificador y medidor de Temperatura-Humedad..... 38
Figura 3.4.	Recipientes de mezclado 38
Figura 3.5.	Espátulas de laboratorio..... 39
Figura 3.6.	Balanza de precisión 39
Figura 3.7.	Speedmixer Dac 400 1. Fvz 40
Figura 3.8.	Desecador y Desecante 41
Figura 3.9.	Horno 41
Figura 3.10.	Silicón líquida para moldes 42

Figura 3.11.	Recipiente modelo donde se colocaron las Siliconas.....	43
Figura 3.12.	Elaboración de moldes.....	44
Figura 3.13.	Llenado de Arcillas con Agua des-ionizada.....	45
Figura 3.14.	Equipo de centrifugado	46
Figura 3.15.	Arcilla molida con mortero	47
Figura 3.16.	Tamizado	48
Figura 3.17.	Proceso de preparación de nanocompuestos	52
Figura 3.18.	Dimensiones de las probetas	55
Figura 3.19.	Solventes	56
Figura 3.20.	Llenado de recipientes con solventes y colocación de probetas en su interior.....	57
Figura 3.21.	Procedimiento de monitoreo pruebas de Hinchamiento.....	58
Figura 3.22.	Durómetro y caja materiales de referencia.....	59
Figura 3.23.	Medición de dureza y probetas	60
Figura 3.24.	Equipo TGA-DSC.....	61
Figura 3.25.	Utensilios para ensayos de TGA.....	62
Figura 3.26.	Muestra arrancada con cuchillo	63
Figura 3.27.	Difractómetro de rayos X.....	64
Figura 3.28.	Muestra GE60-EDR148 lista para analizar en XDR	66
Figura 4.1.	Degradación de compuesto GE60-D230 En THF	69
Figura 4.2.	Degradación de compuesto GE60-T403 En THF.....	70
Figura 4.3.	Curva de Mt(%) Vs t(h) de resina amina sumergido en Etanol	71
Figura 4.4.	Curva de Mt(%) Vs t(h) de resina amina sumergido en Tolueno.....	72
Figura 4.5.	Curva de Mt(%) Vs t(h) de resina amina sumergido en THF	73
Figura 4.6.	Curva de Mt(%) Vs t(h) de resina amina sumergido en Dietil éter	74
Figura 4.7.	Curva de Mt(%) Vs t(h) de resina amina sumergido en Agua des-Ionizada	75
Figura 4.8.	Diagrama típico de las mediciones experimentales de absorción la curva es lineal	76
Figura 4.9.	Curva de difusión Resina-Amina-Arcilla sumergido en Etanol	77
Figura 4.10.	Curva de difusión Resina-Amina-Arcilla sumergido en Tolueno.....	78
Figura 4.11.	Curva de difusión Resina-Amina-Arcilla sumergido en THF.....	79
Figura 4.12.	Curva de difusión Resina-Amina-Arcilla sumergido en Dietil Éter.....	80
Figura 4.13.	Curva de difusión Resina-Amina-Arcilla sumergido en Agua des-ionizada.....	81

Figura 4.14.	Gráfico temperatura de descomposición curado con EDR148.....	91
Figura 4.15.	Gráfico porcentaje de pérdida de peso curado con EDR148.....	92
Figura 4.16.	Superposición de termogramas de descomposición térmica GE60-EDR148-93A-RM210	93
Figura 4.17.	Superposición de termogramas derivada de descomposición térmica GE60-EDR148-93A-RM210	93
Figura 4.18.	Gráfico temperatura de descomposición curado con EDR176.....	95
Figura 4.19.	Gráfico porcentaje de pérdida de peso curado con EDR176.....	96
Figura 4.20.	Superposición de termogramas descomposición térmica GE60-EDR176-93A-RM210	97
Figura 4.21.	Superposición de termogramas derivada de descomposición Térmica GE60-EDR176-93A-RM210.....	98
Figura 4.22.	Gráfico temperatura de descomposición curado con D230.....	99
Figura 4.23.	Gráfico porcentaje de pérdida de peso curado con D230.....	100
Figura 4.24.	Superposición de termogramas descomposición Térmica GE60-D230-93A-RM210	101
Figura 4.25.	Superposición de termogramas derivada de descomposición Térmica GE60-D230-93A-RM210	102
Figura 4.26.	Gráfico temperatura de descomposición curado con T403	103
Figura 4.27.	Gráfico porcentaje pérdida de peso curado con T403	104
Figura 4.28.	Superposición de termogramas descomposición térmica GE60-T403-93A-RM210.....	105
Figura 4.29.	Superposición de termogramas derivada de descomposición térmica GE60-T403-93A-RM210	106
Figura 4.30.	Gráfico temperatura de descomposición curado con TETA	107
Figura 4.31.	Gráfico porcentaje pérdida de peso curado con TETA	108
Figura 4.32.	Superposición de termogramas descomposición térmica GE60-TETA-93A-RM210	109
Figura 4.33.	Superposición de termogramas derivada de descomposición Térmica GE60-TETA-93A-RM210.....	109
Figura 4.34.	Gráfico temperatura de descomposición curado con TEPA	111
Figura 4.35.	Gráfico porcentaje pérdida de peso curado	

	con TEPA	111
Figura 4.36.	Superposición de termogramas descomposición térmica GE60-TEPA-93ARM210.....	112
Figura 4.37.	Superposición de termogramas derivada de descomposición térmica GE60-TEPA-93A-RM210	113
Figura 4.38.	Difractograma GE60-EDR148.....	115
Figura 4.39.	Difractograma GE60-EDR148-93A (Cara1)	115
Figura 4.40.	Difractograma GE60-EDR148-93A (Cara2)	116
Figura 4.41.	Difractograma GE60-EDR148-93A-RM210 (Cara1).....	116
Figura 4.42.	Difractograma GE60-EDR148-93A-RM210 (Cara2).....	117
Figura 4.43.	Difractograma GE60-EDR176.....	118
Figura 4.44.	Difractograma GE60-EDR176-93A (Cara 1)	118
Figura 4.45.	Difractograma GE60-EDR176-93A (Cara 2)	119
Figura 4.46.	Difractograma GE60-EDR176-93A-RM210 (Cara 1).....	119
Figura 4.47.	Difractograma GE60-EDR176-93A-Rm210 (Cara 2).....	120
Figura 4.48.	Difractograma GE60-D230.....	121
Figura 4.49.	Difractograma GE60-D230-93A (Cara 1)	121
Figura 4.50.	Difractograma GE60-D230-93A (Cara 2)	122
Figura 4.51.	Difractograma GE60-D230-93A-RM210 (Cara 1)	122
Figura 4.52.	Difractograma GE60-D230-93A-RM210 (Cara 2)	123
Figura 4.53.	Difractograma GE60-T403	124
Figura 4.54.	Difractograma GE60-T403-93A (Cara 1).....	124
Figura 4.55.	Difractograma GE60-T403-93A (Cara 2).....	125
Figura 4.56.	Difractograma GE60-T403-93A-RM210 (Cara 1).....	125
Figura 4.57.	Difractograma GE60-T403-93A-RM210 (Cara 2).....	126
Figura 4.58.	Difractograma GE60-TETA	127
Figura 4.59.	Difractograma GE60-TETA-93A (Cara1).....	127
Figura 4.60.	Difractograma GE60-TETA-93A (Cara2).....	128
Figura 4.61.	Difractograma GE60-TETA-93A-RM210 (Cara1).....	128
Figura 4.62.	Difractograma GE60-TETA-93A-RM210 (Cara2).....	129
Figura 4.63.	Difractograma GE60-TEPA	130
Figura 4.64.	Difractograma GE60-TEPA-93A (Cara1)	130
Figura 4.65.	Difractograma GE60-TEPA-93A (Cara2)	131
Figura 4.66.	Difractograma GE60-TEPA-93A-RM210 (Cara1).....	131
Figura 4.67.	Difractograma GE60-TEPA-93A-RM210 (Cara2).....	132

ÍNDICE DE TABLAS

		Pág.
Tabla 1	Muestra equivalente de peso	50
Tabla 2	Cantidades de Aminas y Resina	51
Tabla 3	Cantidad de Resina y Arcilla con cada Amina.....	53
Tabla 4	Cantidad de Arcilla Resina Inhibidor para cada Amina	54
Tabla 5	Parámetros difracción de rayos X.....	64
Tabla 6	V_r de los compuestos sumergidos en solvente.....	68
Tabla 7	Coefficiente de difusión y % ganancia máxima	82
Tabla 8	Dureza de GE60-EDR148-93A-RM210.....	84
Tabla 9	Dureza de GE60-EDR176-93A-RM210.....	85
Tabla 10	Dureza de GE60-D230-93A-RM210.....	86
Tabla 11	Dureza de GE60-T403-93A-RM210	87
Tabla 12	Dureza de GE60-TETA-93A-RM210	88
Tabla 13	Dureza de GE60-TEPA-93A-RM210.....	89
Tabla 14	Dureza con el curado	90
Tabla 15	Temperatura de descomposición y pérdida de peso GE60-EDR148-93A-RM210	91
Tabla 16	Temperatura de descomposición y pérdida de peso GE60-EDR176-93A-RM210	94
Tabla 17	Temperatura de descomposición y pérdida de peso GE60-D230-93A-RM210	99
Tabla 18	Temperatura de descomposición y pérdida de peso GE60-T403-93A-RM210	103
Tabla 19	Temperatura de descomposición y pérdida de peso GE60-TETA-93A-RM210	107
Tabla 20	Temperatura de descomposición y pérdida de peso GE60-TEPA-93A-RM210	110
Tabla 21	Curados Intensidades XRD y difusión en agua.....	132

INTRODUCCIÓN

La presente investigación se desarrolló con el fin evaluar las mejoras en las propiedades de barrera al agregar arcillas en pinturas epóxicas, por medio de varios análisis se determinó la mejor mezcla resina, amina, arcilla e inhibidor de corrosión.

En el capítulo 1 se habló acerca del problema en las pinturas epóxicas como también objetivos que se esperan lograr al realizar este trabajo, metodología escogida para el análisis y caracterización de los nanocompuestos. El capítulo 2 describe los fundamentos de los nanocompuestos, información técnica, características y datos importantes de los elementos utilizados para formar un nanocompuesto.

En el capítulo 3 detalla el procedimiento experimental en la cual se utilizó varios procesos, materiales, equipos y otros procedimientos previos al curado de mezclas, los pre-procesos que son muy importantes para que la investigación sea de manera apropiada.

En el capítulo 4 se encuentran los resultados obtenidos en la experimentación en la cual se mostrarán curvas y gráficas obtenidas en los ensayos con sus respectivos análisis, el capítulo 5 relata las conclusiones y

recomendaciones al realizar todo este trabajo, sus mejoras, inconvenientes y ver qué tan importante fue realizar todo este estudio.

CAPÍTULO 1

1. DESCRIPCIÓN GENERAL

Pinturas epóxicas son productos formados en dos componentes separados: el componente A, una pintura epoxi pura y el componente B, un catalizador poli-amínico que al mezclarse en proporciones apropiadas con la pintura produce una película de muy buena adherencia y flexibilidad, resistente a derivados del petróleo, ácidos débiles, inmersión en agua dulce o salada y temperaturas de 120°C en seco y 70°C en inmersión. [17]

Las pinturas Epóxicas tienen un excelente acabado decorativo, desarrollan gran resistencia química sin que les afecten disolventes ni aceites o grasas. Gran resistencia a la abrasión, a diferentes ataques, protección de larga duración en estructuras y tráfico pesado, excelente adherencia sobre cemento aunque su color puede llegar a decolorarse debido al efecto de los rayos ultravioleta. [21]

Por su amplia aplicaciones es importante el estudio de este tipo de pintura, entre las ayudas para mejorar sus propiedades se encuentra aplicaciones de organoarcillas para formar nanocompuestos.

Los nanocompuestos son materiales que abarcan dispersión de partículas en la matriz de talla nanométrica. La matriz puede ser simple o de múltiples componentes. El contenido adicional de materiales agrega otras funciones al sistema por ejemplo refuerzo, conductividad, tenacidad etc. La matriz puede ser metálica, cerámica o polimérica y las nano partículas que se agregan están clasificadas en: Laminar, Fibrilar, Tubular, Esféricas y otras. [1]

Para la investigación se utilizaron arcillas como nano-partículas e inhibidores volátiles de corrosión incorporados a los productos bio-epóxicos.

1.1 Planteamiento del problema

Al agregar organoarcillas en resinas epóxicas curado con aminos mejoran las propiedades de barrera siempre y cuando estén correctamente esparcidas o exfoliadas. Los principales defectos que pueden presentarse son que las organoarcillas se intercalen o se asienten en la matriz, la mayor parte de estudios logra exfoliación al

utilizar métodos que demandan demasiada energía, recursos y de difícil adaptación industrial, la investigación se realizó a temperatura ambiente sin procesos complejos de preparación.

Por lo tanto, la investigación realizada es importante como un desarrollo de nuevo sistemas de pinturas, además se incorporaron inhibidores de corrosión para mejorar la exfoliación y sus capacidades protectoras contra la corrosión.

En la investigación se estudió 18 tipos diferentes de nanocompuestos formado por una resina (GE60), seis aminas (EDR148, EDR176, D230, T403, TEPA, TETA), una arcilla (93A) y un inhibidor de corrosión (RM-210) combinados, cada uno fue sometido a distintos ensayos y pruebas que determinaron el mejor nanocompuesto.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivos generales

Determinar el sistema óptimo en las mejoras de las propiedades de barrera de los recubrimientos bio-epóxicos curados con aminas al agregar organoarcillas e inhibidores volátiles de corrosión.

1.2.2 Objetivos específicos

- Determinar los nanocompuestos exfoliados intercalados y asentados por difracción de rayos X.
- Analizar la compatibilidad de las organoarcillas con los sistemas bio-epóxicos y aminos por pruebas de hinchamiento.
- Estudiar la difusión de diferentes solventes en la matriz epóxicos-aminos y sus respectivos nanocompuestos.
- Estudiar la estabilidad térmica de las matrices y nanocompuestos por medio de análisis termogravimétrico (TGA).
- Determinar mejoras en propiedades mecánicas por ensayos de dureza de los nanocompuestos.
- Estudiar relaciones e interacciones entre los distintos tipos de nanocompuestos.

1.3 Metodología

Son varios los ensayos realizados para el análisis de nanocompuestos pero para cada ensayo se utilizó probetas de igual composición las cuales fueron: resina curado con aminos, resina más 5% de arcilla curados con aminos y resina más 5% arcilla con 1%

inhibidor de corrosión curados con aminas, una vez preparados se los colocó en recipientes con desecantes por 7 días.

Es importante mencionar que estas preparaciones se tienen que realizar en ambiente controlados con temperaturas menores a 25 grados centígrados y humedades relativas menores al 50% ya que si no se tienen estas condiciones influirán en los resultados finales.

Al tener todos los nanocompuestos listos se procedió a realizar los ensayos al iniciar con las pruebas de hinchamiento que consistió en llevar un control de pesos por tiempo al sumergirlos en solventes, por lo cual se debe monitorear ganancia de peso cada 24 horas a mayor compatibilidad de las arcillas con las resinas menor hinchamiento.

Para ver mejoras en propiedades mecánicas se realizaron pruebas de dureza en el durómetro shore D para cada nanocompuestos. El análisis termogravimétrico se lo realizó en el TGA para medir propiedades térmicas y para determinar los tipos de nanocompuestos exfoliados o intercalados mediante el difractor de rayos X. Ver Figura 1.1.

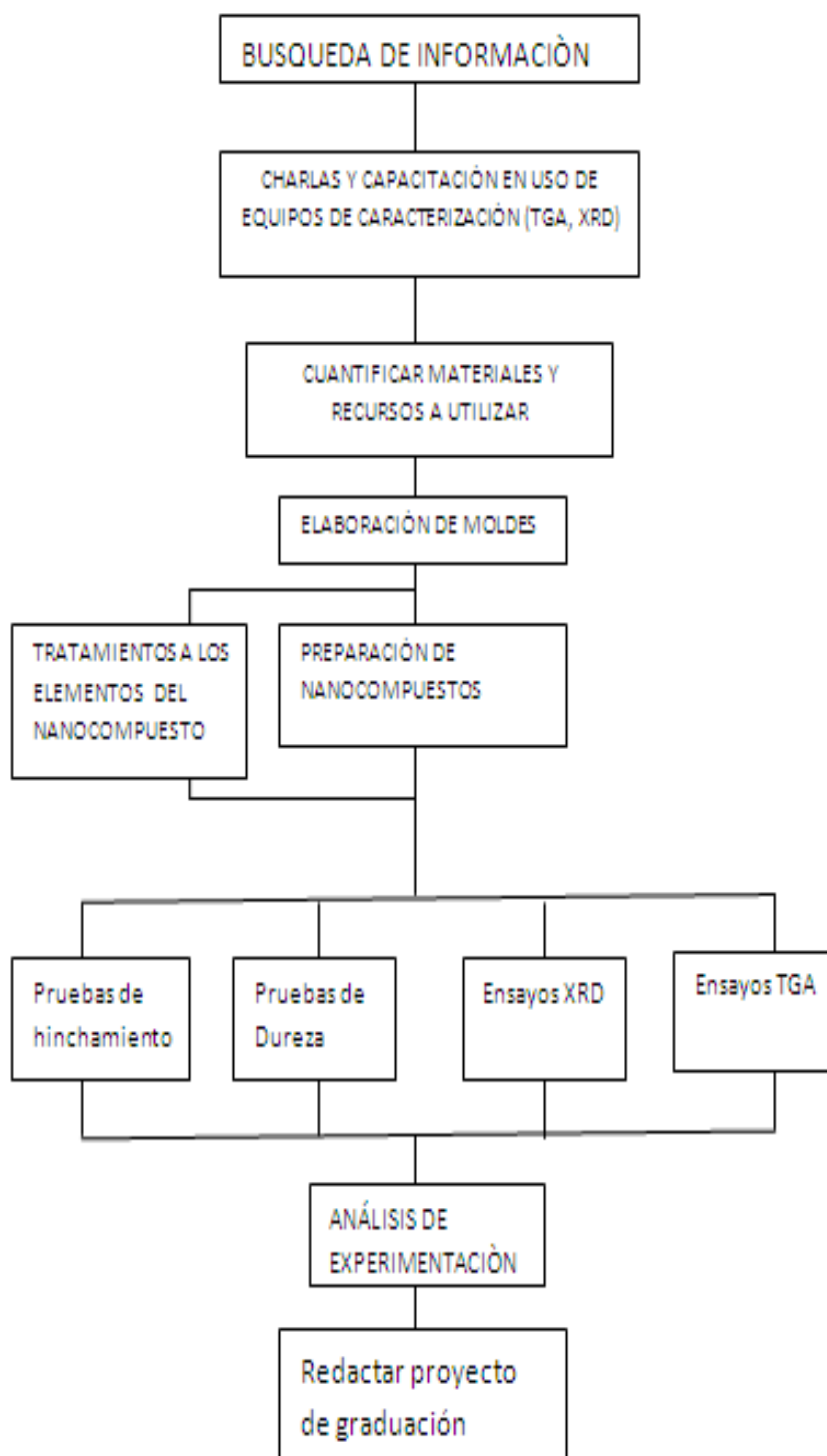


FIGURA 1.1. DIAGRAMA PROCESOS REALIZADOS EN LA INVESTIGACIÓN

CAPÍTULO 2

2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2.1 Fundamento de Nanocompuestos

Los nanocompuestos son materiales matriz (metálico, cerámico o polimérico) que tiene partículas dispersas, con al menos una dimensión que no hace exceder de 10nm. [1]

Tradicionalmente los materiales poliméricos se han llenado con compuestos inorgánicos con el fin de mejorar sus propiedades o simplemente para reducir costos. Convencionalmente son llenados con materiales en forma de partículas (carbonato de calcio) fibras (fibra de vidrio) o en forma de placa (mica), también se pueden añadir refuerzos de nano materiales, que modifican y mejoran las propiedades mecánicas de compuestos poliméricos, esta adición en resinas epóxicas ayuda a mejorar sus aplicaciones en recubrimientos anticorrosivos y usos decorativos. [2]

Sin embargo el llenado o reforzado de los materiales poliméricos son ampliamente utilizados en varios campos esto a menudo reporta que la adición de estos rellenos imparten inconvenientes en el material resultante tales como aumento de peso, fragilidad y opacidad. [2]

Los nanocompuestos que contienen arcilla ofrecen varias ventajas sobre el polímero o materiales compuestos clásicos. Las principales mejoras se encuentran en sus módulos: resistencia al impacto, resistencia al calor, estabilidad dimensional, propiedades de barrera (gases y líquidos), retardo de llama, propiedades ópticas, conductividad de iones y estabilidad térmica. [21]

Estas ventajas se consiguen a baja carga de arcilla, la densidad prácticamente no es afectada en el nanocompuesto y se puede utilizarlo para sustituir el polímero puro en mezclas, materiales compuestos o espumas. [1]

Los diversos campos de aplicación de organoarcillas hacen importante el estudio de los recubrimientos para tratar de mejorar sus propiedades contra la corrosión de los materiales y es de mucha ayuda para las aplicaciones industriales como es el caso de las pinturas epóxicas.

Es necesario que para obtener buenos resultados, debe haber compatibilidad entre ellos, aquí se detallan algunos conceptos importantes de mucha ayuda para realizar un estudio de los nanocompuestos.

Compatibilización.- Proceso de modificación de las propiedades interfaciales en nanocompuestos poliméricos que contienen arcilla al resultar en la formación de su interface y la estabilización de la morfología deseada. [1]

Capas de material exfoliado.- plaquetas individuales (de una capa intercalada) dispersos en un material portador o un polímero de matriz con la distancia entre ellos mayor a 8,8nm. Las plaquetas pueden ser orientadas al formar cortas aglomeraciones o pueden ser dispersas al azar. [1]

Exfoliación.- convertir intercalar en exfoliar. [1]

Intercalación.- material absorbido entre plaquetas que se une con una superficie para formar un compuesto intercalado, a menudo el intercalante es un ion de sal que se une iónicamente con aniones de plaqueta, intercalación puede implicar sales orgánicas e inorgánicas, monómeros, polímeros, etc. [1]

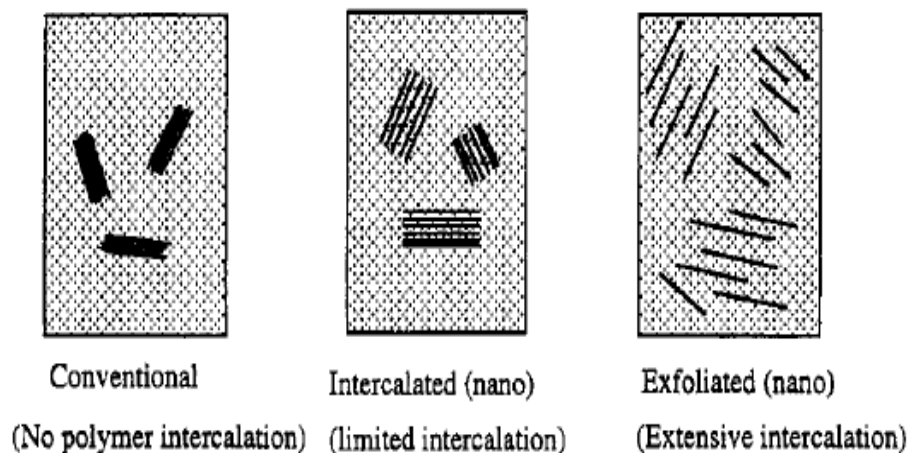


FIGURA 2.1. ESQUEMA DE LOS POSIBLES

NANOCOMPUESTOS [7]

2.1.1 Resinas Epóxicas

Las resinas epóxicas son ampliamente utilizadas como matrices para materiales compuestos en diferentes tipos de aplicaciones en donde sus propiedades dieléctricas, químicas, térmicas y mecánicas son requeridas. [3]

Las resinas epoxi son una clase importante de materiales poliméricos caracterizado por la presencia de más de un anillo de tres miembros conocido como el epoxi, epóxido, oxirano o grupo etoxilín Figura 2.2. La palabra epoxi se deriva del prefijo

griego “ep” que significa más y “oxi” la forma de la combinación de oxígeno. [4]

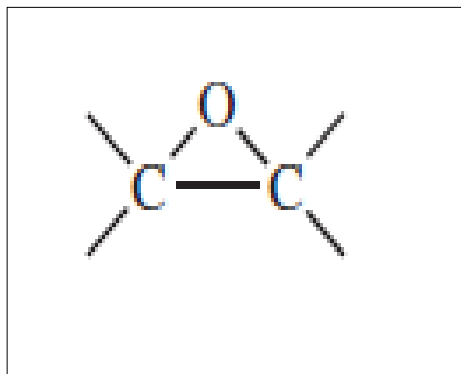


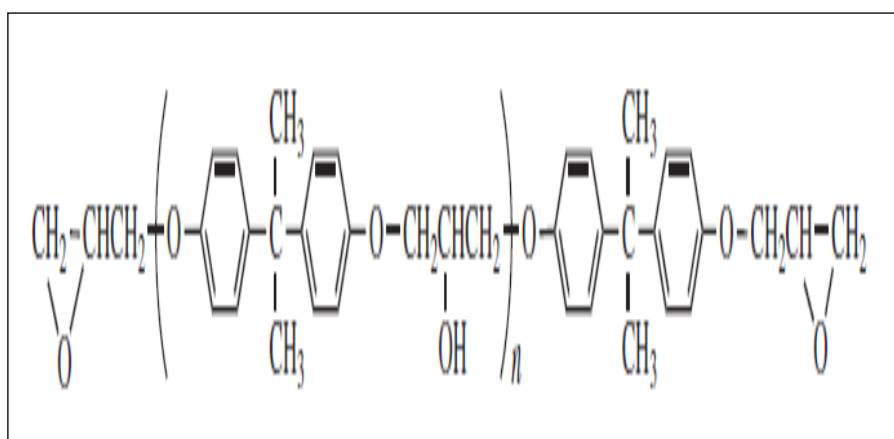
FIGURA 2.2. FORMACIÓN DE RESINAS EPOXI

Durante el proceso de curado, la resina epoxi se transforma al pasar de ser un material de bajo peso molecular a ser un sistema polimérico con alto grado de entrecruzamiento y son estas cadenas entrecruzadas las que confieren las características de rigidez y resistencia. [5]

Clases de resinas epóxicas y procesos de obtención.

La mayoría de las resinas epóxicas comercialmente importantes son preparadas por la reacción de acoplamiento de compuestos que contienen al menos dos átomos de hidrógeno activos con epiclorhidrina seguido de deshidrohalogenación. [4]

Aproximadamente el 75% de las resinas epóxicas que se utilizan actualmente en todo el mundo están derivadas de Diglicidiléter de bisfenol A. Este dominio del mercado de bisfenol A, a base de resinas epoxídicas es el resultado de una combinación de su costo relativamente bajo adecuado con un rendimiento superior en muchas aplicaciones. [4]



**FIGURA 2.3. ESTRUCTURA MOLECULAR DE RESINA A
BASE DE BISFENOL A [4]**

El estudio se lo realizó al tener como matriz la resina ERISYS™ GE-60 (Sorbitol polyglycidyl ether) Figura 2.4 perteneciente al grupo alifático de resinas epoxi multifuncional en cuya estructura presenta 6 oxígeno. Ver apéndice A

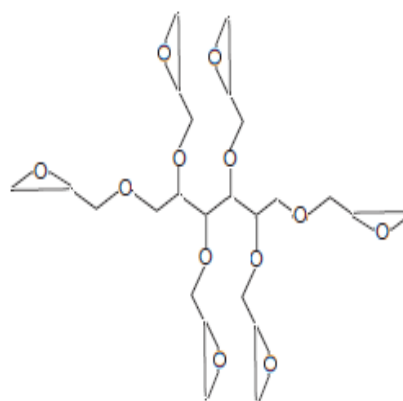


FIGURA 2.4. RESINA LÍQUIDA GE-60 Y ESTRUCTURA MOLECULAR

2.1.2 Aminas Alifáticas

Las aminas son compuestos orgánicos que se consideran derivados del amoníaco (NH_3) de la misma forma que alcoholes y éteres se consideran derivados del agua, las aminas se pueden clasificar según varios criterios.

Según el número de grupos orgánicos unidos al nitrógeno, se clasifican como aminas primarias (RNH_2), aminas secundarias (R_2NH), aminas terciarias (R_3N) o sales cuaternarias de amonio (R_4N^+). [6]

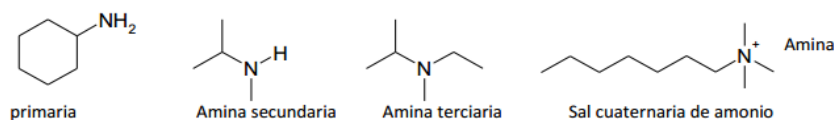


FIGURA 2.5. NOMENCLATURA DE AMINAS SEGÚN EL NÚMERO DE GRUPOS ORGÁNICOS UNIDOS AL HIDROGENO [6]

Según su naturaleza si los grupos unidos al nitrógeno son alifáticos se denominan aminas alifáticas, si son aromáticas como aminas aromáticas de las dos clases como alquilarilamina.

Si los grupos son iguales será una amina simétrica y si el átomo de nitrógeno forma parte de un ciclo la amina se clasificará como heterocíclica y pueden ser alifáticas o aromáticas. [6]

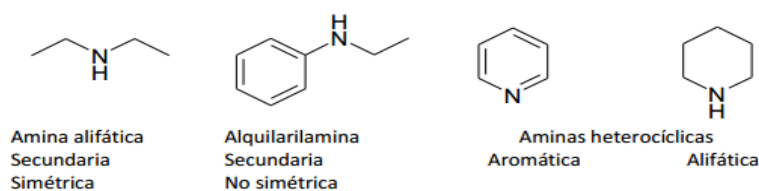


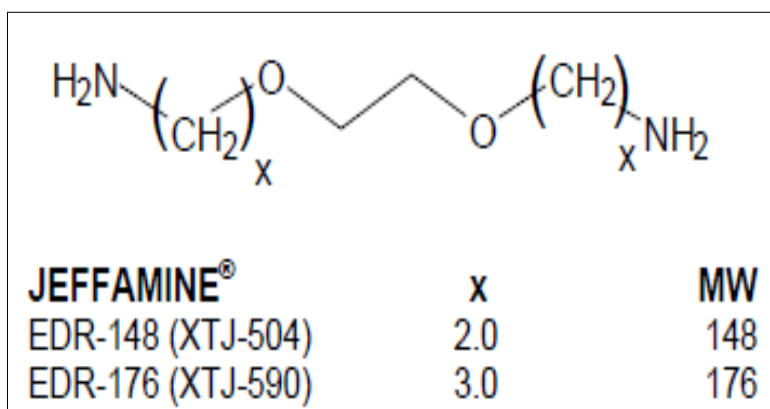
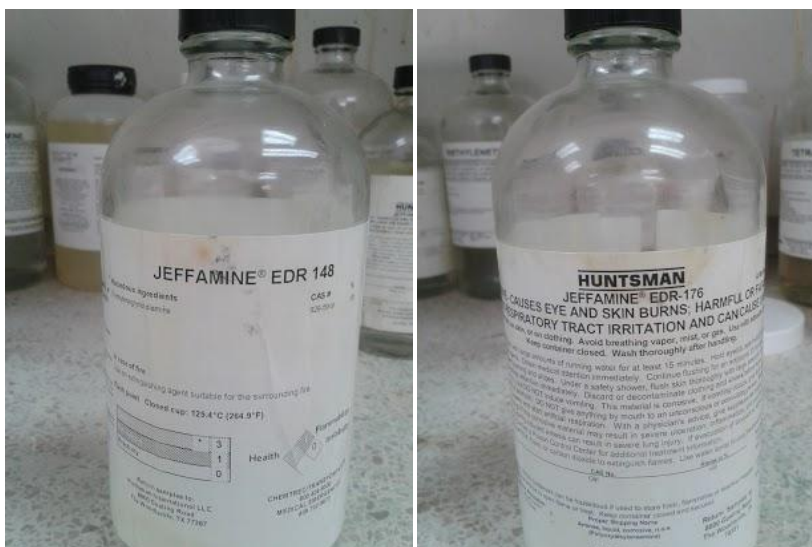
FIGURA 2.6. NOMENCLATURA DE AMINAS SEGÚN LA NATURALEZA DE LOS GRUPOS UNIDOS AL HIDRÓGENO [6]

Para la investigación se utilizaron 4 aminas fabricadas por HUNTSMAN, 2 aminas producidas por DOW CHEMICAL COMPANY debido a sus únicas estructuras y variedades de reacciones químicas estos productos han encontrado su camino en muchos diferentes usos finales las cuales son:

- JEFFAMINE[®] EDR-148
- JEFFAMINE[®] EDR-176
- JEFFAMINE[®] D-230
- JEFFAMINE[®] T-403
- TRIETILENTETRAMINA
- TETRAETILENPENTAMINA

JEFFAMINE[®] EDR-148 y EDR-176

La amina JEFFAMINE EDR son aminas que se designa como altamente reactivas, el número que acompaña sus letras equivalen a su peso molecular. Ver Apéndice B



**FIGURA 2.7. AMINAS LÍQUIDAS Y ESTRUCTURA
JEFFAMINE EDR**

JEFFAMINE® D-230

Las JEFFAMINE D son aminas que se designan como Diamina el número 230 indica su peso molecular. Ver Apéndice C

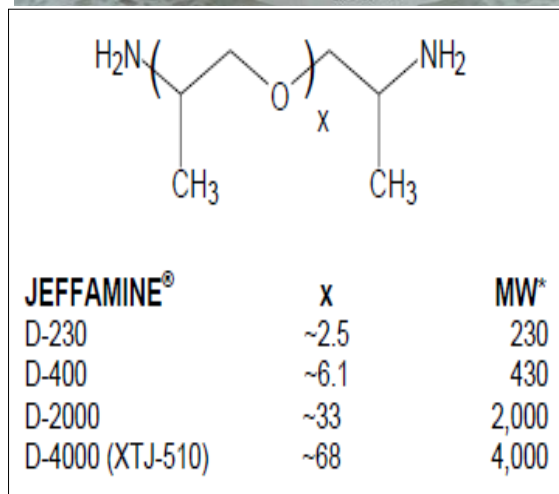
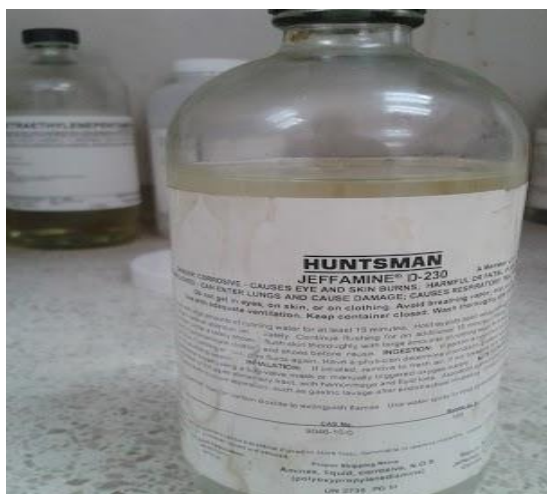
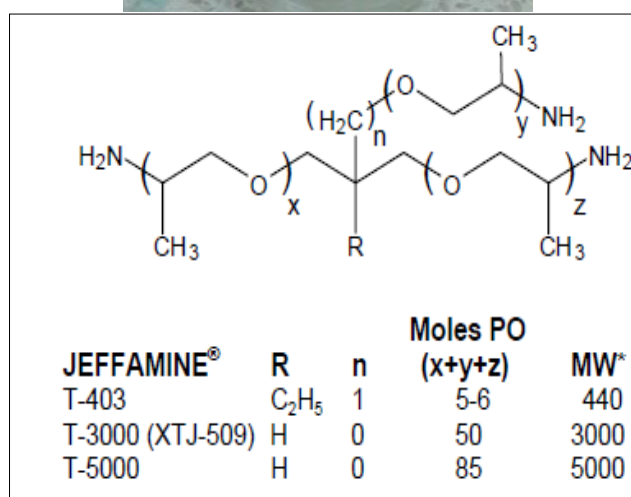
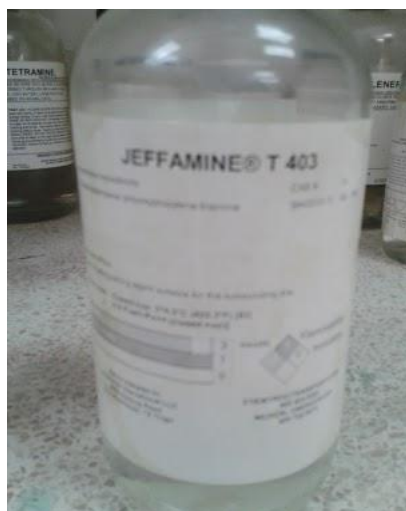


FIGURA 2.8. AMINA LÍQUIDA Y ESTRUCTURA

JEFFAMINE D

JEFFAMINE® T-403

Las JEFFAMINE T son aminas que se designan como triamina el número 403 indica su peso molecular. Ver Apéndice D



**FIGURA 2.9. AMINA LÍQUIDA Y ESTRUCTURA
JEFFAMINE T**

TRIELENTETRAMINA

Son bloques de construcción química utilizados en la fabricación de agente de curado epóxicas, aceites lubricantes, combustibles, inhibidores de corrosión, aditivos

de papel y ayuda de procesamientos de minerales con un peso molecular de 150.

Se la obtiene por mezcla de cuatro compuestos: con estrechos puntos de ebullición incluye aquellas que son lineal, ramificada y dos moléculas cíclicas. Ver apéndice E

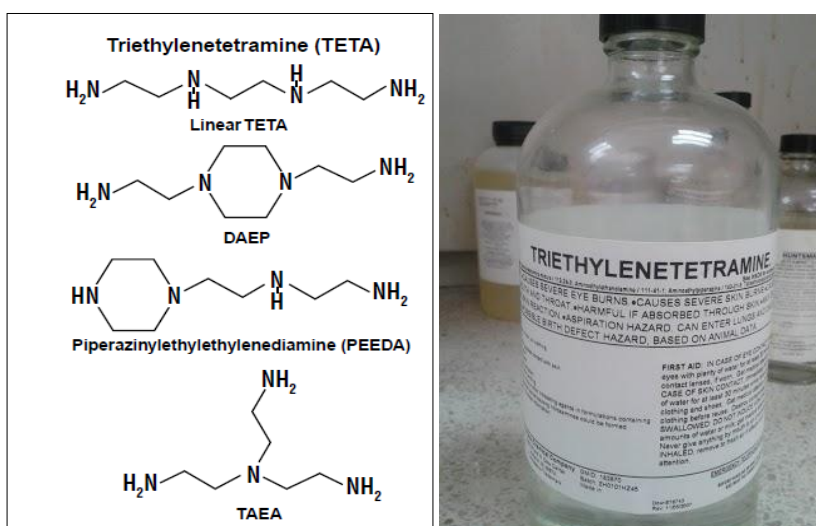


FIGURA 2.10. AMINA LÍQUIDA Y ESTRUCTURA DE TRIETILENTETRAMINA

TETRAETILENPENTAMINA

Es una mezcla de mayor peso molecular compuestos etilenamina. Este producto es un líquido amarillo con un olor similar al amoníaco, es fácilmente soluble tanto en agua y

disolventes orgánicos. La compañía DOW fabrica dos grados de TEPA: Grado regular y de grado ultra pureza. Ver Apéndice F

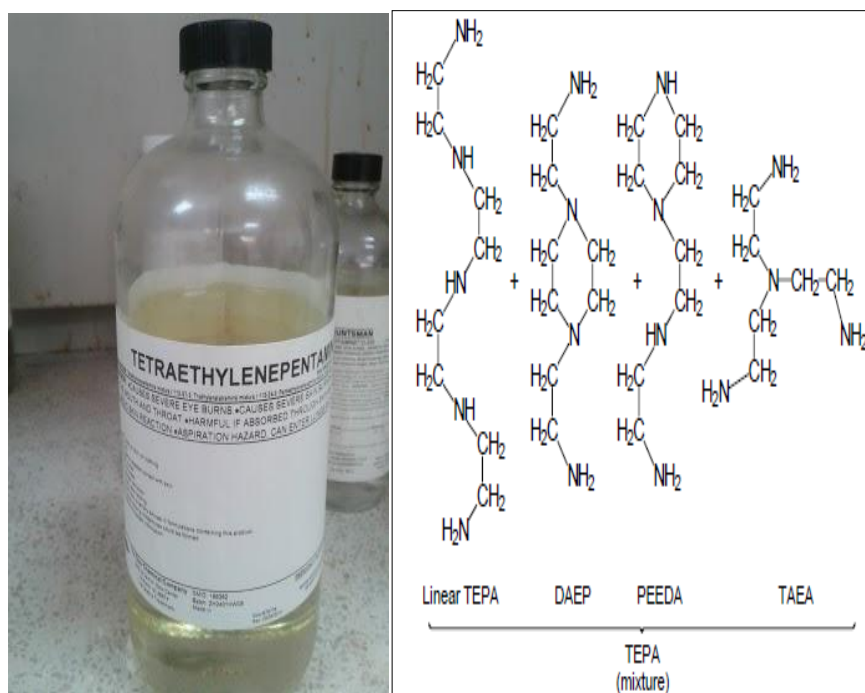


FIGURA 2.11. AMINA LÍQUIDA TETRAETILENPENTAMINA Y ESTRUCTURA MOLECULAR

2.1.3 Teoría de Arcillas y Nanoarcillas

En la presente investigación se utilizó una Organoarcilla Cloisite[®] 93A ver apéndice G, en la Figura 2.12. Se presenta su estructura, Las nanoarcillas proporcionan una variedad de beneficios especialmente en polímeros.

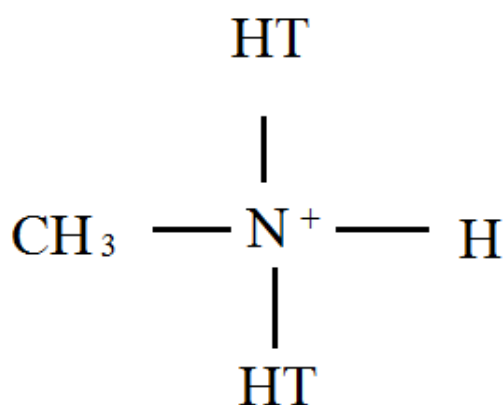
La montmorillonita se puede emplear en la preparación de nanocompuestos de polímero-arcilla. Ventajas de rendimiento típico, tomado de la literatura abierta, de montmorillonita en comparación con agentes de refuerzo para plásticos tradicionales son los siguientes. [8]

Montmorillonita desarrollará aumento similar en el módulo y la resistencia a la tracción a 3-5 % de carga en comparación con el 20-60% en carga con agentes de refuerzos convencionales, tales como caolín, sílice, talco y carbono. Ventajas implícitas figuran piezas de plástico más ligeras con una mayor transparencia. [8]

Con montmorillonita, en los polímeros se aumentan las propiedades de barrera a la humedad, disolventes, vapores químicos, gases como el O₂ y sabores. Las formas de las partículas son conocidas por afectar las propiedades de barrera del plástico. [8]

La montmorillonita es una nano-partícula anisotrópica en forma de placa de alta relación de aspecto morfológico. Es esta morfología que conduce a la mejora de la barrera de

permeabilidad a través de un mecanismo de recorrido tortuoso, con montmorillonita en el plástico se han aumentado la estabilidad dimensional a baja carga de refuerzo. [8]



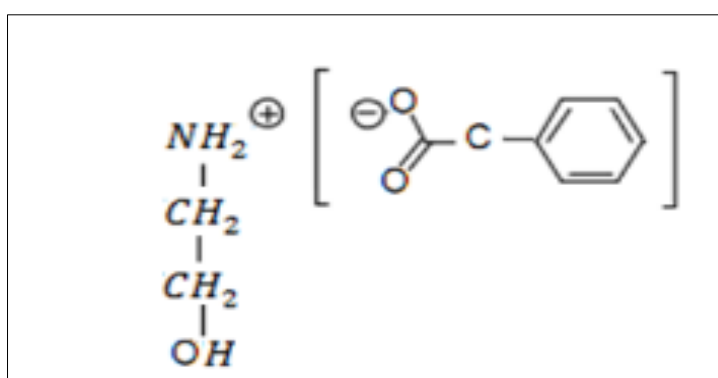
	Modifier Concentration (mcq/100g clay)	Bulk Density lb/ft ³	d-spacing (Å)
Cloisite® 93A	90	10.56	23.6

FIGURA 2.12. ESTRUCTURA QUÍMICA DE ORGANOARCILLAS CLOISITE 93A

2.1.4 Inhibidores Volátiles de Corrosión

Son compuestos orgánicos o minerales, líquidos o sólidos que situados en un recinto cerrado pueden vaporizarse y entrar en contacto con el metal a proteger, también son

conocidas como sustancias que actúan a distancia en medio gaseoso y son de gran interés para las empresas por sus características. Los inhibidores volátiles son generalmente nitritos o carbonatos orgánicos. [9] El inhibidor que se utilizó es el RM210 producido por la compañía CORTEC.



**FIGURA 2.13. ESTRUCTURA INHIBIDOR DE CORROSIÓN
CARBOXILATO DE AMINO**

2.2 Caracterización de los Nanocompuestos

Para poder determinar mejoras y relaciones de un nanocompuesto se necesitó de varias pruebas que fueron de mucha ayuda entre las cuales se encuentran pruebas de hinchamiento, dureza, difracción de rayos X y análisis termogravimétrico TGA cada una de ellas caracteriza la mejor composición.

2.2.1 Pruebas de hinchamiento

El análisis de captación de disolvente ha sido una técnica analítica estándar en el estudio de cauchos naturales y sintéticos para muchos años, con base en los conceptos generales establecidos en la teoría de FLORY-REHNER de la mecánica estadística de los sistemas reticulados. En este caso se comprobaba si esta teoría puede ser aplicada para esta nueva clase de nanocompuestos.

Se elige un disolvente para el caucho no curado y una pieza sólida de reticulado de caucho se pesa cuidadosamente, después se sumerge en el disolvente y se dejaron hinchar a un estado de equilibrio. [19]

La absorción de disolvente se mide por un valor adimensional V_r directamente proporcional a la densidad de reticulado que puede ser calculada de acuerdo a la siguiente ecuación ver Figura 2.14.

$$\begin{aligned}
 V_r &= \frac{\text{volume of unswollen polymer matrix}}{\text{volume of swollen polymer matrix}} \\
 &= \left(\frac{V_{dry}}{V_{swollen}} \right) \\
 &= \left(\frac{m_{dry}}{\rho_{matrix}} \right) \div \left(\frac{m_{dry}}{\rho_{matrix}} + \frac{m_{swollen} - m_{dry}}{\rho_{solvent}} \right) \\
 &= \left[1 + \left(\frac{m_{swollen} - m_{dry}}{m_{dry}} \right) \left(\frac{\rho_{matrix}}{\rho_{solvent}} \right) \right]^{-1}
 \end{aligned}$$

FIGURA 2.14. ECUACIÓN PRUEBAS DE HINCHAMIENTO [19]

Cuanto menor sea el valor de V_r entonces mayor es el grado de hinchamiento volumétrico que la muestra sufre. Cuando se sostiene que si hay entrecruzamientos en su red no se hinchan, esta medida es a menudo utilizada para evaluar el grado de reticulación en cauchos sin relleno. [19]

La reticulación es una reacción química por la que los polímeros se unen en cadenas tridimensionalmente que forman una especie de red. Tras esta reacción las propiedades químicas del polímero inicial cambian. [18]

La presente prueba como su nombre lo indica consiste en analizar a los nanocompuestos sumergidos en líquidos y

medir su grado de hinchamiento en el tiempo por medio de su peso que dependen del líquido o solvente sumergido, este gana o pierde humedad.

El porqué de esta prueba se debe al curado de resina GE-60 deja monómeros sin reaccionar y al ingresar solvente en el compuesto desplaza de la matriz los monómeros que no reaccionaron.

Con la adición de las organoarcillas estos espacios que se encuentran en la matriz son cubiertos al producir que el líquido no ingrese y su grado de hinchamiento disminuya.

Con el fin de lograr la dispersión más uniforme de arcillas exfoliadas todos los componentes deben ser compatibles, en un primer paso el nivel de las interacciones entre arcillas y solventes es el parámetro clave en el cual gobierna la dispersión y en consecuencia va a determinar la propiedad final del nanocompuesto. [10]

2.2.2 Pruebas de dureza

Se define la dureza de un material como una resistencia a la indentación permanente. Una buena resistencia significa generalmente que el material es resistente al rayado y al desgaste. [12]

Para este ensayo se realizaron probetas de todos los nanocompuesto y se midió como cambia la dureza al agregar organoarcillas e inhibidores volátiles de corrosión, se utilizó dureza shore que especifica métodos para determinar la dureza de los materiales por medio de durómetros de dos tipos: A para materiales blandos y D para materiales más duros, pero para los nanocompuesto se escogió shore D por ser un material muy duro comparándolo con el caucho, en la Figura 2.15. Se encuentra el rango de medición de dureza Shore.

El durómetro Shore consiste en un pistón, un penetrador, un dispositivo de lectura y un resorte calibrado que aplica la carga en el penetrador y la fuerza del muelle calibrado. [11]

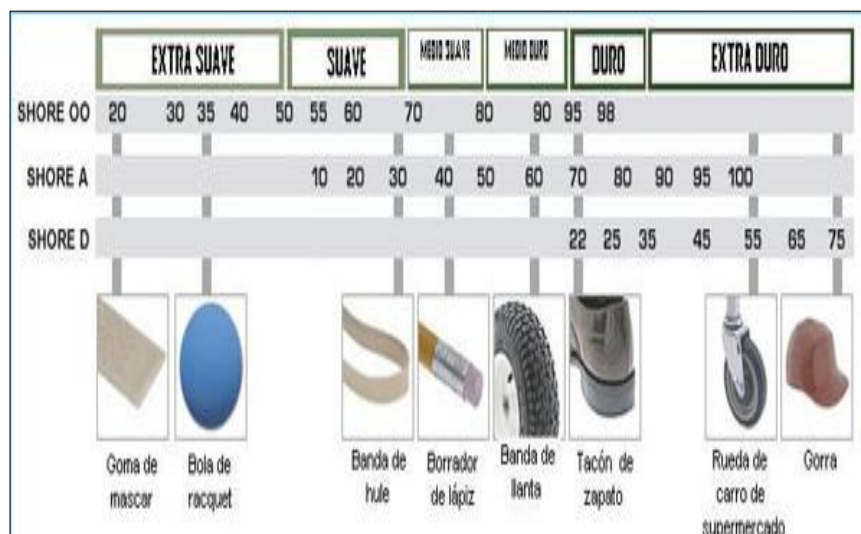


FIGURA 2.15. DUREZA SHORE DE VARIOS MATERIALES [13]

2.2.3 Termogravimetría (TGA)

El Análisis térmico son todos aquellos métodos de medida basados en el cambio con respecto a la temperatura o en función del tiempo, de una propiedad física o mecánica de un material mientras se le somete a un programa controlado de temperaturas. [14]

Análisis termogravimétrico es el registro de manera continua, de la masa de una muestra en atmósfera controlada en función de la temperatura o bien con del tiempo a temperatura constante. [14]

Puesto que el análisis termogravimétrico verifica la masa del analito con ayuda de la temperatura, la información que proporciona es cuantitativa pero limitada a las reacciones de descomposición, oxidación, procesos como vaporización, sublimación y desorción.

Entre las aplicaciones más importantes del análisis termogravimétrico está el análisis de composición y los perfiles de descomposición de sistemas con múltiples componentes además pueden obtener patrones de descomposición característicos de cada tipo de polímero y en otros casos pueden utilizarse con fines de identificación. [15]

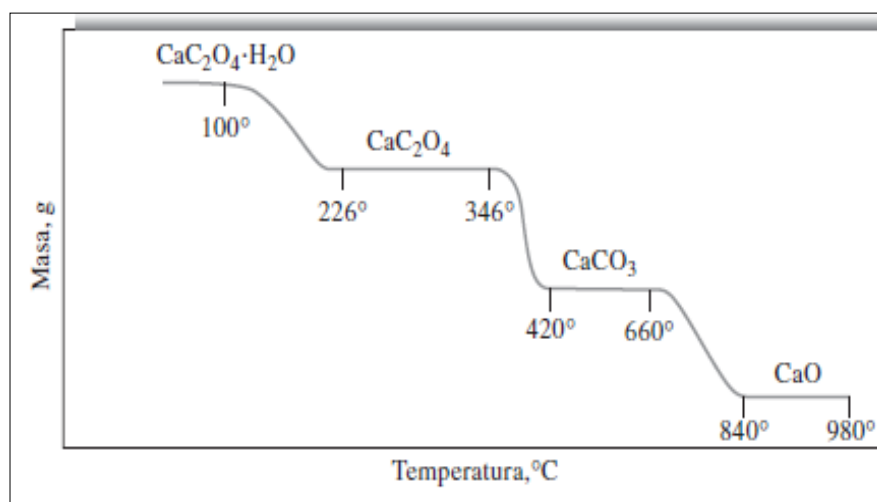


FIGURA 2.16. TERMOGRAMA DE LA DESCOMPOSICIÓN DEL $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ EN ATMOSFERA INERTE [15]

2.2.4 Difractometría de Rayos X (XRD)

Al igual que con los otros tipos de radiación electromagnética, cuando la radiación X atraviesa una muestra de materia el vector eléctrico de la radiación interactúa con los electrones de los átomos de la materia para producir difusión.

Cuando los rayos X son difundidos por el entorno ordenado de un cristal hay interferencias tanto constructivas como destructivas entre los rayos dispersados porque las distancias entre los centros de difusión son del mismo orden de magnitud que la longitud de onda y radiación como resultado se obtiene difracción. [16]

Ley de Bragg

Cuando un haz de rayos X choca contra la superficie de un cristal al formar un ángulo θ una porción del haz es difundida por la capa de átomos de la superficie, la porción no dispersada del haz penetra la segunda capa de átomos donde de nuevo una fracción es difundida, la que queda pasa a la tercera capa y así sucesivamente ver Figura 2.16.

El efecto acumulativo de esta difusión producida por los centros con separaciones regulares del cristal es la difracción del haz de la misma forma que la radiación visible se difracta en una red de reflexión.

Los requisitos para la difracción de rayos X son saber primero que la separación entre las capas de átomos sea aproximadamente la misma que la longitud de onda y la de radiación, segundo que los centros de dispersión estén distribuidos en el espacio de una manera muy regular. [16]

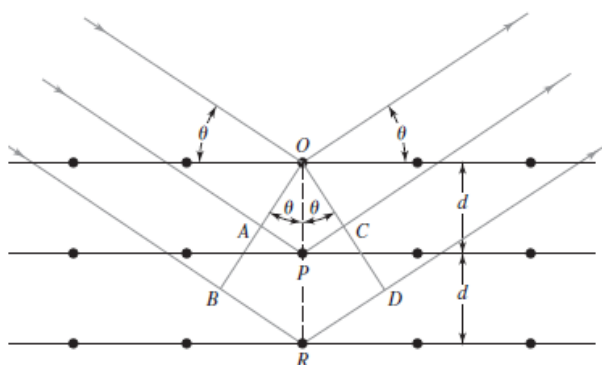


FIGURA 2.17. DIFRACCIÓN DE RAYOS X POR MEDIO DE UN CRISTAL [16]

Métodos de difracción de rayos X

Desde su descubrimiento en 1912 por Von Laue, la difracción de rayos X ha proporcionado una abundancia de información importante a la ciencia y la industria por ejemplo, la mayor

parte de los conocimientos sobre la distribución y la separación de los átomos en los materiales cristalinos se han determinado directamente mediante estudios de difracción.

Además tales estudios han ayudado a entender con más claridad las propiedades físicas de los metales, los materiales poliméricos y de otros sólidos. La difracción de rayos X es uno de los métodos más importantes para identificar las estructuras de productos naturales complejos como esteroides, vitaminas y antibióticos. [16]

CAPÍTULO 3

3. EXPERIMENTACIÓN

En esta investigación se requirió de recursos tanto en la preparación de muestras, análisis, medición, seguridad, higiene y prevención para llevar a cabo la experimentación y determinar el nanocompuesto con un mejor comportamiento en distintas pruebas, se presenta un cuadro esquemático del trabajo experimental. Ver Figura 3.1.

En esta parte experimental se describe cada procedimiento empleado en los distintos ensayos, Antes de cada ensayo se realiza una pequeña prueba para evitar el gasto innecesario de recursos y materiales.

Cada ensayo se lo realizó con parámetros y procedimientos utilizados en estudios anteriores sobre nanocompuesto, algunos de estos procedimientos son requerimientos y normas de los equipos, como también métodos que demandan las hojas técnicas de los insumos.

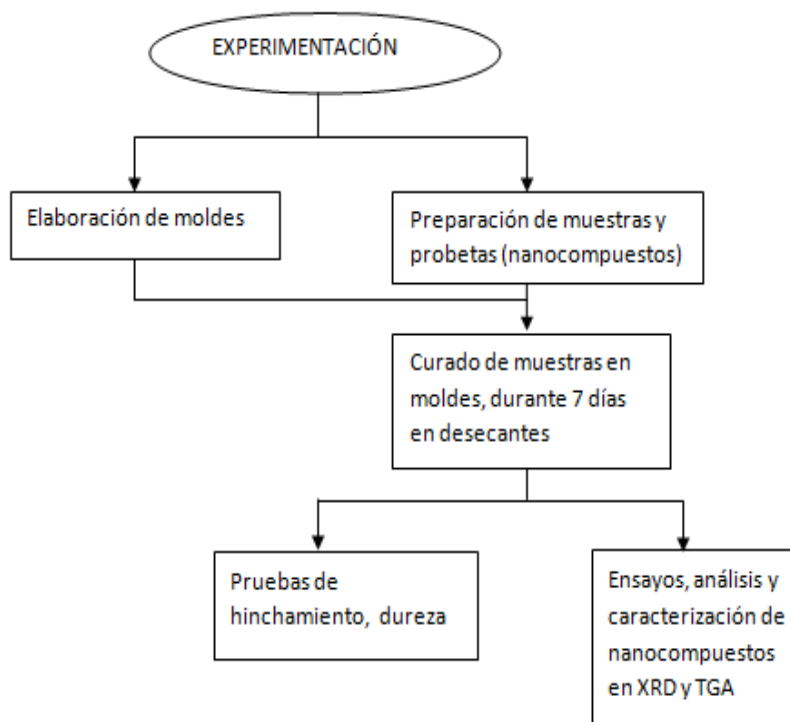


FIGURA 3.1. ESQUEMA EXPERIMENTAL

3.1 Materiales, Equipos y Accesorios

Es necesario que al realizar una investigación se cuente con los correctos materiales para tener una buena preparación, optimizar procesos y tener mejores resultados.

Lo primero que se utilizó son protecciones adecuadas para la seguridad y cuidado al realizar los distintos ensayos, debido a que un mal uso puede ser peligroso o causar efectos en las personas según las hojas técnicas de los compuestos.



FIGURA 3.2. ACCESORIOS DE USO PARA SEGURIDAD [22]

El lugar donde se realizaron las mezclas fue en el laboratorio de síntesis de materiales del LEMAT el cual está correctamente acondicionado.

Las temperaturas y humedades relativas de la ciudad de Guayaquil son elevadas, aquello afecta directamente a los nanocompuestos, Por tal razón se utilizó deshumidificadores y equipos para el control de estos factores. Ver Figura 3.3.

Las condiciones ambientales fueron temperaturas menores a 24°C y humedad relativa menor al 50%.



FIGURA 3.3. DESHUMIDIFICADOR Y MEDIDOR DE TEMPERATURA-HUMEDAD

Materiales en Preparación.

Se usaron recipientes para las mezclas e instrumentos para poder manipularlos. Ver Figura 3.4.



FIGURA 3.4. RECIPIENTES DE MEZCLADO

Para un correcto mezclado se utilizó espátulas de acero inoxidable muy ligeras se usan casi siempre para tomar pequeñas porciones de sólido que serán más tarde pesadas.



FIGURA 3.5. ESPÁTULAS DE LABORATORIO

Para pesar las muestras se utilizó una balanza de precisión marca BOECO de fabricación Alemana, modelo BBL 31, capacidad 210gr, legibilidad 0,0001gr. Ver Figura 3.6.



FIGURA 3.6. BALANZA DE PRECISIÓN

Para poder tener mejor exfoliación se necesitó un equipo de mezclado rápido Flacktek SpeedMixer.

Velocidad: variable 800-2750 rpm.

Tiempo de mezclado: 5 segundos a 10 minutos.

Capacidad máxima: hasta 300gr.

Voltaje: 110V,60Hz o 230V,50Hz.



FIGURA 3.7. SPEEDMIXER DAC 400.1 FVZ

Todos los nanocompuestos fueron almacenados en recipientes que contienen desecantes, para quitar la humedad del aire o de alguna otra sustancia obtenida en la preparación.



FIGURA 3.8. DESECADOR Y DESECANTE

La arcilla con el inhibidor de corrosión deben tener un tratamiento térmico por encima de la temperatura ambiental para ello utilizó un horno.



FIGURA 3.9. HORNO

3.2 Preparación de Moldes

Para analizar y comparar los diferentes nanocompuestos se necesita que su volumen y forma sean iguales, para ello se elaboró moldes de silicón de nombre ARTESIL fabricado en la ciudad de Cuenca. El producto está formado por dos sustancias RTV-3A y RTV-3B, son utilizados en la industria alimenticia y no desprenden residuos que pueden alterar resultados en la investigación.



FIGURA 3.10. SILICÓN LÍQUIDA PARA MOLDES

Las formas que se elaboraron fueron las siguientes: para las pruebas de hinchamientos pequeños cuadros, para pruebas de

dureza shore D cubos, y para la difracción de rayos X círculos, estas formas fueron escogidas por ser un requisito según normas y especificaciones de cada equipo.



FIGURA 3.11. RECIPIENTE MODELO DONDE SE COLOCARON LAS SILICONAS

Pasos para elaboración de moldes.

- mezclar las siliconas RTV-3A y RTV-3B en partes iguales.
- Colocar la mezcla en el recipiente modelo.
- Ingresar el recipiente en vacío por dos horas, para eliminar burbujas que se producen al mezclar las siliconas.
- Dejarlo en horno a 60 grados centígrados por 24 horas.
- Retirar el molde del recipiente. Ver Figura 3.12.



FIGURA 3.12. ELABORACIÓN DE MOLDES

3.3 Preparación de las Muestras

Para el estudio de los nanocompuesto se realizó un pre-tratamiento a sus componentes, EL primer paso realizado y de gran importancia es el lavado de arcillas para devolver propiedades iniciales, esta parte de la experimentación se la realizó en el Centro de Investigaciones Biotecnológicas del Ecuador (CIBE).

Lavado de arcillas

El lavado consistió en agregar agua des-ionizada a la arcilla y posteriormente expulsar el agua sobrenadante para eliminar los iones de sulfato, este lavado se lo repitió cinco veces.

Primero se llenó a los envases con arcilla y agua des-ionizada en proporciones iguales, luego se controló el peso de los envases en una balanza y con agitación manual se deben mezclar hasta formar solución acuosa. Ver Figura 3.13.



**FIGURA 3.13. LLENADO DE ARCILLAS CON AGUA
DESIONIZADA**

A los envases se los llevó a gravedad forzada para separar el agua de la arcilla, Todo esto se realiza en un equipo de

centrifugado que a la aceleración de la gravedad la sustituye por la aceleración centrífuga.

Es importante que antes de colocar los envases en la centrifugadora tengan un peso igual, si no se lo realiza ocurre un desbalanceo y daño en el equipo. Los parámetros óptimos para tener una separación del agua y la arcilla Cloisite 93A, deben ser 10000 rpm por 5 minutos, estos datos se los encontré a base de prueba y error, una vez realizada la operación se extrae el agua y a la misma arcilla, se le añade más agua des-ionizada y se repite el proceso hasta completar cinco lavados.

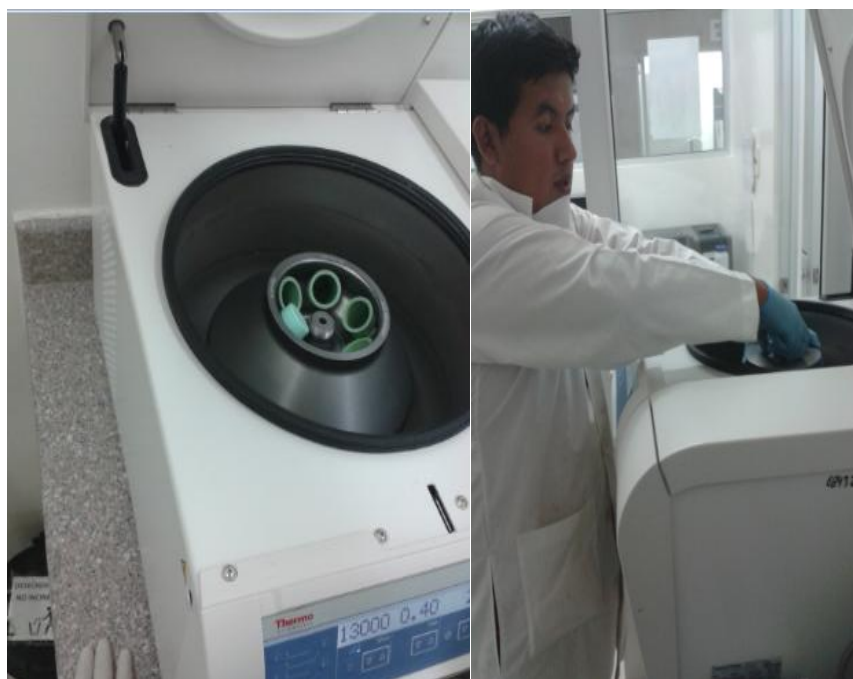


FIGURA 3.14. EQUIPO DE CENTRIFUGADO

La arcilla lavada fue secada en horno a 60°C por 24, horas esto ocasiona que se compacte y deba ser molida con mortero para llevarlo a forma de polvo.



FIGURA 3.15. ARCILLA MOLIDA CON MORTERO

Tamizado

Este proceso se lo realizó para las arcillas Cloisite 93A y para el inhibidor de corrosión RM-210.

Consiste en separar partículas sólidas de acuerdo a su tamaño prácticamente es utilizar coladores de diferentes tamaños en los orificios colocados en forma consecutiva, en orden de acuerdo al tamaño de los orificios, es decir los orificios más grandes se encuentran en la parte superior y los más pequeños en la inferior. Los coladores reciben el nombre de tamiz y están elaborados en telas metálicas. [23]



FIGURA 3.16. TAMIZADO

Mezcla arcilla-inhibidor de corrosión

La proporción arcilla e inhibidor de corrosión es 5:1, esto quiere decir que se debe mezclar arcilla con 20% de inhibidor de corrosión.

Este procedimiento se lo realizó primero con un mezclado rápido en el SPEEDMIXER a 2500 rpm por 2 minutos luego se lo llevo al horno a 60°C por 10 minutos en dos ocasiones, como consecuencia se obtiene la cantidad correcta de inhibidor-arcilla listo a ser mezclada con la resina.

3.4 Preparación de Probetas

Las primeras probetas que se prepararon fueron: resina GE60 con las aminas EDR148, EDR176, D230, T403, TETA, TEPA y se obtienen 6 diferentes compuestos. La cantidad de amina en base

de la cantidad de resina se la calculó mediante las ecuaciones dadas por el fabricante DOW CHEMICAL que relaciona los pesos moleculares de las muestras en base al número de hidrógeno. Ver Apéndice H

Para mezclar la resina con las aminas sin presencia de arcillas se debe de realizar los siguientes cálculos:

La resina GE60 tiene un EEW comprendido entre 160-195 gr/eq, se escogió la media aritmética 177,5 gr/eq como el valor a utilizarse en las ecuaciones y para las aminas se calculó su AHEW con la siguiente ecuación 1.

$$AHEW = \frac{Mw}{\#H} \quad (1)$$

Después hay que calcular el PHR de la composición epóxica-amina con la ecuación 2.

$$PHR = \frac{AHEW \times 100}{EEW} \quad (2)$$

Con la cantidad de resina se puede calcular la cantidad de amina por la ecuación 3.

$$Cant. Amina = \frac{(PHR) \times (Res.)}{100} \quad (3)$$

En una mezcla GE60-EDR148, para mezclar 9.5512gr de GE60 se debe de tener 1.9910gr de EDR148, la tabla 1 y 2 exponen los valores obtenidos en los cálculos para todas las aminas.

$$AHEW = \frac{148gr}{4eq} = 37gr/eq$$

$$PHR = \frac{37gr/eq \times 100}{177,5 gr/eq} = 20,8450$$

$$Cant. Amina = \frac{20,8450 \times (9,5512)}{100} = 1,9910 gr$$

TABLA 1

EQUIVALENTE DE PESO MUESTRA

Nombre	EEW (gr/eq)
Resina	
GE-60	177,5
Aminas	
	AHEW(gr/eq)
EDR-148	37
EDR-176	44
TEPA	27
TETA	24
T-403	81
D-230	60

TABLA 2
CANTIDADES DE AMINAS Y RESINA

	PHR	Resina GE60 [gr]	Amina [gr]
EDR-148	20,845	9,5512	1,9910
EDR-176	24,789	9,5003	2,3550
TEPA	15,211	7,1098	1,0815
TETA	13,521	7,1094	0,9613
T-403	45,634	7,0000	3,1944
D-230	33,803	9,5615	3,2321

Preparación de probetas con arcillas

La cantidad de arcilla que se agregó es el 5% de la cantidad de resina, el mezclado se lo realizó en la maquina Speedmixer por 2 minutos a 1000 rpm, después se debe agregar el agente curador y añadirlo en el recipiente modelo, se lo almacenó por 7 días en un recipiente con desecantes. Ver Figura 3.17.



FIGURA 3.17. PROCESO DE PREPARACIÓN DE NANOCOMPUESTOS

Para calcular la cantidad de amina que se debe agregar a la mezcla resina-arcilla, primero se debe calcular el EEW de la resina, debido a que la arcilla modifica este valor, se multiplica por 1 más el 5% que es la cantidad de arcilla agregada, este valor se lo obtuvo mediante la ecuación 4.

$$EEW_{R-A} = EEW * 1.05 \quad (4)$$

$$EEW_{R-A} = 177,5 * 1,05 = 186,375 \text{ gr/eq}$$

Después hay que calcular el PHR de la composición epóxica-amina-arcilla mediante ecuación 5.

$$PHR = \frac{AHEW \times 100}{EEW_{R-A}} \quad (5)$$

Con la cantidad de resina-arcilla se puede calcular la cantidad de amina por la ecuación 3.

TABLA 3

CANTIDAD DE RESINA Y ARCILLA CON CADA AMINA.

	PHR Resina+Amina+ Arcilla [gr]	Resina [gr]	Amina (res+ar) [gr]	Arcilla [gr]
TEPA	14,487	7,0112	1,0157	0,3506
TETA	12,877	7,1311	0,9183	0,3566
EDR-148	19,852	7,3322	1,4556	0,3666
EDR-176	23,608	7,1515	1,6883	0,3576
T-403	43,461	7,1214	3,0950	0,3561
D-230	32,193	7,0656	2,2746	0,3533

Preparación de probetas con arcillas e inhibidor de corrosión.

En esta preparación se agregó 5% de arcilla y 1% de inhibidor de corrosión de la cantidad de resina, esta mezcla se la debe realizar

primero para después mezclarlos con la resina agregar el agente curador.

Para calcular la cantidad de amina que se debe agregar a la mezcla resina-arcilla-inhibidor, primero se debe calcular el EEW de la mezcla total mediante ecuación 7, de las ecuaciones 5 y 3 determinar la cantidad en gramos del agente curador.

$$EEW_{R-A-I} = EEW * 1.06 \quad (6)$$

$$EEW_{R-A-I} = 177,5 * 1,06 = 188,15 \text{ gr/eq}$$

TABLA 4
CANTIDAD DE ARCILLA RESINA INHIBIDOR PARA CADA
AMINA

	Resina [gr]	Arcilla [gr]	Inhibidor [gr]	PHR Anima	Amina [gr]
TEPA	7,1463	0,3573	0,0715	14,350	1,025
TETA	7,1163	0,3558	0,0712	12,756	0,912
EDR-148	10,3000	0,5150	0,1030	19,665	1,405
EDR-176	10,3000	0,5150	0,1030	23,386	1,671
T-403	7,0381	0,3519	0,0704	43,051	3,076
D-230	10,3000	0,5150	0,1030	31,889	2,279

3.5. Ensayos

Para los ensayos se crearon formas con sus medidas mostradas en la figura 3.18. (a) Se la utilizó para realizar pruebas de hinchamiento y TGA, (b) Ensayos de dureza, (c) Difractometría de rayos X. Estas dimensiones fueron escogidas por requerimiento y normas de los equipos de caracterización.

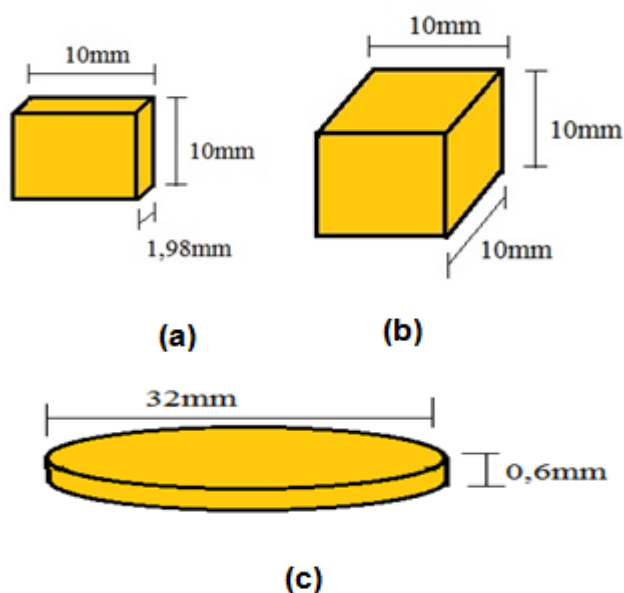


FIGURA 3.18. DIMENSIONES DE LAS PROBETAS

3.5.1 Pruebas de Hinchamiento

Las pruebas de hinchamiento consisten en colocar las probetas en solventes que fueron: Agua des-ionizada, Dietil Éter, Etanol, Tolueno, THF y llevar un control de cambio de peso.

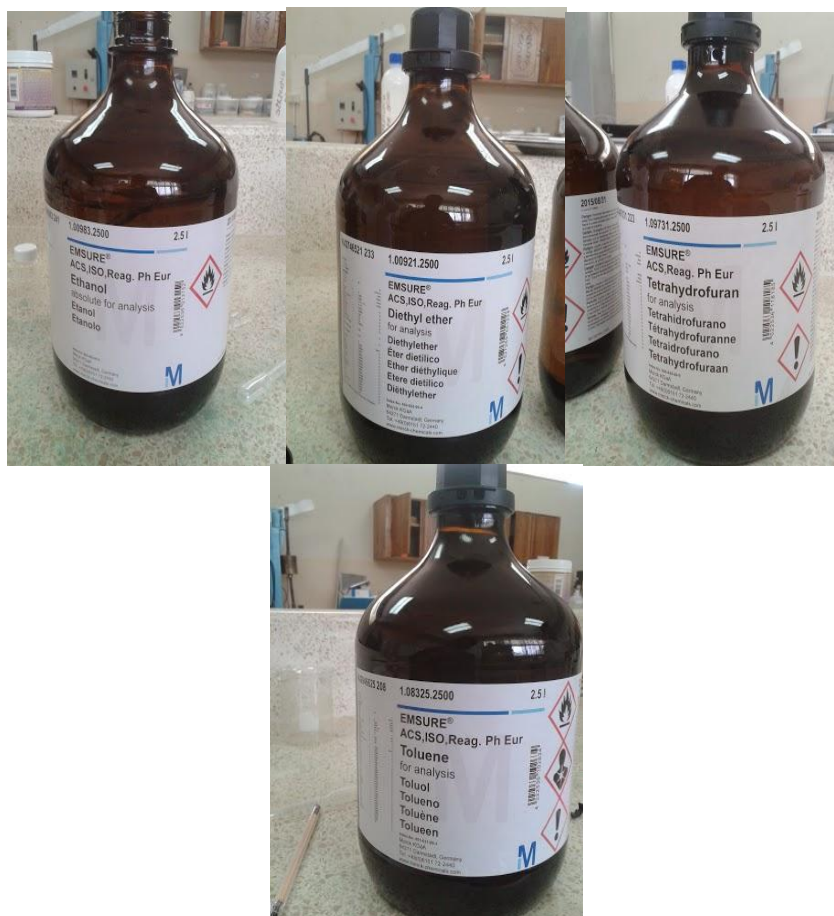


FIGURA 3.19. SOLVENTES

Se llenaron recipientes con 20 ml de solvente, como fueron 18 muestras a analizar en 5 solventes, se obtuvo un total de noventa análisis diferentes, cada análisis se repitió 3 veces, Al multiplicar estos valores generan un total de 270 recipientes en cristal utilizados, listos los envases de cristal se comenzó con las pruebas de hinchamiento. Ver Figura 3.20.



FIGURA 3.20. LLENADO DE RECIPIENTES CON SOLVENTES Y COLOCACIÓN DE PROBETAS EN SU INTERIOR

Monitoreo de pesos pruebas de hinchamiento

Los pesos de los cuadritos fueron monitoreados por una semana cada 24 horas, el primer y único día se lo monitoreo a las 6 horas después de ser colocado en solvente, si su peso disminuye se suspende su medición.

En cada medición de peso antes de colocar el nanocompuesto en la balanza es necesario utilizar un papel absorbente, para retirar el líquido que se encuentra en la superficie del cuadrado y no ocasione errores en las mediciones, el procedimiento utilizado se observa en la Figura 3.21.



**FIGURA 3.21. PROCEDIMIENTO DE MONITOREO
PRUEBAS DE HINCHAMIENTO**

En las pruebas de hinchamiento no se lograron los resultados esperados, debido a ello se prolongó el monitoreo cada 15 días por 3 meses, para poder determinar coeficientes de difusión.

3.5.2 Pruebas de dureza

Las pruebas de dureza se realizaron en el durómetro shore D marca QUALITEST, los ensayos realizados están bajo la norma ASTM D2240 que exige un espesor mayor a 9mm del material a ser ensayado, para que el apuntador pueda censarlo. Ver Figura 3.22 el rango de medición es de 50 a 100 shore D.



FIGURA 3.22. DURÓMETRO Y CAJA MATERIALES DE REFERENCIA

Antes de realizar cualquier ensayo es necesario efectuar pruebas con el conjunto de materiales de referencia, para comprobar si el equipo se encuentra calibrado.

Para calcular la dureza de cada nanocompuesto, lo primero es colocar la probeta en el durómetro y realizar la indentación, el indicador automáticamente marca el valor de dureza, la medición es muy rápida y no toma mucho tiempo, por cada probeta se tomó 5 medidas ver Figura 3.23.



FIGURA 3.23. MEDICIÓN DE DUREZA Y PROBETAS

3.5.3 Ensayo Análisis Termogravimétrico (TGA)

Los ensayos de Termogravimetría se realizaron en el TGA-DSC del LEMAT para estudiar el comportamiento térmico de los nanocompuestos con temperaturas controladas.

Equipo

Analizador térmico SDT

Marca TA

Modelo Q600

Serie NNN

Gas de purga Nitrógeno

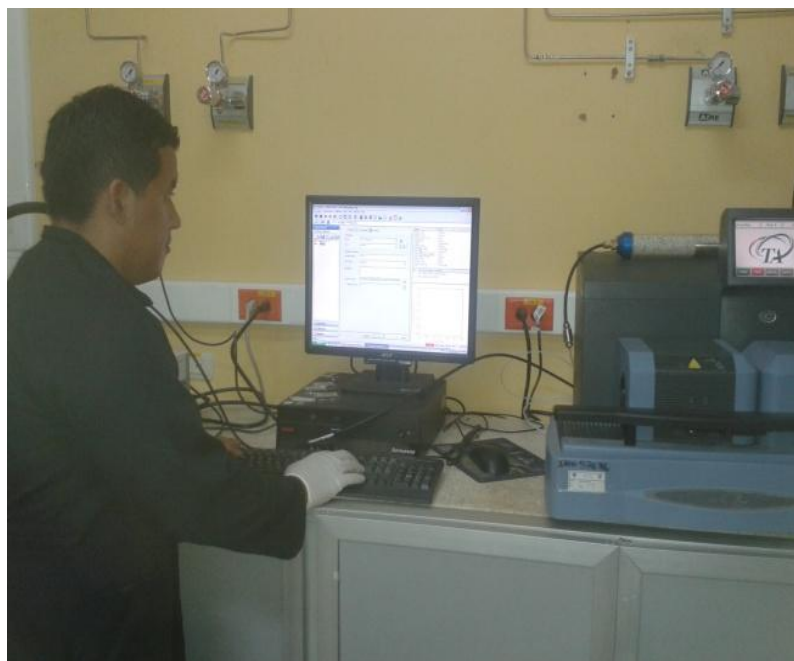


FIGURA 3.24. EQUIPO TGA-DSC

Utensilios

- Crisoles o tazas de alúmina
- Pinza
- Espátula.
- Vidrio reloj



FIGURA 3.25. UTENSILIOS PARA ENSAYOS DE TGA

Antes de utilizar los crisoles se deben limpiar al inicio de cada experimento, Se usó un mechero Bunsen de propano para quemar cualquier residuo. Después se tomó pequeños pedazos de muestras solidas arrancadas con cuchillo ver Figura 3.25. Después se los colocó en crisoles. La cantidad de muestra fue de 8,5 mg, ya que el equipo recomienda

masas entre 8-10mg. Ver Figura 3.26. La rampa de temperatura utilizada fue de 10°C/min hasta equilibrarse a 600°C.



FIGURA 3.26. MUESTRA ARRANCADA CON CUCHILLO

3.5.4 Ensayo Difractometría de Rayos X (XRD)

La difractometría de rayos X se la realizó en el LEMAT para estudiar los nanocompuestos intercalados, exfoliados y asentados.

Equipo

Difractómetro de rayos X

Marca: Panalytical

Modelo: X'pert PRO

Serie 12NC943003040601



FIGURA 3.27. DIFRACTÓMETRO DE RAYOS X

TABLA 5

PARÁMETROS DIFRACTOMETRÍA DE RAYOS X

Scan Axis	Gonio
Start Position [$^{\circ}2\theta$.]	1,0250
End Position [$^{\circ}2\theta$.]	8,9750
Step Size [$^{\circ}2\theta$.]	0,0500
Scan Step Time [s]	20,0000
Scan Type	Continuous
Offset [$^{\circ}2\theta$.]	0,0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [$^{\circ}$]	0,0315
Specimen Length [mm]	10,00

Receiving Slit Size [mm]	0,1000
Measurement Temperature [°C]	25,00
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1,54060
K-Alpha2 [Å]	1,54443
K-Beta [Å]	1,39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0,50000
Generator Settings	45 mA, 40 kV
Diffractometer Type	0000000011040513
Diffractometer Number	0
Goniometer Radius [mm]	240,00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91,00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	Yes
Placa incidente	1/8
Placa reflejada	1/16

Muestras estudiadas

Básicamente las probetas son circunferencias delgadas sólidas, cuando hay presencia de arcilla e inhibidor de corrosión se analizan las 2 caras, para determinar si ocurre exfoliación o intercalación.



**FIGURA 3.28. MUESTRA GE60-EDR148 LISTA PARA
ANALIZAR EN XRD**

CAPÍTULO 4

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

4.1 Pruebas de Hinchamiento

Esta parte de la experimentación es muy importante debido a que se determinó que tan compatible es el nanocompuesto al ser sumergido en solventes con el control de ganancia de pesos, en una semana se obtuvieron varios defectos como desintegración, partiduras y daños que quieren decir que el nanocompuesto no es compatible con el solvente.

Las pruebas de hinchamiento consiste en calcular un valor adimensional V_r que es directamente proporcional a la velocidad de reticulado ver ecuación 8.

$$V_r = \left[1 + \left(\frac{m_h - m_s}{m_s} \right) \left(\frac{\rho_m}{\rho_s} \right) \right]^{-1} \quad (8)$$

$$\rho_m = \frac{m_i}{V_n} \quad (9)$$

$$\%Ex = \frac{m_i - m_f}{m_f} \times 100 \quad (10)$$

En la tabla 6 indica el valor V_r para cada compuesto calculado en la experimentación en los siete días de medición, se calculó un V_r similar aproximado a 1 para todos los compuestos y en otros casos no se pudo calcular este valor. Se esperaba que las probetas tengan una gran ganancia de peso o gran hinchamiento en este tiempo y no se obtuvo lo esperado, debido a que estas pruebas están enfocadas a materiales como cauchos y aquellos que tienen buenas propiedades de absorción, las tablas y cálculos se encuentran en APÉNDICE I

TABLA 6

V_r DE LOS COMPUESTO SUMERGIDO EN SOLVENTE

Compuesto	V_r EN SOLVENTE				
	ETANOL	DIETIL ETER	TOLUENO	THF	AGUA
GE60-EDR148	0.971	1.011	0.979	0.953	0.930
GE60-EDR176	0.972	1.007	0.983	0.882	0.937
GE60-D230	0.909	0.996	0.955	N/A	0.962
GE60-T403	0.950	0.992	0.967	N/A	0.966

EL Vr es un indicativo proporcional a la velocidad de reticulado de una pintura epóxica, se esperaba que a mayor Vr mayor densidad de reticulado, lo que indica un mejor curado. En el caso del agua se considera que existe gran hinchamiento y no revela la cantidad de curado.

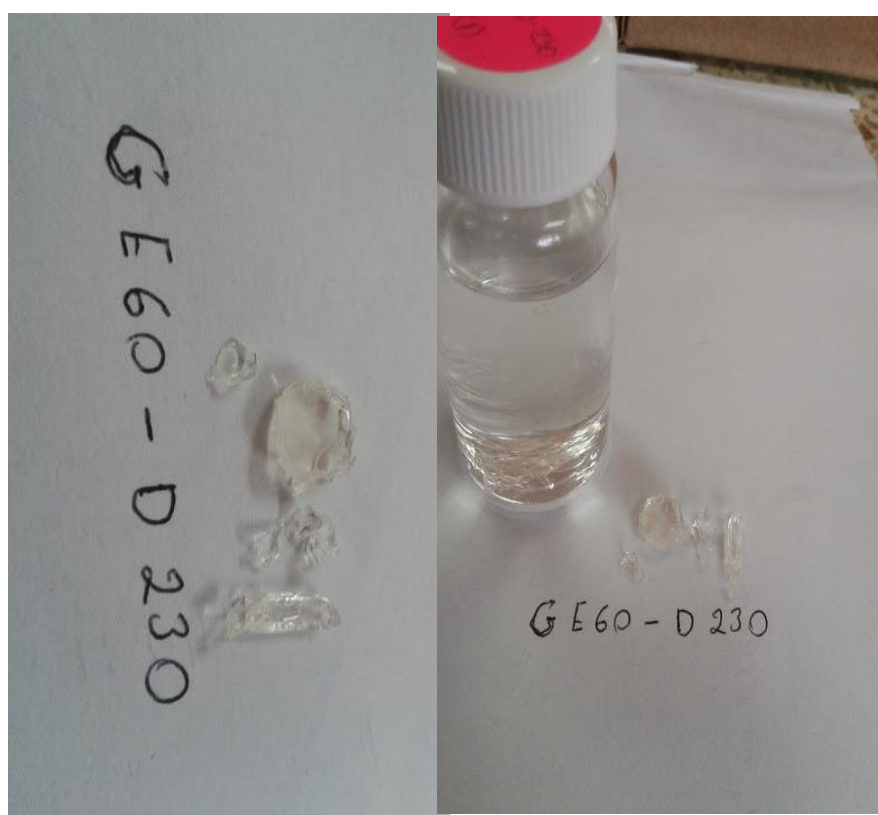


FIGURA 4.1. DEGRADACIÓN DE COMPUESTO GE60-D230 EN THF

La Figura 4.1. Muestra la desintegración del compuesto a las 6 horas de colocarlo en el solvente, el THF puede ser utilizado como

disolvente en la preparación de una pintura que contiene amina D230 o como removedor de la misma.

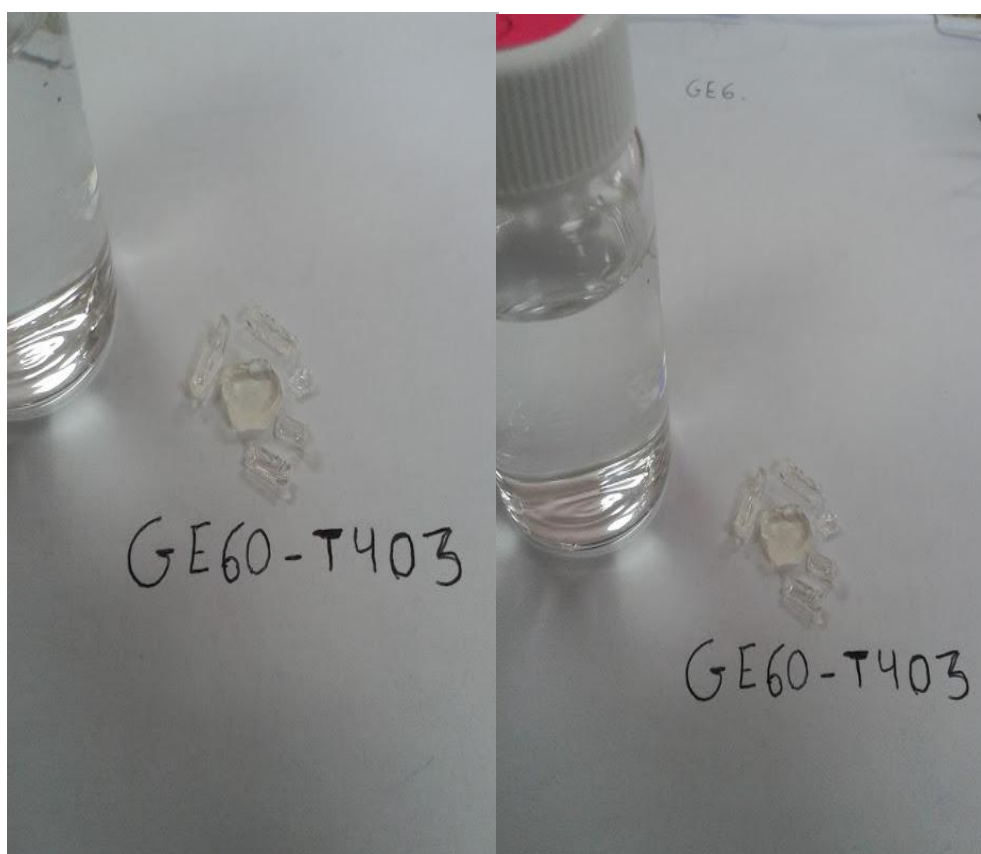


FIGURA 4.2. DEGRADACIÓN DE COMPUESTO GE60-T403 EN THF

La Figura 4.2. Muestra que a las 6 horas la probeta se desintegra, el THF entra en la red cristalina y la destruye puede ser utilizado para bajar la viscosidad en pinturas epóxicas que contengan amina T403.

Curvas de ganancia de masa en una semana

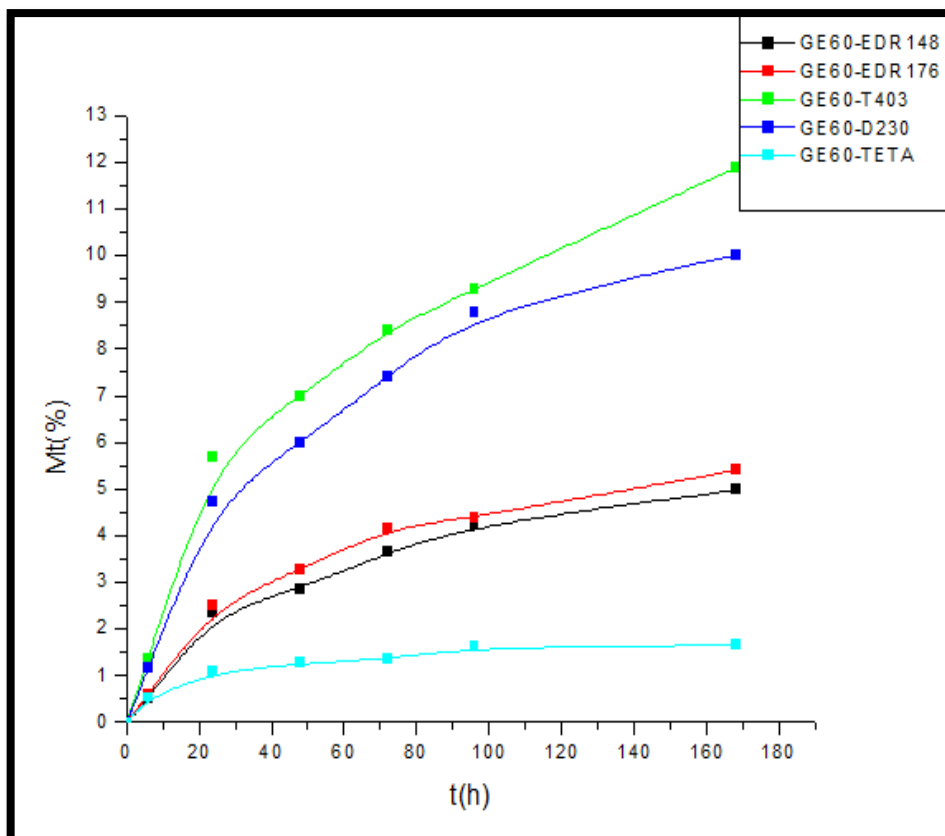


FIGURA 4.3. CURVA DE Mt (%) VS t (h) DE RESINA AMINA SUMERGIDO EN ETANOL

La Figura 4.3. Muestra la gráfica donde el compuesto con amina TETA tiene menor ganancia de masa al presentar propiedades hidrofóbicas en etanol, esto se debe a la interacción entre sus estructuras moleculares. Las aminas D230 y T403 presenta un elevada ganancia de masa, al contener CH_3 en sus estructuras moleculares hay gran cantidad de absorción con el solvente que también contiene CH_3 .

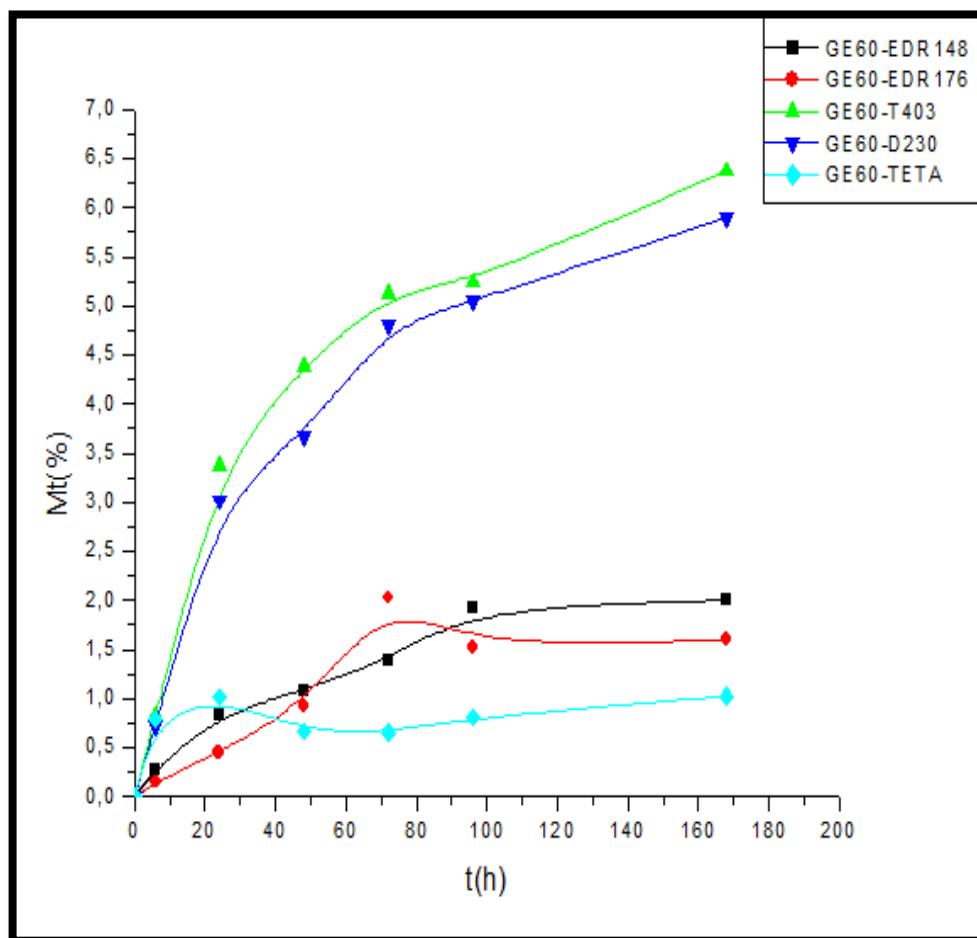


FIGURA 4.4. CURVA DE Mt (%) VS t (h) DE RESINA AMINA SUMERGIDO EN TOLUENO

La resina curada con las aminas EDR148, EDR176 y TETA tiene una ganancia de masa menor, sus estructuras cristalinas provocaron que el tolueno no ingrese en su matriz. Las aminas T403 y D230 presentan una elevada pendiente, el solvente ingresa en la matriz polimérica y se produce un gran hinchamiento, esto coincide con las moléculas de CH_3 presentes en los solventes y las aminas.

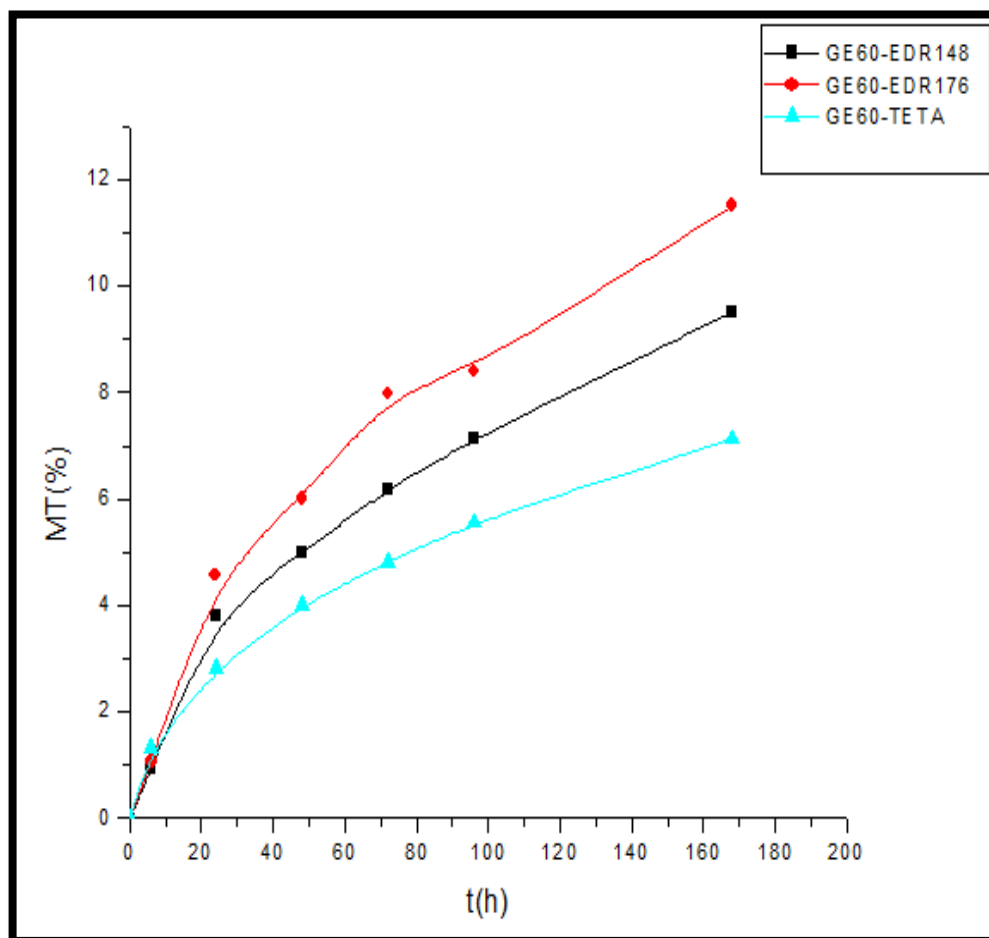


FIGURA 4.5. CURVA DE Mt (%) VS t (h) DE RESINA AMINA SUMERGIDO EN THF

El THF en su estructura molecular contiene 4 moléculas de CH_2 y las aminas T403, D230 no contienen CH_2 es por tal razón que se desintegran en el solvente. Las aminas EDR-148, EDR-176 contienen CH_2 , esto que produce aminas absorban una gran cantidad de solvente.

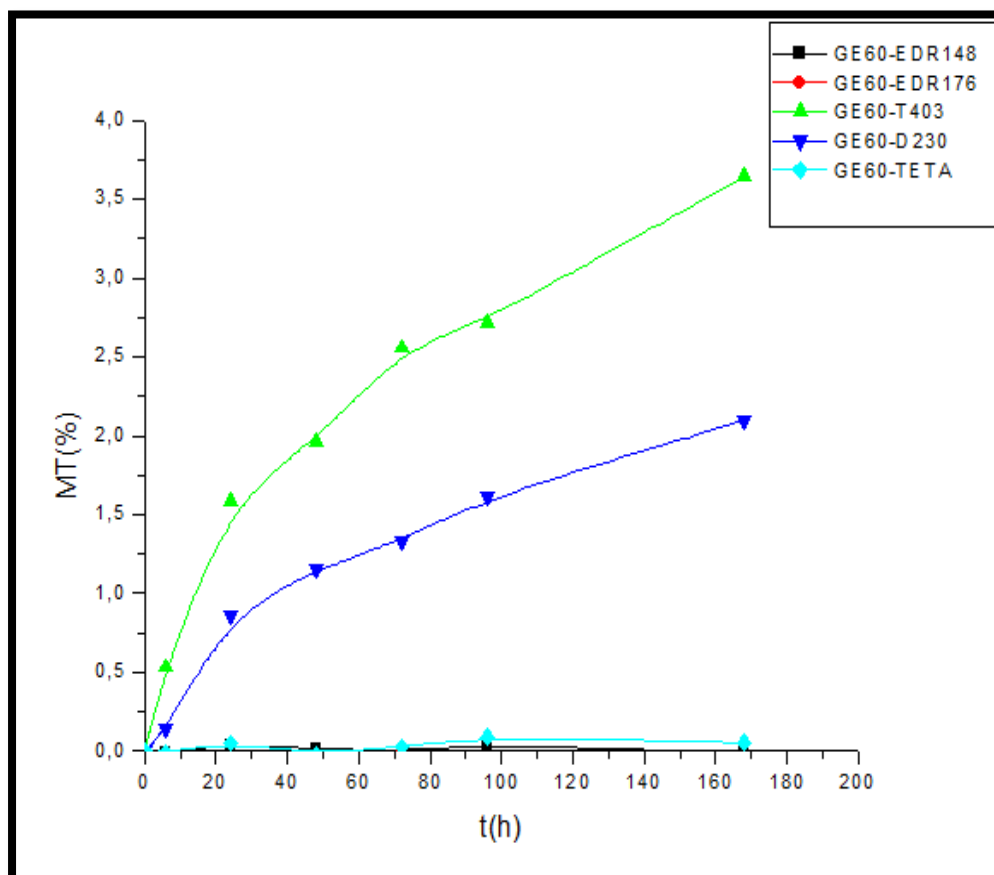


FIGURA 4.6. CURVA DE Mt (%) VS t (h) DE RESINA AMINA SUMERGIDO EN DIETIL ÉTER

La resina curada con amina EDR148, EDR176 y TETA no logra cambios de peso con el pasar del tiempo esto se debió a que el Dietil Éter tiene moléculas de CH_3 y produjo hidrofobia en estos compuestos. Las aminas T403 y D230 presentan una elevada pendiente, el líquido que ingresa en su matriz y los CH_3 que tienen estas aminas producen que absorba gran cantidad de solvente.

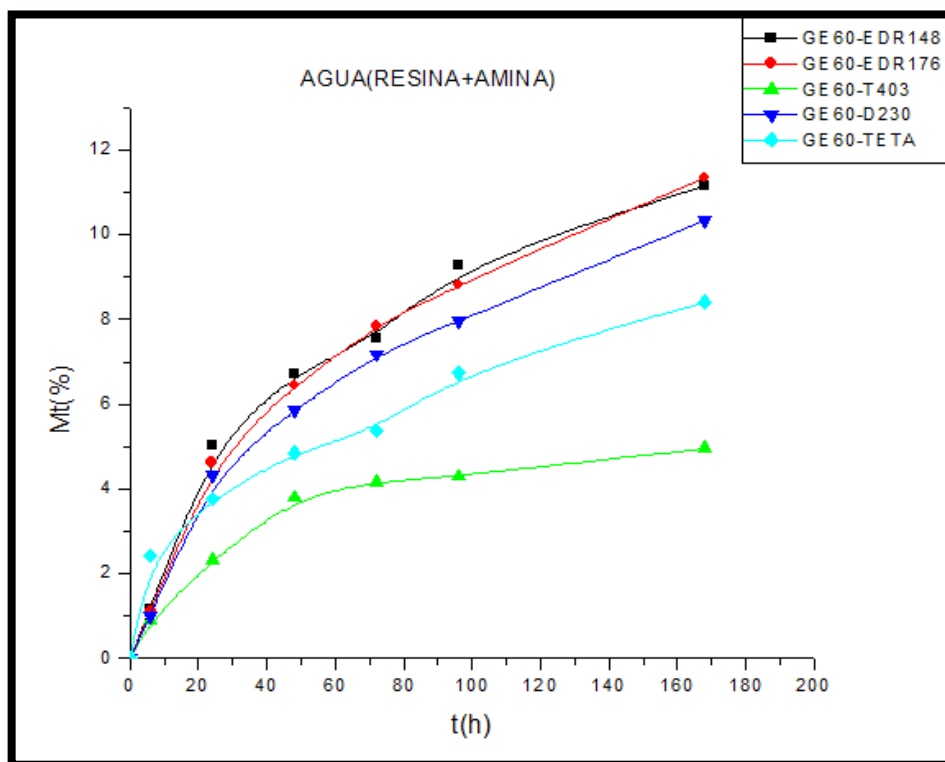


FIGURA 4.7. CURVA DE Mt (%) VS t (h) DE RESINA AMINA SUMERGIDO EN AGUA DES-IONIZADA

La resina curada con amina T403 obtuvo una ganancia de peso menor, esto indica que presenta propiedades hidrofóbicas por su estructura molecular comparándola con la del solvente, además la amina contiene moléculas de CH_3 que provocó esta tendencia.

Curvas de difusión

Debido a que el hinchamiento no fue muy grande en una semana se alargó el periodo de medición a tres meses para calcular el coeficiente

de difusión en polímeros por medio de curvas que muestran la ganancia de masa en función del tiempo, los compuestos que tienen mejor comportamiento deben tener una menor ganancia de peso en el tiempo.

La ecuación 8 representa la difusión de un material en ambiente determinado.

$$\frac{M_t}{M_\infty} = \frac{4}{\pi^{1/2}} \left(\frac{Dt}{d^2} \right)^{1/2} \quad (8)$$

Se trazó M_t contra $\frac{\sqrt{t}}{d}$ y se obtiene una línea recta hasta $t_{1/2}$, tiempo medio cuando $\frac{M_t}{M_\infty} = 1/2$, el coeficiente de difusión se calcula a partir de la pendiente de esta línea.

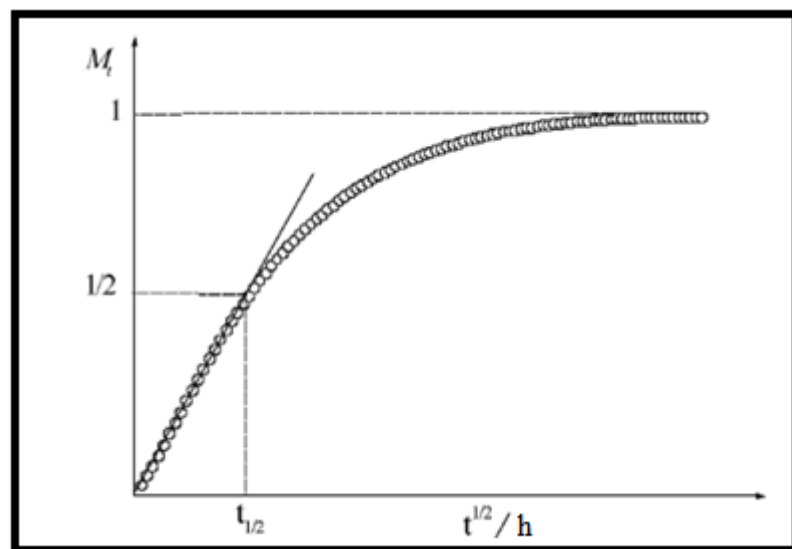


FIGURA 4.8. DIAGRAMA TÍPICO DE LAS MEDICIONES EXPERIMENTALES DE ABSORCIÓN LA CURVA ES LINEAL [20]

Diagramas de curvas de difusión con arcilla

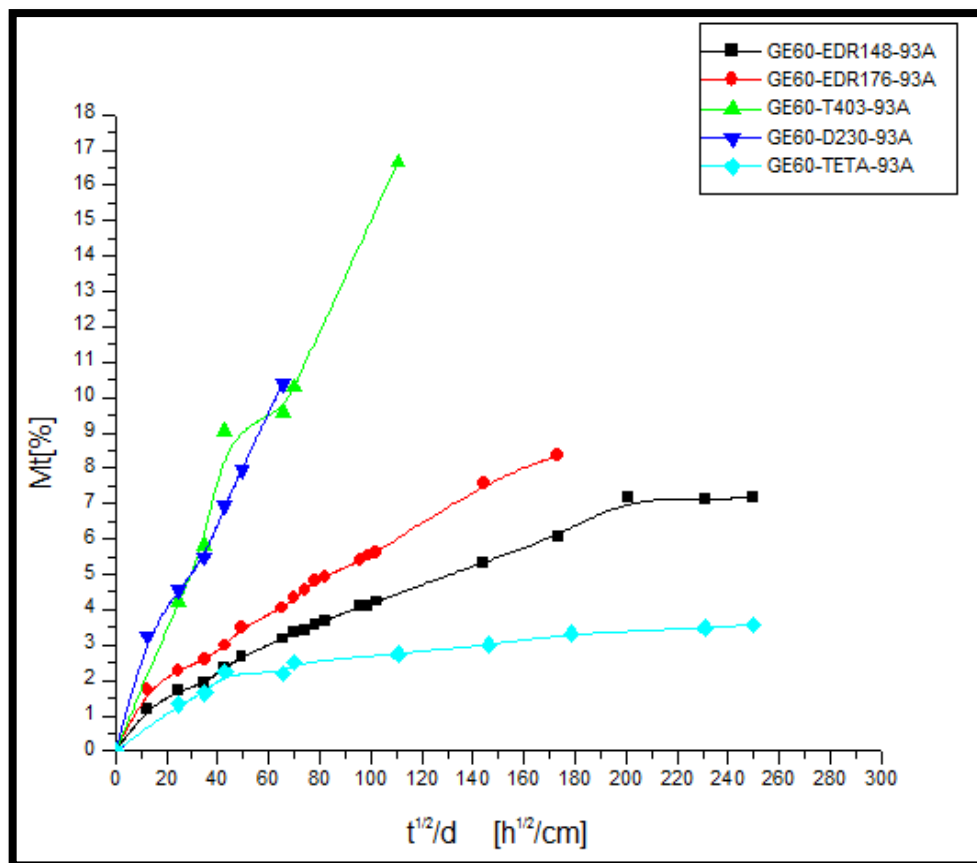


FIGURA 4.9. CURVA DE DIFUSIÓN RESINA-AMINA-ARCILLA SUMERGIDO EN ETANOL

La Figura 4.9. Indica que las aminas T403, D230 y EDR176 se desintegraron y se suspendió su medición, la mayor resistencia a esta prueba de difusión la presentó las aminas TETA y EDR148. Donde TETA ganó menos peso y equilibró su ganancia hasta el 3%, lo cual la vuelve resistente a este solvente.

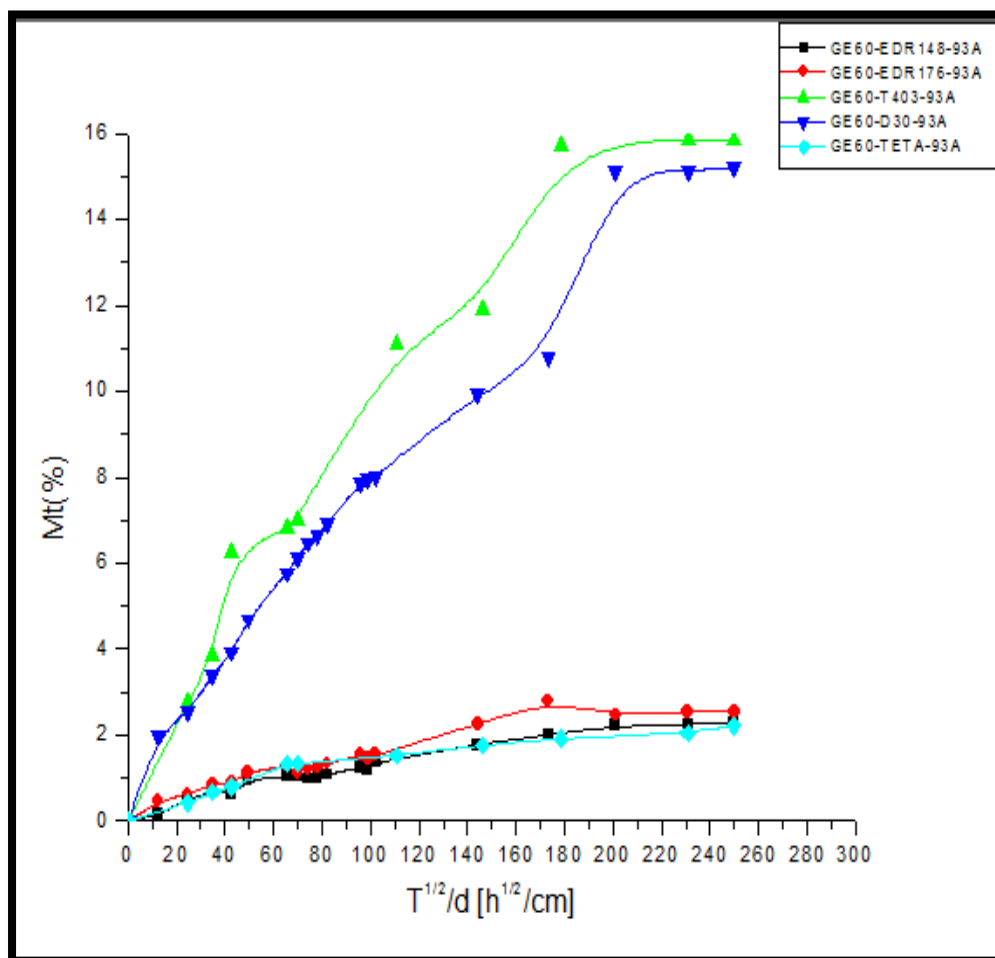
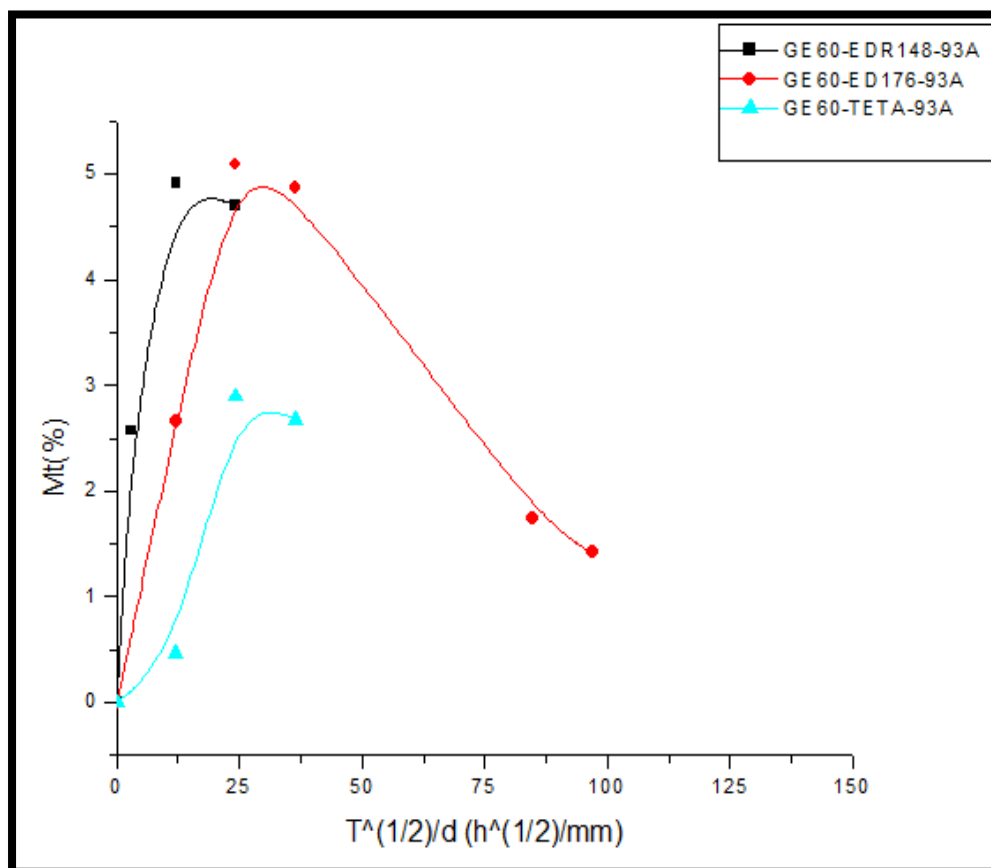


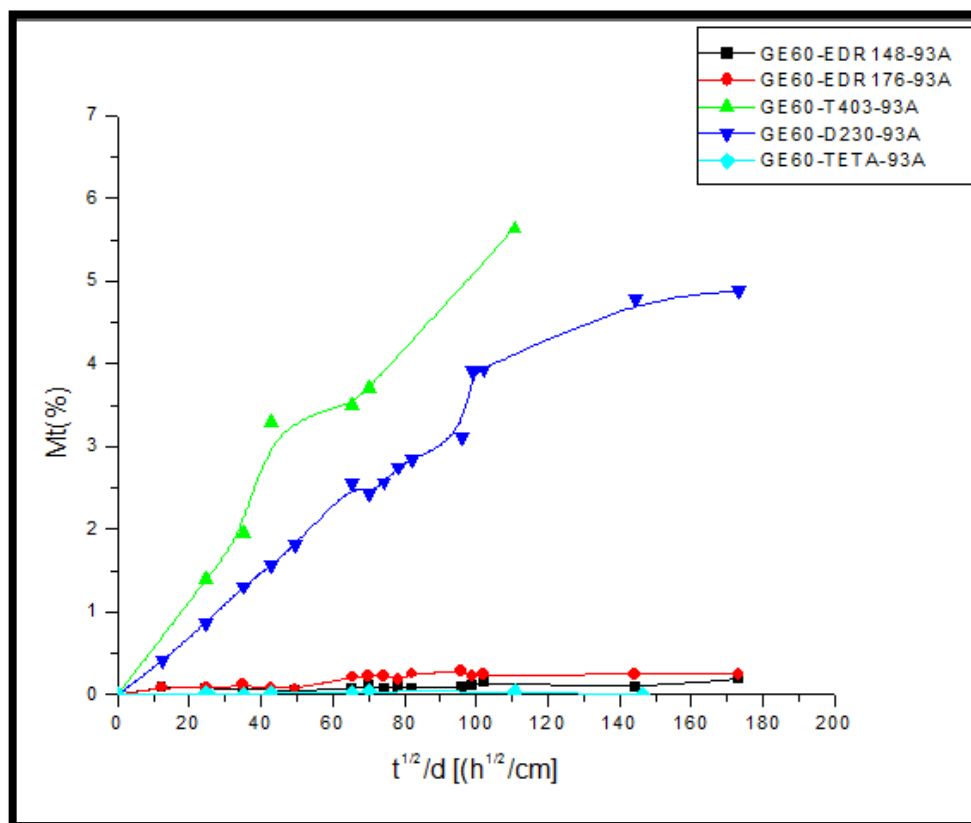
FIGURA 4.10. CURVA DE DIFUSIÓN RESINA-AMINA-ARCILLA SUMERGIDO EN TOLUENO

Las moléculas de CH₃ presentes en el solvente y compuesto, produjo gran absorción con las aminas D230 y T403, las aminas EDR148, EDR176 y TETA no reflejan gran absorción, esto se asemeja a la falta de elementos moleculares en común entre los solventes y las aminas.



**FIGURA 4.11. CURVA DE DIFUSIÓN RESINA-AMINA-ARCILLA
SUMERGIDO EN THF**

La Figura 4.11 muestra que el THF provocó desintegración en todos los compuestos, algunos prolongan su tiempo y otros a las pocas horas pierden su forma, este solvente se puede usar para bajar la viscosidad de pinturas epoxicas o para retrasar el curado de estas pinturas.



**FIGURA 4.12. CURVA DE DIFUSIÓN RESINA-AMINA-ARCILLA
SUMERGIDO EN DIETIL ÉTER**

El dietil éter tiene moléculas de CH_3 en su estructura, las aminas D230 y T403 también contienen moléculas de radical metilo el cual ocasiona que sean compatibles y comience a ganar masa, mientras que las demás aminas no presentan esta característica molecular y su ganancia es muy pequeña. Este solvente es muy volátil y provocó su evaporación a las 250 horas aproximadamente.

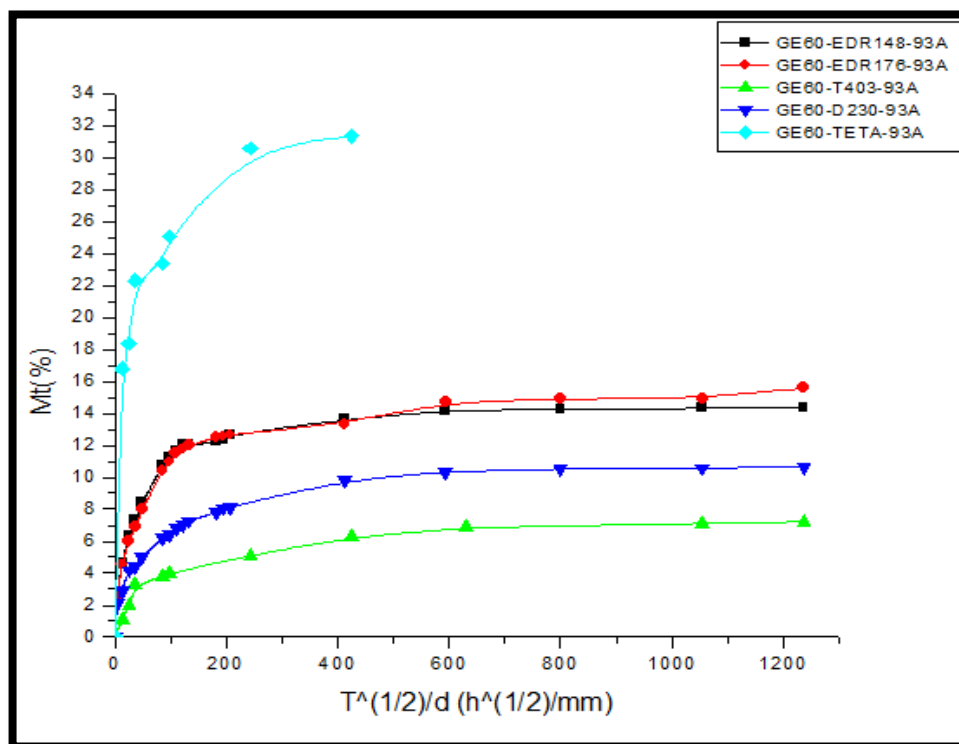


FIGURA 4.13. CURVA DE DIFUSIÓN RESINA-AMINA-ARCILLA SUMERGIDO EN AGUA DESIONIZADA

La Figura 4.13. Presenta a las aminas D230 y T403 como las de menor ganancia, estas dos poseen moléculas de CH_3 que al colocarlas en agua adquieren características hidrofóbicas, el agua es el único solvente en la experimentación que no contiene CH_3 . La mayor ganancia de agua la obtuvo la amina TETA por tener puente de hidrógeno en su estructura molecular, la absorción fue tan desmesurada que el nanocompuesto comenzó a tener grietas y malograrse hasta su deterioro.

TABLA 7
COEFICIENTE DE DIFUSIÓN Y % GANANCIA MÁXIMA

AGUA		
	DIFUSIÓN(cm ² /h)	% M _∞
EDR148-93A	3,34x10 ⁻⁵	16,78
EDR176-93A	2,72 x10 ⁻⁵	18,52
T403-93A	7,20 x10 ⁻⁶	7,78
D230-93A	2,46 x10 ⁻⁵	11,9
TETA-93A	9,23 x10 ⁻⁵	31,94
ETANOL		
	DIFUSIÓN(cm ² /h)	% M _∞
EDR148-93A	1,82 x10 ⁻⁵	7,16
EDR176-93A	2,40 x10 ⁻⁵	8,38
T403-93A	1,90 x10 ⁻⁵	17,31
D230-93A	6,18 x10 ⁻⁵	10,39
TETA-93A	4,40 x10 ⁻⁵	3,57
TOLUENO		
	DIFUSIÓN(cm ² /h)	% M _∞
EDR148-93A	1,59 x10 ⁻⁵	2,29
EDR176-93A	1,96 x10 ⁻⁵	2,56
T403-93A	9,73 x10 ⁻⁶	15,84
D230-93A	8,97 x10 ⁻⁶	15,2
TETA-93A	1,20 x10 ⁻⁵	2,21
THF		
	DIFUSIÓN(cm ² /h)	% M _∞
EDR148-93A	2,56 x10 ⁻⁴	6,02
EDR176-93A	4,02 x10 ⁻³	1,45
T403-93A	N/A	
D230-93A	N/A	
TETA-93A	1,10 x10 ⁻³	1,46
DIETIL ÉTER		
	DIFUSIÓN(cm ² /h)	% M _∞
EDR148-93A	N/A	0,19
EDR176-93A	N/A	0,25
T403-93A	1,98 x10 ⁻⁵	5,63
D230-93A	1,03 x10 ⁻⁵	4,89
TETA-93A	N/A	0,0396

Para el agua des-ionizada el nanocompuesto que presentó un menor coeficiente de difusión es la amina T403 por tener en su estructura química CH_3 , estas moléculas son indicio de propiedades hidrofóbicas que provocan muy poca absorción de agua.

Un alto coeficiente de difusión presentó la amina TETA que coincide con la gran ganancia de peso en agua, en su estructura TETA contiene puentes de hidrógeno que asemeja la atracción del agua y el nanocompuesto.

Al agregar acillas se desintegraron los nanocompuestos que contiene amina D230 y T403 al sumergirlas en THF. Las aminas EDR148 y TETA en Dietil Éter no manifiestan ganancias de masa por lo cual el coeficiente de difusión es cero.

4.2. Prueba de dureza

Se calculó la dureza de los nanocompuestos en escala Shore D, las probetas fueron pequeños cubos y para cada uno se tomó tres medidas hasta calcular su dureza total, esta prueba se la realizó con el fin de encontrar mejoras en las propiedades mecánicas con el curado, como también al agregar arcillas e inhibidores de corrosión.

TABLA 8

DUREZA DE GE60-EDR148-93A-RM210

GE60-EDR148					
cubo	1	2	3	4	5
dureza Shore D	77.7	77.9	78	78.1	77.7
	78.0	77.8	77.9	77.5	77.5
	77.6	77.5	77.6	77.6	77.3
MEDIA		Desv. Estan		Coef. Varia.	
77.71		0,23		0,30%	
GE60-EDR148-93A					
cubo	1	2	3	4	5
dureza Shore D	78.2	78.2	78.4	78.5	78.8
	78.5	78.3	78.9	78.6	78.3
	78.4	78.7	79	78.7	78.5
MEDIA		Desv. Estan		Coef. Varia.	
78,53		0,25		0,31%	
GE60-EDR148-93A-RM210					
cubo	1	2	3	4	5
dureza Shore D	78.5	78.9	78.9	79.2	79.4
	78.4	78.7	78.7	79.2	79.3
	78.3	78.8	78.4	79.4	79.4
MEDIA		Desv. Estan		Coef. Varia.	
78,90		0,40		0,50%	

La tabla 8 indica que las arcillas aumentan su dureza en 1,05% y al agregar inhibidor su dureza aumenta en un 1.53% estos valores.

TABLA 9

DUREZA DE GE60-EDR176-93A-RM210

GE60-EDR176					
cubo	1	2	3	4	5
dureza Shore D	77.3	77.9	77.6	77.1	77.2
	77.4	78.0	77.7	77.3	77.3
	77.2	77.9	77.8	77.4	77.4
MEDIA		Desv. Estan		Coef. Varia.	
77,50		0,29		0,38%	
GE60-EDR176-93A					
cubo	1	2	3	4	5
dureza Shore D	78.4	78.9	78.5	78.9	78.9
	78.5	78.8	78.8	79	78.5
	78.9	79	78.9	78.7	78
MEDIA		Desv. Estan		Coef. Varia.	
78,71		0,28		0,36%	
GE60-EDR176-93A-RM210					
cubo	1	2	3	4	5
dureza Shore D	78.5	77.9	78.3	78.8	78.6
	78.3	78.2	78.2	78.9	78.2
	77.9	78.7	78.5	78.7	77.7
MEDIA		Desv. Estan		Coef. Varia.	
78,36		0,35		0,45%	

La tabla 9 muestra que al agregar arcillas aumenta su dureza en 1,56% y al agregar inhibidor su dureza aumenta en un 1.10%.

TABLA 10
DUREZA DE GE60-D230-93A-RM210

GE60-D230					
cubo	1	2	3	4	5
dureza	77,3	77,9	74,6	76,1	74,2
Shore D	77,3	76,0	77,7	77,3	76,3
	77,8	77,9	77,8	77,4	77,4
MEDIA		Desv. Estan		Coef. Varia.	
76,87		1,18		1,54%	
GE60-D230-93A					
cubo	1	2	3	4	5
dureza	77.1	76.9	76.5	76.2	77.2
Shore D	77.2	76.8	76.4	76.8	76.8
	77.5	76.7	76.3	77	76.5
MEDIA		Desv. Estan		Coef. Varia.	
76,79		0,37		0,48%	
GE60-D230-93A-RM210					
cubo	1	2	3	4	5
dureza	76.8	76.3	76.8	77.2	77.2
Shore D	76.0	76.0	76.9	77.2	77.3
	76.4	76.7	76.8	76.2	77.5
MEDIA		Desv. Estan		Coef. Varia.	
76,75		0,48		0,63%	

La tabla 10 muestra que al agregar arcillas e inhibidor de corrosión su dureza disminuye en un 0.9%.

TABLA 11
DUREZA DE GE60-T403-93A-RM210

GE60-T403					
cubo	1	2	3	4	5
dureza	76.9	76.5	77.2	78.7	76.6
Shore D	76.0	76.4	76.7	74.4	77.5
	76.2	76.9	75.7	75.1	78.6
MEDIA	Desv. Estan		Coef. Varia.		
	76,63	1,14		1,49%	
GE60-T403-93A					
cubo	1	2	3	4	5
dureza	76.6	77	76.2	77.8	78.3
Shore D	76.0	76.4	76.3	78.6	78.4
	76.2	76.5	78.4	78.7	78.4
MEDIA	Desv. Estan		Coef. Varia.		
	77,32	1,96		1,37%	
GE60-T403-93A-RM210					
cubo	1	2	3	4	5
dureza	77.6	77.4	76.5	77.6	78.3
Shore D	75.8	77.6	77.3	78.6	76.4
	76.5	77.2	73.4	75.6	77.5
MEDIA	Desv. Estan		Coef. Varia.		
	76,89	1,28		1,66%	

La tabla 11 indica que al agregar arcillas aumenta su dureza en 0,9% y al agregar inhibidor de corrosión su dureza aumenta en un 0.3%.

TABLA 12
DUREZA DE GE60-TETA-93A-RM210

GE60-TETA					
cubo	1	2	3	4	5
dureza	79.8	80.3	78.5	79.5	80.5
	80.2	80.4	78.9	80.2	80.2
Shore D	81.2	79.2	79.0	80.5	80.4
MEDIA		Desv. Estan		Coef. Varia.	
79,92		0,74		0,93%	
GE60-TETA-93A					
cubo	1	2	3	4	5
dureza	80.3	80.4	80.9	80.3	81
	79.1	80.5	80.5	80.5	81.5
Shore D	80.5	80.7	80.2	80.2	82.5
MEDIA		Desv. Estan		Coef. Varia.	
80,61		0,73		0,91%	
GE60-TETA-93A-RM210					
cubo	1	2	3	4	5
dureza	80.5	80.2	81.2	80.3	80.2
	80.2	80.3	81.3	80.5	80.5
Shore D	80.3	80.4	81.4	80.3	80.2
MEDIA		Desv. Estan		Coef. Varia.	
80,52		0,42		0,52%	

La tabla 12 indica que al agregar arcillas aumenta su dureza en 0,8% y al agregar inhibidor de corrosión su dureza aumenta en un 0.75%.

TABLA 13
DUREZA DE GE60-TEPA-93A-RM210

GE60-TEPA					
cubo	1	2	3	4	5
dureza Shore D	82.9	82.1	83.4	82.3	82.9
	83.3	82.4	82.5	82.5	81.8
	84.5	82.3	82.1	81.9	81.9
MEDIA		Desv. Estan		Coef. Varia.	
82,59		0,72		0,87%	
GE60-TEPA-93A					
cubo	1	2	3	4	5
dureza Shore D	82.3	84.2	82.5	81.5	82.9
	83.5	83.2	82.2	81.9	81.5
	84.1	80.9	83.2	82.3	83.9
MEDIA		Desv. Estan		Coef. Varia.	
82,67		1,01		1,22%	
GE60-TEPA-93A-RM210					
cubo	1	2	3	4	5
dureza Shore D	81.5	84.5	82.3	81.9	82.5
	82.3	84.7	82.9	82.3	83.4
	83.4	83.8	82.2	81.8	81.9
MEDIA		Desv. Estan		Coef. Varia.	
82,76		0,99		1,20%	

La tabla 13 indica que al agregar arcillas e inhibidor de corrosión mantienen su misma dureza.

Análisis de resultados pruebas de dureza

Los resultados obtenidos indican que al agregar nanoarcillas mejora la dureza de dos compuestos la resina que son curadas con agente EDR148 y EDR176, por haber un cambio de más de 1% mientras que en las demás aminas no hubo un cambio notable, pero en los

compuestos curados con aminas D230 disminuye su dureza con presencia de arcillas esto no quiere decir que perjudica al nanocompuesto si no que puede mejorar otras propiedades mecánicas.

TABLA 14
DUREZA CON EL CURADO

CURADO	DUREZA shore D		
		arcilla	arcilla+inhibidor
EDR148	77,71±0,23	78,53±0,25	78,90±0,40
EDR176	77,50±0,29	78,71±0,28	78,36±0,35
D230	76,87±1,18	76,79±0,37	76,75±0,48
T403	76,63±1,14	77,32±1,06	76,89±1,28
TETA	79,92±0,74	80,61±0,73	80,52±0,42
TEPA	82,59±0,72	82,67±1,01	82,76±0,99

4.3 Ensayo Análisis Termogravimétrico (TGA)

Los ensayos realizados muestra la pérdida de masa al aumentar la temperatura desde aproximadamente 40°C hasta 600°C a una rampa de 10°C/min. Con lo cual se encontró la temperatura de descomposición que se calculó cuando se pierde 5% de la masa inicial también se detectaron mejoras a temperaturas entre 350°C y 400°C.

La descomposición de una manera rápida requiere menor temperatura esto implica una mezcla no estable cuyos enlaces no están formaron una red rígida e impenetrable. [17] Con el fin de comparar los

nanocompuesto se estudió cada uno en estado sólido antes y después de agregar arcilla e inhibidor.

Análisis compuesto GE60-EDR148-93A-RM210

TABLA 15

TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PÉRDIDA DE PESO

GE60-EDR148-93A-RM210

COMPUESTO	Temperatura de Descomposición [°C]	Pérdida de peso total [%]	Pérdida de peso a 375[°C]
GE60-EDR148	268,35	87,2	68.78
GE60-EDR148-93A	268,64	79,77	62.51
GE60-EDR148-93A-RM210	266,10	81,45	64.12

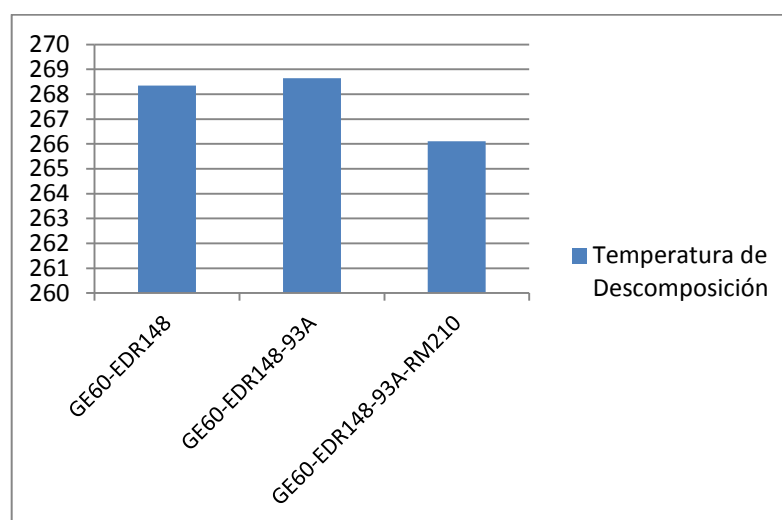
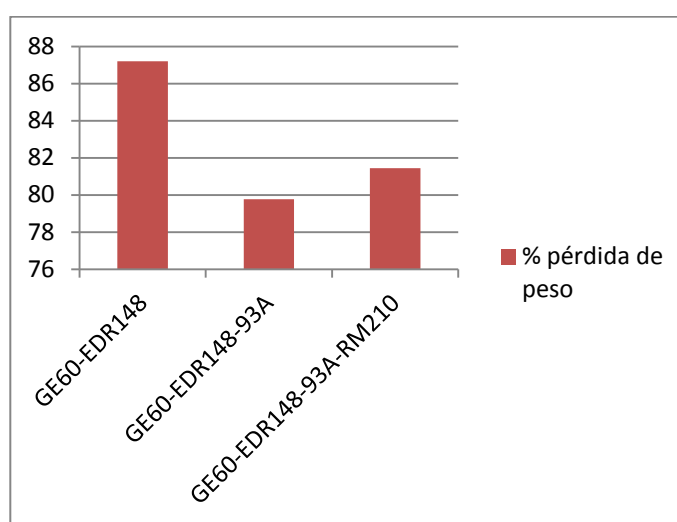


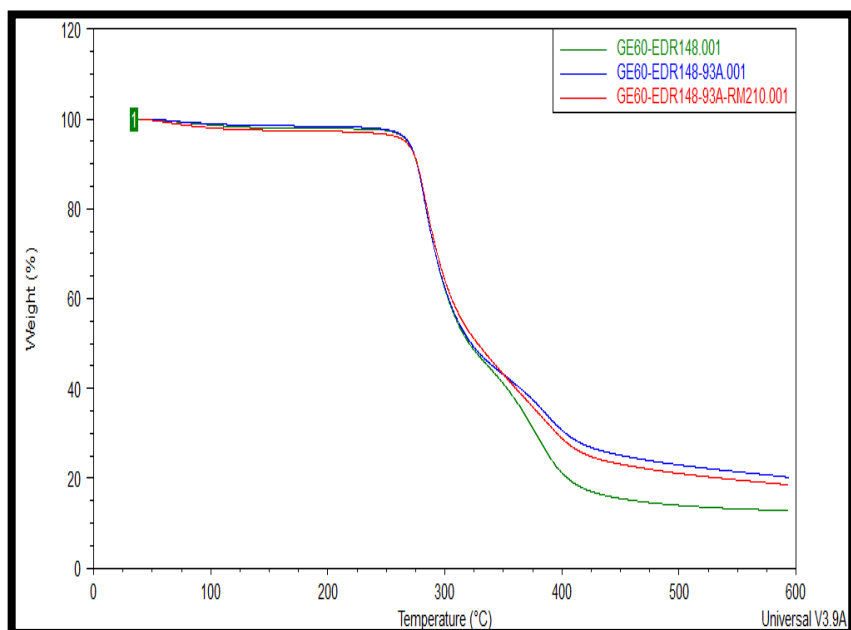
FIGURA 4.14. GRÁFICO TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN
CURADO CON EDR148

Según la gráfica 4.14. No hay mejoría al agregar acillas e inhibidor de corrosión cuando pierde el 5% de peso. En la tabla 14 a 375°C cuando se agrega arcilla e inhibidor disminuye la pérdida de peso considerablemente y mejora el retardo de llama al tener muy buena resistencia térmica a elevadas temperaturas.

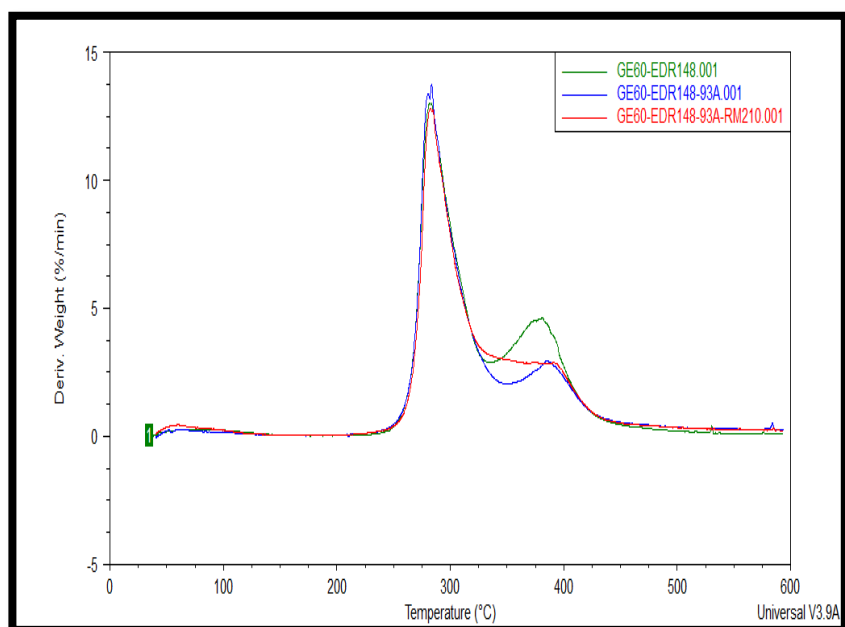


**FIGURA 4.15. GRÁFICO PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO
CURADO CON EDR148**

En la Figura 4.15. La pérdida de peso es mayor en el compuesto GE60-EDR148 por lo cual al agregar arcillas e inhibidor retarda su descomposición y hay mejoras en las propiedades esto se puede ver también en la superposición de termogramas de la Figura 4.16.



**FIGURA 4.16. SUPERPOSICIÓN DE TERMOGRAMAS
DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA GE60-EDR148-93A-RM210**



**FIGURA 4.17. SUPERPOSICIÓN DE TERMOGRAMAS DERIVADA
DE DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA GE60-EDR148-93A-RM210**

Se observa un pico entre los 290°C y 300°C que es donde comienza a degradar la resina, se encontró mayor pérdida de peso en el nanocompuesto que contiene arcilla. El segundo pico comprendido entre 350°C y 400°C hay otro defecto se comienza a degradar en mayor porcentaje el compuesto sin organoarcillas.

Análisis compuesto GE60-EDR176-93A-RM210

TABLA 16
TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PÉRDIDA DE PESO
GE60-EDR176-93A-RM210

COMPUESTO	Temperatura de Descomposición [°C]	Pérdida de peso total [%]	Pérdida de peso a 375°C
GE60-EDR176	269,58	84,91	66,6
GE60-EDR176-93A	268,62	82,00	63,45
GE60-EDR176-93A-RM210	273,51	88,02	64.1

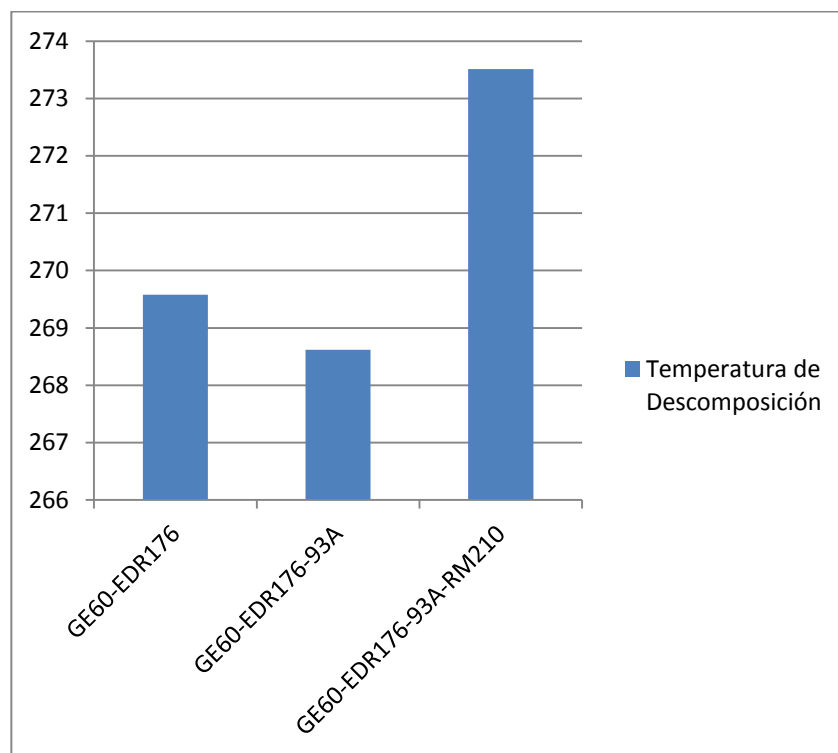
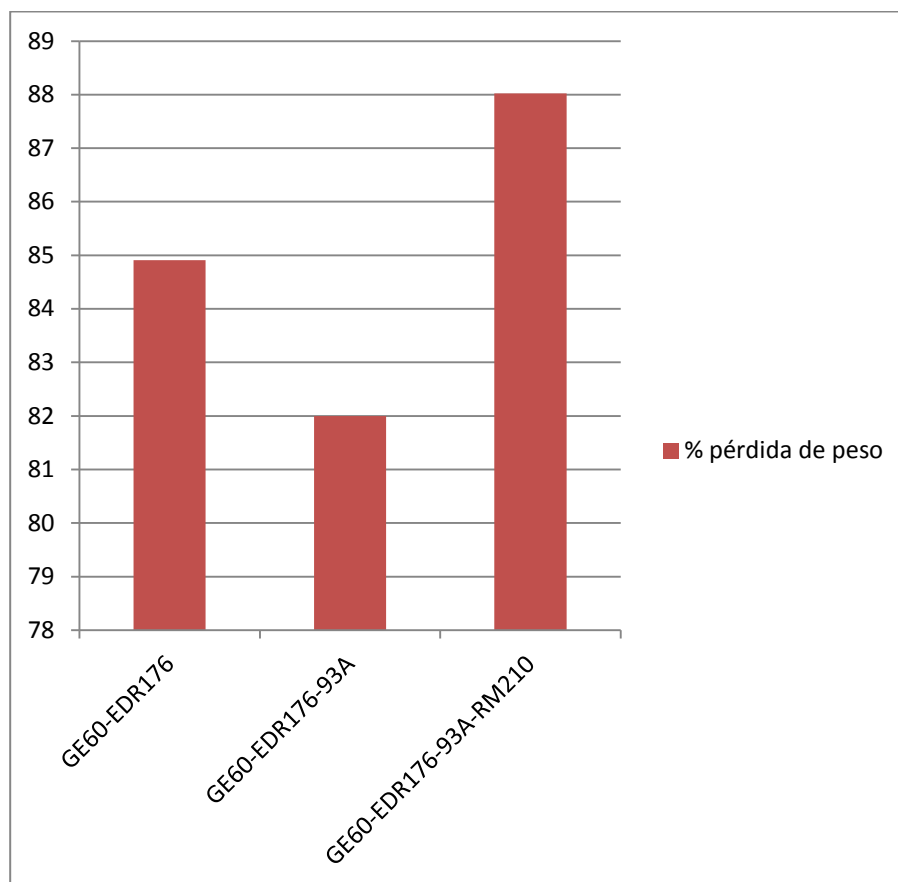


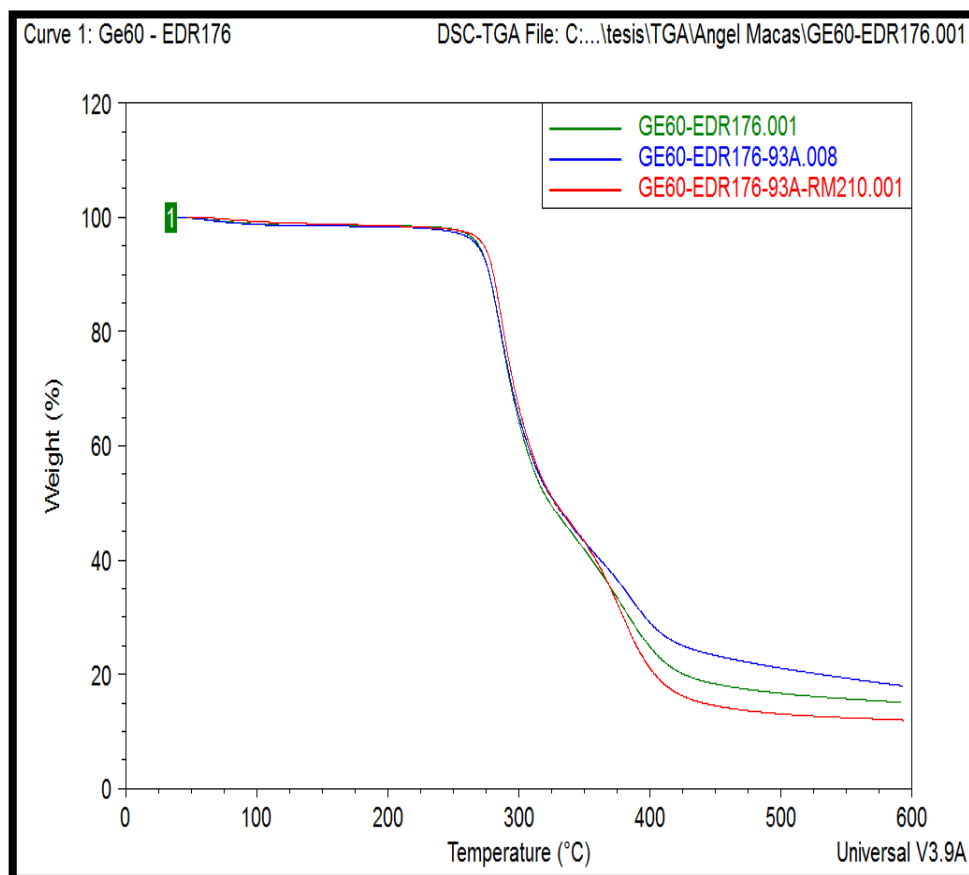
FIGURA 4.18. GRÁFICO TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN CURADO DON EDR176

La Figura 4.18. El compuesto que presenta una red más estable es la que contiene arcilla e inhibidor presenta una mejor estructura cristalina por tener una mayor temperatura de descomposición. En la tabla 15 se observa que los valores de pérdida de peso disminuyen al agregar arcilla e inhibidor de corrosión lo cual es una mejora en el compuesto.



**FIGURA 4.19. GRÁFICO PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO
CURADO CON EDR176**

La pérdida de peso es menor en el compuesto con arcilla por lo cual al agregar arcillas retarda su descomposición térmica y mejorar las propiedades a elevadas temperaturas, pero al agregar inhibidor no mejora su comportamiento, esto ocasiona mayor descomposición en el nanocompuesto.



**FIGURA 4.20. SUPERPOSICIÓN DE TERMOGRAMAS
DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA GE60-EDR176-93A-RM210**

Según la figura 4.20 hasta los 350°C el compuesto con inhibidor tiene mejores propiedades que los demás y después disminuye, la arcilla sola mantiene buenas propiedades térmicas al tener menos pérdida de peso.

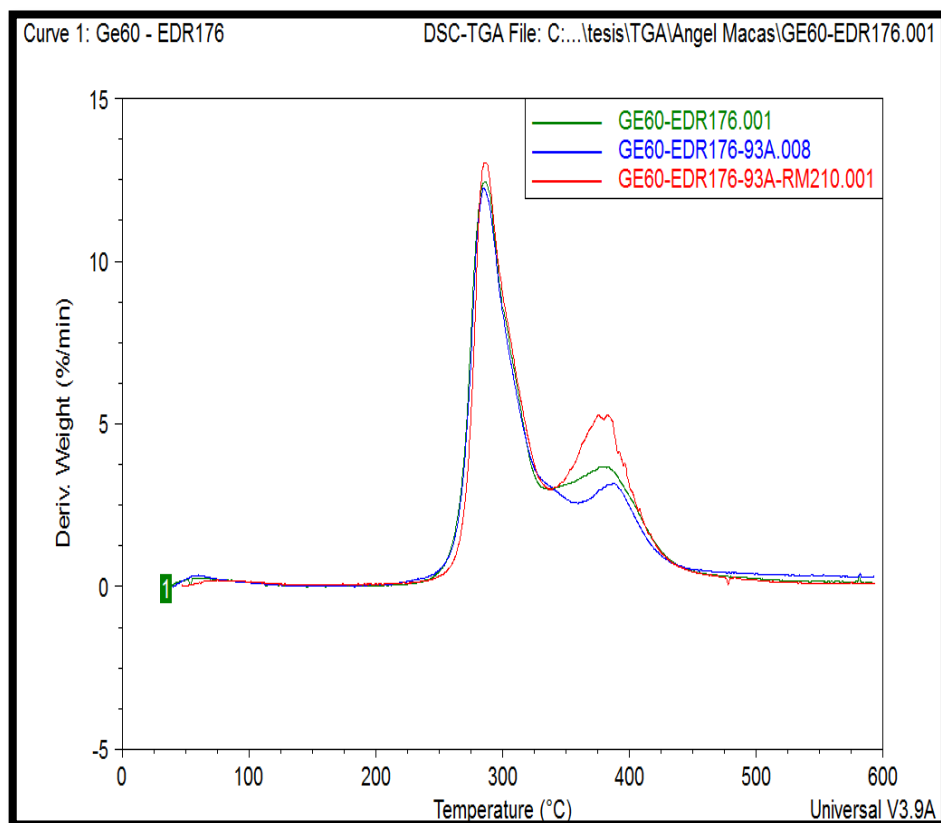


FIGURA 4.21. SUPERPOSICIÓN DE TERMOGRAMAS DERIVADA DE DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA GE60-EDR176-93A-RM210

Según la Figura 4.21. El pico comprendido entre 180°C y 300°C aumenta en el compuesto GE60-EDR176-93A-RM210 se encontró la pérdida de peso mayor y también aumenta entre 350°C y 400°C.

Análisis compuesto GE60-D230-93A-RM210

TABLA 17

TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PÉRDIDA DE PESO

GE60-D230-93A-RM210

COMPUESTO	Temperatura de Descomposición [°C]	Pérdida de peso total [%]	Pérdida de peso a 375[°C]
GE60-D230	272,92	91,62	72,28
GE60-D230-93A	278,39	87,99	68,29
GE60-D230-93A-RM210	280,52	87,32	69,45

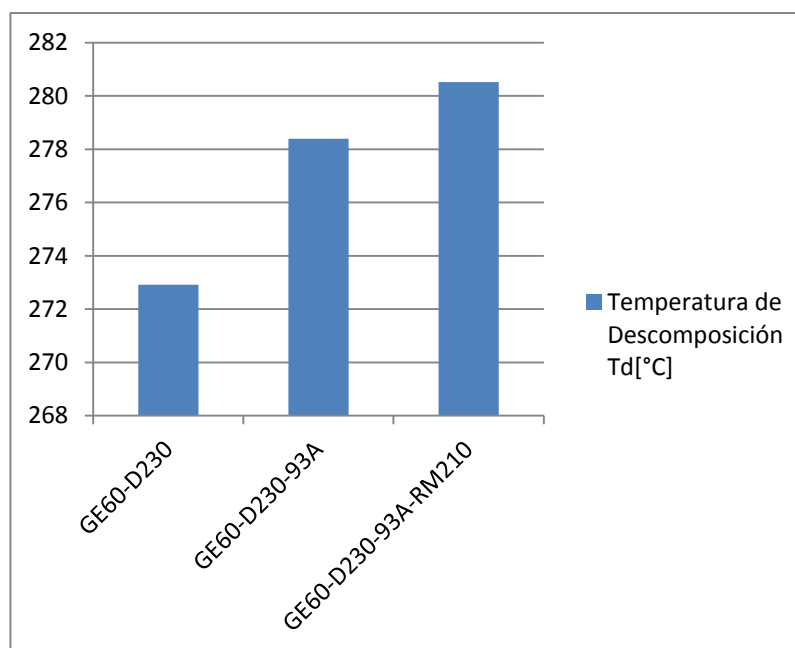


FIGURA 4.22. GRÁFICO TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN

CURADO CON D230

En la gráfica 4.22. La temperatura de descomposición mejora al agregar arcilla en la resina y al agregar inhibidor también aumenta considerablemente y mejoran el retardo de llama, los valores de la tabla 16 indican que a 375 °C hay mejoría en las propiedades térmicas al agregar arcilla e inhibidor de corrosión.

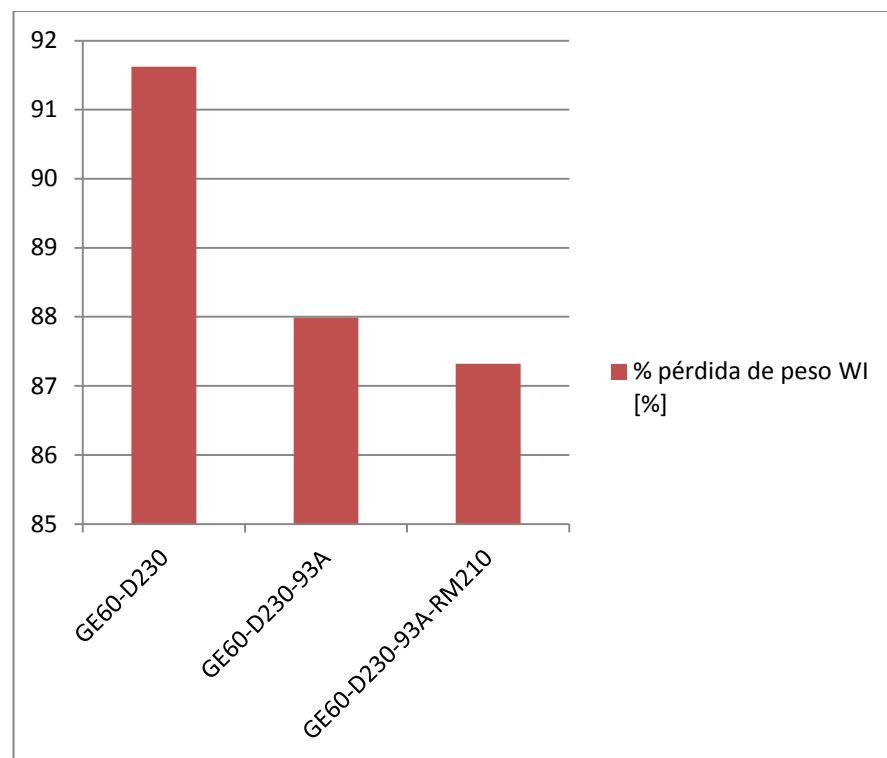
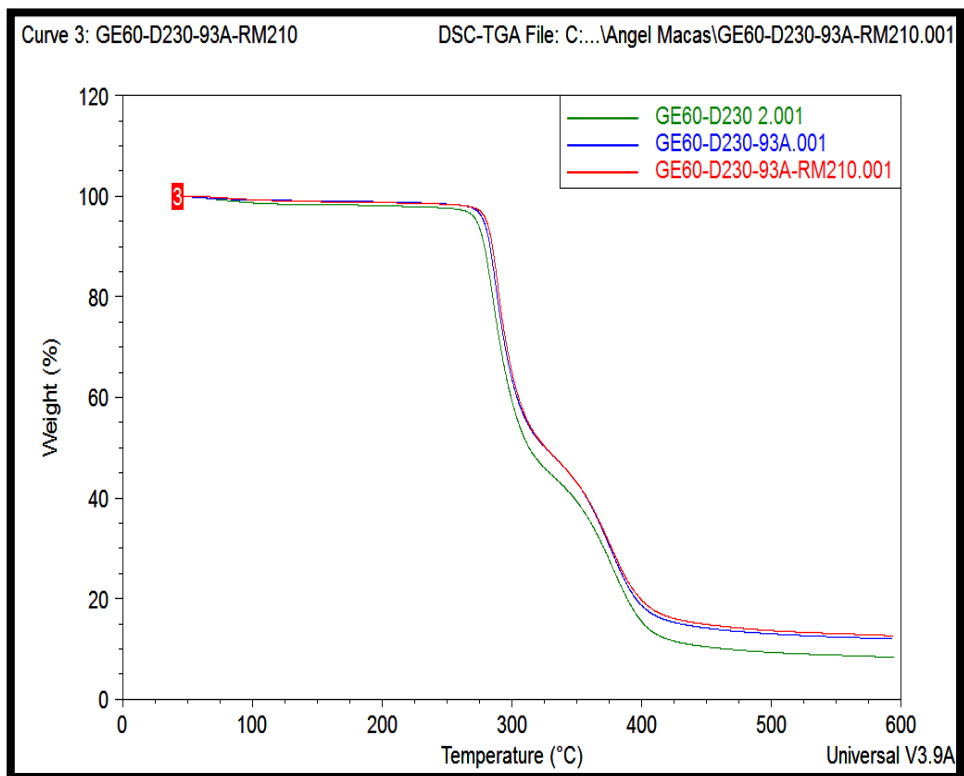


FIGURA 4.23. GRÁFICO PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO CURADO CON D230

La pérdida de peso se retrasó debido a la presencia de arcilla e inhibidor mejorar propiedades térmicas.



**FIGURA 4.24. SUPERPOSICIÓN DE TERMOGRAMAS
DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA GE60-D230-93A-RM210**

La Figura 4.24. Indica la mejoría en el retardo de llama al agregar nano partículas.

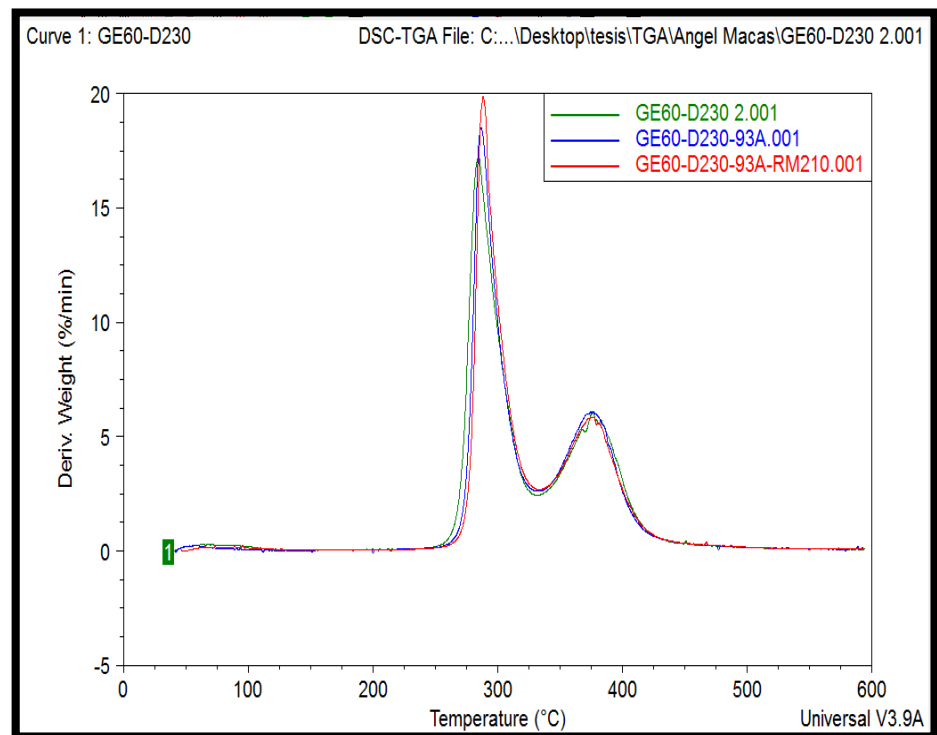


FIGURA 4.25. SUPERPOSICIÓN DE TERMOGRAMAS DERIVADA DE DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA GE60-D230-93A-RM210

En la figura 4.25. El pico comprendido entre 290°C y 300°C aumenta conforme se agrega la arcilla y el inhibidor de corrosión mientras que en el segundo pico comprendido entre 350°C y 400°C son similares.

Análisis compuesto GE60-T403-93A-RM210

TABLA 18
TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PÉRDIDA DE PESO
GE60-T403-93A-RM210

COMPUESTO	Temperatura de Descomposición [°C]	pérdida de peso total [%]	Pérdida de peso a 375°C
GE60-T403	278,68	87,9	30,23
GE60-T403-93A	272,08	83,76	33,35
GE60-T403-93A-RM210	280,62	89,36	31,74

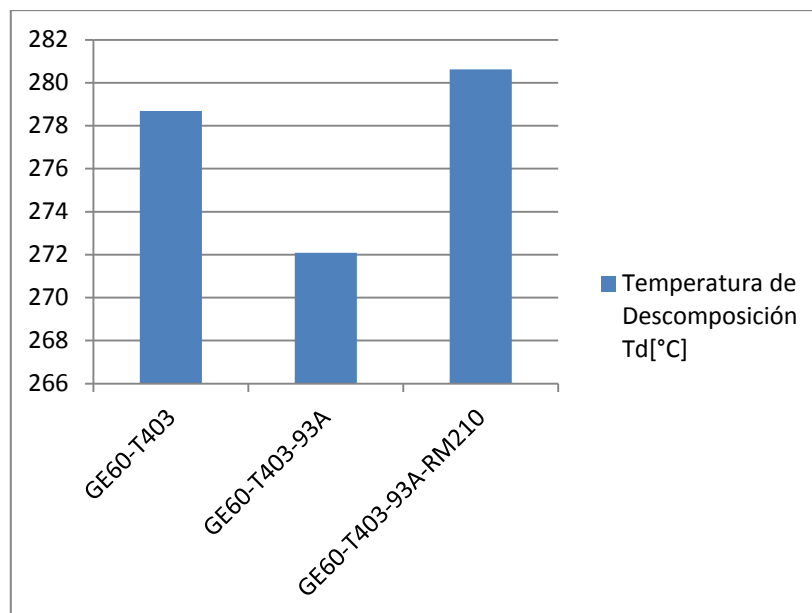


FIGURA 4.26. GRÁFICO TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN CURADO CON T403

En este compuesto al agregar arcilla no hay mejoría pero con el inhibidor de corrosión este aumenta su temperatura de descomposición casi similar al Nanocompuesto que no contiene ninguna partícula en su matriz, esto se debe a la gran cantidad de amina que se debe utilizar para el curado.

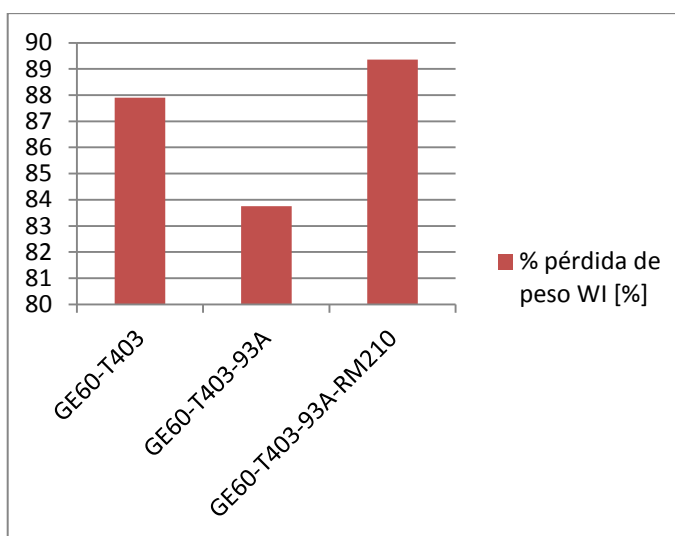
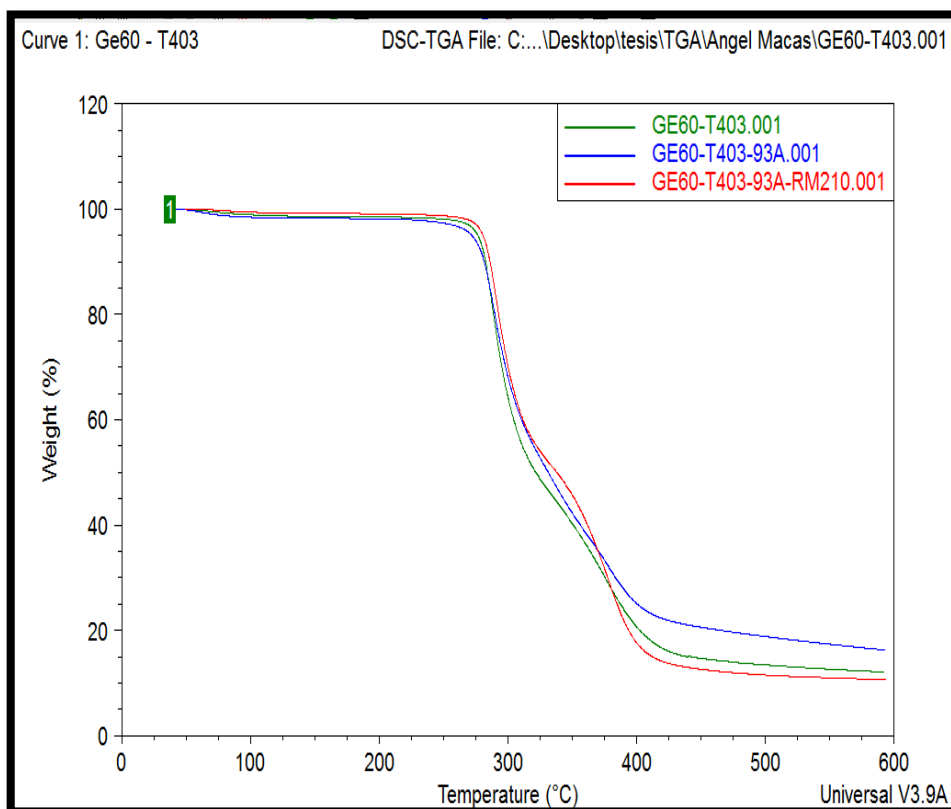


FIGURA 4.27. GRÁFICO PORCENTAJE PÉRDIDA DE PESO CURADO CON T403

En la Figura 4.27. Se encontró mejoría en la pérdida de peso al agregar arcillas, si se agrega inhibidor no se encuentra mejoría en sus propiedades térmicas.



**FIGURA 4.28. SUPERPOSICIÓN DE TERMOGRAMAS
DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA GE60-T403-93A-RM210**

En la gráfica el compuesto que tiene inhibidor presenta mejores propiedades que las demás hasta 380°C, después su pérdida de peso es mayor debido a la humedad ligada de cristalización en el inhibidor.

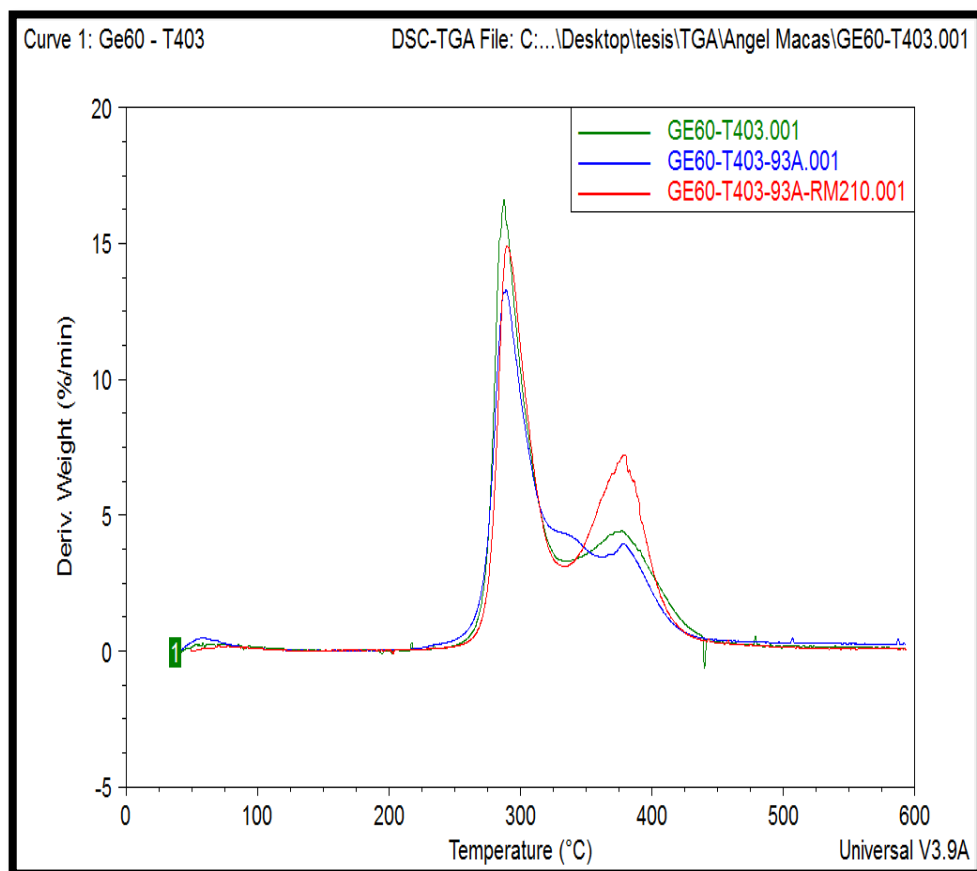


FIGURA 4.29. SUPERPOSICIÓN DE TERMOGRAMAS DERIVADA DE DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA GE60-T403-93A-RM210

En la figura 4.29. El inhibidor no aumenta el pico comprendido entre 280°C y 300°C, pero en el segundo pico entre 350°C y 400°C aumenta considerablemente.

Análisis compuesto GE60-TETA-93A-RM210

TABLA 19
TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PÉRDIDA DE PESO
GE60-TETA-93A-RM210

COMPUESTO	Temperatura de Descomposición [°C]	Pérdida de peso total [%]	Pérdida de peso a 375[°C]
GE60-TETA	267,69	85,59	70.01
GE60-TETA-93A	254,79	86,89	67.25
GE60-TETA-93A-RM210	262,21	81,89	65.13

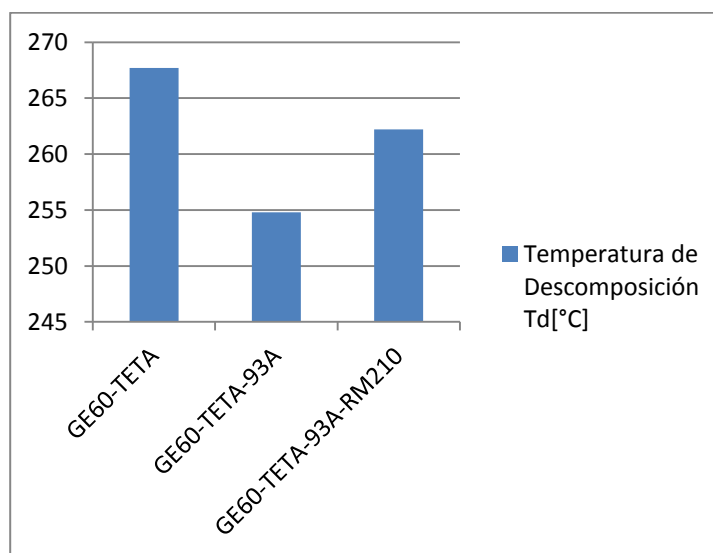
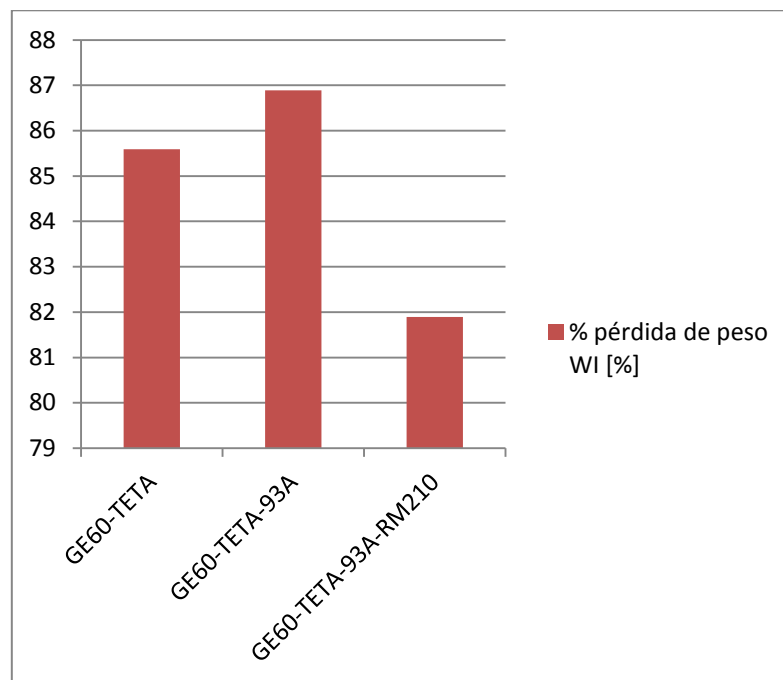


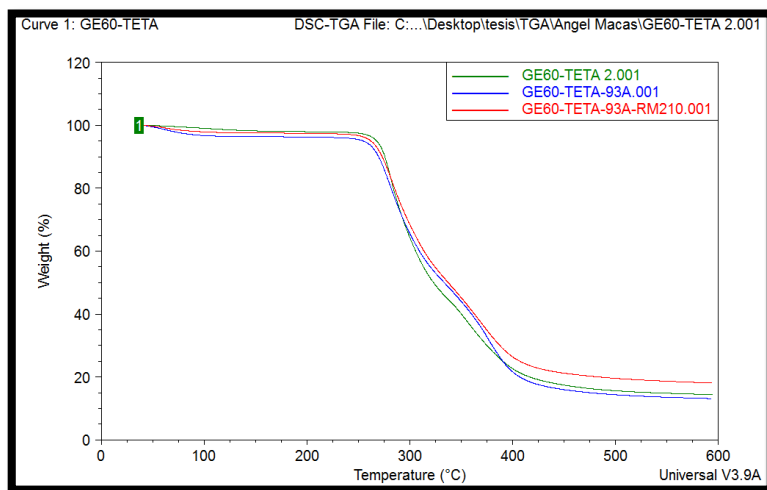
FIGURA 4.30. GRÁFICO TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN
CURADO CON TETA

La temperatura de descomposición, el retardo de llama no mejora al agregar arcillas e inhibidor de corrosión.



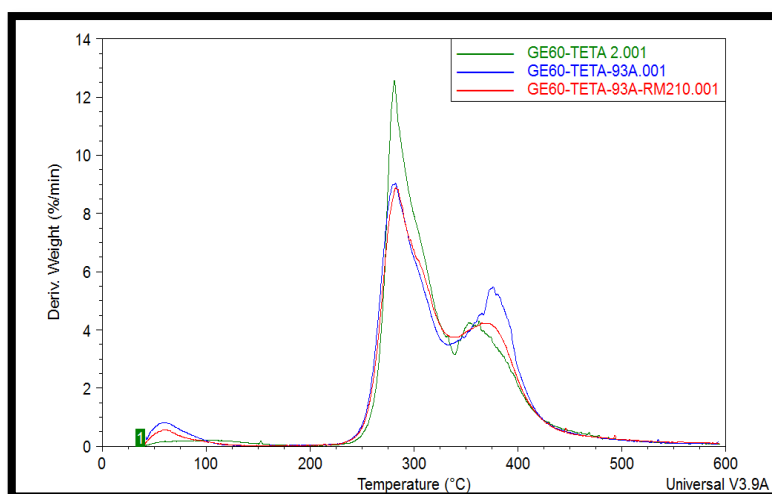
**FIGURA 4.31. GRÁFICO PORCENTAJE PÉRDIDA DE PESO
CURADO CON TETA**

Al agregar arcillas la mejoría es muy pequeña mientras que al agregar inhibidor disminuye por lo cual no hay mejoría en sus propiedades térmicas.



**FIGURA 4.32. SUPERPOSICIÓN DE TERMOGRAMAS
DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA GE60-TETA-93A-RM210**

El inhibidor de corrosión desde los 280°C desplaza las curvas se encontró menos pérdida de peso ver figura 4.32.



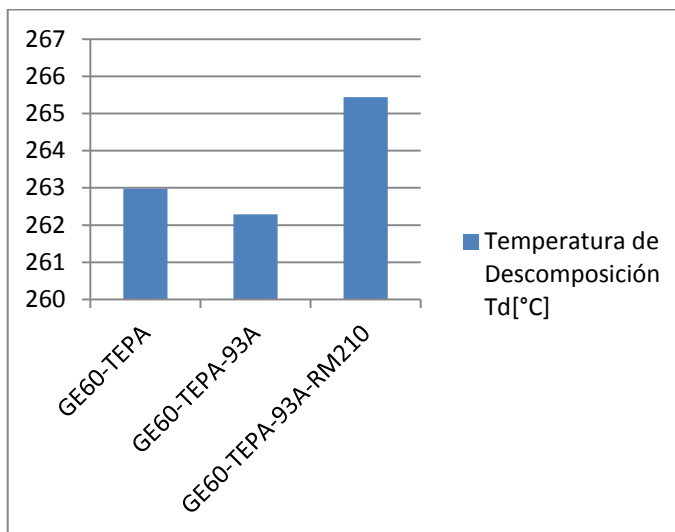
**FIGURA 4.33. SUPERPOSICIÓN DE TERMOGRAMAS DERIVADA
DE DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA GE60-TETA-93A-RM210**

En la Figura 4.33. En el pico comprendido entre 280°C y 300°C hay una mayor pérdida de peso en la resina curada con amina. Mientras que al agregar arcilla disminuye, en el segundo pico aumenta la pérdida de masa en el compuesto que solo contiene arcilla.

Análisis compuesto GE60-TEPA-93A-RM210

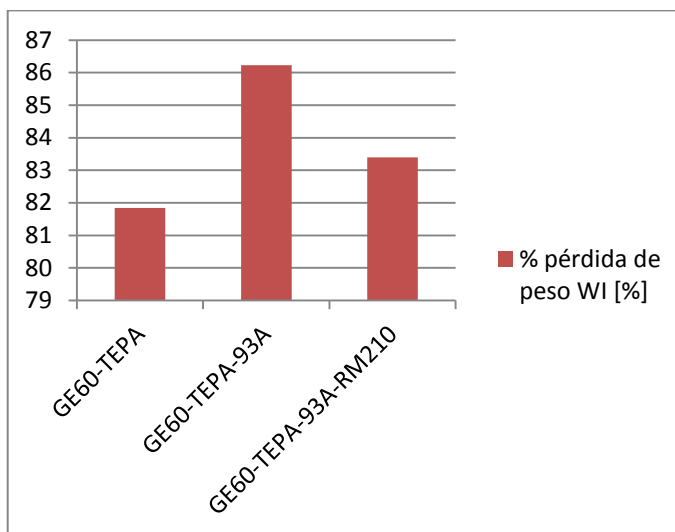
TABLA 20
TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PÉRDIDA DE PESO
GE60-TEPA-93A-RM210

COMPUESTO	Temperatura de Descomposición [°C]	Pérdida de peso total [%]	Pérdida de peso a 375[°C]
GE60-TEPA	262,98	81,84	33,83
GE60-TEPA-93A	262,29	86,23	33.03
GE60-TEPA-93A-RM210	265,44	83,4	36,10



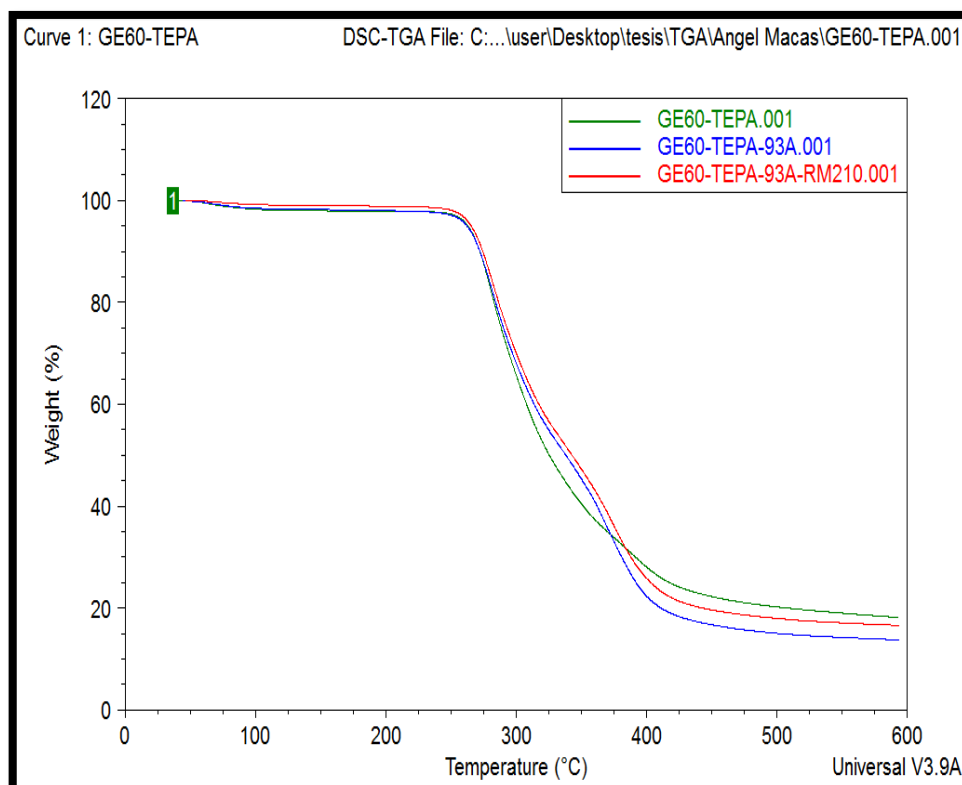
**FIGURA 4.34. GRÁFICO TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN
CURADO CON TEPA**

En la Figura 4.34. Se observó que el inhibidor de corrosión aumenta la temperatura de descomposición por lo cual mejora esta característica.



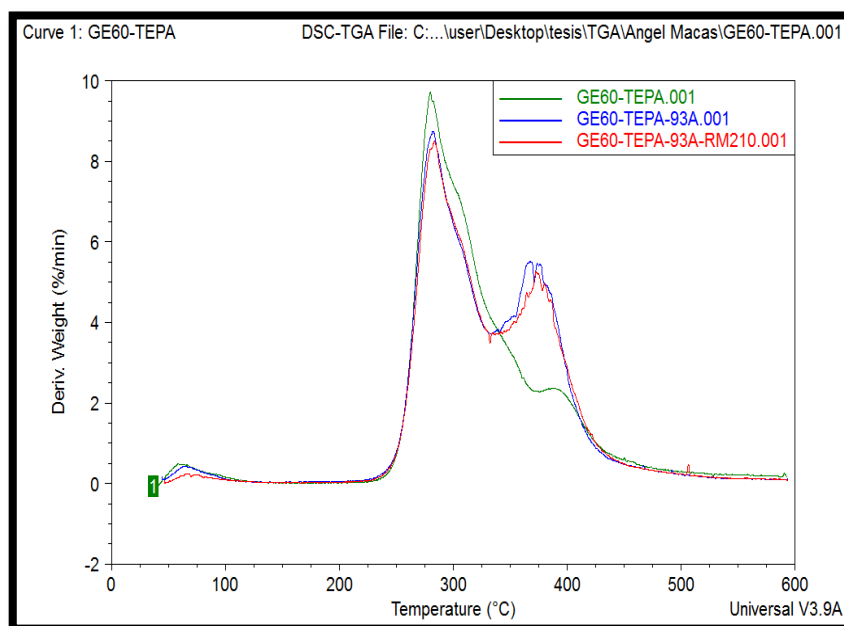
**FIGURA 4.35. GRÁFICO PORCENTAJE PÉRDIDA DE PESO
CURADO CON TEPA**

La mayor pérdida de peso la presento en el compuesto con arcillas e inhibidor por lo cual la mejora en las propiedades térmicas es muy pequeña.



**FIGURA 4.36. SUPERPOSICIÓN DE TERMOGRAMAS
DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA GE60-TEPA-93A-RM210**

En la figura 4.36. Hasta 380°C la arcilla e inhibidor muestran un buen comportamiento térmico después este decae debido a la acumulación de agua ligada a la estructura.



**FIGURA 4.37. SUPERPOSICIÓN DE TERMOGRAMAS DERIVADA
DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA GE60-TEPA-93A-RM210**

En la figura 4.37. El pico entre 280°C y 300 °C el que mayor pérdida de peso es la GE60-TEPA mientras que los que contienen arcilla e inhibidor de corrosión aumentan la pérdida de peso en el segundo pico.

Análisis de resultados Termogravimetría

Según los resultados la arcilla e inhibidor mejoraron notablemente las propiedades térmicas del compuesto GE60-D230, mientras que acrecienta la pérdida de peso en los compuestos GE60-EDR148,

GE60-EDR176 y GE60-TETA. En el compuesto GE60-T403, GE60-TEPA, mantienen sus mismas características térmicas.

4.4 Ensayo Difractometría de rayos X (XRD)

Para los ensayos de difractometría de rayos X se determinó si al agregar arcillas e inhibidor estos se exfoliaron, intercalaron o se asentaron por medio de graficas según la ley de BRAGG, estos tipos de nanocompuestos se los averigua por picos de la gráfica en el caso del asentamiento la forma de determinarlo es analizar las dos caras de la probeta.

Análisis compuesto GE60-EDR148-93A-RM210

El compuesto GE60-EDR148 no presentó picos por ser una estructura uniforme debido a que no se agregó ningún elemento en su matriz interior ver Figura 4.38. Al incorporar arcillas según las gráficas mostradas en la Figura 4.39 y 4.40 presentó un pico en la cara 1 y en la cara 2 respectivamente por este motivo la arcilla esta intercalada, al agregar inhibidor a la mezcla la gráfica presentada en la Figura 4,41 y 4,42 no obtuvo picos por lo cual el inhibidor mejora el nanocompuesto y produjo exfoliación.

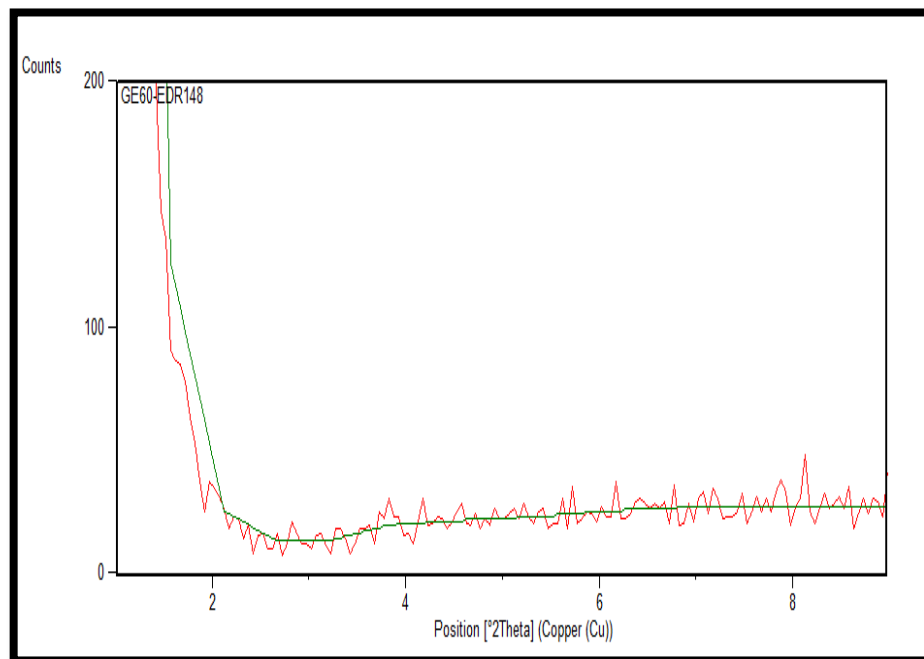


FIGURA 4.38. DIFRACTOGRAMA GE60-EDR148

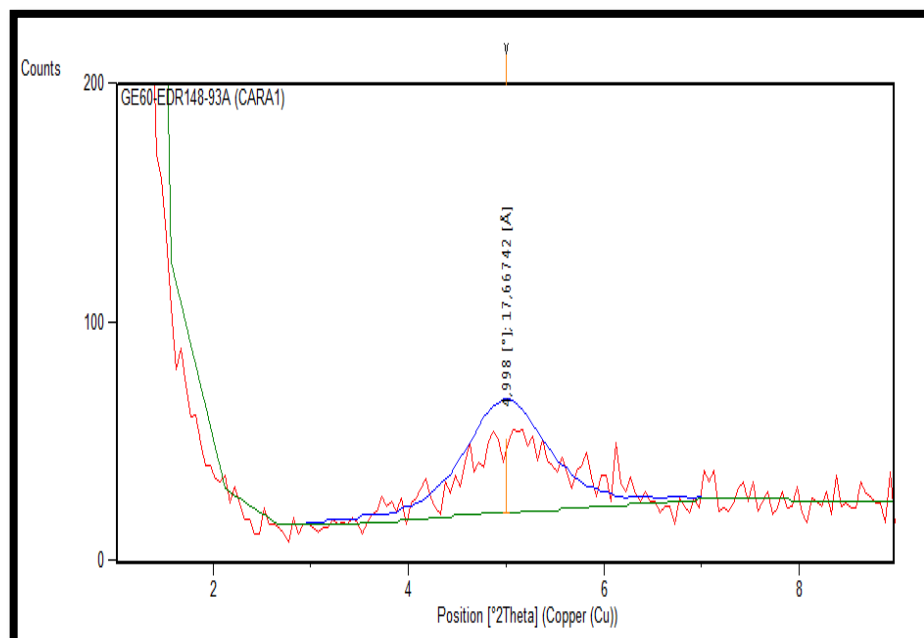


FIGURA 4.39. DIFRACTOGRAMA GE60-EDR148-93A (CARA1)

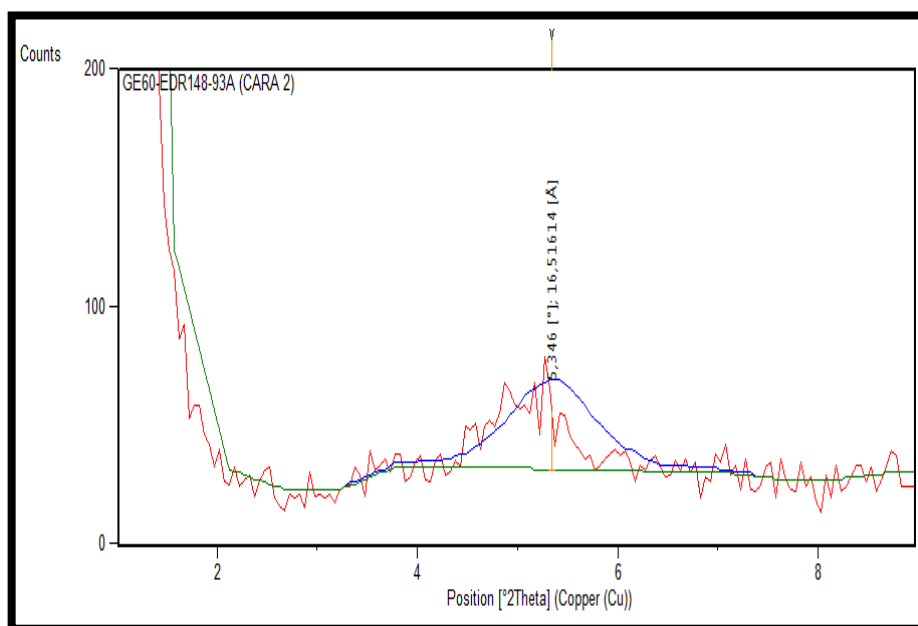
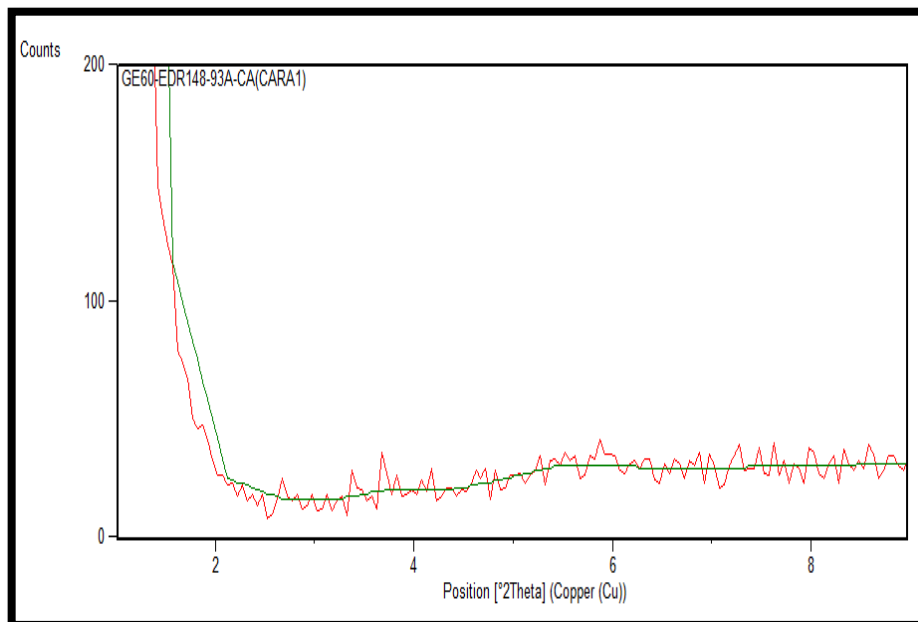
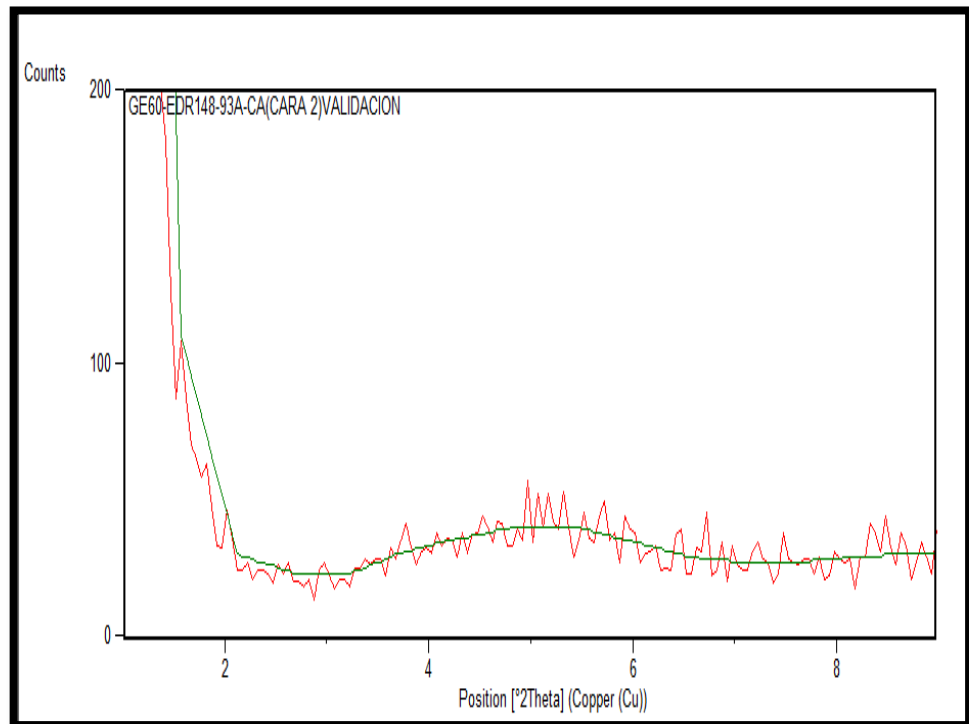


FIGURA 4.40. DIFRACTOGRAMA GE60-EDR148-93A (CARA2)



**FIGURA 4.41. DIFRACTOGRAMA GE60-EDR148-93A-RM210
(CARA1)**



**FIGURA 4.42. DIFRACTOGRAMA GE60-EDR148-93A-RM210
(CARA2)**

Análisis GE60-EDR176-93A-RM210

En la Figura 4.43. GE60-EDR176 no presentó picos. Al agregar acillas según la Figura 4.44. No se obtuvo un pico en la cara 1, en la cara 2 mostrado en la Figura 4.45. Hay un pico por lo cual la arcilla está asentada. Al agregar inhibidor de corrosión según las Figuras 4.46. y 4.47. no hay picos esto indica que el inhibidor mejora el asentamiento del nanocompuesto y produjo exfoliación.

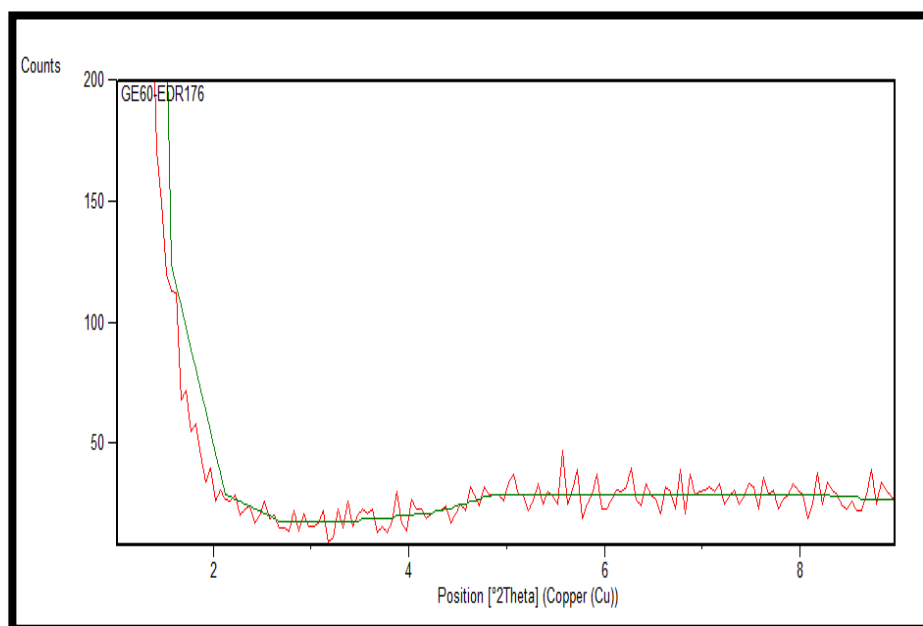


FIGURA 4.43. DIFRACTOGRAMA GE60-EDR176

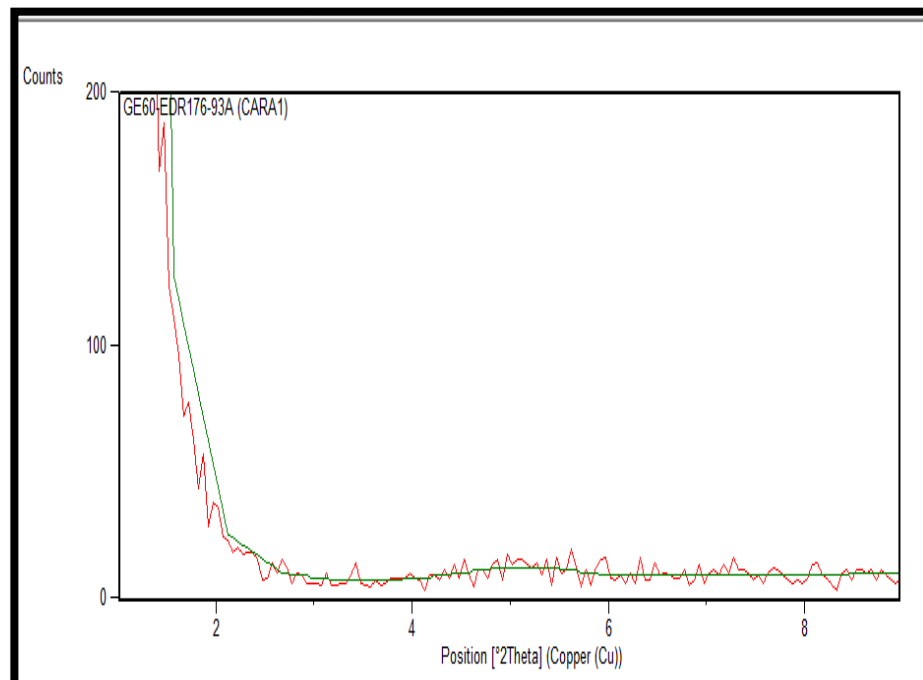


FIGURA 4.44. DIFRACTOGRAMA GE60-EDR176-93A (CARA 1)

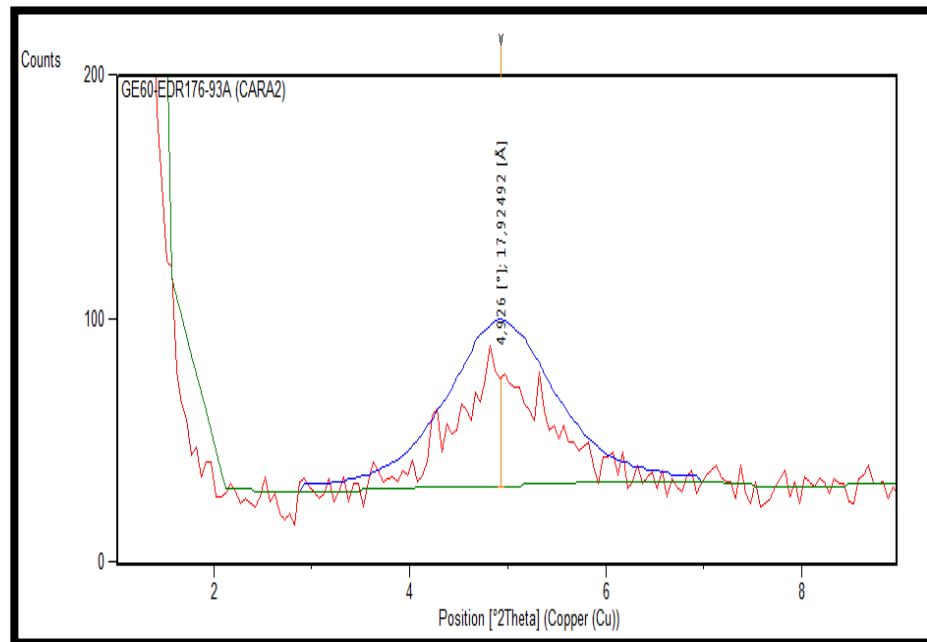
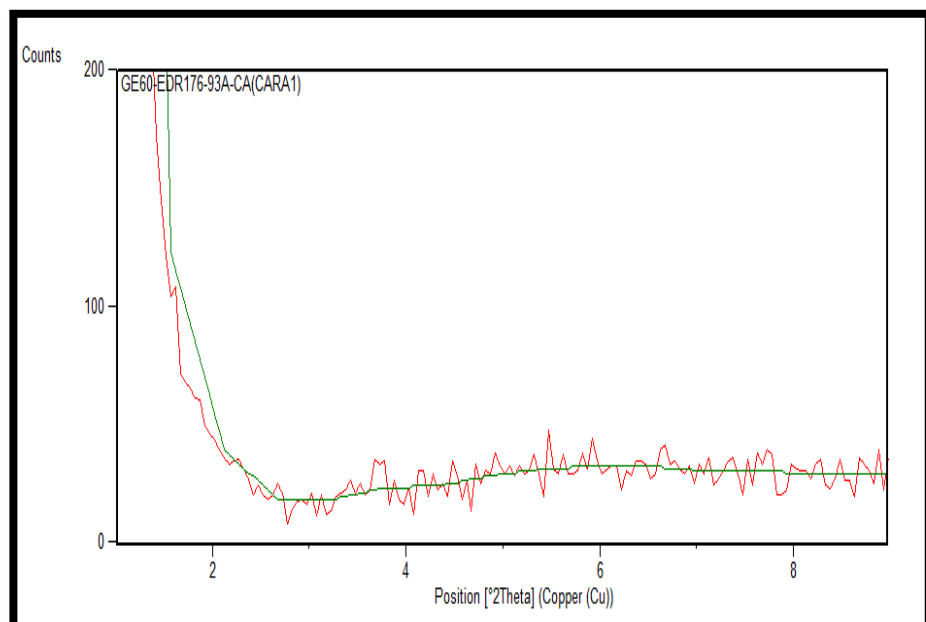
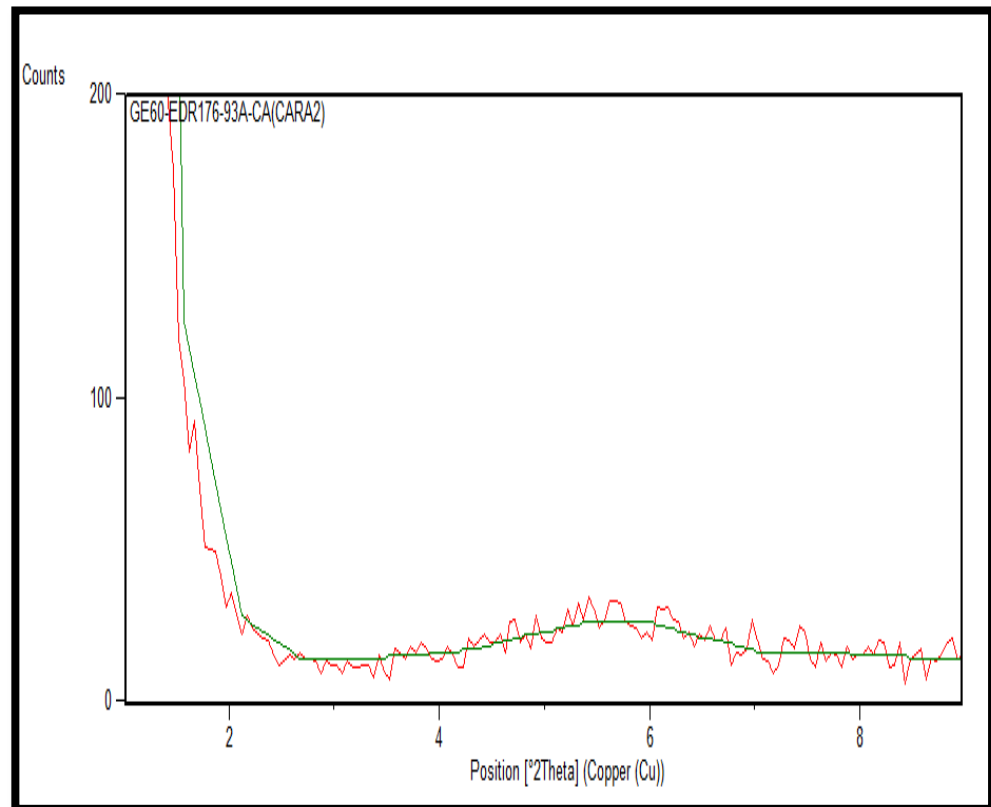


FIGURA 4.45. DIFRACTOGRAMA GE60-EDR176-93A (CARA 2)



**FIGURA 4.46. DIFRACTOGRAMA GE60-EDR176-93A-RM210
(CARA 1)**



**FIGURA 4.47. DIFRACTOGRAMA GE60-EDR176-93A-RM210
(CARA 2)**

Análisis GE60-D230-93A-RM210

En la Figura 4.48. GE60-D230 no presentó picos. Al agregar acillas según la figura 4.49. Si se encontró un pico en la cara 1, en la cara 2 de la figura 4.50. hay un pico esto es consecuencia de la intercalación de la arcilla. El inhibidor según de la Figura 4.51. y 4,52. si presenta picos quiere decir que el nanocompuesto sigue intercalado.

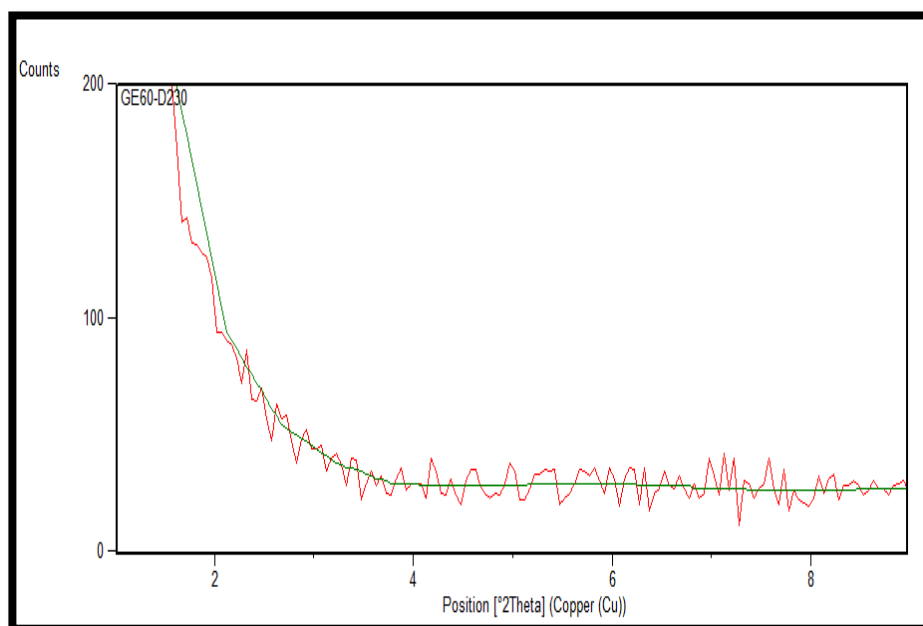


FIGURA 4.48. DIFRACTOGRAMA GE60-D230

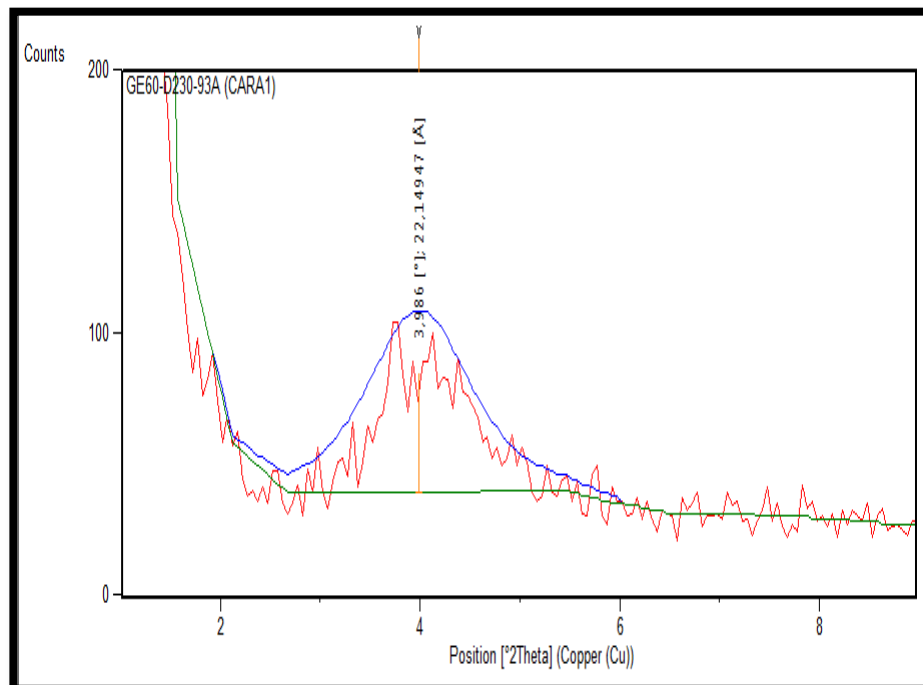


FIGURA 4.49. DIFRACTOGRAMA GE60-D230-93A (CARA 1)

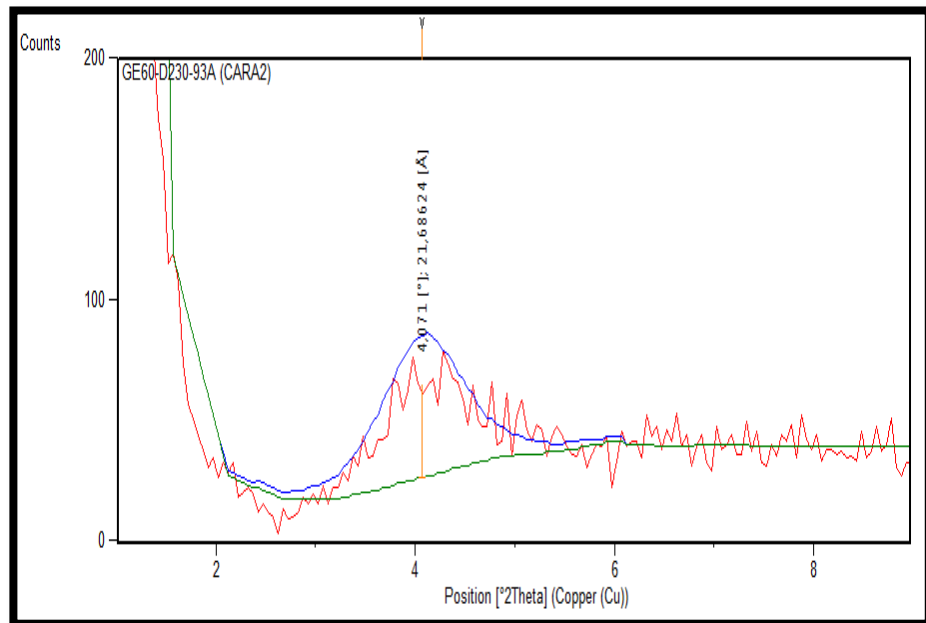
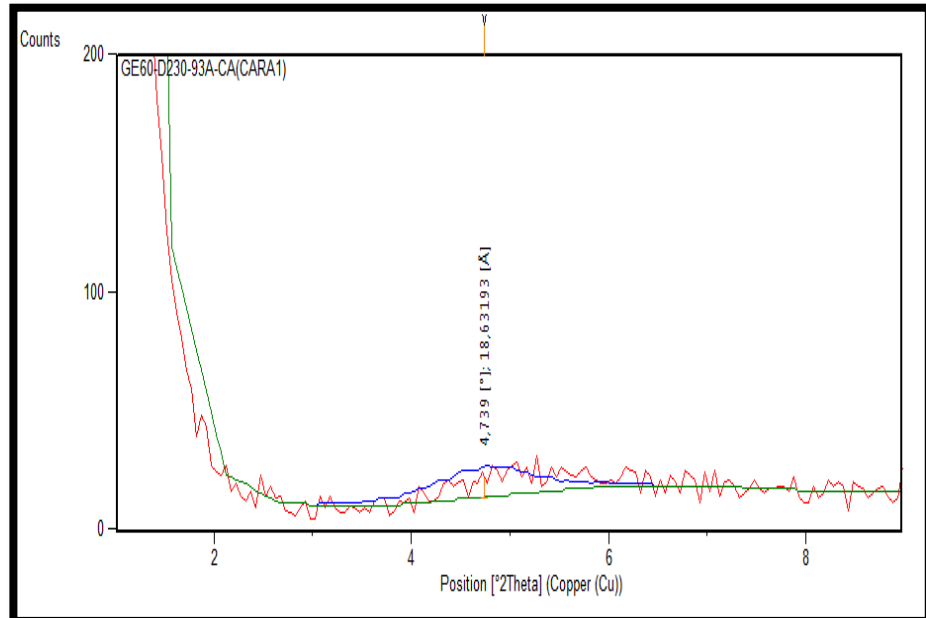
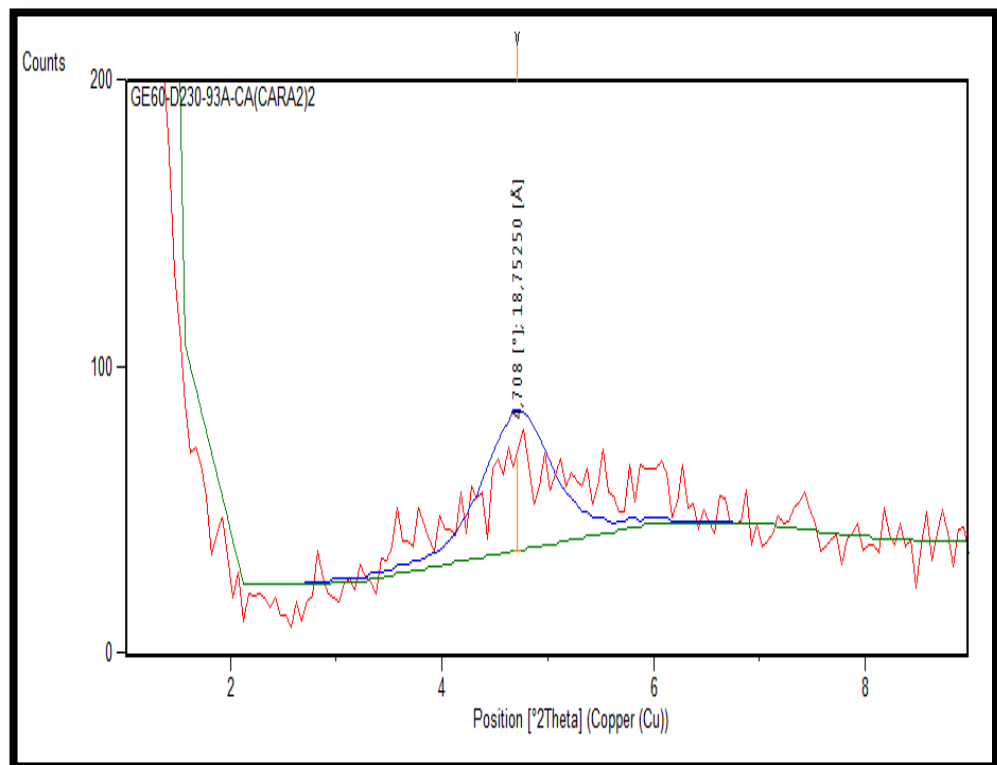


FIGURA 4.50. DIFRACTOGRAMA GE60-D230-93A (CARA 2)



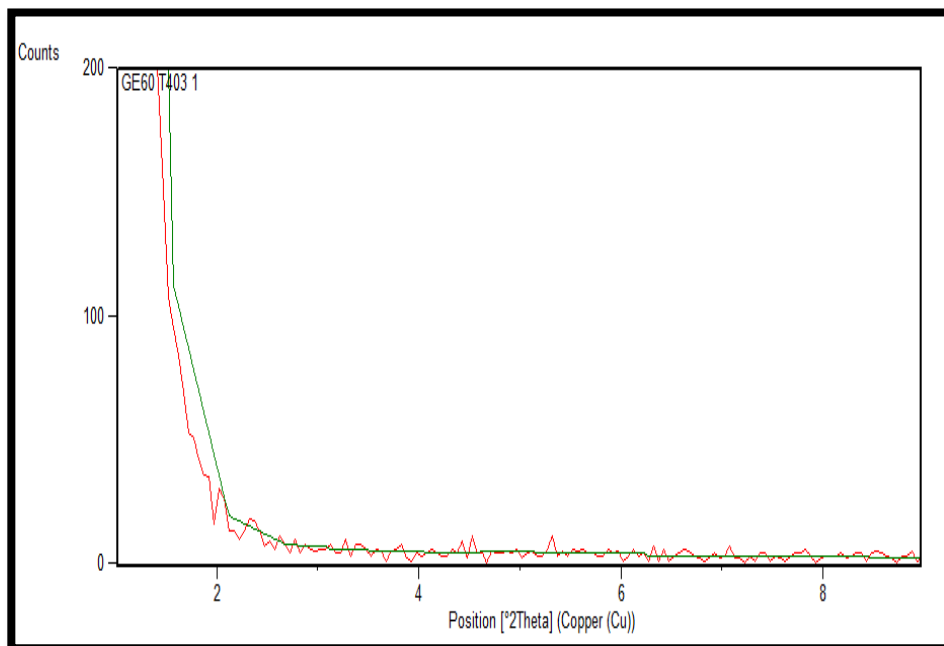
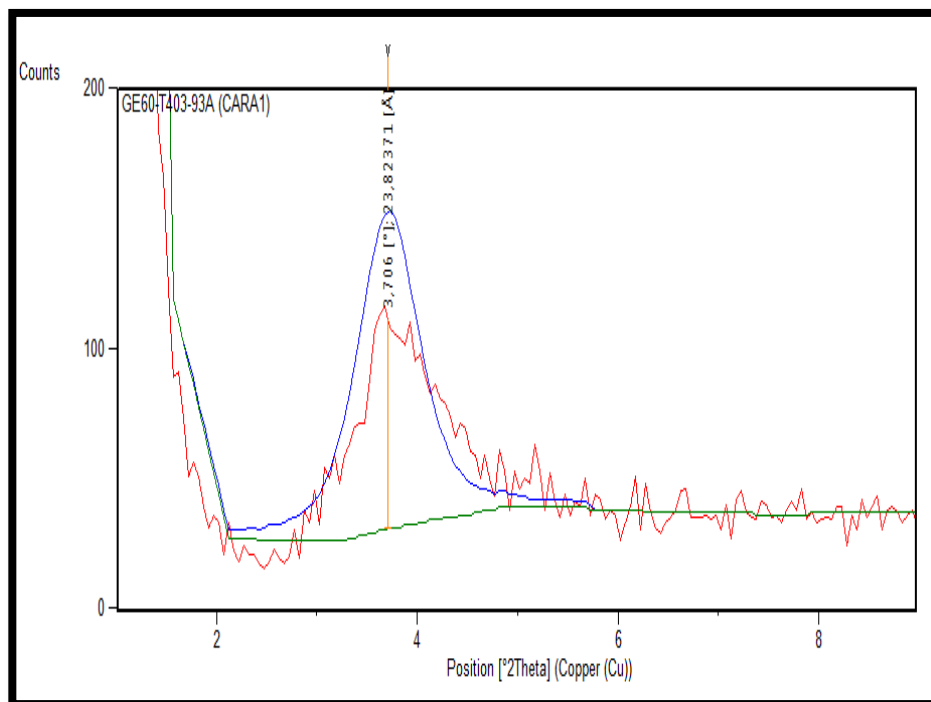
**FIGURA 4.51. DIFRACTOGRAMA GE60-D230-93A-RM210
(CARA1)**



**FIGURA 4.52. DIFRACTOGRAMA GE60-D230-93A-RM210
(CARA2)**

Análisis GE60-T403-93A-RM210

En la Figura 4.53. GE60-T403 no presentó picos. Al agregar acillas el difractograma de Figura 4.54. Si presenta un pico en la cara 1, en la cara 2 de la Figura 4.55. si hay un pico esto se debe a la intercalación del nanocompuesto. El inhibidor más arcilla de la Figura 4.56. y 4.57. no muestra picos esto quiere decir que el nanocompuesto está exfoliado.

**FIGURA 4.53. DIFRACTOGRAMA GE60-T403****FIGURA 4.54. DIFRACTOGRAMA GE60-T403-93A (CARA 1)**

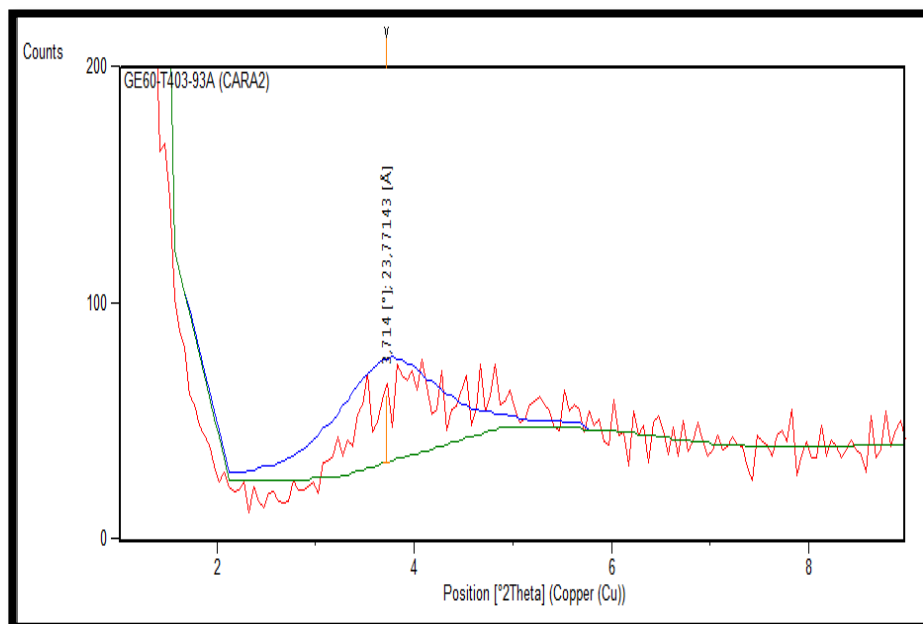


FIGURA 4.55. DIFRACTOGRAMA GE60-T403-93A (CARA 2)

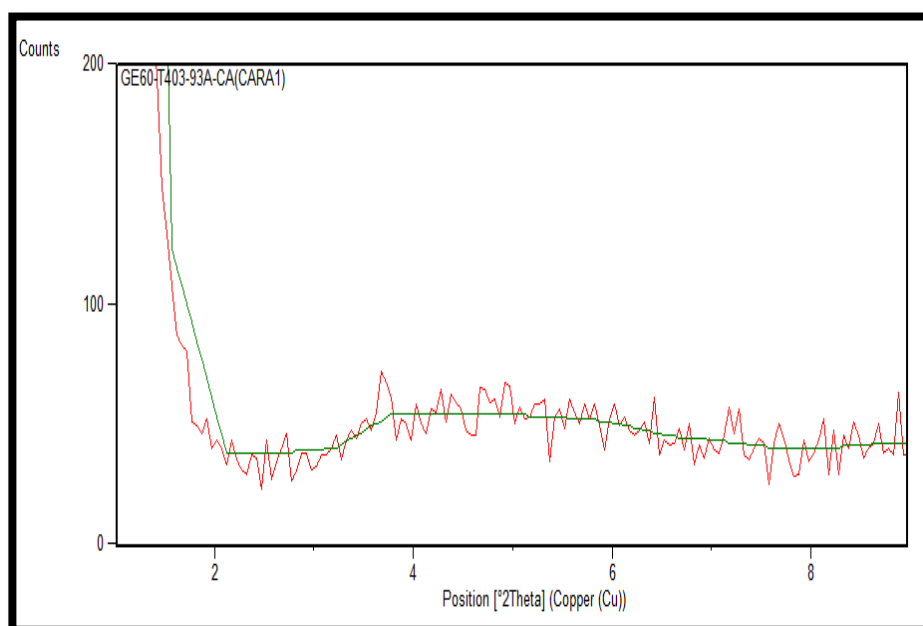
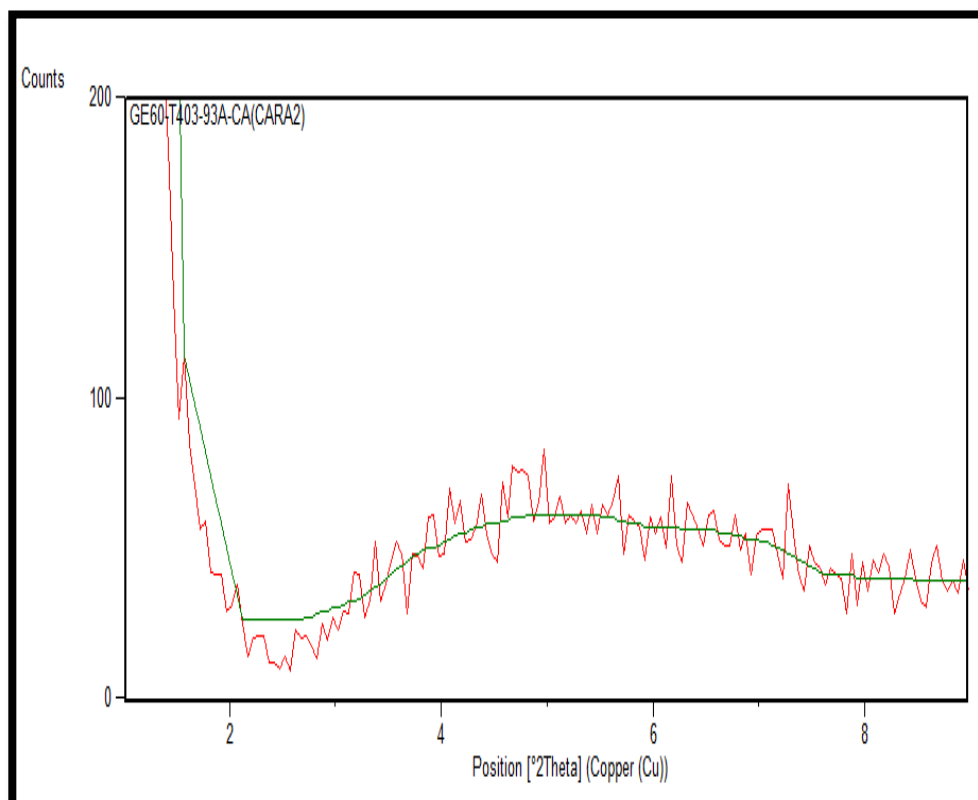


FIGURA 4.56. DIFRACTOGRAMA GE60-T403-93A-RM210 (CARA1)



**FIGURA 4.57. DIFRACTOGRAMA GE60-T403-93A-RM210
(CARA 2)**

Análisis GE60-TETA-93A-RM210

En la Figura 4.58. GE60-TETA no presenta picos. Al agregar acillas el difractograma de Figura 4.59. y 4.60. se encuentra exfoliado. El inhibidor más arcilla de la Figura 4.61. y 4.62. no muestra picos esto quiere decir que el nanocompuesto está exfoliado.

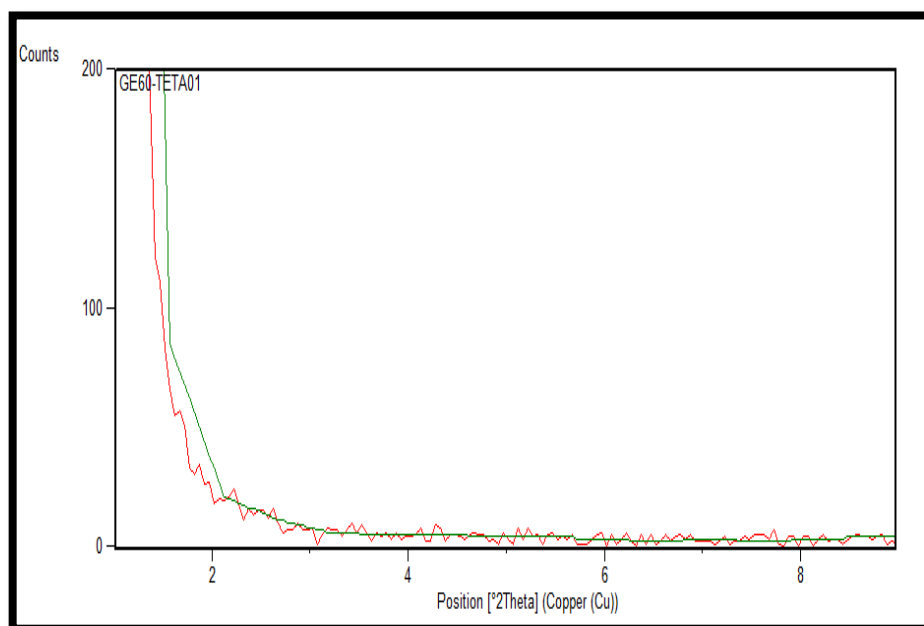


FIGURA 4.58. DIFRACTOGRAMA GE60-TETA

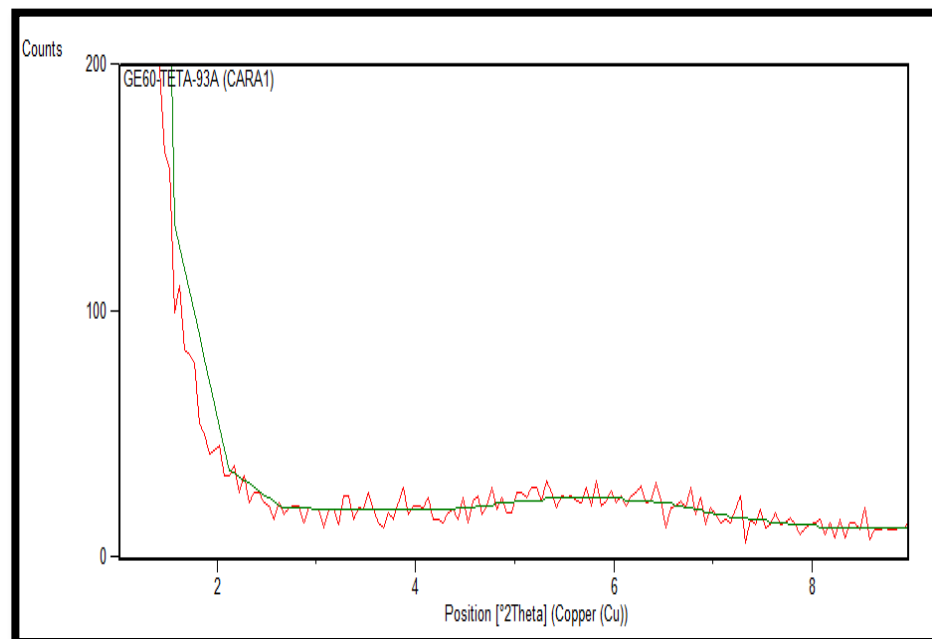


FIGURA 4.59. DIFRACTOGRAMA GE60-TETA-93A (CARA1)

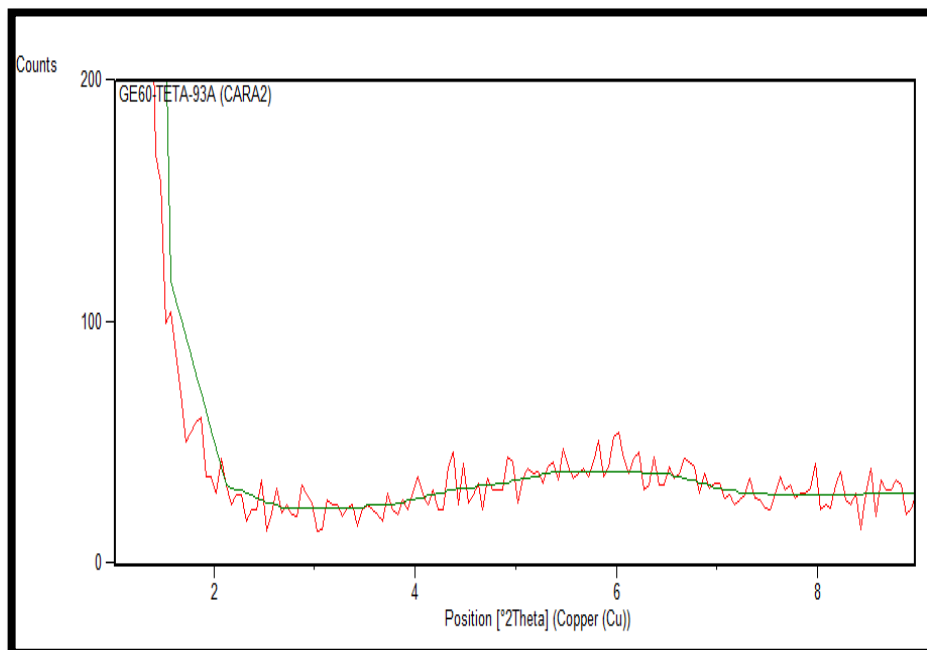


FIGURA 4.60. DIFRACTOGRAMA GE60-TETA-93A (CARA2)

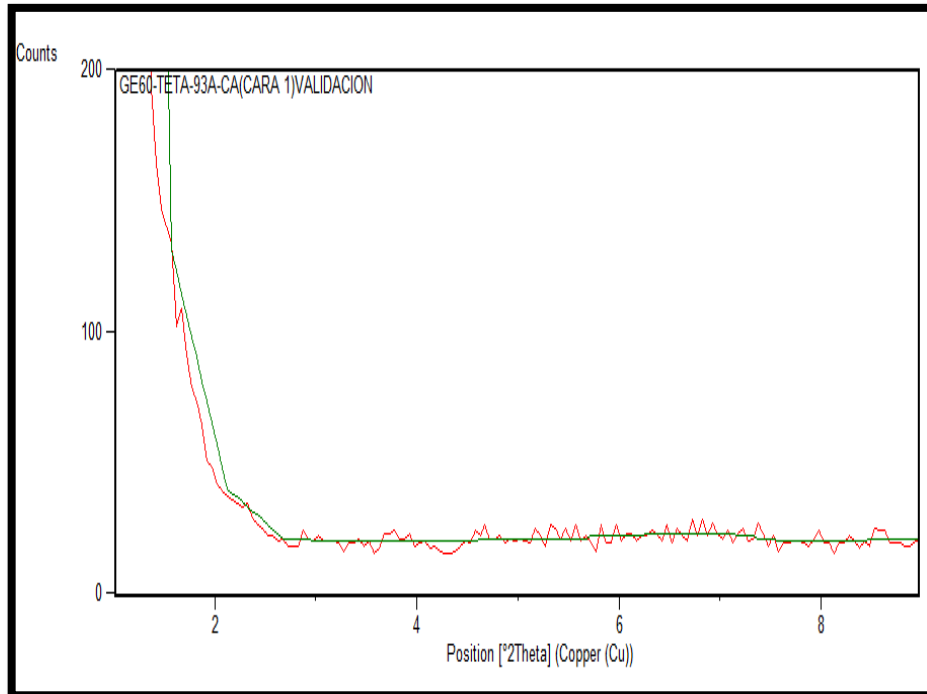
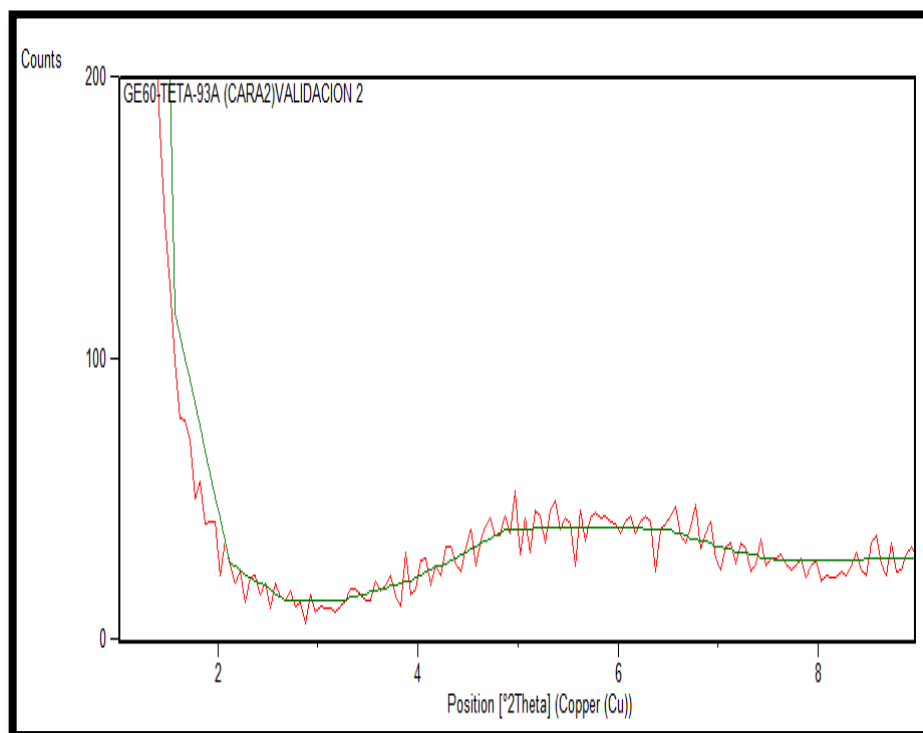


FIGURA 4.61. DIFRACTOGRAMA GE60-TETA-93A-RM210 (CARA1)



**FIGURA 4.62. DIFRACTOGRAMA GE60-TETA-93A-RM210
(CARA2)**

Análisis GE60-TEPA-93A-RM210

En la Figura 4.63. GE60-TEPA no presenta picos. Al agregar acillas según la Figura 4.64. y 4.65. se encuentra exfoliado. El inhibidor según el difractograma de las Figuras 4.66. y 4.67. no muestra picos esto quiere decir que el nanocompuesto está exfoliado.

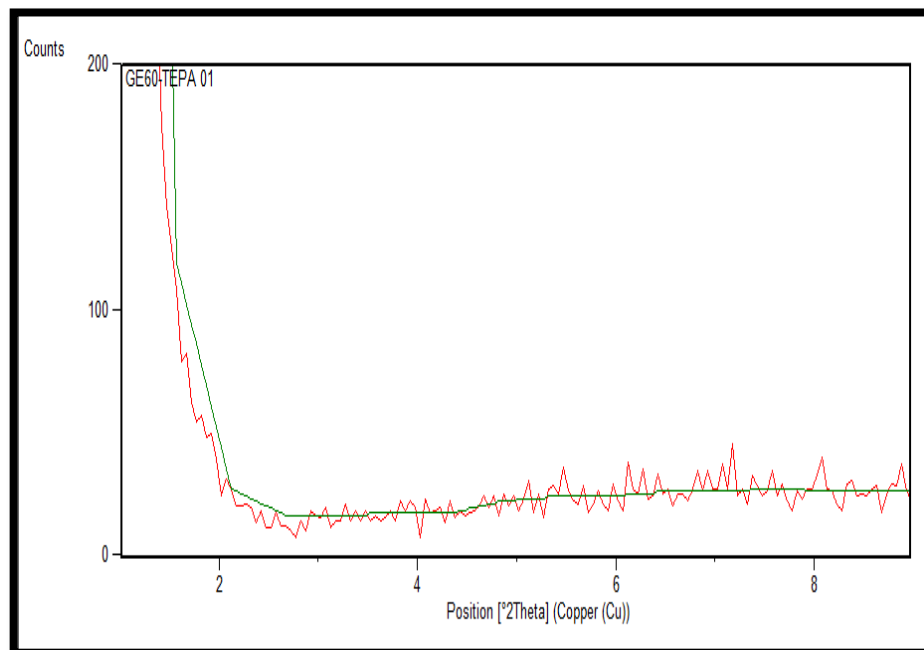


FIGURA 4.63. DIFRACTOGRAMA GE60-TEPA

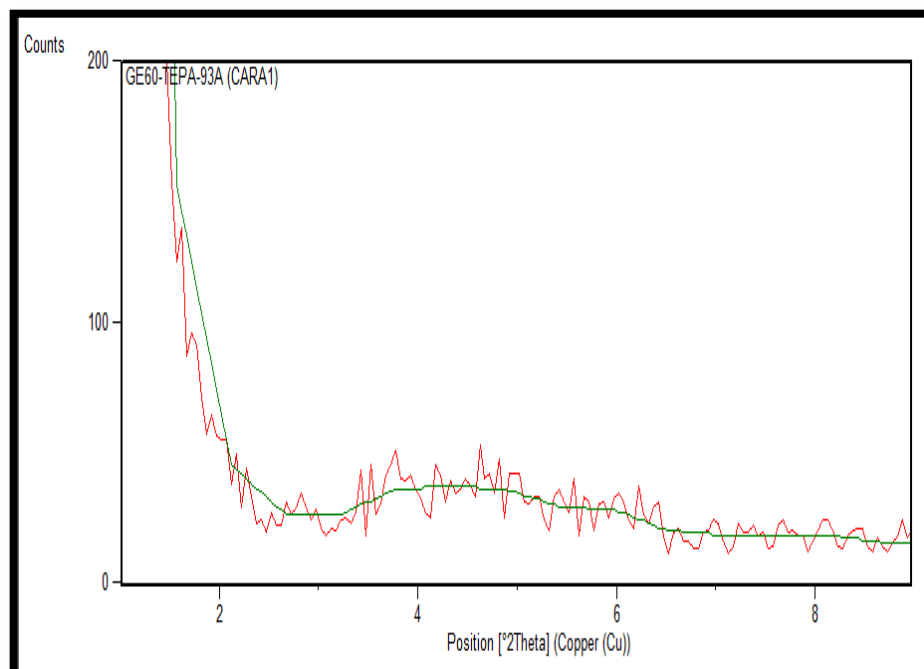


FIGURA 4.64. DIFRACTOGRAMA GE60-TEPA-93A (CARA1)

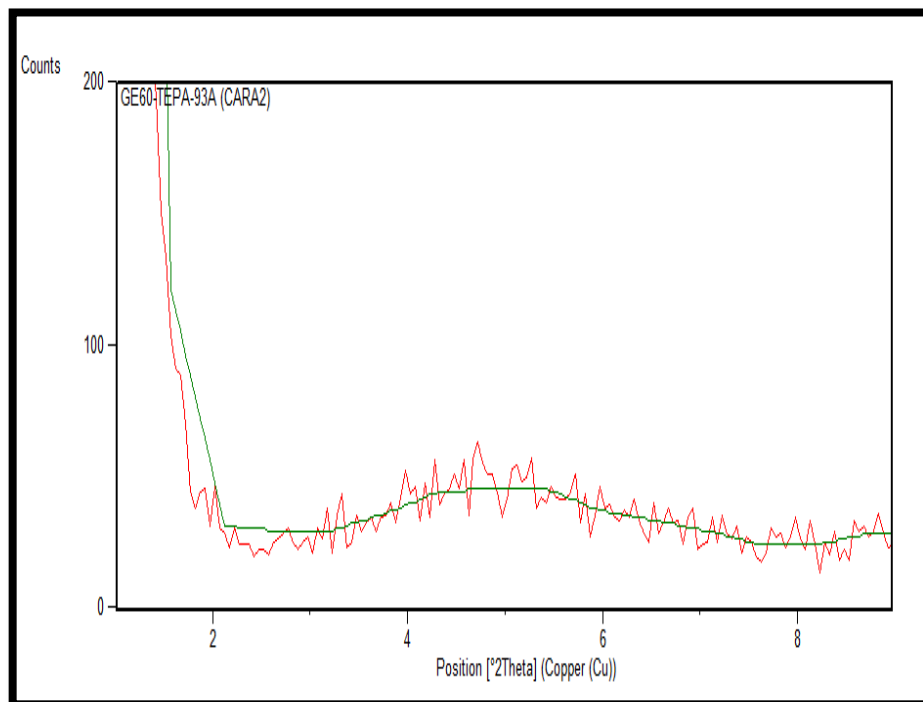


FIGURA 4.65. DIFRACTOGRAMA GE60-TEPA-93A (CARA2)

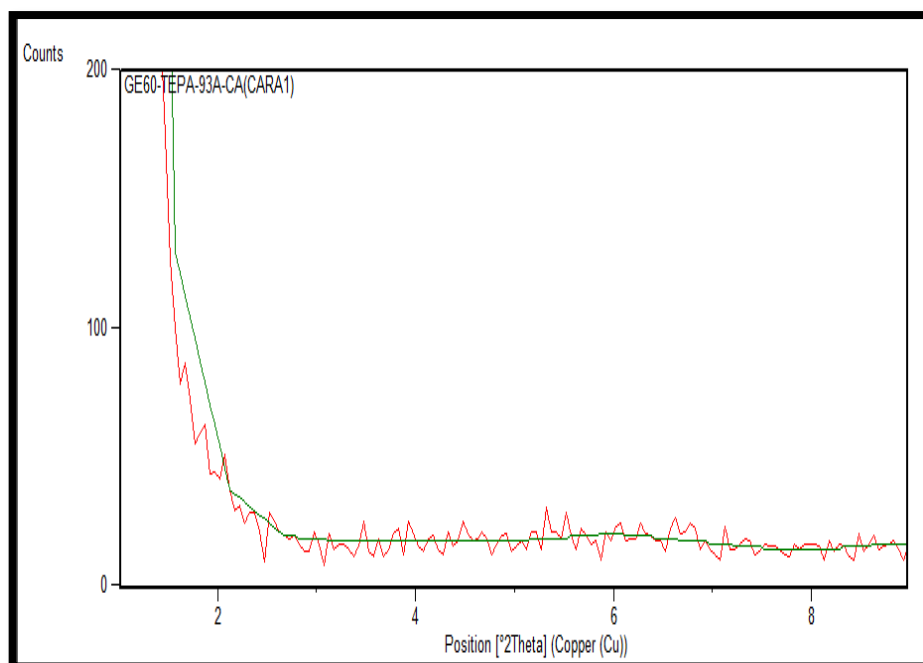


FIGURA 4.66. DIFRACTOGRAMA GE60-TEPA-93A-RM210 (CARA1)

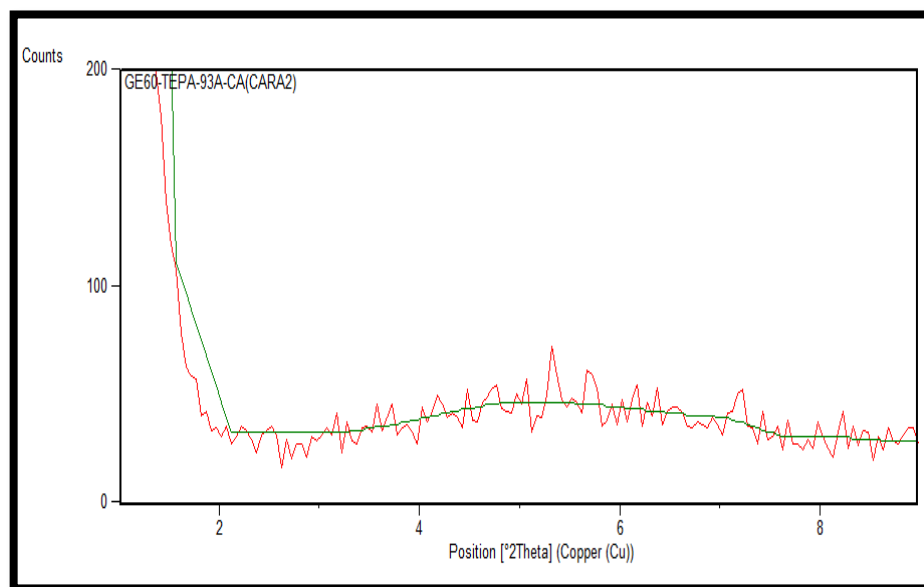


FIGURA 4.67. DIFRACTOGRAMA GE60-TEPA-93A-RM210 (CARA2)

TABLA 21

CURADOS INTENSIDADES XRD Y DIFUSIÓN EN AGUA

CURADO	XRD(A°)		DIFUSIÓN EN AGUA (cm ² /h)	
	arcilla	arcilla+inhibidor		
EDR148	-	17,66	3,34x10 ⁻⁵	
EDR176	-	17,92	2,72 x10 ⁻⁵	
D230	-	22,14	18,63	0,72 x10 ⁻⁵
T403	-	23,82	-	2,46 x10 ⁻⁵
TETA	-	-	-	9,23 x10 ⁻⁵
TEPA	-	-	-	9,21 x10 ⁻⁵

En la tabla 23 los curados con altas intensidades son T403 y D230 según los difractogramas y también en difusión presentan bajos coeficientes.

CAPÍTULO 5

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Conclusiones

- En base a los conceptos generales establecidos en la teoría de Flory-Rehner, no se obtuvieron los resultados esperados, porque en el cálculo de los porcentajes extraídos en los solventes presentan un valor negativo.
- Según los V_r calculados, no se puede concluir si al agregar nanoarcillas mejoran sus propiedades, es por ello que no se realizó las pruebas de hinchamiento para las resinas que contienen arcillas.
- Los coeficientes de difusión para los compuestos curados con D230 y T403 son muy elevados en Etanol, Dietil éter y Tolueno porque presentan mucha ganancia de peso, pero en agua disminuye este coeficiente debido a propiedades hidrofóbicas de las moléculas CH_3 en las aminas.

- En lo que corresponde a los nanocompuestos curados con aminas D230 y T403 sumergidos en THF se desintegran fácilmente incluso al agregar arcillas.
- Los compuestos curados con TETA en las pruebas de difusión tienen mejor comportamiento por presentar curvas con menores pendientes esto se verifica en las gráficas del compuesto sumergido en Etanol, Dietil Éter, THF y Tolueno pero en Agua obtuvo una elevada pendiente.
- Se encontró relación entre la estructura molecular de los compuestos y los solventes mediante las ganancias de pesos, esto se comprobó con elementos moleculares en común como los CH_3 , CH_2 los más frecuentes en las aminas y solventes, si hay presencia de este elemento en ambos es muy buena la relación entre ellos y por lo tanto su hinchamiento es mayor.
- Los resultados obtenidos indican que al agregar nanoarcillas mejora la dureza de dos compuestos la resina que son curadas con agente EDR148 y EDR176 por haber un cambio de más de 1% mientras que en las demás aminas no hubo un cambio notable en su dureza.
- Según los resultados de termogravimetría la arcilla e inhibidor mejoraron notablemente las propiedades térmicas del compuesto

GE60-D230, mientras que mejoraron la resistencia a la pérdida de peso a temperaturas elevadas en los compuestos GE60-EDR148, GE60-EDR176 y GE60-TETA.

- Los nanocompuesto GE60-T403 y GE60-TEPA, mantienen sus mismas características térmicas al agregar arcillas e inhibidor de corrosión.
- Al agregar arcillas en los compuestos curados con EDR148 produce intercalación, si se agrega inhibidor mejora y se produce exfoliación.
- Cuando se cura con amina EDR176 se produce asentamiento pero al agregar inhibidor se mejora este defecto y produjo exfoliación.
- Con la amina D230 al agregar arcillas e inhibidor de corrosión se produce intercalación.
- Con la amina T403 hay intercalación con arcilla, con inhibidor mejora y se produce exfoliación.
- Con la amina TETA al agregar arcilla e inhibidor su estructura se mantiene exfoliada.
- La amina TEPA al agregar arcillas e inhibidor mantiene su estructura exfoliada.

Recomendaciones

- Utilizar la debida protección durante todo el proceso de la investigación es una de las recomendaciones más importantes ya que al manipular estos compuestos puede causar efectos que afectan la salud humana y la investigación por ser un análisis nanotecnológico.
- Unos de los problemas más grandes al realizar la investigación fue tener humedades relativas elevadas que afecto a las pruebas de hinchamiento, los equipos utilizados para su control no abastecían en días de alta humedad y las pruebas se prolongaron.
- Para eliminar iones que cambian propiedades en las arcillas fue necesario realizar un lavado de arcillas, este defecto se lo pudo notar al realizar la difracción del componente y al compararlo con la del fabricante se encontró un desfase en su gráfica.
- Para el almacenamiento de las probetas es necesario almacenarlas en desecantes para crear una atmosfera libre de humedad, la manipulación de este compuesto químico debe realizarse con la debida protección ya que son cancerígenos.

APÉNDICES

APÉNDICE A

HOJA DE DATOS Y SEGURIDAD RESINA GE60

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

DESCRIPTION

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

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

APPLICATIONS

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

TYPICAL PROPERTIES

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

HEALTH & SAFETY PRECAUTIONS

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

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

PACKAGING & AVAILABILITY

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

APÉNDICE B

HOJA DE DATOS Y SEGURIDAD JEFFAMINE EDR148, EDR176

Technical Bulletin

JEFFAMINE[®] EDR-148 Polyetheramine

JEFFAMINE EDR-148 polyetheramine is a symmetrical, unhindered diamine. Like other JEFFAMINE polyetheramines, it imparts flexibility and toughness to thermoset polymers. However, JEFFAMINE EDR-148 polyetheramine is unique in that it is much more reactive than the JEFFAMINE D, T, and ED series amines.



APPLICATIONS

- Epoxy curing agent
- Monomer for polyamides

BENEFITS

- Can be formulated to cure at room temperature
- Rapid cure at elevated temperatures
- Excellent thermal shock resistance in cured epoxies

SALES SPECIFICATIONS

<u>Property</u>	<u>Specifications</u>	<u>Test Method*</u>
Appearance	Colorless to pale yellow liquid with slight haze permitted	ST-30.1
Color, Pt-Co	50 max.	ST-30.12
TEGDA, area% (Triethyleneglycol diamine)	97 min.	ST-35.143
Total amine, meq/g	12.7 min.	ST-5.35
Water, wt%	0.35 max.	ST-31.53, 6

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

ADDITIONAL INFORMATION

Regulatory Information

DOT/TDG Classification Amines, liquid, corrosive,
n.o.s. (Triethylene glycol diamine)

HMIS Code 3-1-0

CAS Number 929-59-9

US, TSCA Listed

Canadian WHMIS Classification D2B, E

Canada, DSL Not Listed

European Union, EINECS/ELINCS Listed

Australia, AICS Listed

Japan, ENCS Contact Huntsman Regulatory

Korea, ECL Listed

China, IECSC Not Listed

Typical Physical Properties

AHEW (Amine hydrogen equivalent wt.), g/eq 37

Viscosity, cSt, 25°C (77°F) 8

Density, g/ml (lb/gal), 25°C 0.998 (8.32)

Flash point, PMCC, °C (°F) 129 (265)

pH 11.6

Technical Bulletin

JEFFAMINE[®] EDR-176 Polyetheramine

JEFFAMINE EDR-176 polyetheramine is a relatively low molecular weight, reactive polyether diamine. As an epoxy curing agent it provides moderately rapid cures, and cured resins with good mechanical properties and excellent impact and thermal shock resistance. It could be used in polyamides to modify hydrophilicity and improve antistatic properties, etc. This product is more reactive than most of the other polyetheramines in the JEFFAMINE polyetheramine family. For optimum performance in coatings, it is recommended that JEFFAMINE EDR-176 polyetheramine be adducted.

APPLICATIONS • Epoxy curing, polyamide preparation; other applications for reactive, high purity diamines

- BENEFITS**
- Relatively rapid cure rate, good cured resin mechanical properties in epoxy curing
 - Low viscosity, high purity
 - May add flexibility and hydrophilicity to polyamides
 - Potential partial replacement for TETA in polyamide preparation

SALES SPECIFICATIONS

<u>Property</u>	<u>Specifications</u>	<u>Test Method*</u>
Appearance	Clear and free	ST-30.1
Color, Pt-Co	50 max.	ST-30.12
Primary amine, % of total amine	99 min.	ST-5.34
Total amine, meq/g	11.0 min.	ST-5.35
Water, wt%	0.30 max.	ST-31.53, 6

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

ADDITIONAL INFORMATION

Regulatory Information

DOT/TDG Classification	Amines, liquids, corrosive, N.O.S. (Polyoxyalkyleneamine)
HMIS Code	3-1-0
CAS Number	Proprietary
US, TSCA	Listed
Canadian WHMIS Classification	E
Canada, DSL	Not Listed
European Union, EINECS/ELINCS	Listed
Australia, AICS	Not Listed
Japan, ENCS	Contact Huntsman Regulatory
Korea, ECL	Not Listed
China, IECSC	Not Listed

Typical Physical Properties

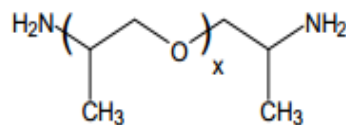
AHEW (Amine hydrogen equivalent wt.), g/eq	44
Viscosity, cSt, 25°C (77°F)	9
Density, g/ml (lb/gal), 25°C	0.980 (8.17)
Flash point, PMCC, °C (°F)	105 (221)
pH	12.2
Vapor pressure, mm Hg/°C	1/95
	10/140

APÉNDICE C

HOJA DE DATOS Y SEGURIDAD JEFFAMINE D230

JEFFAMINE[®] D-230 Polyetheramine

JEFFAMINE D-230 polyetheramine is characterized by repeating oxypropylene units in the backbone. As shown by the representative structure, JEFFAMINE D-230 polyetheramine is a difunctional, primary amine with an average molecular weight of about 230. The primary amine groups are located on secondary carbon atoms at the end of the aliphatic polyether chain.



$x \approx 2.5$

- APPLICATIONS**
- Epoxy curing agent
 - Reacts with carboxylic acids to form hot melt adhesives
 - Reacts quickly with isocyanates
 - Salts may be formed readily for surfactant use

- BENEFITS**
- Low viscosity, color and vapor pressure
 - Completely miscible with a wide variety of solvents, including water
 - Provides tough, clear, impact resistant coatings, castings, and adhesives
 - Coatings are free of surface blush prevalent with many amine curing agents

SALES SPECIFICATIONS

<u>Property</u>	<u>Specifications</u>	<u>Test Method*</u>
Appearance	Colorless to pale yellow liquid with slight haze permitted	ST-30.1
Color, Pt-Co	25 max.	ST-30.12
Primary amine, % of total amine	97 min.	ST-5.34
Total acetylatables, meq/g	8.3 – 9.1	ST-31.39
Total amine, meq/g	8.1 – 8.7	ST-5.35
Total amine, % acetylatables	94.0 min.	Calculated
Water, wt%	0.20 max.	ST-31.53, 6

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

ADDITIONAL INFORMATION

Regulatory Information

DOT/TDG Classification	Amines, liquids, corrosive, N.O.S. (polyoxypropylenediamine)
HMIS Code	3-1-0
CAS Number	9046-10-0
US, TSCA	Listed
Canadian WHMIS Classification	E
Canada, DSL	Listed
European Union, EINECS/ELINCS	Polymer Exempt
Australia, AICS	Listed
Japan, ENCS	Contact Huntsman Regulatory
Korea, ECL	Listed
China, IECSC	Listed

Typical Properties

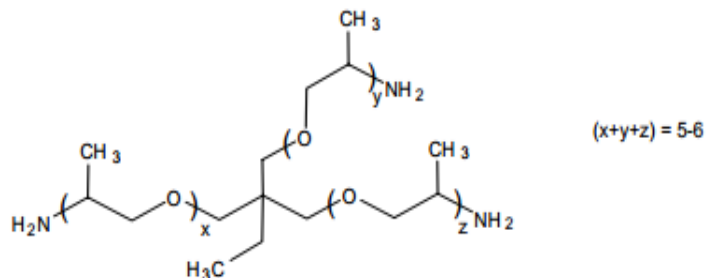
AHEW (Amine hydrogen equivalent wt.), g/eq	60
Equivalent wt. with isocyanates, g/eq	120
Viscosity, cSt, 25°C (77°F)	9.5
Density, g/ml (lb/gal), 25°C	0.948 (7.90)
Flash point, PMCC, °C (°F)	121 (250)
pH, 5% aqueous solution	11.7
Refractive index, n_D^{20}	1.4466
Vapor pressure, mm Hg/°C	1/100
	10/133

APÉNDICE D

HOJA DE DATOS Y SEGURIDAD JEFFAMINE T403

JEFFAMINE[®] T-403 Polyetheramine

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



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

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

SALES SPECIFICATIONS

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

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

ADDITIONAL INFORMATION

Regulatory Information

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

Typical Physical Properties

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

APÉNDICE E

HOJA DE DATOS TETA



Triethylenetetramine (TETA)

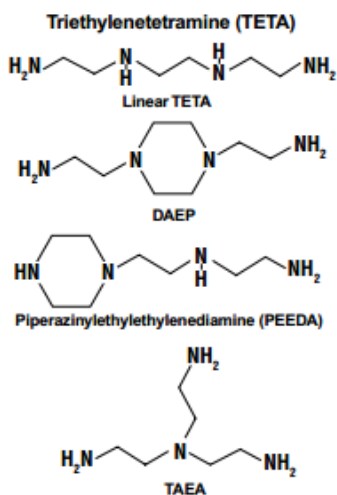
Mixture of four compounds: with close boiling points including linear, branched and two cyclic molecules. These compounds are:

L-TETA (CAS #000112-24-3, N,N'-bis(2-aminoethyl)-1,2-ethanediamine)

DAEP (CAS #006531-38-0, N,N'-bis-(2-aminoethyl)piperazine)

PEEDA (CAS # 024028-46-4, N[(2-aminoethyl)2-aminoethyl]piperazine)

TAEA (CAS #004097-89-6, tris-(2-aminoethyl)amine)



Typical Physical Properties of tetra (TETA-UHP)
The data provided for these properties are typical values, and should not be construed as sales specifications.

Property	SI Units
(Linear component)	146.24
(Typical product)	150
Boiling Point @ 760 mm Hg, °C	277
Freezing Point, °C	-35
Density, g/ml @ 20°C	0.978
Specific gravity 20°/20° *	0.980
Viscosity, cp @ 20°C	26.0
Kinematic viscosity, cst @ 25°C *	21.4
Kinematic viscosity, cst @ 40°C *	10.3
Vapor pressure @20°C, mm Hg	<0.01
Specific heat, cal/g °C @ 20°C	0.63
Thermal conductivity cal/cm-sec-°C @ 20°C	0.00450
Surface tension, dynes/cm @ 20°C	22.2
Coefficient of expansion, 1/°C @ 20°C	0.00075
Refractive index @ 20°C *	1.499
Dielectric constant @ 23°C and 1 kHz *	11.4
Electrical conductivity, μmhos/cm @ 25°C *	0.24
Heat of formation, 25 °C BTU/lb	-162
Heat of vaporization, @ 760 mm Hg, °C BTU/lb	162
Heat of combustion, 25 °C BTU/lb	-14353
Ionization constants, K1 @ 25°C	0.63x10 ⁻⁴
pH of 1 wt.% solution *	11.5
Nitrogen content, wt.% *	37.0
Amine value, mg KOH/g *	1443

Applications

- Asphalt Additives
- Corrosion Inhibitors
- Epoxy Curing Agents
- Fabric Softeners
- Hydrocarbon Purification
- Lube Oil & Fuel Additives
- Mineral Processing Aids
- Polyamide Resins
- Surfactants
- Textile Additives
- Paper Wet-Strength Resins

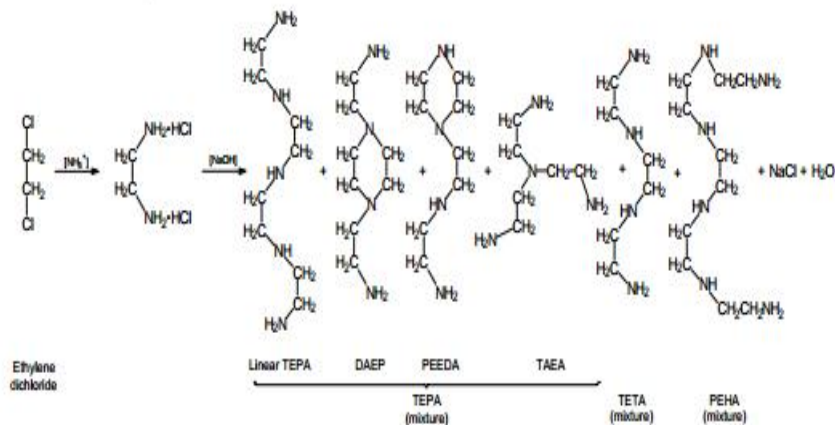
*Property of typical sales product

APÉNDICE F

HOJA DE DATOS TEPA

Manufacture of Product¹⁰

- **Capacity** – Global annual production of ethyleneamines was estimated at 371,000 metric tons (818 million pounds) in 2008. Dow produces ethyleneamines in the following locations: Freeport, Texas; Hahnville, Louisiana (St. Charles Operations); and Terneuzen, The Netherlands.
- **Process** – Tetraethylenepentamine (TEPA) is produced by reacting ethylene dichloride with an excess of ammonia under high pressure and moderate temperature. The resultant ethyleneamine hydrochloride solution is neutralized with caustic soda to form TEPA and other ethyleneamines, which are separated and purified by distillation. Sodium chloride is formed as a by-product. The material sold as TEPA is a mixture of compounds as shown in the reaction sequence below.



TEPA	CAS No. 112-57-2	3,6,9-triazaundecamethylenediamine
TETA	CAS No. 122-24-3	N,N'-bis(2-aminoethyl)-1,2-ethylenediamine
PEHA	CAS No. 4067-16-7	N[(2-aminoethyl)2-aminoethyl]piperazine

[Back to top](#)

Product Description^{11,12}

DOW™ Tetraethylenepentamine (TEPA) is a mixture of higher molecular weight ethyleneamine compounds: TEPA, [triethylenetetramine](#) (TETA), and pentaethylenhexamine (PEHA), all of which are themselves mixtures. The product is a yellow liquid with an ammonia-like odor. It is readily soluble in both water and organic solvents. Dow sells two grades of TEPA.

- Regular grade TEPA contains at least 60% TEPA, plus 5–25% TETA, and 5–25% PEHA.
- TEPA-UHP (ultra-high purity) grade contains greater than 92% TEPA.

[Back to top](#)

Product Uses^{13,14,15}

TEPA is a highly reactive chemical used as a building block to produce a wide variety of products. It is used to produce:

APÉNDICE G

HOJA TECNICA CLOISITE 93A

17/12/13

Southern Clay Products Cloisite® 93A Nanoclay

Southern Clay Products Cloisite® 93A Nanoclay

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

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

Information provided by Southern Clay Products

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

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

Physical Properties	Metric	English	Comments
Specific Gravity	1.88 g/cc	1.88 g/cc	
Bulk Density	0.1692 g/cc	0.006111 lb/in ³	Loose
	0.2888 g/cc	0.01043 lb/in ³	Packed
Loss On Ignition	40 %	40 %	
Particle Size	<= 2.0 µm	<= 2.0 µm	10%
	<= 6.0 µm	<= 6.0 µm	50%
	<= 13 µm	<= 13 µm	90%

Mechanical Properties	Metric	English	Comments
Hardness, Shore D	83	83	5% Cloisite® reinforced Nylon 6
Tensile Strength, Ultimate	101 MPa	14600 psi	5% Cloisite® reinforced Nylon 6
Elongation at Break	8.0 %	8.0 %	5% Cloisite® reinforced Nylon 6
Modulus of Elasticity	4.657 GPa	675.5 ksi	5% Cloisite® reinforced Nylon 6
Flexural Modulus	3.78 GPa	548 ksi	5% Cloisite® reinforced Nylon 6
Izod Impact, Notched	0.270 J/cm	0.506 ft-lb/in	5% Cloisite® reinforced Nylon 6

Thermal Properties	Metric	English	Comments
Deflection Temperature at 0.46 MPa (66 psi)	96.0 °C	205 °F	5% Cloisite® reinforced Nylon 6

Processing Properties	Metric	English	Comments
Moisture Content	<= 2.0 %	<= 2.0 %	

Descriptive Properties

Modifier Concentration, meq/ 100g clay	90
Organic Modifier	methyl, dihydrogenated tallow ammonium
X-Ray Diffraction d-Spacing (001)	23.6 Angstroms

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

APÉNDICE H

ECUACIONES PARA EL CURADO CON AMINAS

<p>1</p>	<p>To calculate the Amine H equivalent weight, use the following equation:</p>	<p>Equation 1</p> $\text{Amine H eq wt} = \frac{\text{MW of amine}}{\text{no. of active hydrogens}}$ <p>Example</p> $\text{Amine H eq wt D.E.H. 20} = \frac{103.2}{5} = 20.6 \text{ gr/eq}$										
<p>2</p>	<p>To calculate the stoichiometric ratio of D.E.H 20 hardener to use with D.E.R.™ 331 epoxy resin having an epoxide equivalent weight of 189:</p>	<p>Equation 2</p> $\text{phr}^1 \text{ of amine} = \frac{\text{Amine H eq wt} \times 100}{\text{Epoxide eq wt of resin}}$ <p>Example</p> <p>phr D.E.H. 20 hardener to be used with D.E.R. 331 epoxy resin</p> $\text{phr} = \frac{20.6 \times 100}{189} = 10.9$										
<p>3</p>	<p>Frequently, epoxy resins are blended, filled, or modified with reactive and non-reactive components. It is then necessary to adjust the concentration of the curing agent to cure only the portion of the mix that is reactive; e.g., the resins and any reactive diluent present. This may be simply done by calculating the epoxide equivalent weight (EEW) of the total mix and then applying equation (2) to determine the amount of curing agent to add to 100 parts of formulation.</p>	<p>Equation 3</p> $\text{EEW of mix} = \frac{\text{Total Wt}}{\frac{\text{Wt a}}{\text{EEW a}} + \frac{\text{Wt b}}{\text{EEW b}} + \frac{\text{Wt c}}{\text{EEW c}}}$ <p>Total weight includes all materials, both reactive and non-reactive. a,b,c, etc., are only the materials reactive with the curing agent, and are characterised by an epoxy ring.</p> <p>Example</p> <table style="margin-left: 20px;"> <tbody> <tr> <td>100 parts D.E.R. 331</td> <td>Average EEW 189</td> </tr> <tr> <td>100 parts D.E.R. 337</td> <td>Average EEW 240</td> </tr> <tr> <td>30 parts BGE (diluent)</td> <td>Average EEW 130</td> </tr> <tr> <td>230 parts Filler</td> <td>-</td> </tr> <tr> <td>460 Total</td> <td></td> </tr> </tbody> </table> $\text{EEW of mix} = \frac{460}{\frac{100}{189} + \frac{100}{240} + \frac{30}{130}} = \frac{460}{1.1795} = 391$ <p>By Equation 2</p> $\text{Amount D.E.H. 20} = \frac{20.6 \times 100}{391} = 5.27 \text{ parts per hundred parts filled formulation}$	100 parts D.E.R. 331	Average EEW 189	100 parts D.E.R. 337	Average EEW 240	30 parts BGE (diluent)	Average EEW 130	230 parts Filler	-	460 Total	
100 parts D.E.R. 331	Average EEW 189											
100 parts D.E.R. 337	Average EEW 240											
30 parts BGE (diluent)	Average EEW 130											
230 parts Filler	-											
460 Total												

¹ Parts by wt per 100 parts resin

APÉNDICE I

PRUEBAS DE HINCHAMIENTO

TABLA I.1

GE60-EDR148 MEDICIÓN DE MASA SUMERGIDO EN ETANOL

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.2027	0.2712	0.2095
6 horas	0.2035	0.2732	0.2105
24 horas	0.2066	0.2798	0.2143
48 horas	0.2077	0.2808	0.2158
72 horas	0.2094	0.2834	0.2172
96 horas	0.2117	0.2841	0.2182
168 horas	0.2133	0.2849	0.2209
Peso en vacío	0.2088	0.2805	0.2158
DENSIDAD MATRIZ	1.0196	1.3642	1.0538
Vr PROMEDIO	0.9714		
% Extractable	-3.0093	-3.4292	-3.0071
Densidad solvente (gr/cm3)	0.7893		

TABLA I.2

MEDICIÓN DE MASA GE60-EDR148 EN SUMERGIDO EN DIETIL ÉTER

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.2606	0.2427	0.2337
6 horas	0.2606	0.2427	0.2337
24 horas	0.2607	0.2428	0.2338
48 horas	0.2604	0.2428	0.2339
72 horas	0.2604	0.2428	0.2338
96 horas	0.2605	0.2428	0.2340
168 horas	0.2602	0.2426	0.2341
Peso en vacío	0.2618	0.2448	0.2351
DENSIDAD MATRIZ	1.3109	1.2208	1.1756
VR PPROMEDIO	1.0113		
% Extractable	-0.4604	-0.8652	-0.5990
Densidad solvente (gr/cm3)		0.713	

TABLA I.3

MEDICIÓN DE MASA GE60-EDR148 SUMERGIDO EN TOLUENO

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.2617	0.2125	0.2690
6 horas	0.2623	0.2134	0.2696
24 horas	0.2642	0.2141	0.2713
48 horas	0.2645	0.2151	0.2718
72 horas	0.2660	0.2157	0.2720
96 horas	0.2661	0.2177	0.2738
168 horas	0.2660	0.2168	0.2756
Peso en vacío	0.2629	0.2142	0.2705
DENSIDAD MATRIZ	1.3164	1.0689	1.3531
VR	0.9823	0.9852	0.9713
VR PPROMEDIO	0.9796		
% Extractable	-0.4585	-0.8	-0.5576
Densidad solvente (gr/cm3)	0.865		

TABLA I.4

GE60-EDR148 SUMERGIDO EN THF

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.2432	0.2610	0.2751
6 horas	0.2458	0.2637	0.2778
24 horas	0.2539	0.2717	0.2865
48 horas	0.2575	0.2752	0.2895
72 horas	0.2609	0.2785	0.2931
96 horas	0.2634	0.2810	0.2963
168 horas	0.2708	0.2881	0.3020
Peso en vacío	0.2606	0.2808	0.2916
DENSIDAD MATRIZ	1.2234	1.3129	1.3838
VR	0.9486	0.9628	0.9471
VR PPROMEDIO	0.9529		
% Extractable	-7.1546	-7.5862	-5.9978
Densidad solvente (gr/cm3)	0.885		

TABLA I.5

GE60-EDR148 SUMERGIDO EN AGUA DESIONIZADA

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.3045	0.2253	0.3124
6 horas	0.3084	0.2287	0.3162
24 horas	0.3210	0.2400	0.3281
48 horas	0.3241	0.2468	0.3336
72 horas	0.3285	0.2476	0.3368
96 horas	0.3330	0.2544	0.3408
168 horas	0.3392	0.2587	0.3485
Peso en vacío	0.3248	0.2425	0.3312
DENSIDAD MATRIZ	1.5317	1.1333	1.5715
VR	0.9364	0.9296	0.9241
VR PPROMEDIO	0.9300		
% Extractable	-6.6666	-7.6342	-6.0179
Densidad solvente (gr/cm3)	1		

TABLA I.6

GE60-EDR176 SUMERGIDO EN ETANOL

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.2455	0.2596	0.2076
6 horas	0.2467	0.2612	0.2093
24 horas	0.2510	0.2658	0.2144
48 horas	0.2530	0.2667	0.2168
72 horas	0.2543	0.2702	0.2192
96 horas	0.2565	0.2684	0.2189
168 horas	0.2585	0.2719	0.2202
Peso en vacío	0.2547	0.2688	0.2165
DENSIDAD MATRIZ	1.2349	1.3059	1.0443
VR	0.9786	0.9834	0.9756
VR PPROMEDIO	0.9723		
% Extractable	-3.7474	-3.5439	-4.2870
Densidad solvente (gr/cm3)	0.7893		

TABLA I.7

GE60-EDR176 SUMERGIDO EN DIETIL ETER

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.2849	0.2256	0.2111
6 horas	0.2845	0.2256	0.2111
24 horas	0.2833	0.2255	0.2112
48 horas	0.2836	0.2257	0.2112
72 horas	0.2836	0.2260	0.2116
96 horas	0.2835	0.2258	0.2112
168 horas	0.2835	0.2258	0.2115
Peso en vacío	0.2845	0.2266	0.2128
DENSIDAD MATRIZ	1.4331	1.1348	1.0619
VR	1.0071	1.0056	1.0091
VR PPROMEDIO	1.0073		
% Extractable	0.1404	-0.4432	-0.8053
Densidad solvente (gr/cm3)	0.713		

TABLA I.8

GE60-EDR176 SUMERGIDO EN TOLUENO

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.2416	0.2255	0.2534
6 horas	0.2421	0.2260	0.2535
24 horas	0.2436	0.2265	0.2537
48 horas	0.2449	0.2270	0.2554
72 horas	0.2473	0.2305	0.2575
96 horas	0.2465	0.2287	0.2564
168 horas	0.2460	0.2302	0.2559
Peso en vacío	0.2442	0.2259	0.2536
DENSIDAD MATRIZ	1.2153	1.1343	1.2747
VR	0.9897	0.9756	0.9868
VR PPROMEDIO	0.9840		
% Extractable	-1.0761	-0.1773	-0.0789
Densidad solvente (gr/cm3)	0.865		

TABLA I.9

GE60-EDR176 SUMERGIDO EN THF

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.2180	0.2548	0.2317
6 horas	0.2207	0.2576	0.2345
24 horas	0.2297	0.2669	0.2432
48 horas	0.2345	0.2720	0.2433
72 horas	0.2386	0.2766	0.2516
96 horas	0.2393	0.2731	0.2551
168 horas	0.2487	0.2769	0.2658
Peso en vacío	0.2308	0.2431	0.2356
DENSIDAD MATRIZ	1.0966	1.2817	1.1655
VR	0.9123	0.8323	0.85552
VR PPROMEDIO	0.8825		
% Extractable	-5.8715	4.5918	-1.6832
Densidad solvente (gr/cm3)	0.885		

TABLA I.10

GE60-EDR176 SUMERGIDO EN AGUA DESIONIZADA

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.2562	0.2541	0.2340
6 horas	0.2595	0.2572	0.2368
24 horas	0.2697	0.2674	0.2461
48 horas	0.2757	0.2721	0.2507
72 horas	0.2783	0.2770	0.2548
96 horas	0.2813	0.2792	0.2578
168 horas	0.2883	0.2862	0.2649
Peso en vacío	0.2749	0.2716	0.2501
DENSIDAD MATRIZ	1.2887	1.2782	1.1771
VR	0.9408	0.9357	0.9348
VR PPROMEDIO	0.9371		
% Extractable	-7.2989	-6.8870	-6.8803
Densidad solvente (gr/cm3)	1	1	1

TABLA I.11

GE60-D230 SUMERGIDO EN ETANOL

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.2743	0.2131	0.2165
6 horas	0.2775	0.2168	0.2197
24 horas	0.2876	0.2292	0.2296
48 horas	0.2919	0.2302	0.2345
72 horas	0.2963	0.2344	0.2377
96 horas	0.2981	0.2377	0.2394
168 horas	0.3043	0.2438	0.2456
Peso en vacío	0.2929	0.231	0.2346
DENSIDAD MATRIZ	1.3798	1.0719	1.0890
VR	0.9362	0.9300	0.9392
VR PPROMEDIO	0.9090		
% Extractable	-6.7808	-8.3998	-8.3602
Densidad solvente (gr/cm3)	0.7893		

TABLA I.12

GE60-D230 SUMERGIDO EN DIETIL ÉTER

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.2606	0.2182	0.2123
6 horas	0.2610	0.2187	0.2123
24 horas	0.2622	0.2203	0.2142
48 horas	0.2628	0.2210	0.2148
72 horas	0.2633	0.2214	0.2153
96 horas	0.2639	0.2221	0.2159
168 horas	0.2650	0.2231	0.2172
Peso en vacío	0.2652	0.2222	0.2163
DENSIDAD MATRIZ	1.3109	1.0976	1.0679
VR	1.0013	0.9938	0.9938
VR PPROMEDIO	0.9963		
% Extractable	-1.7651	-1.8331	-1.8841
Densidad solvente (gr/cm3)	0.713		

TABLA I.13

GE60-EDR176 SUMERGIDO EN TOLUENO

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.2090	0.2364	0.2473
6 horas	0.2109	0.2378	0.2492
24 horas	0.2168	0.2420	0.2550
48 horas	0.2187	0.2433	0.2563
72 horas	0.2210	0.2467	0.2591
96 horas	0.2214	0.2468	0.2605
168 horas	0.2223	0.2486	0.2614
Peso en vacío	0.2172	0.2358	0.2545
DENSIDAD MATRIZ	1.0513	1.1891	1.2440
VR	0.9722	0.9305	0.9624
VR Ppromedio	0.9553		
% Extractable	-3.9234	0.2538	-2.9114
Densidad solvente (gr/cm³)	0.865		

TABLA I.14

GE60-D230 SUMERGIDO EN AGUA DESIONIZADA

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.2072	0.2232	0.2469
6 horas	0.2091	0.2257	0.2491
24 horas	0.2156	0.2333	0.2558
48 horas	0.2186	0.2406	0.2622
72 horas	0.2196	0.2380	0.2595
96 horas	0.2233	0.2391	0.2648
168 horas	0.2231	0.2429	0.2657
Peso en vacío	0.2176	0.2358	0.2545
DENSIDAD MATRIZ	1.0423	1.1227	1.2420
VR	0.9743	0.9672	0.9482
VR Ppromedio	0.9624		
% Extractable	-5.0193	-5.6452	-3.0782
Densidad solvente (gr/cm³)	1		

TABLA I.15

GE60-T403 SUMERGIDO EN ETANOL

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.2271	0.2439	0.2357
6 horas	0.2302	0.2471	0.2385
24 horas	0.2394	0.2566	0.2477
48 horas	0.2428	0.2597	0.2513
72 horas	0.2472	0.2620	0.2556
96 horas	0.2539	0.2668	0.2556
168 horas	0.2542	0.2699	0.2607
Peso en vacío	0.2449	0.2610	0.2522
DENSIDAD MATRIZ	1.1424	1.2269	1.1856
VR	0.9479	0.9496	0.9518
VR PPROMEDIO	0.9500		
% Extractable	-7.8379	-7.0110	-7.0004
Densidad solvente (gr/cm3)	0.7893		

TABLA I.16

GE60-T403 SUMERGIDO EN DIETIL ÉTER

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.1985	0.1849	0.1682
6 horas	0.1993	0.1857	0.1689
24 horas	0.2016	0.1881	0.1715
48 horas	0.2014	0.1890	0.1728
72 horas	0.2036	0.1899	0.1737
96 horas	0.2036	0.1905	0.1739
168 horas	0.2057	0.1920	0.1758
Peso en vacío	0.2047	0.1912	0.1744
DENSIDAD MATRIZ	0.9985	0.9301	0.8461
VR	0.9932	0.9945	0.9905
VR PPROMEDIO	0.9925		
% Extractable	-3.1234	-3.4072	-3.6861
Densidad solvente (gr/cm3)	0.713		

TABLA I.17

GE60-T403 SUMERGIDO EN TOLUENO

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.2200	0.2435	0.2292
6 horas	0.2219	0.2451	0.2317
24 horas	0.2274	0.2506	0.2395
48 horas	0.2304	0.2534	0.2401
72 horas	0.2326	0.2566	0.2415
96 horas	0.2331	0.2551	0.2422
168 horas	0.2357	0.2582	0.2443
Peso en vacío	0.2296	0.2536	0.2363
DENSIDAD MATRIZ	1.1066	1.2249	1.1529
VR	0.9671	0.9749	0.9568
VR PPROMEDIO	0.9679		
% Extractable	-4.3636	-4.1478	-3.0977
Densidad solvente (gr/cm3)	0.865		

TABLA I.18

GE60-T403 SUMERGIDO EN AGUA DESIONIZADA

Muestra [gr]	1	2	3
MASA INICIAL	0.2518	0.2708	0.2672
6 horas	0.2531	0.2761	0.2687
24 horas	0.2571	0.2769	0.2738
48 horas	0.2613	0.2822	0.2775
72 horas	0.2615	0.2824	0.2787
96 horas	0.2629	0.2816	0.2799
168 horas	0.2635	0.2856	0.2801
Peso en vacío	0.2582	0.2736	0.2739
DENSIDAD MATRIZ	1.2666	1.3622	1.3441
VR	0.9746	0.9436	0.9704
VR PPROMEDIO	0.9659		
% Extractable	-2.5416	-1.0339	-2.5074
Densidad solvente (gr/cm3)	1	1	1

APÉNDICE J

TERMOGRAMAS

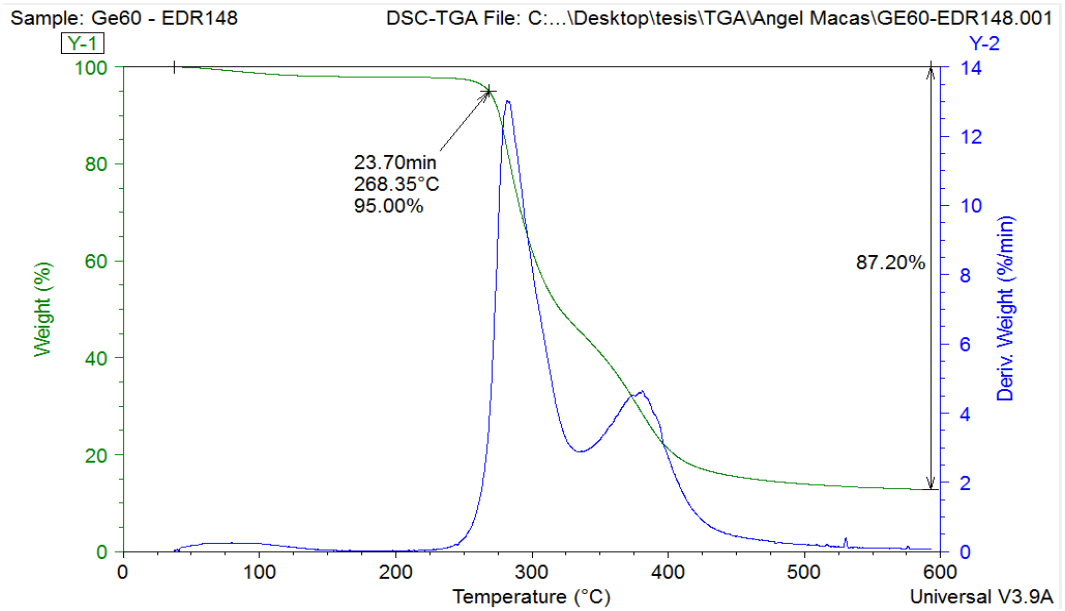


FIGURA J.1. TERMOGRAMA GE60-EDR148

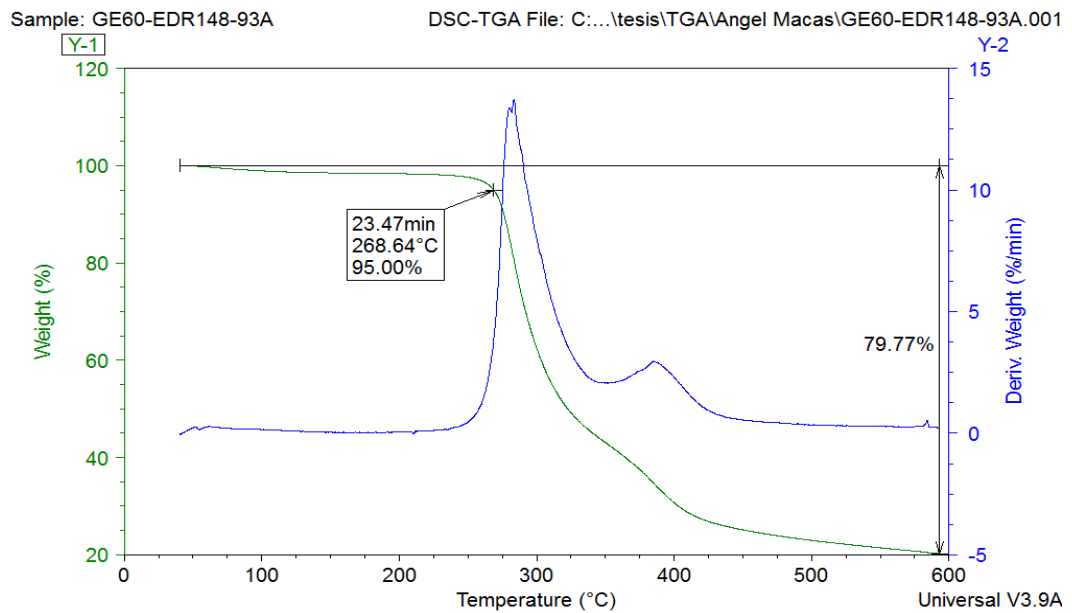


FIGURA J.2. TERMOGRAMA GE60-EDR148-93A.

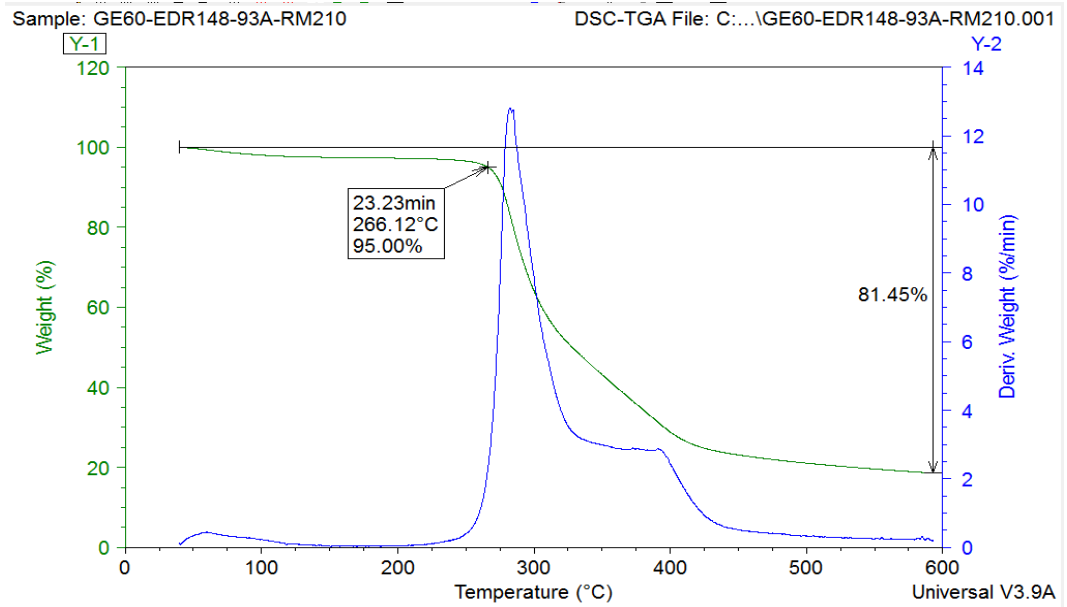


FIGURA J.3. TERMOGRAMA GE60-EDR148-93A-RM210

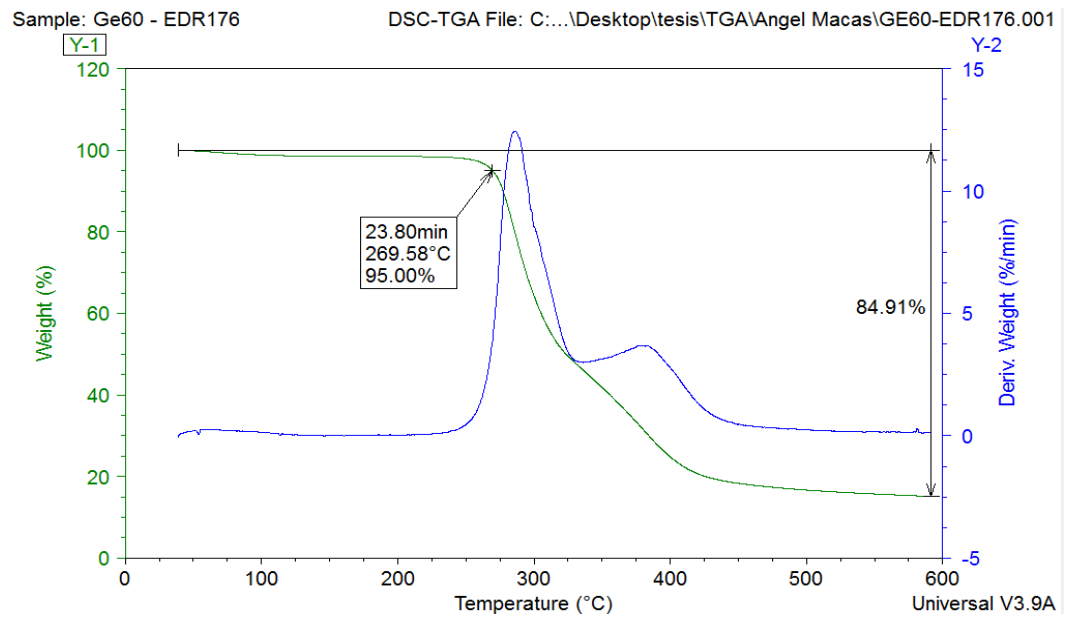


FIGURA J.4. TERMOGRAMA GE60-EDR176

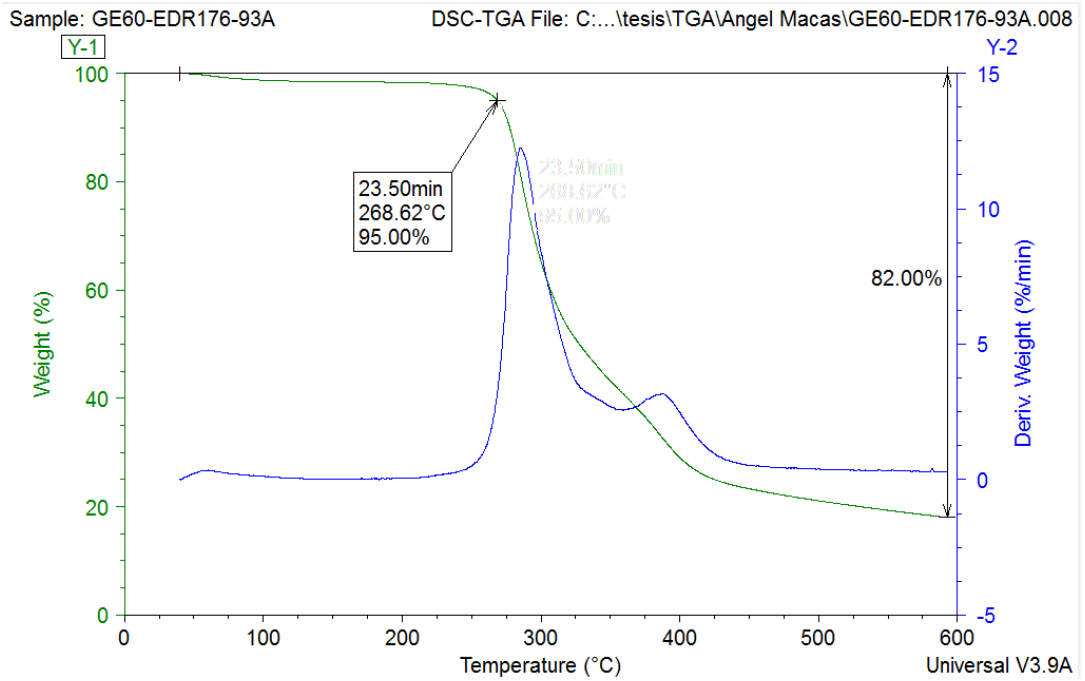


FIGURA J.5. TERMOGRAMA GE60-EDR176-93A.

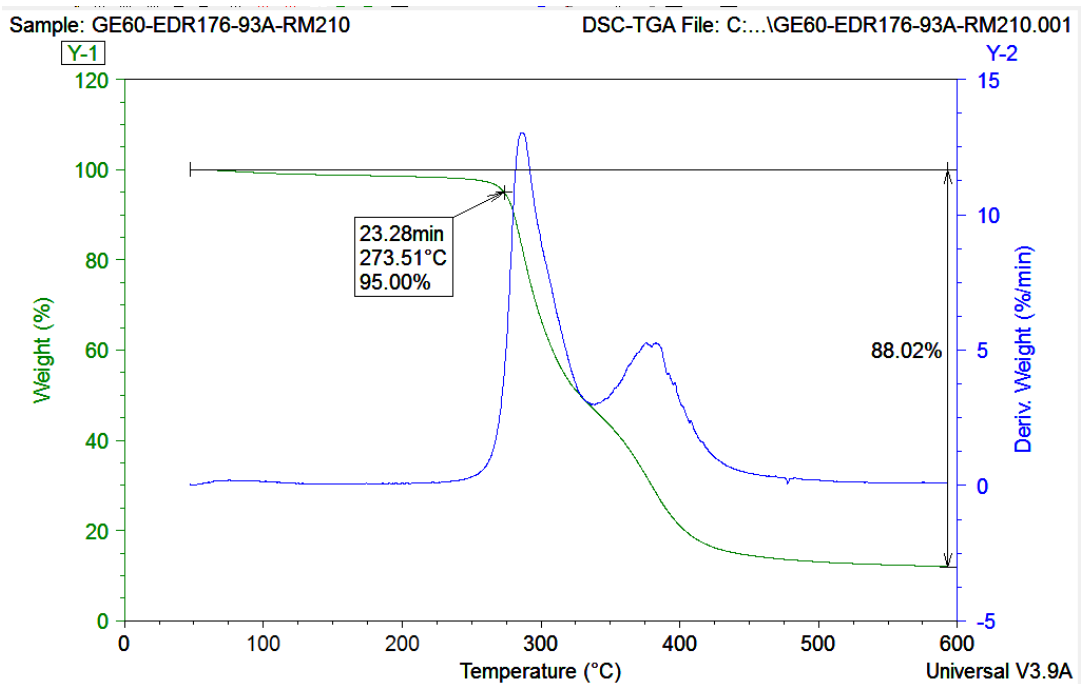


FIGURA J.6. TERMOGRAMA GE60-EDR176-93A-RM210.

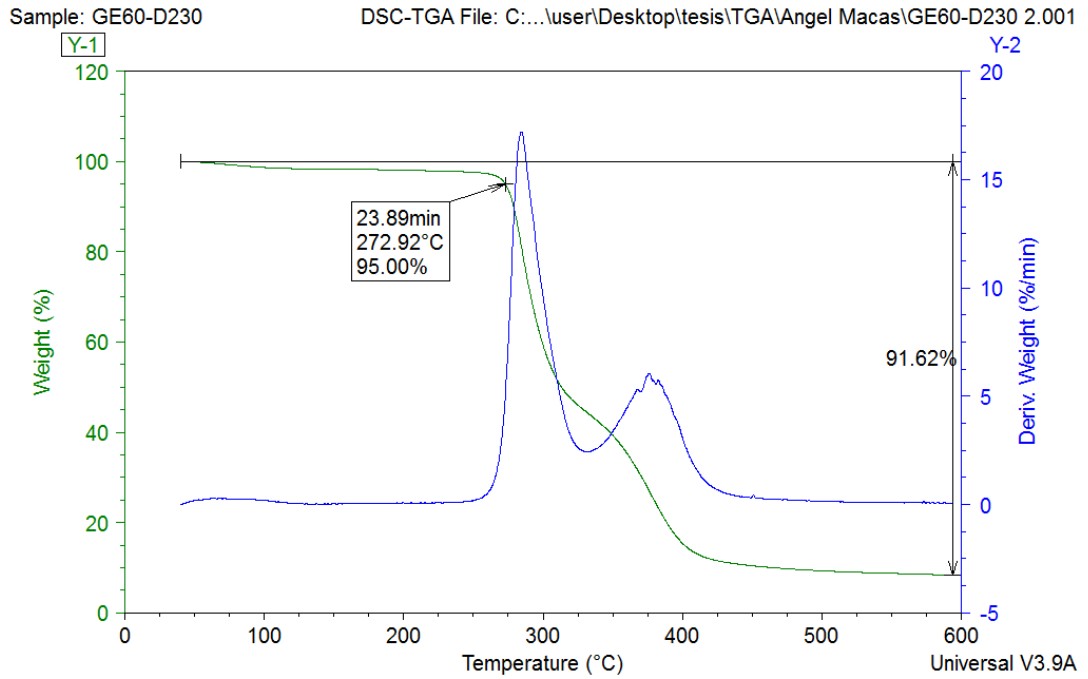


FIGURA J.7. TERMOGRAMA GE60-D230.

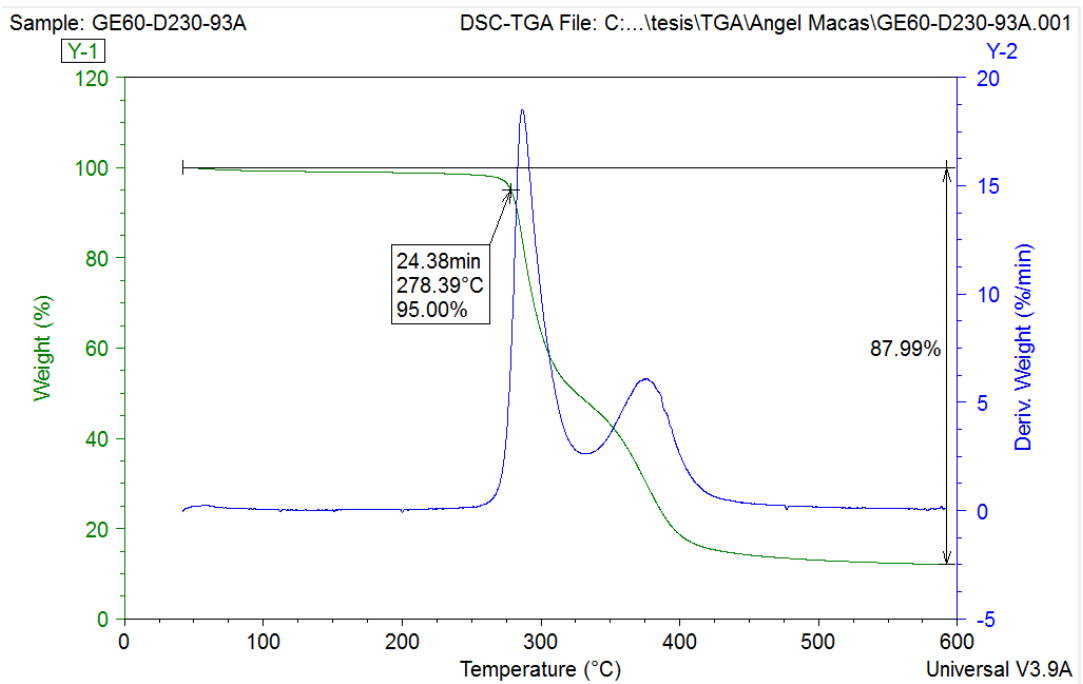


FIGURA J.8. TERMOGRAMA GE60-D230-93A.

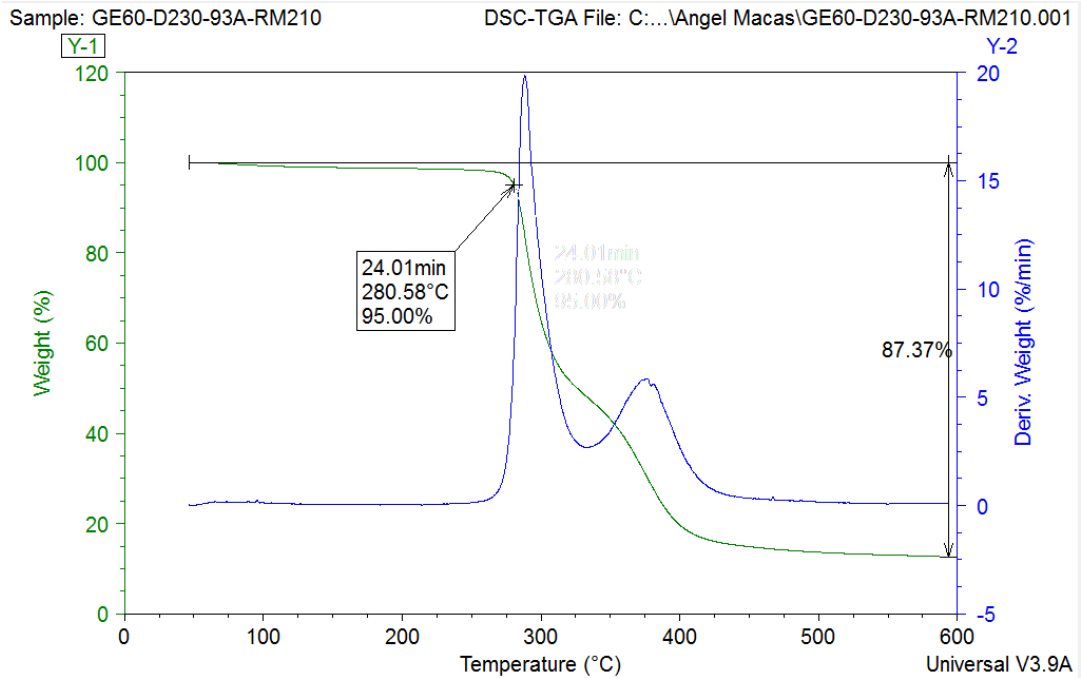


FIGURA J.9. TERMOGRAMA GE60-D230-93A-RM210.

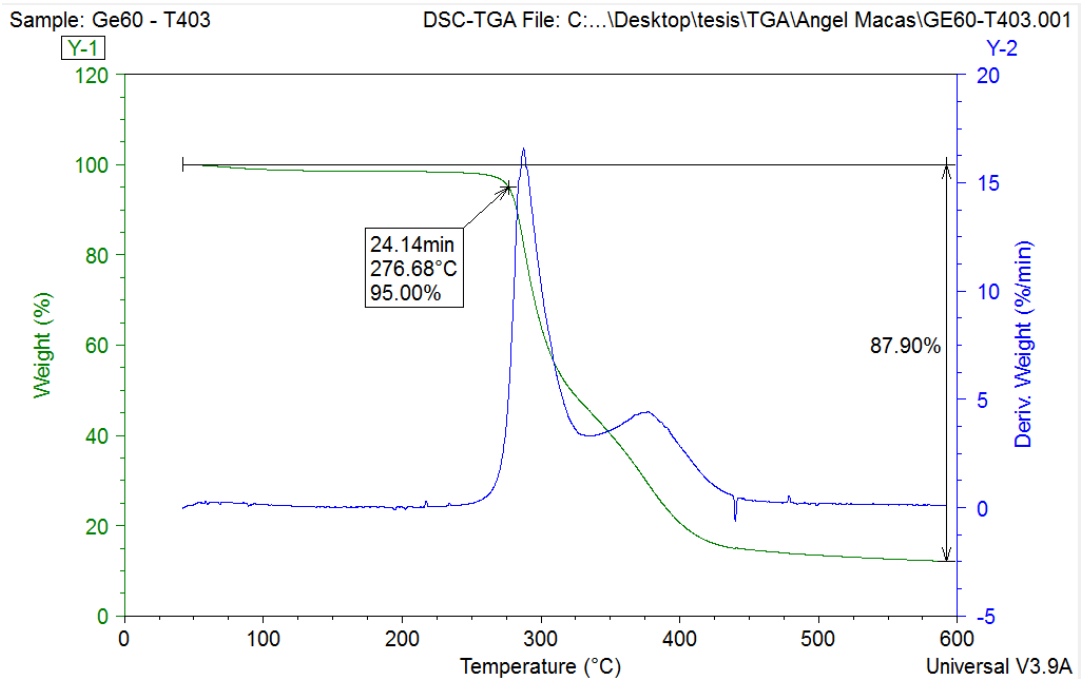


FIGURA J.10. TERMOGRAMA GE60-T403.

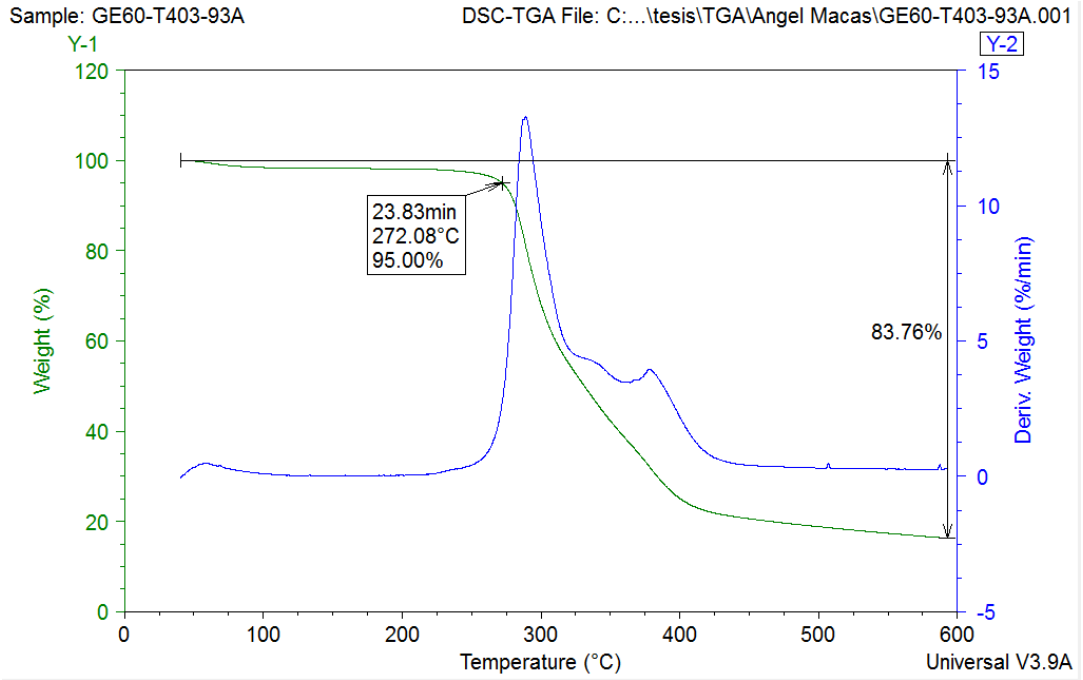


FIGURA J.11. TERMOGRAMA GE60-T403-93A

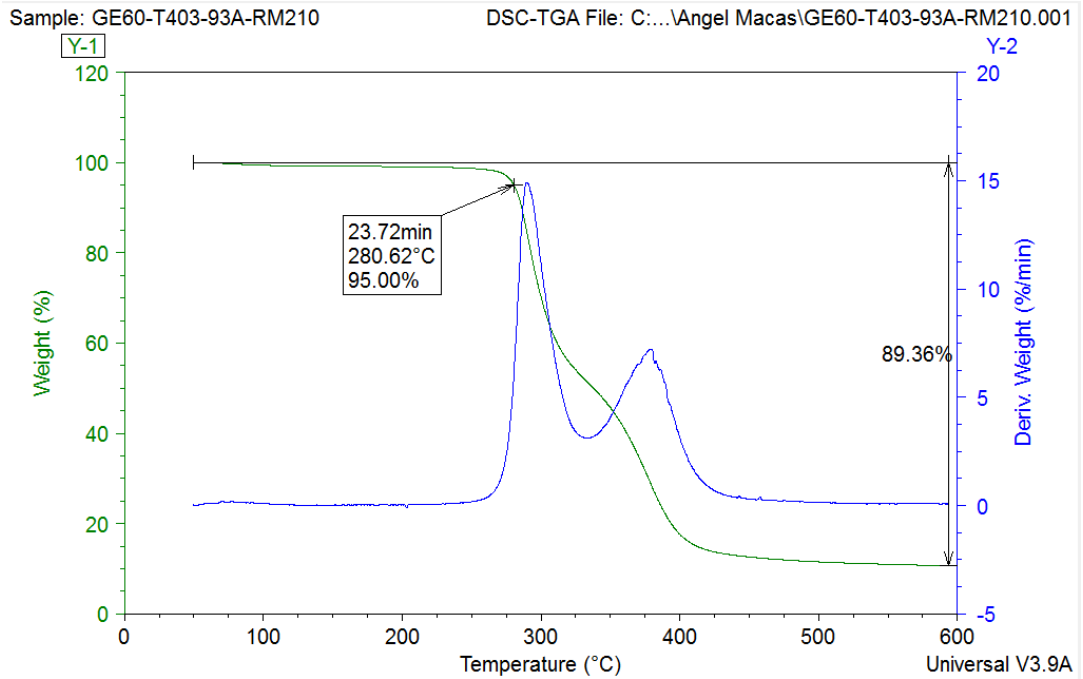


FIGURA J.12. TERMOGRAMA GE60-T403-93A-RM210

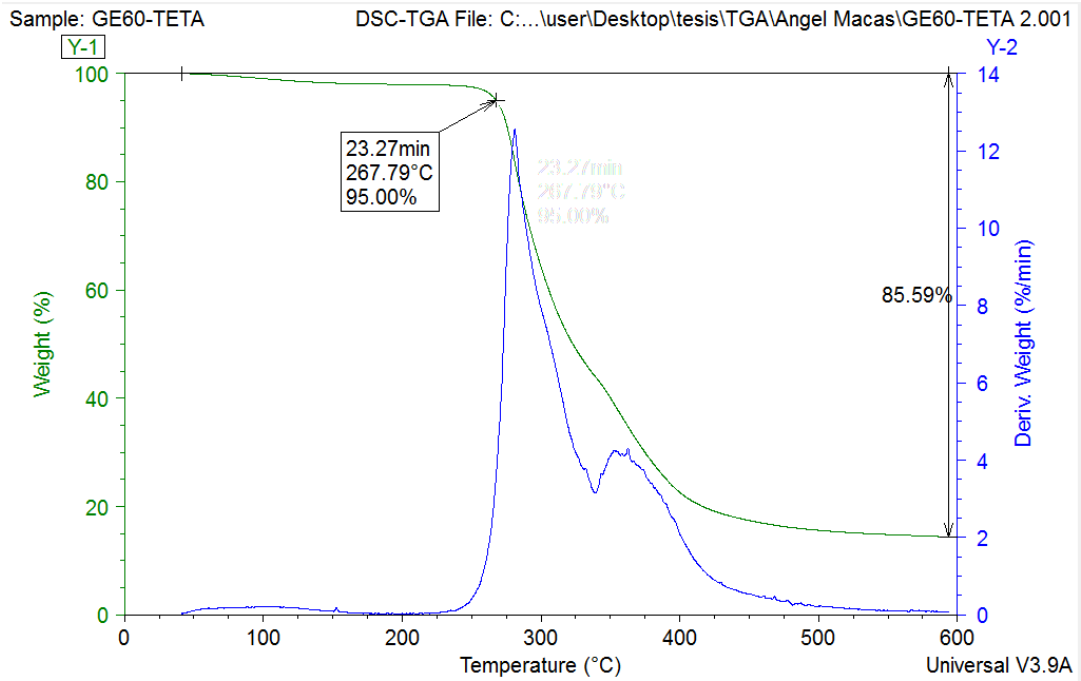


FIGURA J.13 TERMOGRAMA GE60-TETA

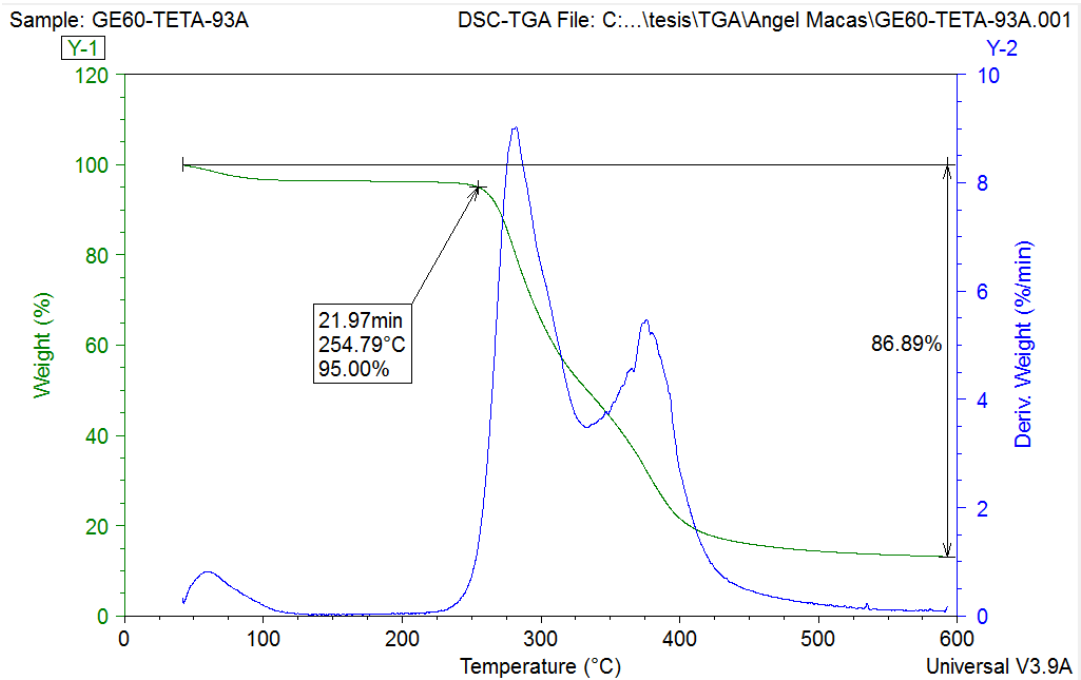


FIGURA J.14 TERMOGRAMA GE60-TETA-93A

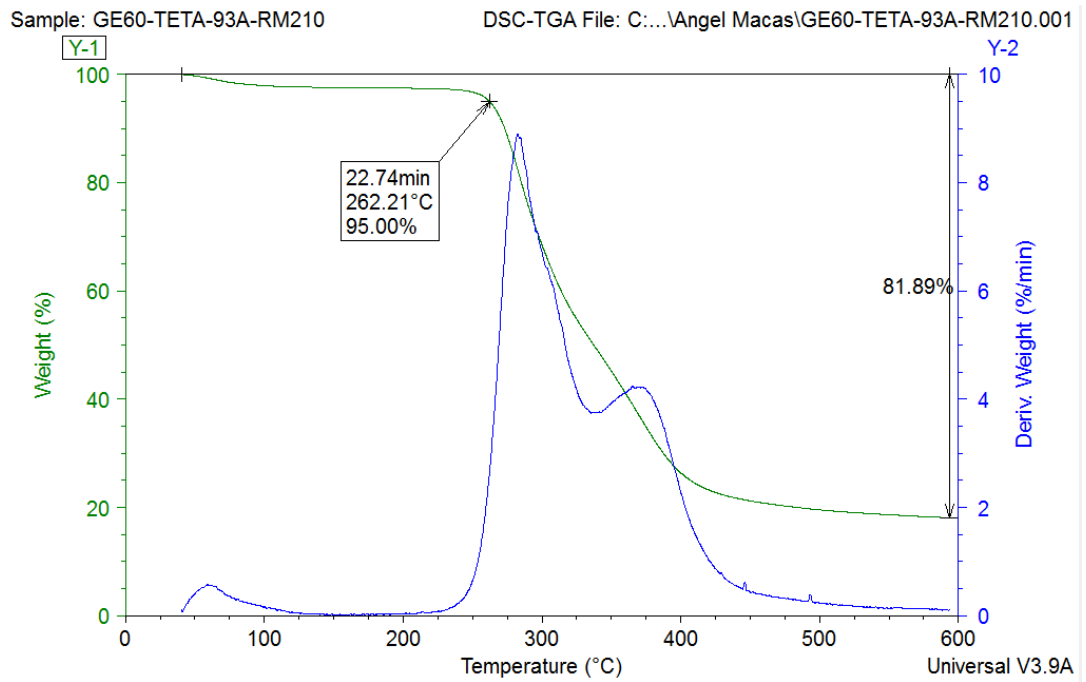


FIGURA J.15 TERMOGRAMA GE60-TETA-93A-RM210

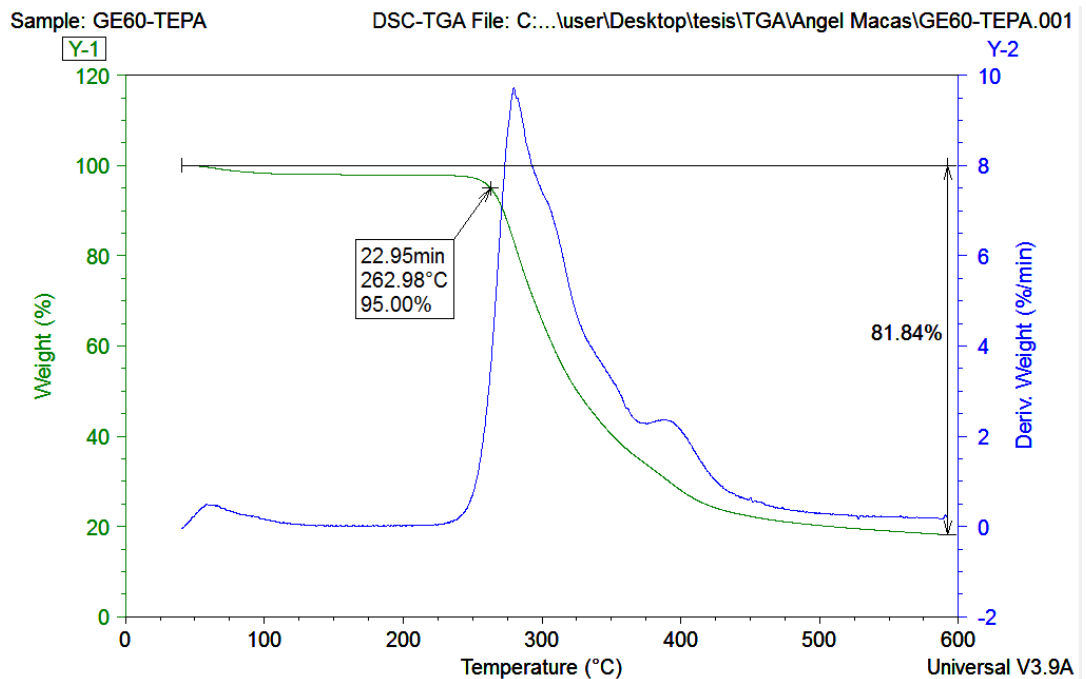


FIGURA J.16 TERMOGRAMA GE60-TEPA

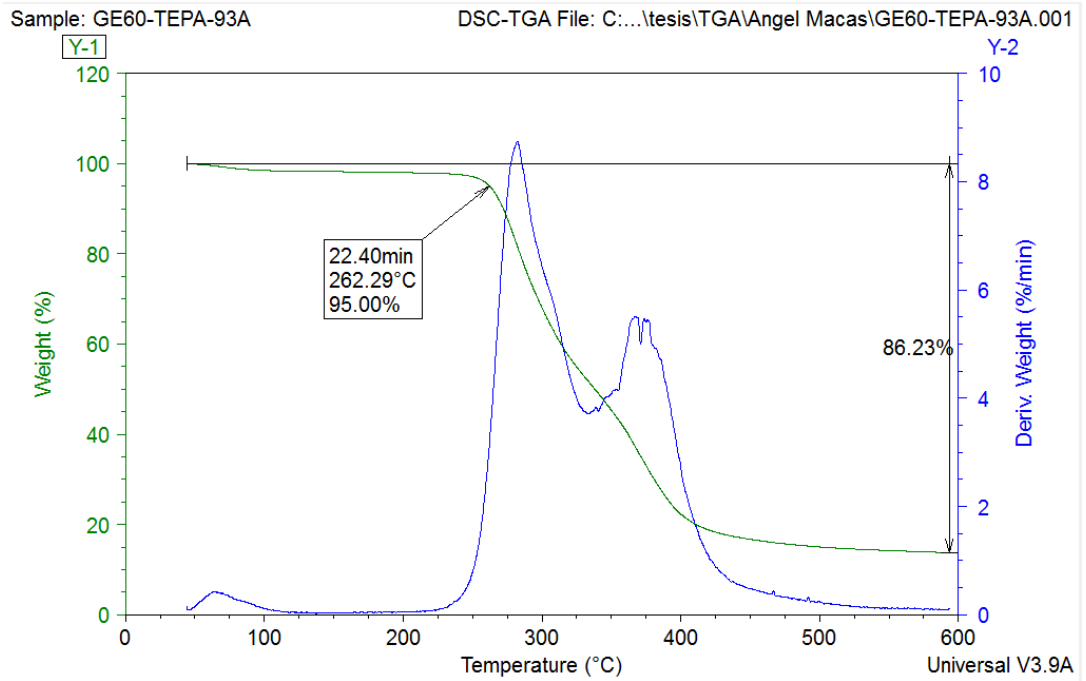


FIGURA J.17. TERMOGRAMA GE60-TETA-93A

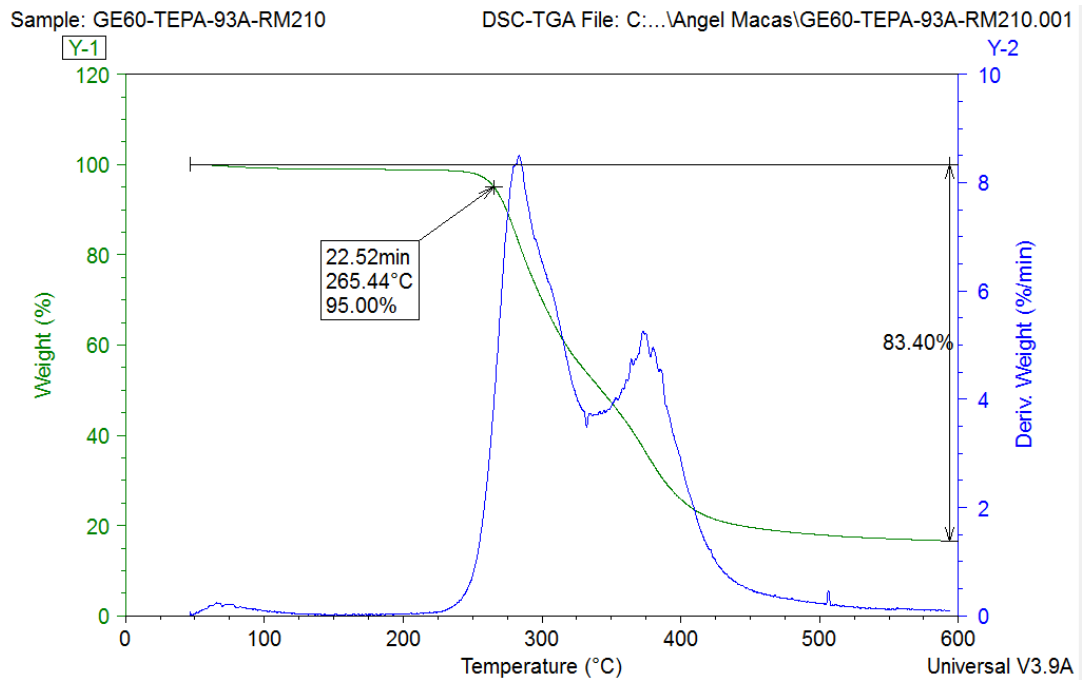


FIGURA J.18. TERMOGRAMA GE60-TEPA-93A-RM210

BIBLIOGRAFÍA

- [1]. L.A. Utracki; Clay–Containing Polymeric Nanocomposites; 2004; volume 1; pag.1,6,7
- [2]. El. Venizelou, Str. Kallithea; Progress in Polymer Science; 2008; pag. 1120.
- [3]. Jaramillo Isaac; Morales Carolina, Betancur Argemiro; Cruz Javier; Gañán Piedad; 2004; Estudio del curado de resinas epóxicas empleando espectroscopía infrarroja; Dyna; pag. 67,80.
- [4]. Ha Q. Pham, Maurice J. Marks, 2005; Ullmann's encyclopedia of industrial chemistry; volume 13; pag.156.
- [5]. Abenojar Juana, Velasco Francisco, Martínez Miguel A.; 2009; Influencia del post-curado en las propiedades Mecánicas de una resina epoxi reforzada con sic:Estudio estadístico; volumen 10; pag. 167.
- [6]. Pinagel Diana; 2008; Nomenclatura de Aminas, Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de CC.QQ Farmacia; paper 1

- [7]. Tie Lan, Padmananda D. Kaviratna, and Thomas J. Pinnavaia; 1995; Mechanism of Clay Tactoid Exfoliation in Epoxy-Clay Nanocomposites; pag. 2,3.
- [8]. ROCKWOOD ADDITIVES Ltda; 2009; <http://www.rockwoodadditives.com/nanoclay/benefits2.asp> [consulta: Sábado 7 de Diciembre del 2013]
- [9]. Rodríguez Néstor I.; 2011; optimización de arcillas tratadas con un inhibidor orgánico volátil para su aplicación como medio de resistencia a la corrosión en aceros de bajo carbono; tesis de grado; pag 41.
- [10]. D. Burgentzlé, J. Duchet, J.F. Gérard, A. Jupin, B. Fillon; 2004; Solvent-based nanocomposite coatings I. Dispersion of organophilic montmorillonite in organic solvents; Volume 278; pag. 27,28.
- [11]. KANSERT S.L; 2007; <http://www.kansert.es/Shore.swf>. [consulta: Viernes 24 de Enero del 2014]
- [12]. Mikell P. Groover; 1997; Fundamentos de Manufactura Moderna materiales, procesos y sistemas; Primera edición; Mexico; ISBN 0-13-312182-8; pag. 57.
- [13]. HULERA COSTARRICENSE LTDA; 2008; COSTA RICA http://www.elastechc.com/informacion_definiciones_tecnicas.htm [consulta: Viernes 31 de Enero del 2014]

- [14]. González Francisco J.; Caracterización de Materiales y defectos Técnicas de Análisis Térmico; 2010; Universidad Carlos III de Madrid <http://ocw.uc3m.es/ciencia-e-oin/caracterizacion-de-materiales/material-de-clase-1> [consulta: Viernes 31 de Enero del 2014]
- [15]. Douglas A Skoog, F James Holler, Stanley R. Crouch; 2008; Principios de Análisis Instrumental; sexta edición; ISBN 978-607-481-390-6; pag. 894.
- [16]. Douglas A Skoog, F James Holler, Stanley R. Crouch; 2008; Principios de Análisis Instrumental; sexta edición; ISBN 978-607-481-390-6; pagina 309-310-325.
- [17]. PINTUCOAT – POLIEPOX Ref. 113.221; 2009; http://www.pintulac.com/images/productos/docs_descarga/6574.pdf [consulta: Lunes 3 de Febrero del 2014]
- [18]. EL MUNDO DE LOS CABLES DE ENERGIA, 2008 <http://propol.wordpress.com/2008/12/17/que-es-la-reticulacion/> [consulta: Marte 4 de Febrero del 2014]
- [19]. Daniel Frederick Schmidt, Ph.D.Cornell University; 2003; polysiloxane / layered silicate nanocomposites: synthesis, characterization, and properties; Ithaca, NY 14850, Estados Unidos.
- [20]. G. Choudalakis, A.D. Gotsis; 2009; Permeability of polymer/clay nanocomposites, European polymer journal 48, pag. 971.

- [21]. EL NERVION S.A. de C.V. Aldama N°5; 2006; México.
<http://www.nervion.com.mx/web/literatura/epoxicos.php> [consulta:
Viernes 7 de Febrero del 2014]
- [22]. IES Sanxillao-LUGO Practicas de Química BAC; 2010;
<http://iess2bacq.wikispaces.com/PR00> [consulta: Sábado 8 de Febrero
del 2014]