



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL

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

“Caracterización Molecular de Nanocompuestos Epóxicos y
Arcillas”

TRABAJO FINAL DE GRADUACIÓN

Previo a la obtención del Título de:

INGENIERO MECÁNICO

Presentado por:

Christian Isaac Mendoza Muñoz

GUAYAQUIL - ECUADOR

Año: 2014

AGRADECIMIENTO

A Dios por su inmenso amor, por haberme dado un regalo tan grande como lo es mi familia y por las bendiciones que derrama en mi vida día a día.

A mi familia, en especial a mis padres por ser esos pilares fundamentales a lo largo de mi vida, por su inmensa confianza y apoyo incondicional, por haberme regalado la mejor herramienta en esta vida como lo es la educación y obtención de este título, gracias y mil gracias, infinitamente agradecido por ello.

A mis Maestros, un cuerpo de Ingenieros de gran nivel académico pero sobretodo una gran calidad humana, por las horas

impartidas de conocimientos y enseñanzas para la vida, gracias sigan adelante en tan noble labor que engrandecerá más a nuestro país entregando profesionales de alta calidad académica y humana.

Al personal del LEMAT por haberme abierto las puertas de su empresa y por haber estado prestos a la capacitación en el manejo de los equipos, el cual me sirvió de gran ayuda para la culminación de mi proyecto de graduación.

Al M.Sc. Rigail y al Ing. Perugachi por la confianza depositada en mí para la realización de este proyecto y ser mis guías académicos para llegar a alcanzar este sueño.

Christian I. Mendoza Muñoz

DEDICATORIA

A Papito Dios por haberme permitido abrir los ojos del alma y haber comprendido que con dedicación, perseverancia y la suficiente fe en el todo es posible, que sus designios son más grandes que los nuestros y que todo llega a su debido tiempo.

A mis padres, Esteban Mendoza y Marthita Muñoz, a mi hermano Fernando Mendoza, en especial esto te lo dedico a ti mamita este logro también es tuyo por las horas de sacrificio y amor entregado, por sus oraciones y apoyo en todo momento.

A mis abuelitos Blanca Trujillo y Vicente Muñoz, a mis padrinos de graduación Ricardo Gallegos y

Norma Muñoz y demás familiares, por su voto de confianza, consejos brindados y por ser pequeñas piezas pero muy importantes para formar mi rompecabezas llamada vida.

A los buenos amigos que me acompañaron a lo largo de la carrera, en esas desveladas, luchas y desafíos alcanzados formando un sólido equipo de trabajo, esto es para ustedes también.

Christian I. Mendoza Muñoz

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)

Christian Isaac Mendoza Muñoz

RESUMEN

Hoy en día a nivel industrial para alcanzar los estándares más elevados en pinturas, la utilización de la nanotecnología surge como una necesidad para desarrollar nuevos materiales poliméricos, que permitan contrarrestar ambientes corrosivos.

Por lo tanto, con esta motivación en la investigación, nace el siguiente trabajo final de graduación dentro del campo de la nanotecnología, dado que el uso de nanoarcillas ha dado notables ventajas en previas investigaciones; el enfoque que se le dará a este trabajo será un estudio a fondo del comportamiento de las organoarcillas (93A, 30B y 20A) en conjunto con diferentes resinas epóxicas (GE-60, GE-40 y GE-38), aminas alifáticas (D-230, T-403, EDR-148, EDR-176, TEPA y TETA) y un agente de dispersión como lo es el inhibidor de corrosión (RM-210).

Se efectuó un procedimiento riguroso con dos optimizaciones, el cual empezó con un proceso previo de preparación de los nanocompuestos como la organoarcilla (93A) e inhibidor de corrosión (RM-210); se procedió a determinar la proporción y técnica adecuada para añadir el inhibidor de corrosión como agente facilitador de la dispersión de la organoarcilla dentro de la matriz polimérica, sometiéndola a elevación de temperatura en la

mezcla organoarcilla-inhibidor, la caracterización se la pudo obtener a través del ensayo realizado en el difractómetro de rayos X.

La siguiente etapa de este procedimiento se logró eliminar el fenómeno del asentamiento en las mezclas resinas-organoarcillas-inhibidor o aminos-organoarcillas-inhibidor, se obtuvo el tiempo de asentamiento para cada mezcla por medio del monitoreo del asentamiento (9 monitoreos) de manera física en tubos de 15ml y comprobándolo de manera automatizada (30 espectrogramas) en el ensayo de atenuación total reflejada (ATR). Se pudo complementar los resultados de asentamiento obtenidos con los ensayos de difracción, se utilizó el tiempo de asentamiento como punto de partida para caracterizar los nanocompuestos formados por medio de los ensayos de difracción (XRD), en donde se pudo determinar el grado de intercalación y exfoliación presentado en las diferentes mezclas (119 difractogramas).

Finalmente por medio de la Espectrometría Infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), se efectuó un monitoreo INSITU de las mezclas aminos-organoarcillas el cual permitió realizar un análisis cualitativo de la compatibilidad molecular en base al tiempo de asentamiento transcurrido para cada mezcla en particular.

Luego se analizó y comparó los resultados obtenidos por los diferentes ensayos descritos, se consideraron los parámetros como tiempo de asentamiento, grado de intercalación o exfoliación y grado de compatibilidad molecular, se obtuvo en la siguiente investigación que la mejor mezcla resina-organoarcilla-inhibidor fue: GE-60/93A/CA y la mejor mezcla amina-organoarcilla-inhibidor fue: T- 403/93A/CA.

ÍNDICE GENERAL

	Pág.
RESUMEN.....	II
ÍNDICE GENERAL.....	V
ABREVIATURAS.....	VIII
SIMBOLOGÍA.....	IX
ÍNDICE DE FIGURAS.....	XI
ÍNDICE DE TABLAS.....	XVIII
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPÍTULO 1	
1. DESCRIPCIÓN GENERAL.....	3
1.1. Planteamiento del Problema.....	5
1.2. Objetivos.....	5
1.2.1. Objetivos Generales.....	5
1.2.2. Objetivos Específicos.....	6
1.3. Metodología.....	7
CAPÍTULO 2	
2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS.....	9
2.1. Fundamentos Teóricos de las Resinas Epóxicas, Aminas, Arcillas	

e Inhibidores de Corrosión.....	9
2.2. Definición de la Ley De Bragg y Teoría de la Difracción de rayos x.....	34
2.3. Teoría de FTIR Aplicada a Polímeros.....	38
2.4. Síntesis y Caracterización de los Nanocompuestos Polímeros Basado en Nanoarcillas.....	44
2.5. Aplicación de la Difractometría de Rayos X en la Nanotecnología de Materiales.....	47

CAPÍTULO 3

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	51
3.1. Materiales y Equipos.....	51
3.2. Preparación de las Arcillas.....	72
3.3. Preparación de los Inhibidores de corrosión.....	77
3.4. Preparación de las Mezclas para ensayos de XRD.....	78
3.4.1. Resinas – Arcillas.....	78
3.4.2. Resinas – Arcillas – Inhibidores.....	87
3.4.3. Aminas – Arcillas.....	94
3.4.4. Aminas – Arcillas – Inhibidores.....	102
3.4.5. Resinas – Aminas – Arcillas – Inhibidores.....	107
3.5. Preparación de las Mezclas para ensayos de FTIR.....	114
3.5.1. Resinas – Arcillas.....	114

3.5.2. Resinas – Arcillas – Inhibidores.....	117
3.6. Ensayos de Difractometría XRD.....	119
3.7. Ensayos de FTIR.....	136

CAPÍTULO 4

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS.....	146
4.1. Presentación de Resultados de las Caracterizaciones y Ensayos.....	146
4.2. Análisis de los resultados obtenidos.....	220

CAPÍTULO 5

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	249
5.1. Conclusiones.....	249
5.2. Recomendaciones.....	252

APÉNDICES

BIBLIOGRAFÍA

ABREVIATURAS

XRD	X Ray Diffraction.
FTIR	Fourier Transform Infared Spectroscopy
INSITU	Ensayo rrealizado sin perturbación de la muestra.
ATR	Atenuación Total Reflejada.
LEMAT	Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales
CIDNA	Centro ecuatoriano de Investigación y Desarrollo en Nanotecnología
CA /RM-210	Carboxilato de Amino
C93A	Cloisite 93A
C30B	Cloisite 30B
C20A	Cloisite 20A
D-230	Jeffamine polieteramina con densidad 0.95 g/ml
T-403	Jeffamine polieteramina con densidad 0.97 g/ml
EDR-148	Jeffamine polieteramina con densidad 0.99 g/ml
EDR-176	Jeffamine polieteramina con densidad 0.98 g/ml
TEPA	Jeffamine polieteramina con densidad 0.99 g/ml
TETA	Jeffamine polieteramina con densidad 0.97 g/ml
GE-60	ERISYS Resina Alifática con densidad de 1.28 g/ml
GE-40	ERISYS Resina Alifática con densidad de 1.24 g/ml
GE-38	ERISYS Resina Alifática con densidad de 1.23 g/ml
IR	Infrarroja
Speed Mixer	Equipo de mezclado a velocidad.
Monitoreo	Realizar un seguimiento del ensayo hasta su culminación
Background	La Base de un ensayo
Sample	Muestra
Pos	Posición
Height	Altura
d-spacing	Distancia espectral
Peak list	Lista de picos
ASENT	Asentamiento
FIMCP	Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción

SIMBOLOGÍA

μm	Micrómetros.
Ca^+	Ion de Calcio
Mg^+	Ion de Magnesio
K^+	Ion de Potasio
$(\text{SiO}_4)^{4+}$	Radical tetraóxido de Silicio
Si^{4+}	Ion de Silicio de oxidación 4
Al^{3+}	Ion de Aluminio de oxidación 3
Mg^{+2}	Ion de Magnesio de oxidación 2
Fe^{2+}	Ion de Hierro de oxidación 2
Fe^{3+}	Ion de Hierro de oxidación 3
Na^+	Ion de Sodio
HSO_4	Hidrógeno Sulfato
NH_3	Amoníaco
H_2	Hidrógeno
λ	Lambda
θ	Theta
Sin	Seno
Hz	Hertz
v	Frecuencia
\dot{v}	Número de onda
cm	Centímetro
s	Segundo
nm	Nanómetro
Co	Cobalto
Mo	Molibdeno
Cu	Cobre
Cr	Cromo
Fe	Hierro
Ag	Plata
g	Gramo
ml	Mililitro
rpm	Revolución por minuto
min	Minuto
$^{\circ}\text{C}$	Grados centígrados
%	Porciento
”	Pulgada

°	Grados
Å	Armstrong
Cts	Intensidad por segundo
Th	Theta
t_{lim}	Tiempo límite
X_l	Distancia Lineal
V_a	Velocidad de asentamiento
t_a	Tiempo de asentamiento
g	aceleración de la gravedad
m	metro
Kg	Kilogramo
Pa	Pascal
D_h	Diámetro hidrodinámico
D_i	Diámetro inicial
Kg/m^3	Kilogramo sobre metro cúbico
ρ_p	Densidad de la partícula
ρ_m	Densidad del medio
μ	Viscosidad del fluido

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 2.1. Hinchamiento de la arcilla [1].....	10
Figura 2.2. Suspensión coloidal [1].....	11
Figura 2.3. Tetraedro de silicato ($(\text{SiO}_4)^{4-}$) constituyente de las arcillas [2].....	12
Figura 2.4. Octaedro de óxidos metálicos constituyente de las arcillas [2].....	12
Figura 2.5. Estructura de los filosilicatos tipo 1:1 [2].....	13
Figura 2.6. Estructura de los filosilicatos tipo 2:1 [2].....	14
Figura 2.7. Partículas de arcilla y de nanoarcilla [5].....	17
Figura 2.8. Proceso de intercambio de cationes inorgánicos por cationes orgánicos [5].....	18
Figura 2.9. Configuración de los iones de alquilamonio dentro de las galerías de las arcillas [4].....	19
Figura 2.10. Estructura de la cloisite 20A [6].....	20
Figura 2.11. Estructura de la cloisite 30B [6].....	21
Figura 2.12. Estructura de la cloisite 93A [6].....	21
Figura 2.13. Clasificación de las aminas [7].....	22
Figura 2.14. Polaridad de las aminas [7].....	23
Figura 2.15. Estructura de las EDR-148 y EDR-176 [8].....	24
Figura 2.16. Estructura de la D-230 [8].....	25
Figura 2.17. Estructura de la T-403 [8].....	26
Figura 2.18. Estructura de la TETA [8].....	26
Figura 2.19. Estructura de la TEPA [8].....	27
Figura 2.20. Estructura del grupo oxiriano [10].....	28
Figura 2.21. Aplicación de resinas epóxicas [9].....	30
Figura 2.22. Estructura de la resina GE-60.....	31
Figura 2.23. Estructura de la resina GE-40.....	31
Figura 2.24. Estructura de la resina GE-38.....	31
Figura 2.25. Estructura del RM-210.....	34
Figura 2.26. Interferencia constructiva [12].....	35
Figura 2.27. Interferencia destructiva [12].....	35
Figura 2.28. Difracción de rayos x por los planos de átomos a-a' y b-b' [12].....	37
Figura 2.29. Patrón de frecuencia IR [14].....	40
Figura 2.30. Gráfica de un espectro IR [14].....	40
Figura 2.31. Sistema ATR [15].....	42
Figura 2.32. Índices de refracción.....	43

Figura 2.33. Tipos de nanocompuestos poliméricos [4].....	45
Figura 2.34. Diagrama esquemático de un difractor de rayos x [12]...	48
Figura 3.1. Organoarcilla usada en el proyecto.....	52
Figura 3.2. Amina usada en el proyecto.....	54
Figura 3.3. Resina usada en el proyecto.....	55
Figura 3.4. Inhibidor de corrosión usado en el proyecto.....	56
Figura 3.5. Agua desionizada usada en el proyecto.....	56
Figura 3.6. Acetona usada en el proyecto.....	57
Figura 3.7. Paquete de guante usado en el proyecto.....	57
Figura 3.8. Mascarilla de protección usada en el proyecto.....	57
Figura 3.9. Vasos precipitados usados en el proyecto.....	58
Figura 3.10. Higrómetro digital usado en el proyecto.....	58
Figura 3.11. Cronómetro usado en el proyecto.....	58
Figura 3.12. Estilete usado en el proyecto.....	59
Figura 3.13. Parafilm usado en el proyecto.....	59
Figura 3.14. Mortero y crisol usado en el proyecto.....	59
Figura 3.15. Mallas ASTM usadas en el proyecto.....	60
Figura 3.16. Vidrios reloj usados en el proyecto.....	60
Figura 3.17. Espátulas de acero inoxidable usadas en el proyecto.....	60
Figura 3.18. Pipetas plásticas usadas en el proyecto.....	61
Figura 3.19. Inyección usada en el proyecto.....	61
Figura 3.20. Toalla absorbente usada en el proyecto.....	61
Figura 3.21. Cortador de vidrio usado en el proyecto.....	62
Figura 3.22. Tubo de ensayo plástico usado en el proyecto.....	62
Figura 3.23. Envases plásticos usados en el proyecto.....	63
Figura 3.24. Espectrofotómetro (FTIR) usado en el proyecto.....	63
Figura 3.25. Accesorio ATR usado en el proyecto.....	64
Figura 3.26. Difractor de rayos x usado en el proyecto.....	64
Figura 3.27. Accesorio ATR usado en el proyecto.....	65
Figura 3.28. Tubo de Cu usado en el proyecto.....	65
Figura 3.29. Reflector de transmisión usado en el proyecto.....	65
Figura 3.30. Rejillas de difracción usadas en el proyecto.....	66
Figura 3.31. Horno Memmert usado en el proyecto.....	67
Figura 3.32. Centrífuga 5810 r usado en el proyecto.....	67
Figura 3.33. Centrífuga F-33d usado en el proyecto.....	67
Figura 3.34. Balanza electrónica usada en el proyecto.....	68
Figura 3.35. Speed mixer usado en el proyecto.....	68
Figura 3.36. Holder usado en el proyecto.....	69
Figura 3.37. Chiller usado en el proyecto.....	69
Figura 3.38. Bomba sumergible usada en el proyecto.....	70
Figura 3.39. Filtro para partículas usado en el proyecto.....	70
Figura 3.40. Nitrógeno usado en el proyecto.....	71
Figura 3.41. Deshumificador usado en el proyecto.....	71
Figura 3.42. Sorbona usada en el proyecto.....	72

Figura 3.43. Preparación de arcilla.....	74
Figura 3.44. Colocación de recipientes en el equipo de centrifugado.....	75
Figura 3.45. Nuevos pesajes para el siguiente centrifugado.....	76
Figura 3.46. Proceso de molido y tamizado de la organoarcilla.....	77
Figura 3.47. Proceso de obtención de inhibidor de corrosión.....	78
Figura 3.48. Proceso de pesaje - mezcla 1 optimizada.....	81
Figura 3.49. Proceso de pesaje – mezcla 1 optimizada final.....	84
Figura 3.50. Colocación de muestra en el holder – mezcla 1 optimizada Final.....	84
Figura 3.51. Colocación del holder dentro del speed mixer – mezcla 1 optimizada final.....	85
Figura 3.52. Puesta de parámetros en el speed mixer – mezcla 1 optimizada final.....	85
Figura 3.53. Obtención de la mezcla resina-arcilla – mezcla 1 optimizada final.....	85
Figura 3.54. Proceso de mezclado resina-arcilla- inhibidor – mezcla 2 optimizada final.....	88
Figura 3.55. Puesta al horno de la mezcla resina – arcilla -inhibidor – mezcla 2 optimizada final.....	89
Figura 3.56. Mezclado automático speed mixer resina – arcilla -inhibidor – mezcla 2 optimizada final.....	89
Figura 3.57. Segunda puesta al horno de la mezcla resina –arcilla – inhibidor – mezcla 2 optimizada final.....	90
Figura 3.58. Segunda puesta al speed mixer de la mezcla resina- arcilla- inhibidor – mezcla 2 optimizada final.....	90
Figura 3.59. Proceso de adhesión de resina a la mezcla resina – arcilla-inhibidor – mezcla 2 optimizada final.....	91
Figura 3.60. Obtención de la mezcla resina - arcilla -inhibidor – mezcla 2 optimizada final.....	91
Figura 3.61. Procedimiento de mezclado amina- arcilla mezcla 3 optimizada final.....	95
Figura 3.62. Procedimiento de mezclado amina- arcilla -inhibidor mezcla 4 optimizada final.....	104
Figura 3.63. Mezclado 5.....	110
Figura 3.64. Mezclado 6.....	111
Figura 3.65. Mezclado 7.....	112
Figura 3.66. Procedimiento de equipo de centrifugado.....	116
Figura 3.67. Procedimiento de ensayo 1.....	123
Figura 3.68. Procedimiento de ensayo 2.....	125
Figura 3.69. Procedimiento de ensayo 3.....	129
Figura 3.70. Procedimiento de ensayo 5.....	133
Figura 3.71. Ensayos XRD.....	135
Figura 3.72. Ensayos XRD optimizados.....	136
Figura 3.73. Ensayos XRD optimizados finales.....	136

Figura 3.74.	Monitoreo GE-38/93A 0min.....	137
Figura 3.75.	Monitoreo GE-38/93A 5min.....	138
Figura 3.76.	Monitoreo GE-38/93A 30min.....	138
Figura 3.77.	Monitoreo GE-38/93A 60min	138
Figura 3.78.	Monitoreo GE-38/93A 122min.....	139
Figura 3.79.	Monitoreo GE-38/93A 390min.....	139
Figura 3.80.	Monitoreo GE-38/93A 450min.....	139
Figura 3.81.	Monitoreo EDR-148/93A 0min.....	143
Figura 3.82.	Monitoreo EDR-148/93A 10min.....	143
Figura 3.83.	Monitoreo EDR-148/93A 20min.....	143
Figura 3.84.	Monitoreo EDR-148/93A 35min.....	144
Figura 3.85.	Monitoreo EDR-148/93A 60min.....	144
Figura 3.86.	Monitoreo EDR-148/93A 120min.....	144
Figura 3.87.	Monitoreo EDR-148/93A 140min.....	144
Figura 3.88.	Ensayos FTIR.....	145
Figura 4.1	Difractograma 93A sin lavar.....	147
Figura 4.2	Difractograma 93A lavada.....	147
Figura 4.3	Comparación entre 93A sin lavar con 93A lavada.....	148
Figura 4.4	Difractograma 93A - 20%CA sin temperatura.....	149
Figura 4.5	Difractograma 93A – 20%CA con temperatura.....	150
Figura 4.6	Difractograma 93A – 20%CA proceso normal.....	151
Figura 4.7	Comparación entre C93A - 20%CA proceso normal, sin temperatura y con temperatura.....	151
Figura 4.8	Difractograma C93A – 10%CA sin temperatura.....	152
Figura 4.9	Difractograma C93A – 10%CA con temperatura.....	153
Figura 4.10	Difractograma C93A – 10%CA proceso normal.....	154
Figura 4.11	Comparación entre C93A - 10%CA proceso normal, sin temperatura y con temperatura.....	154
Figura 4.12	Difractograma C93A – 2%CA sin temperatura.....	155
Figura 4.13	Difractograma C93A – 2%CA con temperatura.....	156
Figura 4.14	Difractograma C93A- 2%CA proceso normal.....	157
Figura 4.15	Comparación entre C93A - 2%CA proceso normal, sin temperatura y con temperatura.....	158
Figura 4.16	Difractograma GE-38 93A ensayo optimizado final	159
Figura 4.17	Difractograma GE-38 30B ensayo optimizado final.....	159
Figura 4.18	Difractograma GE-38 20A ensayo optimizado final.....	160
Figura 4.19	Comparación entre GE-38 /93A; GE-38/30B y GE-38/20A ensayo optimizado final.....	161
Figura 4.20	Difractograma GE-40 93A ensayo optimizado final.....	162
Figura 4.21	Difractograma GE-40 30B ensayo optimizado final.....	162
Figura 4.22	Difractograma GE-40 20A ensayo optimizado final	163
Figura 4.23	Comparación entre GE-40 /93A; GE-40/30B y GE-40/20A ensayo optimizado final.....	164
Figura 4.24	Difractograma GE-60 93A ensayo optimizado final.....	165

Figura 4.25	Difractograma GE-60 30B ensayo optimizado final4.....	165
Figura 4.26	Difractograma GE-60 20A ensayo optimizado final.....	166
Figura 4.27	Comparación entre GE-60 /93A, GE-60/30B y GE-60/20A ensayo optimizado final.....	167
Figura 4.28	Difractograma GE-38 / 93A ensayo optimizado final.....	168
Figura 4.29	Difractograma GE-38/ 93a/ CA ensayo optimizado final.....	168
Figura 4.30	Comparación entre GE-38 /93A con GE-38/93A/CA ensayo optimizado final.....	169
Figura 4.31	Difractograma GE-40 / 93A ensayo optimizado final.....	170
Figura 4.32	Difractograma GE-40/ 93A/ CA ensayo optimizado final.....	170
Figura 4.33	Comparación entre GE-40 /93A con GE-40/93A/CA ensayo optimizado final.....	171
Figura 4.34	Difractograma GE-60/ 93A ensayo optimizado final.....	172
Figura 4.35	Difractograma GE-60/ 93A/CA ensayo optimizado final.....	172
Figura 4.36	Comparación entre GE-60 /93A con ge-60/93A/CA ensayo optimizado final.....	173
Figura 4.37	Difractograma D-230/ 93A ensayo optimizado final.....	174
Figura 4.38	Difractograma D-230/ 30B ensayo optimizado final.....	174
Figura 4.39	Difractograma D-230/ 20A ensayo optimizado final.....	175
Figura 4.40	Comparación entre D-230 /93A con D-230/30B con D-230/20A ensayo optimizado final.....	176
Figura 4.41	Difractograma T-403/ 93A ensayo optimizado final.....	177
Figura 4.42	Difractograma T-403/ 30B ensayo optimizado final.....	177
Figura 4.43	Difractograma T-403/ 20A ensayo optimizado final.....	178
Figura 4.44	Comparación entre T-403 /93A con T-403/30B con T-403/20A ensayo optimizado final.....	179
Figura 4.45	Difractograma EDR-148/ 93A ensayo optimizado final.....	180
Figura 4.46	Difractograma EDR-148/ 30B ensayo optimizado final	180
Figura 4.47	Difractograma EDR-148/ 20A ensayo optimizado final.....	181
Figura 4.48	Comparación entre EDR-148 /93A con EDR-148/30B con EDR-148/20A ensayo optimizado final.....	182
Figura 4.49	Difractograma EDR-176/ 93A ensayo optimizado final.....	183
Figura 4.50	Difractograma EDR-176/ 30B ensayo optimizado final.....	183
Figura 4.51	Difractograma EDR-176/ 20A ensayo optimizado final.....	184
Figura 4.52	Comparación entre EDR-176 /93A con EDR-176/30B con EDR-176/20 ^a ensayo optimizado final.....	185
Figura 4.53	Difractograma TEPA/ 93A ensayo optimizado final.....	186
Figura 4.54	Difractograma TEPA/ 30B ensayo optimizado final.....	186
Figura 4.55	Difractograma TEPA 20A ensayo optimizado final.....	187
Figura 4.56	Comparación entre TEPA /93A con TEPA/30B con TEPA/20A ensayo optimizado final.....	188
Figura 4.57	Difractograma TETA/ 93A ensayo optimizado final.....	189
Figura 4.58	Difractograma TETA/ 30B ensayo optimizado final.....	189
Figura 4.59	Difractograma TETA/ 20A ensayo optimizado final.....	190

Figura 4.60	Comparación entre TETA /93A con TETA/30B con TETA/20A ensayo optimizado final	191
Figura 4.61	Difractograma D230/ 93A ensayo optimizado final.....	192
Figura 4.62	Difractograma D-230/ 93a/CA ensayo optimizado final.....	193
Figura 4.63	Comparación entre D-230 /93A con D-230/93A/CA ensayo optimizado final.....	193
Figura 4.64	Difractograma T-403 / 93A ensayo optimizado final.....	194
Figura 4.65	Difractograma T-403 / 93a/CA ensayo optimizado final.....	195
Figura 4.66	Comparación entre T-403 /93A con T-403/93A/CA ensayo optimizado final.....	196
Figura 4.67	Difractograma EDR-148 / 93a ensayo optimizado final.....	197
Figura 4.68	Difractograma EDRr-148 / 93a/CA ensayo optimizado final.	197
Figura 4.69	Comparación entre EDR-148 /93A con EDR-148/93A/CA ensayo optimizado final.....	198
Figura 4.70	Difractograma EDR-176 / 93A ensayo optimizado final.....	199
Figura 4.71	Difractograma EDR-176 / 93A/CA ensayo optimizado final..	200
Figura 4.72	Comparación entre EDR-176 /93A con EDR-176/93A/CA ensayo optimizado final	200
Figura 4.73	Difractograma TEPA / 93A ensayo optimizado final.....	201
Figura 4.74	Difractograma TEPA / 93A/CA ensayo optimizado final.....	202
Figura 4.75	Comparación entre TEPA /93A con TEPA/93A/CA ensayo optimizado final.....	203
Figura 4.76	Difractograma TETA / 93A ensayo optimizado final.....	204
Figura 4.77	Difractograma TETA/ 93A/CA ensayo optimizado final.....	204
Figura 4.78	Comparación entre TETA /93A con TETA/93A/CA ensayo optimizado final	205
Figura 4.79	INSITU D-230/93a rango específico ATR.....	209
Figura 4.80	Comparación ASENT vs ATR D-230/93A.....	209
Figura 4.81	INSITU T-403/93A rango específico ATR.....	211
Figura 4.82	Comparación ASENT vs ATR T-403/93A.....	211
Figura 4.83	INSITU EDR-148/93A rango específico ATR.....	213
Figura 4.84	Comparación ASENT vs ATR EDR-148/93A.....	213
Figura 4.85	INSITU EDR176/93A rango específico ATR.....	215
Figura 4.86	Comparación ASENT vs ATR EDR-176.....	215
Figura 4.87	INSITU TEPA/93A rango específico ATR.....	217
Figura 4.88	Comparación ASENT vs ATR TEPA/93A.....	217
Figura 4.89	INSITU teta/93a rango específico ATR.....	219
Figura 4.90	Comparación ASENT vs ATR TETA/93A.....	219
Figura 4.91	Velocidad de asentamiento de aminas.....	241
Figura 4.92	Compatibilidad T- 403/93A 0min (curva roja).....	242
Figura 4.93	Compatibilidad T- 403/93A 30min (curva azul).....	242
Figura 4.94	Compatibilidad T- 403/93A 160min (curva rosada).....	242
Figura 4.95	Compatibilidad T- 403/93A 180min (curva verde claro).....	243
Figura 4.96	Compatibilidad T- 403/93A 240min (curva amarilla).....	243

Figura 4.97	Compatibilidad T- 403/ 93A 300min (curva celeste).....	243
Figura 4.98	Compatibilidad T- 403/93A 355min (curva verde oscuro).....	244
Figura 4.99	Diámetros hidrodinámicos vs distancia de asentamiento.....	247
Figura 4.100	Efecto del diámetro hidrodinámico en la compatibilidad Molecular.....	248

ÍNDICE DE TABLAS

		Pág.
Tabla 1	Interpretación de espectros IR [14].....	41
Tabla 2	Mezclas efectuadas entre resinas-arcillas correspondiente a la mezcla 1.....	80
Tabla 3	Mezclas efectuadas entre resinas-arcillas correspondiente a la mezcla 1 optimizada	82
Tabla 4	Mezclas efectuadas entre resinas-arcillas correspondiente a la mezcla 1 optimizada final.....	86
Tabla 5	Mezclas efectuadas entre resinas – arcillas - inhibidor correspondiente a la mezcla 2.....	92
Tabla 6	Mezclas efectuadas entre resinas – arcillas - inhibidor correspondiente a la mezcla 2 optimizada	93
Tabla 7	Mezclas efectuadas entre resinas – arcillas -inhibidor correspondiente a la mezcla 2 optimizada final.....	93
Tabla 8	Mezclas efectuadas entre aminos-arcillas correspondiente a la mezcla 3.....	96
Tabla 9	Mezclas efectuadas entre aminos – arcillas correspondiente a la mezcla 3 optimizada.....	98
Tabla 10	Mezclas efectuadas entre aminos-arcillas correspondiente a la mezcla 3 optimizada final.....	100
Tabla 11	Mezclas efectuadas entre aminos-arcillas-inhibidor correspondiente a la mezcla 4.....	105
Tabla 12	Mezclas efectuadas entre aminos-arcillas-inhibidor correspondiente a la mezcla 4 optmizada.....	106
Tabla 13	Mezclas efectuadas entre aminos - arcillas- inhibidor correspondiente a la mezcla 4 optmizada final.....	107
Tabla 14	Mezclas efectuadas entre arcilla - inhibidor correspondiente a la mezcla 5.....	112
Tabla 15	Mezclas efectuadas entre arcilla – inhibidor correspondiente a la mezcla 6.....	113
Tabla 16	Mezclas efectuadas entre arcilla-inhibidor correspondiente a la mezcla 7.....	113

Tabla 17	Mezclas efectuadas entre resina - arcilla correspondiente a la mezcla 8.....	116
Tabla 18	Mezclas efectuadas entre amina-arcilla correspondiente a la mezcla 9.....	118
Tabla 19	Resultados obtenidos del ensayo 1	148
Tabla 20	Resultados obtenidos del ensayo 2 (20%CA).....	152
Tabla 21	Resultados obtenidos del ensayo 2 (10%CA).....	155
Tabla 22	Resultados obtenidos del ensayo 2 (2%CA).....	158
Tabla 23	Resultados obtenidos del ensayo 3 (GE-38 / Organoarcillas)...	161
Tabla 24	Resultados obtenidos del ensayo 3 (GE-40 / Organoarcillas)...	164
Tabla 25	Resultados obtenidos del ensayo 3 (GE-60 / Organoarcillas)...	167
Tabla 26	Resultados obtenidos del ensayo 4 (GE-38 / 93A / CA).....	169
Tabla 27	Resultados obtenidos del ensayo 4 (GE-40 / 93A / CA).....	171
Tabla 28	Resultados obtenidos del ensayo 4 (GE-60 / 93A / CA).....	173
Tabla 29	Resultados obtenidos del ensayo 5 (D-230 / Organoarcillas)...	176
Tabla 30	Resultados obtenidos del ensayo 5 (T-403 / Organoarcillas).....	179
Tabla 31	Resultados obtenidos del ensayo 5 (EDR-148 / Organoarcillas)	182
Tabla 32	Resultados obtenidos del ensayo 5 (EDR-176 / Organoarcillas)	185
Tabla 33	Resultados obtenidos del ensayo 5 (TEPA / Organoarcillas)....	188
Tabla 34	Resultados obtenidos del ensayo 5 (TETA / Organoarcillas)....	191
Tabla 35	Resultados obtenidos del ensayo 6(D-230 / 93A /CA).....	194
Tabla 36	Resultados obtenidos del ensayo 6 (T-403 / 93A /CA).....	196
Tabla 37	Resultados obtenidos del ensayo 6 (EDR-148 / 93A / CA).....	198
Tabla 38	Resultados obtenidos del ensayo 6 (EDR-176 / 93A / CA).....	201
Tabla 39	Resultados obtenidos del ensayo 6 (TEPA /93A / CA).....	203
Tabla 40	Resultados obtenidos del ensayo 6 (TETA / 93A / CA).....	205
Tabla 41	Monitoreo tiempo de asentamiento GE-60/93A.....	206
Tabla 42	Monitoreo tiempo de asentamiento GE-40/93A.....	207
Tabla 43	Monitoreo tiempo de asentamiento GE-38/93A.....	207
Tabla 44	Monitoreo tiempo de asentamiento D-230 / 93A.....	208
Tabla 45	Monitoreo tiempo de asentamiento T- 403 / 93A.....	210

Tabla 46	Monitoreo tiempo de asentamiento EDR-148 / 93A.....	212
Tabla 47	Monitoreo tiempo de asentamiento EDR-176 / 93A.....	214
Tabla 48	Monitoreo tiempo de asentamiento TEPA / 93A.....	216
Tabla 49	Monitoreo tiempo de asentamiento TETA / 93A.....	218
Tabla 50	Intercalaciones obtenidas entre aminas alifáticas con 93A/CA..	232
Tabla 51	Diámetros hidrodinámicos de las mezclas aminas alifáticas / organoarcilla 93A.....	246

INTRODUCCIÓN

En el actual Trabajo Final de Graduación, se determinó un procedimiento óptimo y se obtuvo la mejor mezcla entre los nanocompuestos formados por resina-amina-organoarcilla-inhibidor. Esta investigación permitirá desarrollar nuevos procedimientos para determinar la compatibilidad entre una resina amina o epóxica y organoarcillas u otros aditivos. La investigación se desarrolló en el laboratorio de síntesis del área de materiales, el laboratorio de reología del LEMAT y la caracterización en el CIDNA de la Escuela Superior Politécnica del Litoral.

Para lograr una buena síntesis y caracterización de los nanocompuestos formados se realizó los siguientes ensayos:

Ensayo de Asentamiento.- para determinar el tiempo mínimo en el cual las organoarcillas mezcladas con el inhibidor se asienten, como un indicativo de compatibilidad e importante en la preparación y desarrollo de pinturas epóxicas a base de nanocompuestos y ensayos. Se utilizó el FTIR y tubos de 15 ml para determinar los asentamientos por método molecular y físico, respectivamente. El FTIR además permite determinar posibles reacciones durante el asentamiento.

Ensayo de Difractometría Rayos X (XRD).- para caracterizar las diferentes mezclas efectuadas, categorizándolas como intercaladas o exfoliadas.

La realización de este procedimiento, rigurosamente seguido en los ensayos citados, es de vital importancia para la entrega de la mezcla optima entre resina-organoarcilla-inhibidor y amina-organoarcilla-inhibidor; ya que se obtuvo la certeza de los resultados presentados han sido validados y doblemente optimizados por el procedimiento estrictamente seguido, lo que es indispensable para la entrega de una mezcla que sirva como recubrimiento con mayor resistencia contra la corrosión.

CAPÍTULO 1

1. DESCRIPCIÓN GENERAL

En los últimos años ha crecido el interés por el estudio de nanocompuestos poliméricos; principalmente en el área de materiales, ya que estudios previos demuestran que existe una mejora en sus propiedades mecánicas, buena resistencia química y de barrera anticorrosiva.

La nanocarga mas empleada en nanocompuestos es la arcilla, debido a su disponibilidad y bajo coste. Dado que la naturaleza de la arcilla es hidrófilo, contraste a la matriz polimérica comúnmente empleada en aplicaciones industriales; en el presente proyecto se utilizó arcillas modificadas químicamente, que adquieran un carácter organofílico que faciliten su dispersión en la matriz polimérica. Por lo tanto los nanocompuestos empleados fueron organoarcillas montmorillonitas, resinas epóxicas, aminas alifáticas e inhibidores de corrosión.

Con el incansable propósito de retardar el efecto de la oxidación en los metales, nace la necesidad de desarrollar proyectos que permitan sintetizar y caracterizar nanocompuestos, para tener la certeza que con los resultados que se obtengan servirán para desarrollar recubrimientos que mejoren las propiedades anticorrosivas.

Se continuó con estudios previos desarrollados en proyectos anteriores, en donde se tomó en consideración los diferentes resultados presentados en donde las organoarcillas: 93A, 30B y 20A, son las que mejores resultados presentan con la mezcla de resinas epóxicas (GE-60, GE-40 y GE-38) y aminas alifáticas: (D-230, T-403, EDR-148, EDR-176, TEPA y TETA). En investigaciones pasadas se sugiere para caracterizar dichos resultados se lo haga por medio de la difracción de Rayos X en donde se podrá observar el grado de compatibilidad entre las diferentes mezclas y por ende los espacios interlaminares que presenten, ya que depende de ello para saber el grado de intercalación y exfoliación a presentarse por dichas mezclas. Por otro lado otras investigaciones proponen que la forma más común de caracterizar y sobretodo de conocer cómo reacciona la compatibilidad molecular de las mezclas de los nanocompuestos es por medio de la espectrometría infrarroja, en donde este ensayo da un detalle de que modificación o efecto tiene el agregarle algún agente compatibilizante como lo es un inhibidor de

corrosión y finalmente también recomiendan controlar el fenómeno del asentamiento ya que es muy común que este pueda presentarse, de no ser así los resultados obtenidos serán erróneos.

1.1 Planteamiento del Problema

Establecer un procedimiento que permita seleccionar de las mezclas a efectuarse entre resinas-aminas-arcillas-inhibidor de corrosión, la mezcla óptima que tome en consideración parámetros como el asentamiento, la compatibilidad en los diferentes sistemas de mezclado y su grado de exfoliación e intercalación a encontrarse por medio de los ensayos de difracción de Rayos X (XRD), Espectrometría Infrarroja y métodos físicos como el asentamiento en tubo de 15 ml.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivos Generales

- Deducir un procedimiento óptimo entre las diferentes mezclas resina-amina-organoarcilla-inhibidor que valide los ensayos de Espectrometría Infrarroja y Difracción de Rayos X.

- Obtener la mejor mezcla entre las organoarcillas con resinas epóxicas, aminas alifáticas e inhibidor de corrosión; caracterizar y sintetizar las mismas mediante los ensayos de Espectrometría Infrarroja y Difractometría de Rayos X.

1.2.2 Objetivos Específicos

- Definir algún tipo de mejora previo al proceso de mezclado entre organoarcillas con resinas epóxicas y aminas alifáticas.
- Establecer la proporción y técnica adecuada para añadir un agente compatibilizante como lo es el inhibidor de corrosión en el proceso de mezclado.
- Desarrollar una relación entre los ensayos de FTIR con los de XRD que permita validar los resultados obtenidos.
- Encontrar las tres mezclas entre resina-organoarcilla y amina-organoarcilla que mayor tiempo se demore en asentarse 0.5ml.
- Determinar por medio del difractómetro de Rayos X; las tres mezclas entre resina-organoarcilla-inhibidor y amina-organoarcilla-inhibidor que presente el mayor grado de intercalación o exfoliación.

- Observar el grado de compatibilidad molecular de los nanocompuestos por medio de monitoreo INSITU en el Espectrómetro Infrarrojo.

1.3 Metodología

La metodología empleada en este proyecto de graduación fue basada en la mejora de procedimientos sugeridos por previas investigaciones, que permitan tener la certeza que los resultados obtenidos sean comprobablemente correctos.

Se inició con una previa mejora de la organoarcilla en base a la eliminación de iones de sulfato, mediante un previo lavado sugerido por el director del presente proyecto.

Luego se buscó el efecto que tendría mezclar diferentes proporciones de inhibidor de corrosión para saber la cantidad y proceso idóneo a utilizarse en la formación de nanocompuestos, esta caracterización se la llevó a cabo en el difractor de rayos X.

El siguiente paso fue el de mezclado entre las organoarcillas (93A, 30B y 20A) con resinas epóxicas (GE-60, GE-40 y GE-38), aminas

alifáticas (D-230, T-403, EDR-148, EDR-176, TEPA y TETA) e inhibidor de corrosión (RM-210), se utilizó un mezclador de alta velocidad y un horno.

Cabe recalcar que este procedimiento fue prueba y error, ya que se tuvo que efectuar 2 procesos de optimización, el cual se tomó en consideración parámetros como el tiempo de asentamiento, tiempo en que se efectuó los ensayos y la manera en que se llevó el mezclado para la formación del nanocompuesto; todo esto se lo pudo efectuar mediante la complementación de los ensayos de difracción (XRD) con los ensayos de espectrometría infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).

Finalmente se le pudo dar otro enfoque a la espectrometría infrarroja mediante la técnica de medición de asentamiento de manera visual complementándola con el procedimiento de atenuación total reflejada (ATR), a la vez se pudo también determinar cómo varia su composición molecular al transcurrir el tiempo con un monitoreo INSITU de las mezclas en el procedimiento ATR.

CAPÍTULO 2

2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2.1 Fundamentos Teóricos de las Resinas Epóxicas, Aminas, Arcillas e Inhibidores de Corrosión.

Definición, Propiedades y Estructura de las Arcillas.

La arcilla es todo mineral con un tamaño de grano inferior a 2 μm , está formada de dos elementos silicato y feldespato, esto se debe al desgaste de las rocas por la presión tectónica, sismos, erosión, etc.

[1]. Las propiedades fisicoquímicas más relevantes son:

Capacidad de absorción.- Se caracteriza por la pérdida de resistencia de un coloide al amasarlo y su posterior recuperación con el paso del tiempo. Las arcillas tixotrópicas al ser amasadas se convierten en un verdadero líquido [1].

Capacidad de intercambio catiónico.- Poseen la capacidad de cambiar los iones fijados en la superficie exterior de sus cristales o atraer cationes a su superficie (Ca^+ , Mg^+ , K^+) [1].

Tixotropía.- Hace referencia al sector de los absorbentes ya que algunas arcillas pueden absorber agua u otras moléculas en el espacio interlaminar (esmeclitas) o en los canales estructurales (sepiolita y paligorskita) [1].

Hidratación e Hinchamiento.- Son propiedades características de las esmeclitas y cuya importancia es crucial en los diferentes usos industriales [1].

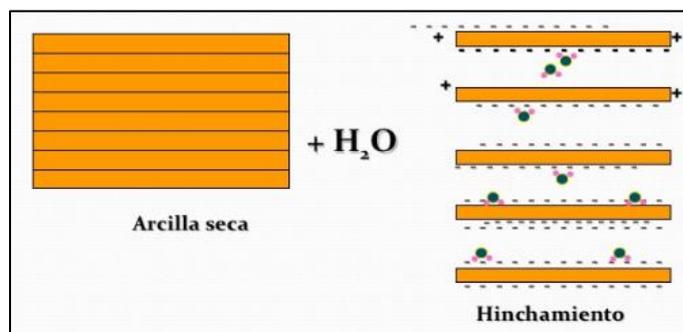


FIGURA 2.1. HINCHAMIENTO DE LA ARCILLA [1]

Plasticidad.- Las arcillas son eminentemente plásticas, debido a que el agua al envolverse sobre las partículas laminares produce un

efecto lubricante que facilita el deslizamiento de unas partículas sobre otras, el resultado de dicho deslizamiento se denomina suspensión coloidal [1].

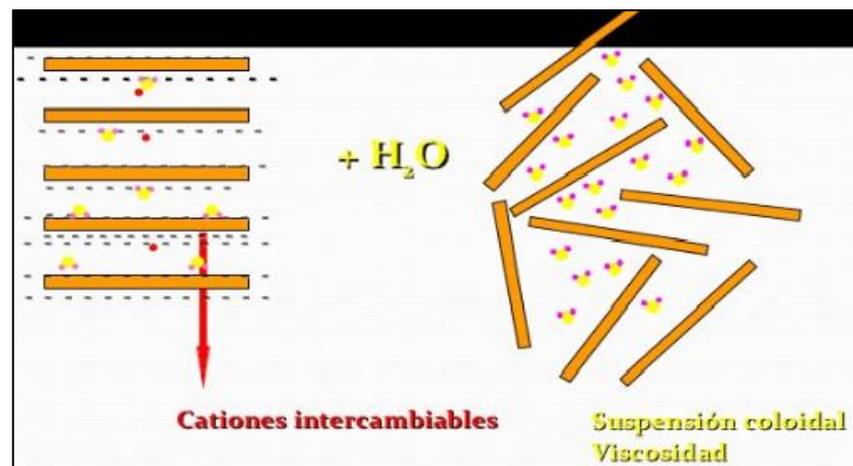


FIGURA 2.2. SUSPENSIÓN COLOIDAL [1]

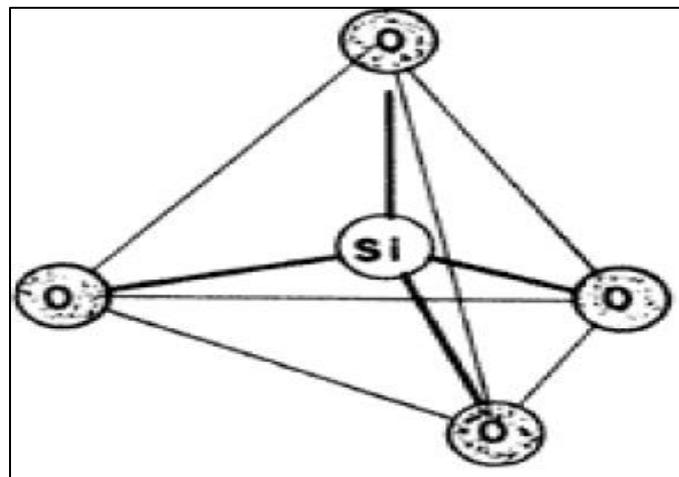
Estructura de los Filosilicatos

Los minerales que poseen las arcillas forman estructuras laminares, científicamente conocidas como filosilicatos; dicho término se debe a que la geometría de las láminas depende del catión de coordinación. La llamada capa tetraédrica está formada por tetraedros de $(\text{SiO}_4)^{4-}$ Figura (2.3).

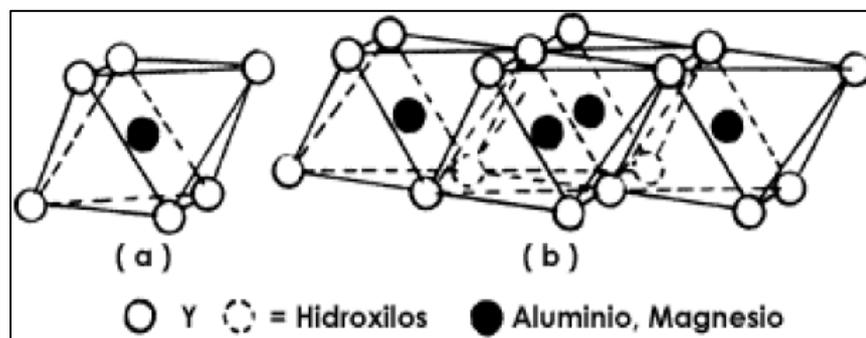
Se lo caracteriza por la compartición de tres de sus cuatro oxígenos con otros aledaños (oxígenos basales) y las cuales forman capas

periódicas de hexágonos de tetraedros. En dicha capa el catión de Si^{4+} puede ser reemplazado por Al^{3+} .

En la capa octaédrica, se forman octaedros de oxihidróxido de aluminio Figura (2.4); en donde el Al^{3+} puede ser reemplazado por Mg^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} [2].



**FIGURA 2.3. TETRAEDRO DE SILICATO ($(\text{SiO}_4)^{4-}$)
CONSTITUYENTE DE LAS ARCILLAS [2]**



**FIGURA 2.4. OCTAEDRO DE ÓXIDOS METÁLICOS
CONSTITUYENTE DE LAS ARCILLAS [2]**

La formación de una estructura laminar de los filosilicatos, se da debido a la unión de capas entre si y forman un plano común conformado por los oxígenos de los tetraedros. Los oxígenos de los tetraedros que son compartidos con los octaedros se los denominan oxígenos apicales; los oxígenos que unen los tetraedros entre sí y forman la superficie externa se los denominan oxígenos basales. Oxígenos de los tetraedros que no corresponden a oxígenos apicales, están como grupo hidroxilo (OH) para conservar la electro-neutralidad [2]. Debido a la interacción entre capas tetraédricas y octaédricas se puede encontrar dos tipos de filosilicatos:

Filosilicatos 1:1.- Donde una capa tetraédrica se une a una sola capa octaédrica, Figura (2.5) [2].

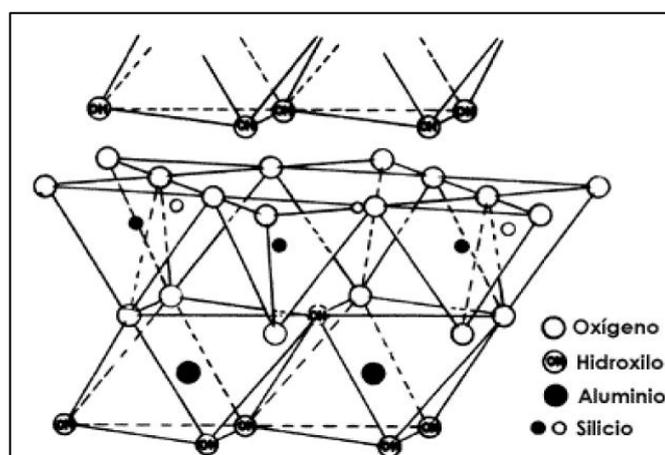
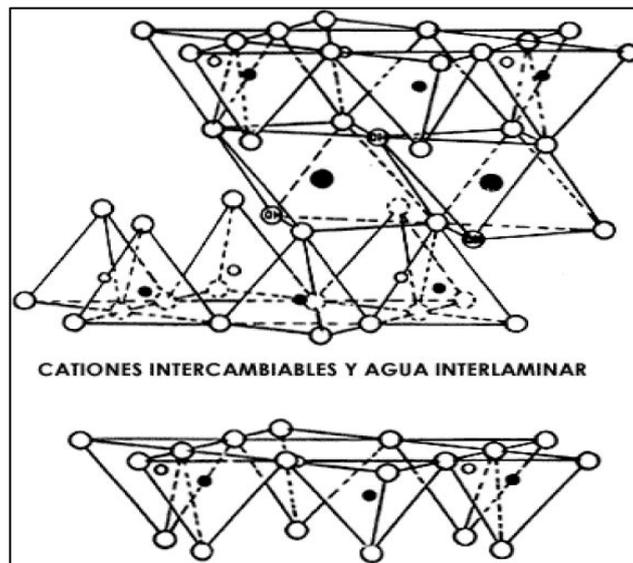


FIGURA 2.5. ESTRUCTURA DE LOS FILOSILICATOS TIPO 1:1 [2]

Filosilicatos 2:1.- Donde una capa octaédrica se une a dos capas tetraédricas, una a cada lado, Figura (2.6) [2].



○ Oxígeno ⊕ Hidroxilos ● Aluminio, Hierro, Magnesio
 ○ y ● Silicio

FIGURA 2.6. ESTRUCTURA DE LOS FILOSILICATOS TIPO 2:1 [2]

Montmorillonita

La montmorillonita se la conoce con dicho nombre debido a que esta arcilla pertenece al grupo de las esmectitas, fue encontrada en el área de Montmorillon en Francia. Sus propiedades Físico-químicas más relevantes son:

- Presenta Morfología laminar (Filosilicatos).
- Pequeño tamaño de partícula (inferior a $2\mu\text{m}$).

- Posee estructura de un Filosilicato del grupo 2:1(T:O:T); del cual la estructura trilaminar se encuentra formada por dos capas tetraédricas de silicato y una capa octaédrica intermedia de tipo gibbsita (de aluminio).

- Su fórmula química es:



- La capacidad de intercambio catiónico (CEC).- Es una de las propiedades más relevantes ya que es la suma de todos los cationes de cambio que un mineral puede absorber a un determinado PH en otras palabras es la medida total de cargas negativas del mineral; dichas cargas pueden ser generadas de 3 maneras:

- Sustituciones isomórficas dentro de la estructura.
- Enlaces insaturados en los bordes y superficies externas.
- Disociación de los grupos hidroxilos accesibles.

Dichas propiedades se las puede resumir en dos muy importantes que justifica su frecuente uso:

- Un valor elevado del área superficial
- Gran cantidad de superficie activada con enlaces no saturados.

Por lo tanto debido a las propiedades citadas da como resultado la capacidad de interacción que poseen las montmorillonitas con diferentes sustancias, por ello tienen comportamiento plástico en mezclas arcilla-agua y tienen la capacidad de poderse hinchar con un debido tratamiento reológico en suspensiones acuosas [3].

Definición y Características de las Nanoarcillas.

En principio, las arcillas o también llamadas organoarcillas no modificadas (Na^+ o K^+) solamente pueden ser miscibles con polímeros hidrofílicos. Por lo tanto, es necesario el uso de agentes de acoplamiento para compatibilizar ambas fases. Estos agentes son fundamentalmente moléculas constituidas por una funcionalidad hidrofílica (a fin a las arcillas) y por una funcionalidad organofílica (a fin al polímero), lo que facilita la dispersión de las láminas de la arcilla dentro de la matriz polimérica [4].

Los primeros agentes compatibilizantes utilizados en la síntesis de nanocompuestos fueron los aminoácidos. En la actualidad los agentes de acoplamiento más populares son

los iones de alquilamonio, ya que pueden intercambiarse fácilmente con los cationes situados en las galerías.

Además, la naturaleza no polar de su cadena reduce las interacciones electrostáticas entre las láminas, lo que resulta en un amplio espacio interlaminar, el cual facilita la difusión polimérica [4].

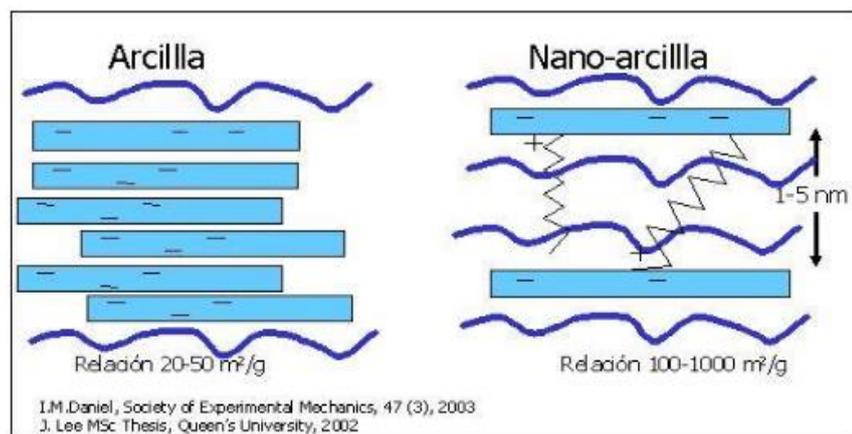


FIGURA 2.7. PARTÍCULAS DE ARCILLA Y DE NANOARCILLA [5]

Los iones de alquilamonio más empleados se basan en alquilaminas primarias. Su fórmula básica es $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{NH}_3^+$, donde n representa la longitud de cadena, la cual oscila entre 1 y 18 carbonos.

Estudios anteriores, demuestran que la exfoliación laminar se ve favorecida cuando se emplean iones con una longitud de cadena superior a 8 átomos de carbono; mientras que con cadenas más cortas, se conducía a la formación de estructuras aglomeradas [4].

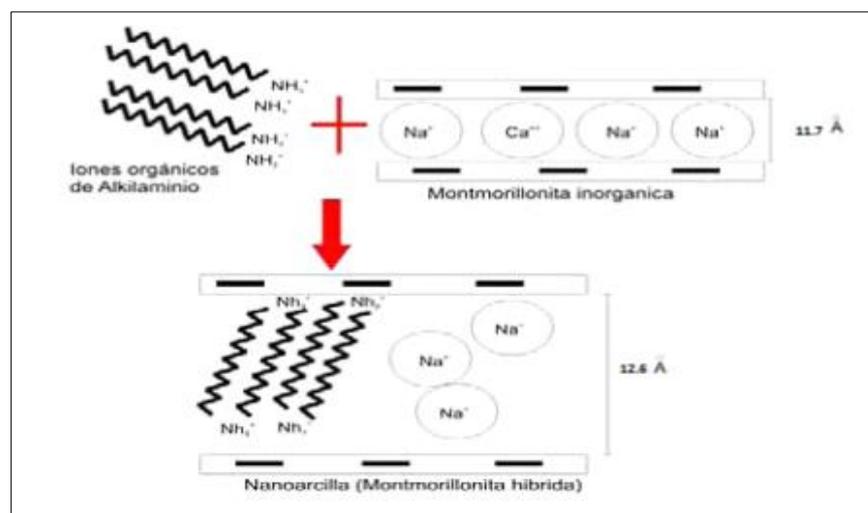


FIGURA. 2.8. PROCESO DE INTERCAMBIO DE CATIONES INORGÁNICOS POR CATIONES ORGÁNICOS [5]

Dentro de las galerías, los iones de alquilamonio se acomodan de diversas formas en función de la densidad de carga de la arcilla. Así, los iones adoptan distintas formas como: monocapa, bicapa o monocapas tipos parafina [4].

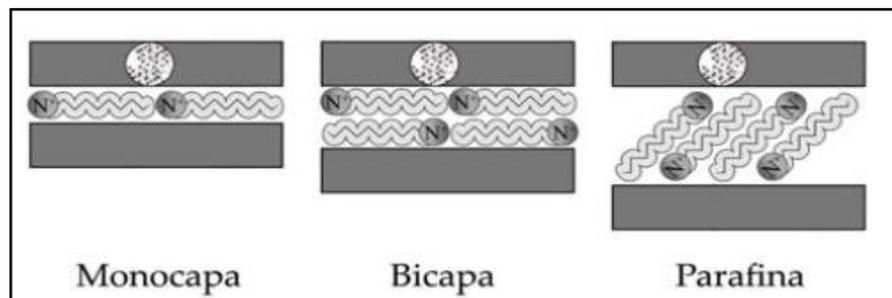


FIGURA 2.9. CONFIGURACIÓN DE LOS IONES DE ALQUILAMONIO DENTRO DE LAS GALERÍAS DE LAS ARCILLAS [4]

Una vez estipuladas las definiciones y las diferencias entre los diversos términos empleados, se pasará a introducir las nanoarcillas que fueron empleadas en este informe de proyecto:

- Cloisite 20A
- Cloisite 30B
- Cloisite 93A

Cloisite 20A.- Esta organoarcilla pertenece al grupo de las montmorillonitas modificadas con una sal de amonio cuaternario [6].

Sus principales características son:

- Posee un anión: Cloruro

- Espacio basal: 24.2 Å.
- Su fórmula química es Figura(2.10):

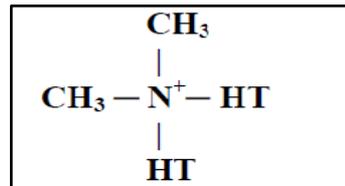


FIGURA 2.10. ESTRUCTURA DE LA CLOISITE 20A [6]

Generalmente es usada como aditivo para plásticos y caucho para mejorar varias propiedades físicas, de barrera y como reforzamiento [6].

Cloisite 30B.- Esta organoarcilla pertenece al grupo de las montmorillonitas también modificadas con una sal de amonio cuaternario [6].

Entre sus principales características son:

- Posee un anión: Cloruro
- Espacio basal: 23.6 Å.
- Su fórmula química es Figura (2.11):

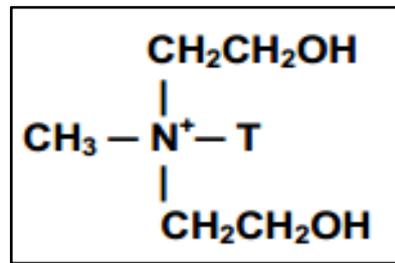


FIGURA 2.11. ESTRUCTURA DE LA CLOISITE 30B [6]

Cloisite 93A.- Esta organoarcilla pertenece al grupo de las montmorillonitas modificadas con una sal de amonio ternario [6].

Entre sus principales características son:

- Posee un anión: hidrógeno sulfato (HSO_4).
- Espacio basal: 23.6 Å.
- Su fórmula química es Figura (2.12):

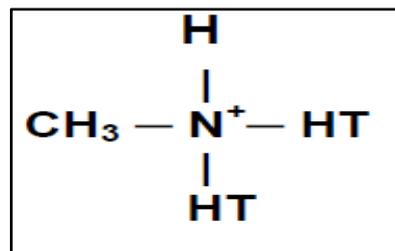


FIGURA 2.12. ESTRUCTURA DE LA CLOISITE 93A [6]

Definición, Propiedades y Estructura de las Aminas

Las aminas son consideradas como compuestos nitrogenados derivados del amoníaco (NH_3) en el que uno o

más grupos alquilo o arilo están unidos al nitrógeno. Posee un par electrónico libre proveniente de la molécula del átomo de nitrógeno, de manera que la forma de esta molécula es tetraédrica ligeramente distorsionada.

Se puede clasificar a las aminas de la siguiente manera:

- **Amina Primaria.-** Si solo hay un grupo alquilo unido al nitrógeno.
- **Amina Secundaria.-** Si hay dos grupos alquilo unido al nitrógeno.
- **Amina terciaria.-** Si hay tres grupos alquilo unido al nitrógeno.

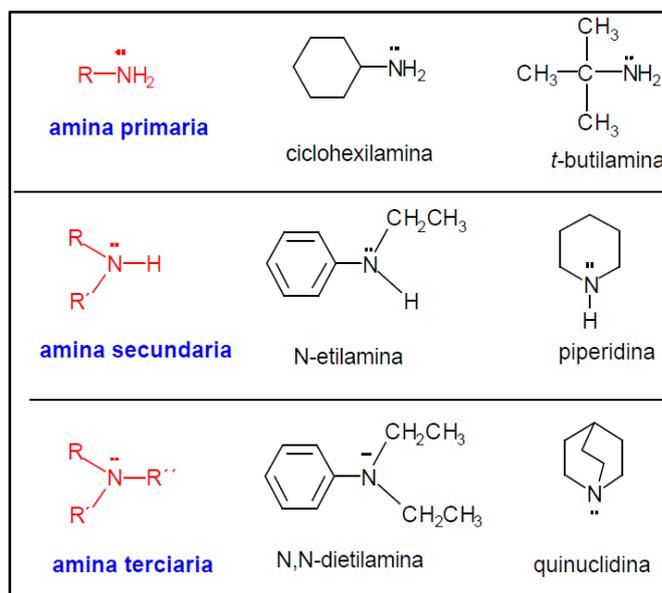


FIGURA 2.13. CLASIFICACIÓN DE LAS AMINAS [7]

Las aminas son muy polares porque el momento dipolar del par aislado de electrones se suma a los momentos dipolares de los enlaces C-N y H-N. Además, las aminas primarias y secundarias tienen enlaces N-H que les permiten formar puentes de hidrógeno. Las aminas terciarias, como no tienen enlace N-H, no pueden formar ese tipo de enlaces intermoleculares. Sin embargo, pueden aceptar puentes de hidrógeno con moléculas que tengan enlaces O-H o N-H [7].

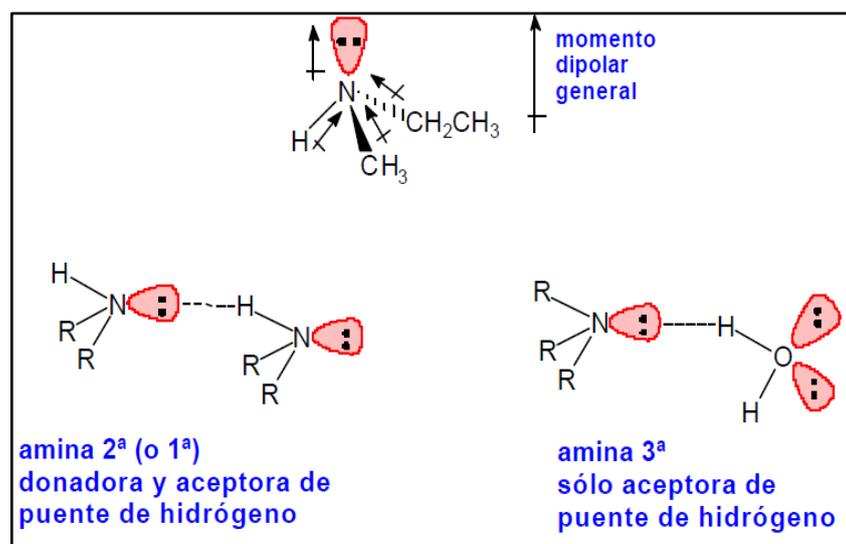


FIGURA 2.14. POLARIDAD DE LAS AMINAS [7]

A continuación las aminas que fueron utilizadas en este proyecto de graduación son las siguientes:

- JEFFAMINE EDR-148

- JEFFAMINE EDR-176
- JEFFAMINE D-230
- JEFFAMINE T-403
- TETA Triethylenetetramine
- TEPA Tretrathylenepentamine

JEFFAMINE EDR SERIES.- Dichas aminas son las EDR-148 y la EDR-176, ambas contienen una poliéter-amina, a base de trietilenglicol, su característico 148 o 176 se debe a la masa molar promedio que ella posee; sus iniciales EDR significan que son mucho más reactivas que las otras JEFFAMINAS Diaminas o Triaminas [8].

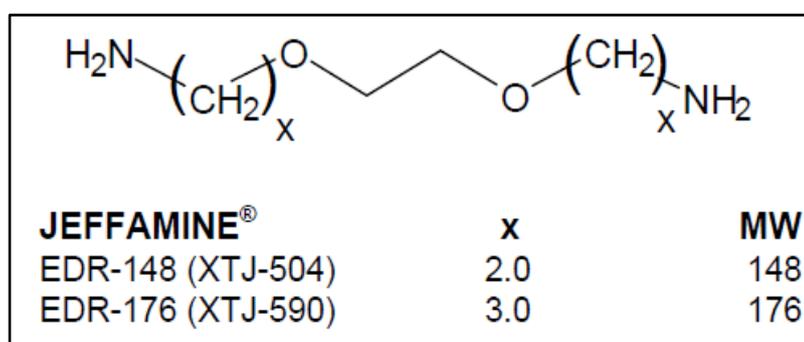


FIGURA 2.15. ESTRUCTURA DE LAS EDR-148 Y EDR-176 [8]

Estos productos pueden ser usados en un sin número de aplicaciones desde que son miscibles en una gran variedad

de solventes, para formaciones de poliamidas a través de la reacción de ácidos dibásicos, curados con resinas epóxicas y entre otros.

JEFFAMINE DIAMINAS SERIES.- Las JEFFAMINE D series como en este caso particular la D-230, su inicial D significa que pertenecen al grupo de las diaminas con un peso molecular de 230 tal como lo indica dicha amina.

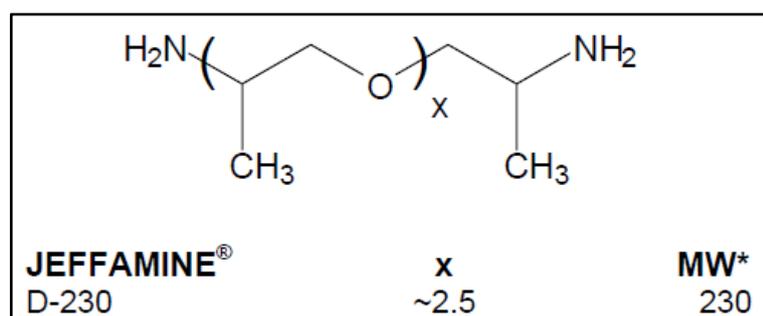


FIGURA 2.16. ESTRUCTURA DE LA D-230 [8]

JEFFAMINE TRIAMINAS SERIES.- La JEFFAMINA T-403 su inicial T se debe a que pertenecen al grupo de las triaminas y el 403 es debido al peso molecular promedio que esta amina seguida por animación de los grupos hidroxilos terminales tal como se muestra en su estructura de la Figura (2.17).

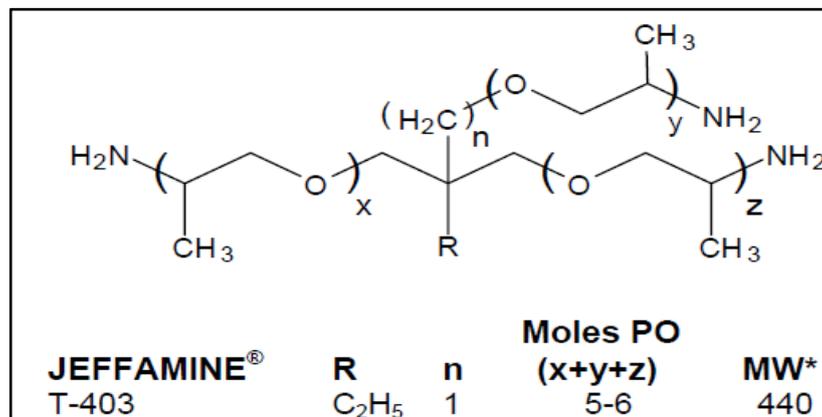


FIGURA 2.17. ESTRUCTURA DE LA T-403 [8]

TRIETHYLENETETRAMINE (TETA).- Es una mezcla de cuatro TETA ethyleneamines, generalmente son usados en un rango de aplicación muy amplio en la manufactura, su confiabilidad calidad y consistencia hacen realmente importante a las ethyleneamines. Sus aplicaciones son diversas hoy en día tales como: aditivos para asfaltos, con inhibidores de corrosión, para agentes de curado epóxicos, aditivos para aceites lubricantes y combustibles entre los más relevantes; su estructura química es la citada a continuación:

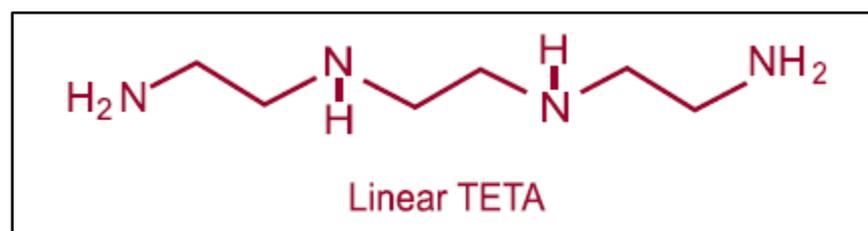


FIGURA 2.18. ESTRUCTURA DE LA TETA [8]

Tretrathylenepentamine (TEPA).- Es una mezcla de 4 TEPA ethyleneamines, posee el mismo campo de aplicación que en la amina TETA descrita anteriormente; presenta la siguiente estructura molecular:

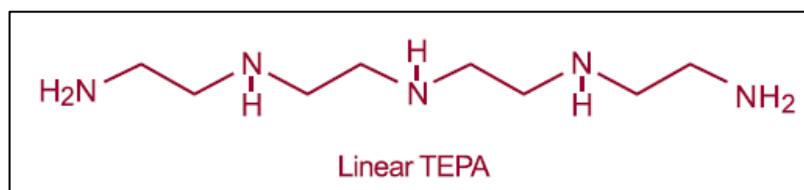


FIGURA 2.19. ESTRUCTURA DE LA TEPA [8].

Definición, Propiedades y Estructura de las Resinas Epóxicas

Una resina epóxica o comúnmente llamada epoxi, es un polímero termoestable que se endurece cuando se mezcla con un agente endurecedor. Las resinas epoxi están constituidas por dos componentes que se mezclan previamente antes de ser usados; al mezclarse reaccionan y causan una solidificación de la resina. Su curado se realiza a temperatura ambiente [9].

Su estructura consta de una cadena de monómeros o prepolímeros que contienen dos o más grupos epoxi por molécula. Los grupos epoxi, también denominados grupos oxiriano, poseen un átomo de oxígeno unido a dos átomos de carbono adyacentes, tal y como se muestra en la siguiente figura (2.20):

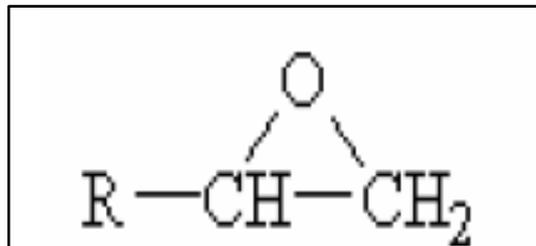


FIGURA 2.20. ESTRUCTURA DEL GRUPO OXIRIANO [10]

La reacción de resinas epoxi con diferentes agentes de curado, da lugar a polímeros termoestables con una buena resistencia mecánica, buen aislamiento eléctrico, resistencia a la humedad, resistencia al ataque de fluidos corrosivos, resistencia a las temperaturas elevadas, excelente resistencia química, poca contracción al curar y excelentes propiedades adhesivas.

Existen dos grandes grupos de resinas epoxi:

- **Resinas glicídicas.-** se obtienen por reacción de la epiclorohidrina con sustancias que tengan como mínimo dos hidrógenos reactivos (mono o poliaminas), representan al 80% de la mayoría de resinas epoxi utilizadas, correspondientes a derivados del diglicidil éter de bisfenol A [10].
- **Resinas no glicídicas.-** también llamadas resinas alifáticas o cicloalifáticas, se obtienen por oxidación de dienos alifáticos o cicloalifáticos. Estas resinas se caracterizan por presentar mejores propiedades ambientales y eléctricas que las glicídicas, aunque su importancia económica es menor [10].

Las aplicaciones más importantes se encuentran en la industria de la construcción y en la agroalimentaria como unión entre hormigones, morteros, juntas, membranas anclajes, pinturas y preparación estructura Figura (2.21).



FIGURA 2.21. APLICACIÓN DE RESINAS EPÓXICAS [9]

Las resinas epóxicas utilizadas en este proyecto de graduación pertenecen al grupo alifático de resinas epoxi multifuncional, que proporcionan una mayor densidad de reticulación, lo que da como resultado la mejora de las propiedades térmicas y químicas; lo cual dará como resultado la capacidad de reaccionar y formar nuevos enlaces con arcillas e inhibidores de corrosión; dichas resinas fueron:

- ERISYS GE-60 (SORBITOL GLYCIDYL ETHER).

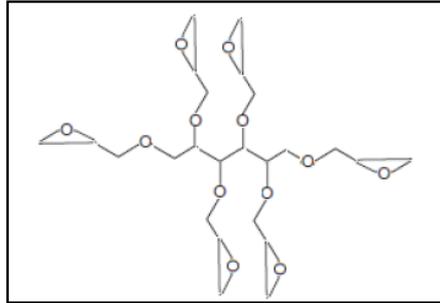


FIGURA 2.22. ESTRUCTURA DE LA RESINA GE-60

- ERISYS GE-40 (PENTAERYTHRITOL POLYGLYCIDYL ETHER).

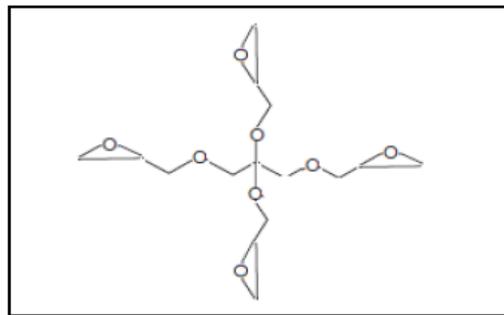


FIGURA 2.23. ESTRUCTURA DE LA RESINA GE-40

- LA ERISYS GE-38 (POLYGLYCEROL-3-POLYGLYCIDYL ETHER).

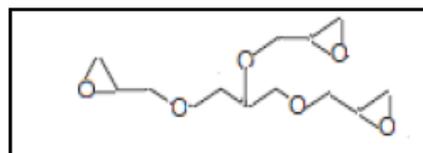


FIGURA 2.24. ESTRUCTURA DE LA RESINA GE-38

Definición, Propiedades y Estructura de los inhibidores volátiles de corrosión

El objetivo fundamental de los inhibidores de corrosión es de reducir o eliminar la reacción corrosiva que se ve expuesto un metal en contacto con el medio, el cual forma películas protectoras que impiden dicha reacción, a causa de lo cual los metales no pierden su estado elemental.

En la parte estructural contienen al menos un grupo de cabeza hidrófilico y un grupo de cola hidrofóbico; con respecto al proceso de polimerización se ve paralizada hasta que el inhibidor de corrosión sea consumido en su totalidad, después de esto la polimerización surge efecto a igual velocidad que en ausencia del inhibidor de corrosión.

Dicho comportamiento de los inhibidores de corrosión es similar a la de un surfactante, existen tres tipos de surfactantes:

- **Surfactante anódico.-** moléculas con carga negativa en los grupos de cabeza [11].

- **Surfactante catiónico.**- moléculas con carga positiva en los grupos de cabeza [11].
- **Surfactante mixto.**- moléculas que contienen grupos de cabeza con ambas cargas; grupo positivo (amina) y grupo negativo (carboxilato) [11].

En este proyecto de graduación el Inhibidor de corrosión utilizado fue el carboxilato de Amino o comúnmente llamado el RM-210 el cual consta de una molécula mixta, puesto que posee cabezales con cargas positivas y negativas; esto quiere decir que posee un grupo amino y carboxilato; es por ello que como aminas suministran protección catódica que impiden y forman una barrera para la formación de H_2 en ambientes ácidos.

Sus aplicaciones son comunes en desengrasantes, pinturas, limpiadores de metales y fundas plásticas, su estructura se la describe en la Figura (2.25).

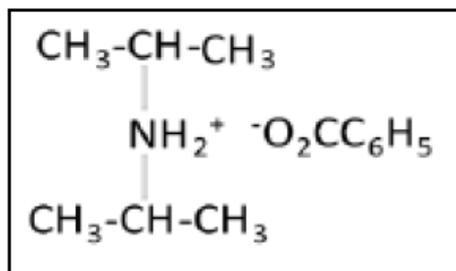


FIGURA 2.25. ESTRUCTURA DEL RM-210

2.2 Definición de la Ley de Bragg y Teoría de la Difracción de rayos

x

Teoría de la difracción de Rayos X

La difracción ocurre cuando una onda encuentra una serie de obstáculos espaciados regularmente, tales que son capaces de dispersar la onda y que los espacios son comparables en magnitud a la longitud de la onda.

Se consideró las ondas 1 y 2 Figura (1.26) , las ondas 3 y 4 Figura (1.27); se puede observar que ambas tienen la misma longitud de onda (λ), están sobre un mismo plano o-o' y se asume que ambas ondas son dispersadas de tal manera que siguen diferentes trayectoria [12].

Es probable que estas ondas dispersadas den los siguientes resultados:

- **Interferencia constructiva.**- se refuerzan mutuamente y las amplitudes son añadidas, la onda resultante se intensifica.

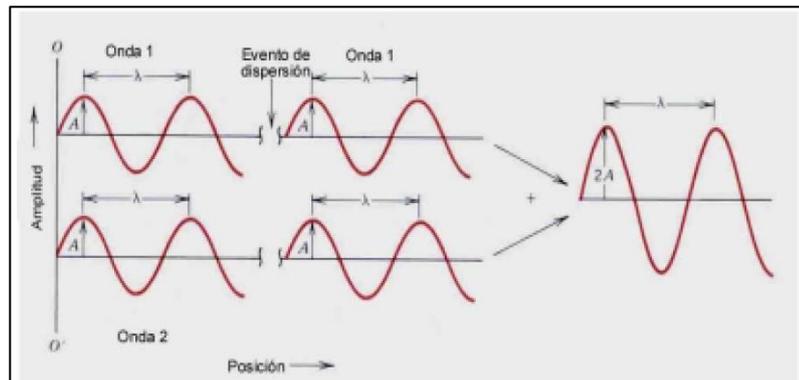


FIGURA 2.26. INTERFERENCIA CONSTRUCTIVA [12]

- **Interferencia destructiva.**- en la diferencia de las longitudes de los caminos recorridos después de la dispersión, las ondas dispersadas están fuera de fase esto es se cancelan las amplitudes correspondientes o se anulan una a la otra.

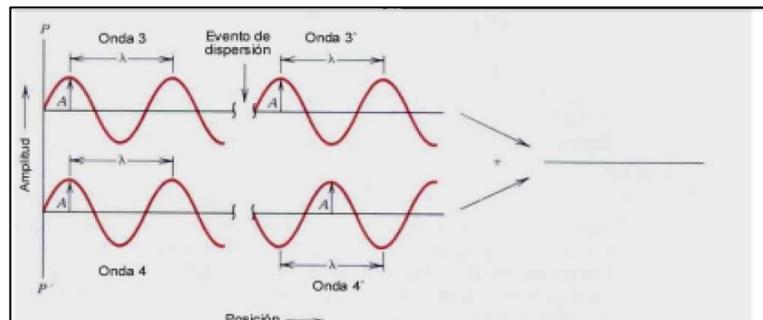


FIGURA 2.27. INTERFERENCIA DESTRUCTIVA [12]

Definición de la Ley de Bragg

Los Bragg William Henry y William Lawrence; recibieron el premio Nobel en 1915 por sus trabajos en difracción de Rayos X aplicada a la cristalografía.

Definieron a los rayos X como un tipo de radiación electromagnética que tiene alta energía y longitudes de onda muy corta, las longitudes de ondas son del orden de espacios atómicos de los sólidos. Cuando un haz de rayos X incide sobre un material sólido, una porción de este rayo se dispersará en todas las direcciones por los electrones asociados a cada átomo o ion que está dentro del camino del haz [12].

Las condiciones necesarias para que ocurra la difracción de rayos X por un arreglo periódico de átomos son las siguientes:

- Si se tienen dos planos de átomos A-A' Y B-B' , como se muestra en la siguiente Figura (2.28), que poseen los mismo índices de Miller h,k y l, están separados por la distancia interplanar d_{hkl} [12].
- Se asume que un haz de rayos X de longitud de onda (λ), paralelo, monocromático y coherente (en fase) incide en

estos dos planos con un ángulo (θ), dos rayos de este haz (1 y 2), son dispersados por los átomos P y Q [12].

- Ocurrirá una interferencia constructiva entre los rayos dispersados (1' y 2'') a un ángulo (θ) de los planos, si la diferencia de la longitud del camino recorrido 1-P-1' y 2-Q-2', es igual a un número n de longitudes de onda Figura (2.28) [12]. Esta es la condición de difracción:

$$n\lambda = SQ + QT \quad (1.1) \quad [12]$$

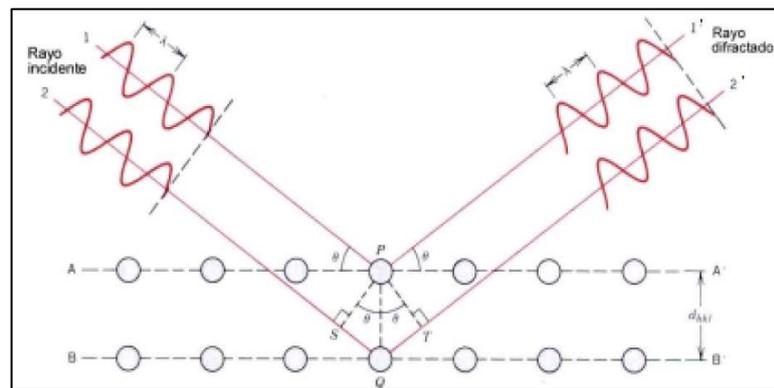


FIGURA 2.28. DIFRACCIÓN DE RAYOS X POR LOS PLANOS DE ÁTOMOS A-A' Y B-B' [12]

Para que una familia de planos cristalográficos difracte, la diferencia del camino recorrido por ondas dispersadas debe ser un múltiplo entero de la longitud de onda (Ley de Bragg):

$$(SQ + QT) = n\lambda = (d_{hkl} \sin\theta + d_{hkl} \sin\theta) = 2d_{hkl} \sin\theta \quad [12]$$

Cuando esta condición no se cumple, se obtiene interferencia destructiva.

2.3 Teoría de FTIR Aplicada a Polímeros

Espectrometría de Absorción en el Infrarrojo

Los espectros de absorción, emisión y reflexión en el infrarrojo de especies moleculares se pueden explicar si se supone que todos son resultado de distintos cambios energéticos producidos por las transiciones de las moléculas de unos estados energéticos vibracionales y rotacionales entre otros [13].

La preferencia por la escala lineal de número de onda en espectrometría infrarroja se debe a la proporcionalidad directa que existe entre esta magnitud y la energía o la frecuencia. La frecuencia de la radiación absorbida coincide a su vez con la frecuencia de la vibración molecular que en realidad, es la causa del proceso de absorción [13]. Debido al tamaño poco adecuado de las unidades de la frecuencia de radiación de 1.2×10^{14} hasta 2.0×10^{13} Hz, se utiliza una terminología proporcional a dicha frecuencia (ν)

llamada número de onda ($\dot{\nu}$). Esta relación nace de la siguiente ecuación:

$$\dot{\nu} (cm^{-1}) = \frac{1}{\lambda(\mu m)} \times 10^4 (\mu m/cm) = \frac{v(Hz)}{c(cm/s)}$$

Esta escala ampliada permite identificar con más facilidad las características espectrales. Por lo general numerosas bandas IR aparecen en esta región.

La condición necesaria para que las moléculas puedan absorber radiación infrarroja, es que sufran un cambio neto en el momento dipolar cuando vibra o gira [13].

Características de un Espectro Infrarrojo Aplicada a Polímeros

- La energía IR produce vibraciones moleculares.
- Cada tipo de enlace químico, vibra a una frecuencia específica de manera natural.
- Cuando la frecuencia de la luz IR alcanza la frecuencia de vibración del enlace, se produce la absorción Figura (2.29).
- La cantidad de energía absorbida es proporcional a la fortaleza del enlace.

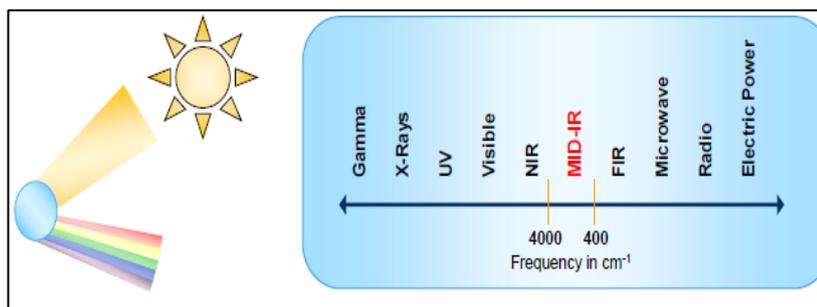


FIGURA 2.29. PATRÓN DE FRECUENCIA IR [14]

El espectro IR de una muestra, es una gráfica de la cantidad de energía IR (eje y) y que es absorbida a determinadas frecuencias (eje x) en la región IR del espectro electromagnético Figura (2.30) [14].

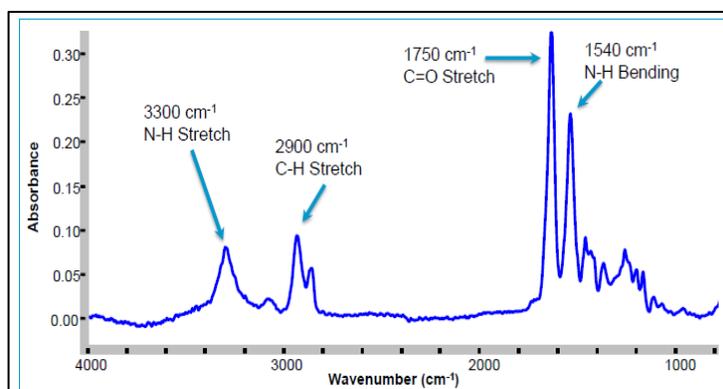


FIGURA 2.30. GRÁFICA DE UN ESPECTRO IR [14]

Cada muestra tiene un espectro IR único; de manera que un espectro IR puede servir como una huella dactilar de un compuesto (Tabla 1).

TABLA 1
INTERPRETACIÓN DE ESPECTROS IR [14]

Bond	Type of Vibration	Wavenumber Range (cm ⁻¹)
C-H	Alkane (stretch)	3000-2850
	CH ₃ (bend)	1450 and 1375
	CH ₂ (bend)	1465
	Alkane (stretch) (out-of-plane bend)	3100-3000 1000-3000
	Aromatic (stretch) (out-of-plane bend)	3150-3050 900-600
	Alkyne (stretch) Aldehyde	3300 2900-2700
C=C	Alkene	1680-1600
	Aromatic	1600-1475
C≡C	Alkyne	2250-2100
C=O	Aldehyde	1740-1720
	Ketone	1725-1705
	Carboxylic acid	1725-1700
	Ester	1750-1730
	Amide	1680-1630
	Anhydride	1810 and 1760
C-O	Alcohols, esters, ethers, carboxylic acid, anhydrides	1300-1000
O-H	Alcohols, phenols free,	3650-3600
	H-Bonded,	3400-3200
	Carboxylic acids	3400-2400
N-H	Primary ,secondary amines and amides (stretch)	3500-3100
	(bend)	1640-1550
C-N	Amines	1350-1000
C=N	Imines and oximes	1690-1640
C≡N	Nitriles	2260-2240
N=O	Nitro (R-NO ₂)	1550 and 1350
S-H	Mercaptans	2550
C-X	Halides , Fluoride	1400-1000
	Chloide	785-540
	Bromide and iodide	<650

Reflectancia Total Atenuada (ATR) Aplicada a Polímeros

La técnica de reflectancia total atenuada es un método aplicado en el espectrómetro infrarrojo; que consiste en un accesorio que mide los cambios que ocurren en la reflexión interna total del haz; cuando el haz se pone en contacto dentro de la muestra Figura (2.31). Dicho haz es dirigido sobre un cristal ópticamente denso con un alto índice de refracción en un cierto ángulo; esta reflectancia interna crea una onda evanescente que se extiende más allá de la superficie del cristal en contacto con la muestra; cabe recalcar que dicho contacto entre la muestra y el cristal debe ser muy bueno, ya que la energía atenuada de cada onda evanescente es pasada de vuelta al haz infrarrojo, el cual es captada por el detector en el espectrómetro IR y finalmente el sistema genera las gráficas del espectro infrarrojo [15].

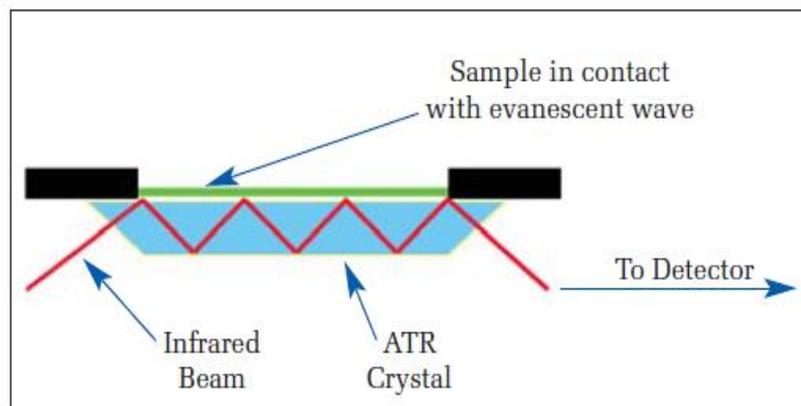


FIGURA 2.31. SISTEMA ATR [15]

Para que dicha técnica sea aplicada satisfactoriamente; se requieren dos requisitos muy importantes a tomarlos en cuenta los cuales son:

- La muestra debe estar en contacto directo con el cristal del ATR, por que la onda evanescente solo se extiende más allá del cristal entre 0.5μ a 5μ [15].
- El índice de refracción del cristal debe ser significativamente mayor que la de la muestra o de lo contrario no se producirá reflectancia interna, esto dará como resultado que la luz se transmitirá en vez de ser reflejada internamente en el cristal; usualmente los cristales ATR tienen valores de refracción entre 2.38 a 4.01 en 2000 cm^{-1} , lo cual es seguro asumir que la mayoría de los sólidos y líquidos tienen índices de refracción mucho más bajos [15].

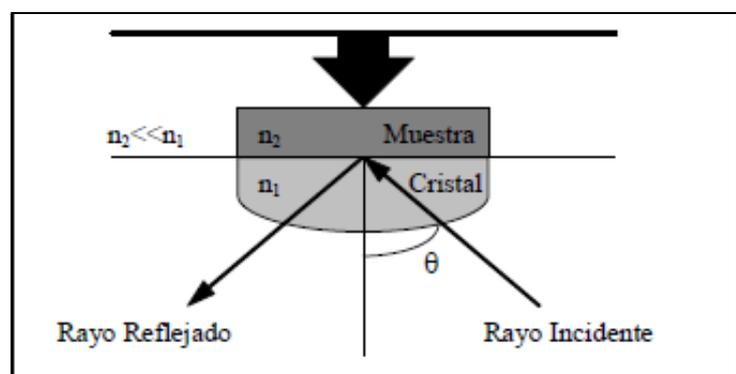


FIGURA 2.32. ÍNDICES DE REFRACCIÓN

2.4 Síntesis y Caracterización de los Nanocompuestos Polímeros Basado en Nanoarcillas

Los nanocompuestos son materiales bifásicos, donde al menos uno de ellos se encuentra dentro del rango nanométrico (1×10^{-9}) [4]. La adición de nanopartículas dará como resultado la mejora en sus propiedades físicas tales como: la dureza, resistencia mecánica, conductividad eléctrica y conductividad térmica.

Es Trascendental entender que las partículas de arcilla no son por si mismas partículas manométricas, sino que están conformadas por el apilamiento de láminas, cuyo espesor mide 1nm, mientras que sus dimensiones laterales pueden variar desde 30nm hasta varias micras [4].

Los nanocompuestos poliméricos se obtienen con pequeñas cantidades de arcilla y sus propiedades exhiben marcadas diferencias en comparación con polímeros no reforzados [4]. La adición de órgano-arcilla (alrededor de un 3 % en peso) aumenta considerablemente las propiedades térmicas, tenacidad a la fractura, reducen la permeabilidad de los gases y aumentan las propiedades mecánicas.

Uno de los mayores inconvenientes es que la mezcla física entre un polímero convencional y las partículas de arcilla no forma a priori un nanocompuesto con las propiedades ya antes mencionadas. Esto se debe a la reacción de sus componentes, se puede obtener 3 tipos básicos de nanocompuestos: Aglomerados, intercalados y exfoliados [4].

- Aglomerados.- Esto ocurre cuando el polímero es incapaz de intercalarse entre las láminas de las arcilla, obteniéndose una fase separada.
- Intercalados.- La difusión del polímero promueve el desarrollo de una morfología de multiláminas muy ordenadas de las arcillas dentro de la matriz polimérica.
- Exfoliados.- Donde las láminas de arcillas se encuentran totalmente dispersas y desordenadas dentro de la matriz polimérica.

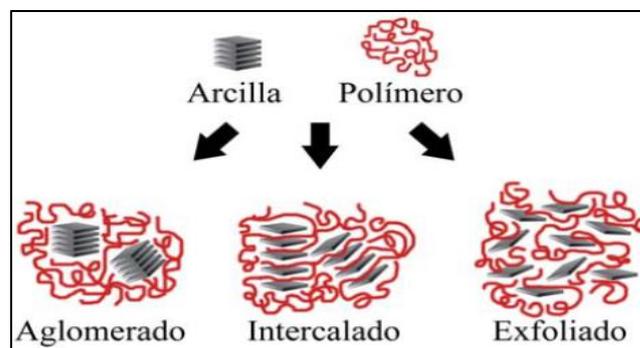


FIGURA 2.33. TIPOS DE NANOCOMPUESTOS POLIMÉRICOS [4]

Uno de los factores clave en el desarrollo de nanocompuestos poliméricos es la afinidad entre los sistemas, el cual en muchos casos las láminas de arcillas no se encuentran totalmente exfoliadas dentro de la matriz polimérica, esto se debe en muchas ocasiones a diferentes fenómenos tales como: la ausencia de compatibilidad molecular, la excesiva cantidad de partículas de arcilla y finalmente la degradación del modificador durante el procesado [4].

La velocidad de asentamiento se la puede obtener mediante el tiempo de asentamiento y su respectiva distancia lineal; esto ayudará a saber cuáles son los tiempos límites durante el mezclado de dichos compuestos para evitar un análisis erróneo o pensar una posible exfoliación ecuación (1.1).

$$V_a = \frac{X_l}{t_a} \quad (1.1)$$

Dónde:

V_a : Velocidad de asentamiento de la arcilla (cm/ min)

X_l : Distancia lineal de asentamiento (cm)

t_a : Tiempo de asentamiento (min)

Mediante la ley de Stokes; que cita a partículas esféricas que se desplazan sobre un fluido viscoso, que experimentan una fuerza de

arrastre y una gravitatoria. Para determinar los diámetros hidrodinámicos se lo efectúa de la siguiente fórmula:

$$V_a = \frac{g D_h^2 (\rho_p - \rho_m)}{18\mu} \quad (1.2)$$

Dónde:

V_a : Velocidad de asentamiento de la arcilla (cm/min)

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

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

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

ρ_m : Densidad del medio (kg/m^3)

μ : Viscosidad del fluido (kg/m^3)

2.5 Aplicación de la Difractometría de Rayos X en la Nanotecnología de Materiales

El difractómetro de rayos X es un equipo usado para determinar los ángulos a los cuales la difracción ocurre en una muestra. Sobre todo en el área de la nanotecnología es una de los métodos más confiables para caracterizar molecularmente a un compuesto en este caso ayudará a determinar parámetros fundamentales de un nanocompuesto.

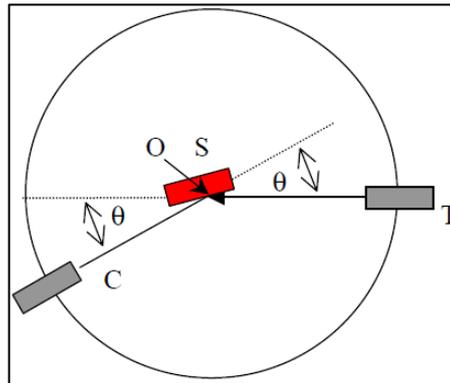


FIGURA 2.34. DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DE UN DIFRACTÓMETRO DE RAYOS X [12]

La unidad de medida en la región de los rayos X, es el angstrom (\AA), igual a 10^{-10} m. Un rayo difractado puede definirse como un rayo compuesto de un gran número de rayos dispersados que se refuerzan mutuamente; los átomos dispersan la radiación incidente en todas las direcciones, en algunas direcciones los rayos dispersados están completamente en fase y por tanto se refuerzan mutuamente para formar rayos difractados [16].

Los parámetros más relevantes del difractómetro que inciden en los difractogramas son los citados a continuación:

- Ventana de divergencia.- se coloca en el camino del haz incidente, antes de la muestra. Limitan la divergencia del haz incidente y por tanto el área iluminada en la muestra [16].

- Ventana de dispersión.- se coloca inmediatamente después de la muestra.
- Tubo de rayos X.- Incide en la resolución de la gráfica generalmente suelen ser de (Co, Mo y Cu) y menos frecuente de (Cr, Fe y Ag).
- Intensidad de los picos de difracción.- hay seis factores fundamentales que influyen en la intensidad relativa de las líneas de difracción:
- Factor de polarización.- Aunque los electrones dispersan rayos X en todas las direcciones la intensidad del haz dispersado depende del ángulo de dispersión, la intensidad es máxima en la dirección del haz incidente y mínima en la dirección perpendicular al incidente [16].
- Factor de estructura.- La dispersión de rayos X por un átomo es la resultante por cada electrón, el factor de dispersión es por tanto proporcional al número de electrones que posee ese átomo.
- Factor de absorción.- Se tiene en cuenta el efecto de la atenuación de la intensidad conforme la radiación atraviesa la muestra.

- Factor de temperatura.- Los átomos no ocupan posiciones fijas en la red sino que están sometidos a vibración térmica alrededor de sus posiciones de equilibrio; debido a esto la agitación térmica disminuye la intensidad de un haz difractado ya que degrada la periodicidad de la red en la que se basa la ley de Bragg [16].
- Perfil de los picos de difracción.- La anchura de los picos de un difractograma son el resultado de la combinación de factores instrumentales y de factores basados en la microestructura de la muestra.
- Obtención de datos variables.- En un experimento ordinario de difracción es necesario controlar o establecer parámetros como la potencia del tubo que a su vez influirá en la intensidad de la difracción; esto se determina mediante la corriente del tubo, es decir flujo de electrones del filamento y mediante el voltaje del tubo, es decir el voltaje aplicado a los electrones que golpean el ánodo.

CAPÍTULO 3

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En este capítulo se muestran los equipos, materiales, procedimientos de preparación de las mezclas previo y durante los ensayos de FTIR y XRD que se utilizó durante la ejecución de este proyecto.

3.1 Materiales y Equipos

Los materiales usados durante la realización de este proyecto se los clasificó en dos tipos:

- Materiales Principales
- Materiales Auxiliares

Materiales Principales

Estos materiales consisten en las Organoarcillas, Aminas, Resinas e Inhibidor de corrosión utilizados en este proyecto los cuales serán citados a continuación:

Organoarcillas

- **CLOISITE 20A.-** Organoarcilla de Southern Clays Products; recurrida para la formación de nanocompuestos, manipulada con un modificador orgánico, sal de amonio cuaternaria Figura (3.1).
- **CLOISITE 30B.-** Organoarcilla de Southern Clays Products; recurrida para la formación de nanocompuestos, manipulada con sal de amonio cuaternaria Figura (3.1).
- **CLOISITE 93A.-** Organoarcilla de Southern Clays Products; recurrida para la formación de nanocompuestos, manipulada con sal de amonio ternario Figura (3.1).



FIGURA 3.1. ORGANOARCILLA USADA EN EL PROYECTO

Aminas

- **Jeffamine EDR-148.-** Amina de HUNTSMAN Products; masa molar promedio de 148, funciona como las di aminas pero se diferencia en que es más reactiva como agente curador en resinas epóxicas Figura (3.2).
- **Jeffamine EDR-176.-** Amina de HUNTSMAN Products; masa molar promedio de 176, funciona como las di aminas pero se diferencia en que es más reactiva como agente curador en resinas epóxicas Figura (3.2).
- **Jeffamine D-230.-** Amina de HUNTSMAN Products; masa molar promedio de 230, su terminología D significa que pertenece a la familia de las Diaminas, posee baja reactividad como agente curador en resinas epóxicas Figura (3.2).
- **Jeffamine T-403.-** Amina de HUNTSMAN Products; masa molar promedio de 403, su terminología T significa que pertenece a la familia de las Triaminas, posee baja reactividad como agente curador en resinas epóxicas Figura (3.2).

- **Triethylenetetramine (TETA).**- Amina de HUNTSMAN Products, es una mezcla entre 4 TETA etilenaminas, reactividad moderada como agente curador en resinas epóxicas Figura (3.2).
- **Triethylenepentamine (TEPA).**- Amina de HUNTSMAN Products, es una mezcla entre 4 TEPA etilenaminas, reactividad moderada como agente curador en resinas epóxicas Figura (3.2).



FIGURA 3.2. AMINA USADA EN EL PROYECTO

Resinas

- **Resina Epóxica GE-38.**- Resina de ERISYS Products; también llamado poliglicerol epoxidado, posee baja viscosidad y se puede curar mediante cualquier agente de curado.

- **Resina Epóxica GE-40.-** Resina de ERISYS Products; también llamado pentaeritritol epoxidado, posee mediana viscosidad y se puede curar mediante cualquier agente de curado.
- **Resina Epóxica GE-60.-** Resina de ERISYS Products; también llamado sorbitol epoxidado, posee alta viscosidad y se puede curar mediante cualquier agente de curado.

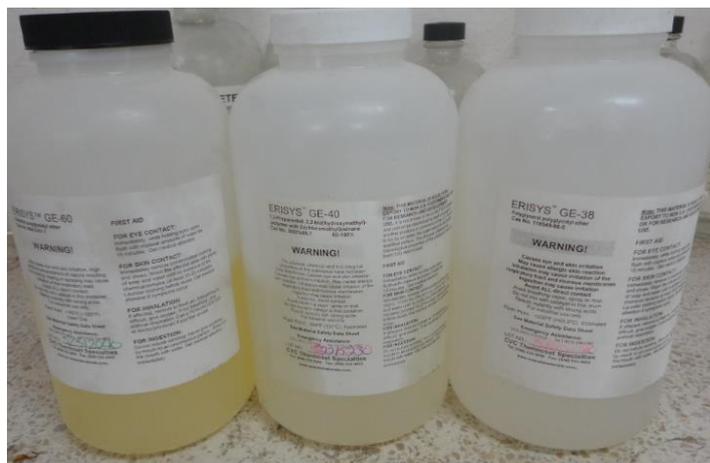


FIGURA 3.3. RESINA USADA EN EL PROYECTO

Inhibidor de corrosión:

- **Carboxilato de Amina RM-210.-** Inhibidor de corrosión orgánico de CORTEC Products; aspecto cristalino, actúa como surfactante mixto, el cual ayudó aumentar el espacio interlaminar de la organoarcilla y facilitó la intercalación dentro de una matriz polimérica.



FIGURA 3.4. INHIBIDOR DE CORROSIÓN USADO EN EL PROYECTO

Materiales Auxiliares

Los materiales auxiliares fueron los que sirvieron de gran ayuda en la preparación y en la realización de los ensayos para el presente proyecto los cuales serán citados a continuación:

- **Agua desionizada**



FIGURA 3.5. AGUA DESIONIZADA USADA EN EL PROYECTO

- Acetona



FIGURA 3.6. ACETONA USADA EN EL PROYECTO

- Guantes



FIGURA 3.7. PAQUETE DE GUANTE USADO EN EL PROYECTO

- Mascarilla de protección



FIGURA 3.8. MASCARILLA DE PROTECCIÓN USADA EN EL PROYECTO

- Vasos precipitados



FIGURA 3.9. VASOS PRECIPITADOS USADOS EN EL PROYECTO

- Higrómetro digital



FIGURA 3.10. HIGRÓMETRO DIGITAL USADO EN EL PROYECTO

- Cronómetro



FIGURA 3.11. CRONÓMETRO USADO EN EL PROYECTO

- Estilete



FIGURA 3.12. ESTILETE USADO EN EL PROYECTO

- Parafilm



FIGURA 3.13. PARAFILM USADO EN EL PROYECTO

- Mortero y Crisol



FIGURA 3.14. MORTERO Y CRISOL USADO EN EL PROYECTO

- **Mallas ASTM**



FIGURA 3.15. MALLAS ASTM USADAS EN EL PROYECTO

- **Vidrio Reloj**

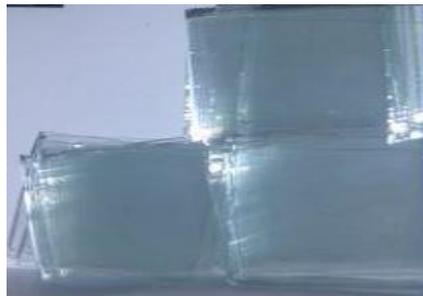


FIGURA 3.16. VIDRIOS RELOJ USADOS EN EL PROYECTO

- **Espátulas de acero inoxidable**



FIGURA 3.17. ESPÁTULAS DE ACERO INOXIDABLE USADAS EN EL PROYECTO

- **Pipetas plásticas**

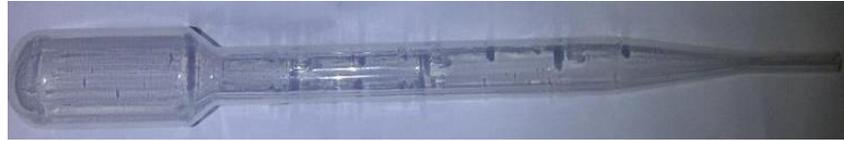


FIGURA 3.18. PIPETAS PLÁSTICAS USADAS EN EL PROYECTO

- **Inyecciones**



FIGURA 3.19. INYECCIÓN USADA EN EL PROYECTO

- **Toallas absorbentes**



FIGURA 3.20. TOALLA ABSORBENTE USADA EN EL PROYECTO

- Cortador de Vidrio



FIGURA 3.21. CORTADOR DE VIDRIO USADO EN EL PROYECTO

- Tubos de ensayo plásticos



FIGURA 3.22. TUBO DE ENSAYO PLÁSTICO USADO EN EL PROYECTO

- **Envases plásticos**



FIGURA 3.23. ENVASES PLÁSTICOS USADOS EN EL PROYECTO

Equipos Principales.

En esta sección se nombrarán los equipos principales con sus respectivos accesorios en los cuales se realizó la preparación y los ensayos de FTIR y XRD correspondientes los cuales serán nombrados a continuación:

- **Espectrofotómetro de Rayos Infrarrojos (Perkin Elmer)**



FIGURA 3.24. ESPECTROFOTÓMETRO (FTIR) USADO EN EL PROYECTO

- **Accesorio del Espectrofotómetro (Perkin Elmer)**



FIGURA 3.25. ACCESORIO ATR USADO EN EL PROYECTO

- **Difractómetro de Rayos X (PANALYTICAL)**



FIGURA 3.26. DIFRACTÓMETRO DE RAYOS X USADO EN EL PROYECTO

- **Accesorio del Difractómetro de rayos X (PANALYTICAL)**



FIGURA 3.27. ACCESORIO ATR USADO EN EL PROYECTO

- **Tubo de Rayos X de Cu (PANALYTICAL)**



FIGURA 3.28. TUBO DE CU USADO EN EL PROYECTO

- **Reflector de transmisión (PANALYTICAL)**



FIGURA 3.29. REFLECTOR DE TRANSMISIÓN USADO EN EL PROYECTO

- **Accesorio del Difractómetro de rayos X (PANALYTICAL)**

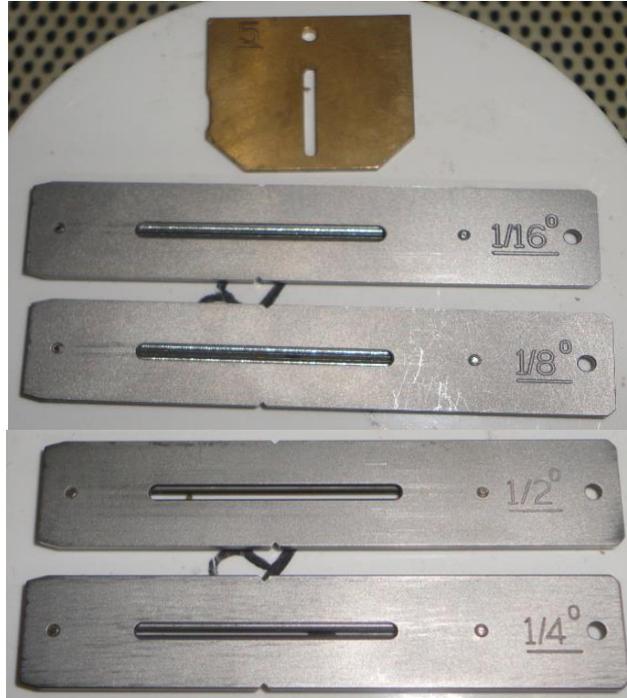


FIGURA 3.30. REJILLAS DE DIFRACCIÓN USADAS EN EL PROYECTO

Equipos Auxiliares

Los equipos auxiliares son aquellos que sirven simultáneamente para la preparación y para controlar parámetros de los equipos principales ya antes citados; el cual facilitó los procesos de preparación y ejecución de los ensayos los cuales serán nombrados a continuación:

- **Horno Universal Memmert UNE 550**



FIGURA 3.31. HORNO MEMMERT USADO EN EL PROYECTO

- **Equipo Centrifugador Eppendorf**



FIGURA 3.32. CENTRÍFUGA 5810 R USADO EN EL PROYECTO

- **Equipo Centrifugador (Ample Scientific)**



FIGURA 3.33. CENTRÍFUGA F-33D USADO EN EL PROYECTO

- **Balanza electrónica (LABNICS 100A)**



FIGURA 3.34. BALANZA ELECTRÓNICA USADA EN EL PROYECTO

- **Speed Mixer (DAC 400.1 FVZ)**



FIGURA 3.35. SPEED MIXER USADO EN EL PROYECTO

- **Accesorio del SPEED MIXER - Holder**



FIGURA 3.36. HOLDER USADO EN EL PROYECTO

- **Chiller**



FIGURA 3.37. CHILLER USADO EN EL PROYECTO

- Bomba sumergible (JAD)



FIGURA 3.38. BOMBA SUMERGIBLE USADA EN EL PROYECTO

- Filtros de partículas



FIGURA 3.39. FILTRO PARA PARTÍCULAS USADO EN EL PROYECTO

- **Tanque de Nitrógeno Seco (AGA)**



FIGURA 3.40. NITRÓGENO USADO EN EL PROYECTO

- **Deshumificador**



FIGURA 3.41. DESHUMIFICADOR USADO EN EL PROYECTO

- **Sorbona**



FIGURA 3.42. SORBONA USADA EN EL PROYECTO

3.2 Preparación de las Arcillas

Basados en resultados obtenidos en proyectos anteriores efectuados en la Espol y también investigaciones desarrolladas por el M.Sc. Andrés Rigail en los Estados Unidos en donde la arcilla promedio que mejores resultados se obtuvo fue la Cloisite 93A; es por ello que dándole continuidad y en busca de una mejora de los resultados obtenidos en los estudios mencionados, se escogió las 3 Organoarcillas: La Cloisite 93A, La Cloisite 30B y La Cloisite 20A, se decidió realizar una previa preparación de la 93A para trabajar con una arcilla mejorada que elimine los iones de sulfato, dicha

eliminación ayudará a una mejora en la formación de intercalaciones y exfoliaciones dentro de la matriz polimérica.

A continuación se detalla el procedimiento para la eliminación de dichos elementos:

Eliminación de Iones de Sulfato

Para efectuar la eliminación de iones de sulfato se necesitó agua desionizada y la organoarcilla, este proceso de eliminación de iones de sulfato se lo puede dividir en 3 etapas:

La primera consta de una cantidad aproximada de 1000g de arcilla Cloisite 93A y 5.28 galones de agua desionizada, se procedió a realizar pesajes en tubos de ensayo plásticos de capacidad de 15ml que representó una cantidad de 7.5ml ocupado por la arcilla y los otros 7.5ml ocupado por agua desionizada, el cual dio un peso total de 20g Figura (3.43).



FIGURA 3.43. PREPARACIÓN DE ARCILLA

La segunda etapa consiste en una vez listos los recipientes, un total de 40 por la cantidad de arcilla a lavar, la capacidad del equipo de centrifugado permitió el lavado de 8 recipientes por ciclo de centrifugado; cabe recalcar que antes de colocar los recipientes en la centrifugadora hay que cerciorarse que el peso este equilibrado, ya que de no ser así podría ocurrir un problema como el desbalanceo y un deterioro del equipo Figura (3.44).

Los parámetros se los obtuvo mediante prueba y error, el óptimo fue a 10000rpm durante 5min.

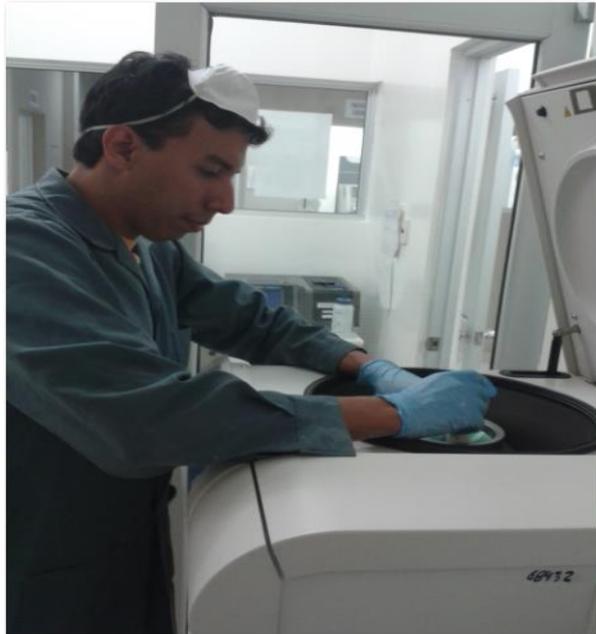


FIGURA 3.44. COLOCACIÓN DE RECIPIENTES EN EL EQUIPO DE CENTRIFUGADO

La tercera etapa consiste en luego de que los recipientes fueron sometidos a gravedad forzada para la separación de dos fases, sólidas y líquidas; se procedió al vaciado del líquido que contienen los iones de sulfato, para realizar un nuevo llenado con nueva agua desionizada, se realizó un nuevo pesaje con referencia a los 20g estándar de la primera pesada; todas las 3 etapas ya mencionadas de lavado se las repite 5 veces más.



FIGURA 3.45. NUEVOS PESAJES PARA EL SIGUIENTE CENTRIFUGADO

La arcilla lavada obtenida, debe pasar por un proceso de secado, al cual se la dejó secar al horno a una temperatura de 60°C durante 24 horas para una adecuada compactación de las partículas; luego se procede a obtener la organoarcilla 93A a la misma escala que las demás organoarcillas, que consiste en el proceso final en el cual la organoarcilla se la somete al proceso de molido mediante un mortero para obtener las partículas en forma de polvo, dicho polvo finalmente debe pasar por el proceso de tamización en el cual se llegará a los requeridos 20 μm Figura (3.46).



FIGURA 3.46. PROCESO DE MOLIDO Y TAMIZADO DE LA ORGANOARCILLA

3.3 Preparación de los Inhibidores de corrosión

El inhibidor de corrosión que se usó para este proyecto fue el carboxilato de amina comercialmente llamado RM-210; el cual ayudará para el proceso de intercalación de los nanocompuestos, pero es necesario para que esto se dé, así como se realizó una previa preparación de la organoarcilla mencionada en la sección anterior; preparar las partículas del RM-210 a nano escala, es por ello que dichas partículas fueron sometidas al proceso de tamización desde $75\mu\text{m}$ hasta los $20\mu\text{m}$ requeridos.

Para ello dicho proceso se lo puede apreciar mediante la siguiente Figura (3.47)



FIGURA 3.47. PROCESO DE OBTENCIÓN DE INHIBIDOR DE CORROSIÓN

3.4 Preparación de las Mezclas para Ensayos de XRD

3.4.1 Resinas – Arcillas

Mezcla 1

A continuación, se describirá el proceso que se realizó en el laboratorio de síntesis para la preparación de la mezcla Resinas-Arcillas; este procedimiento fue el siguiente:

1. Primero se niveló y encero la balanza analítica electrónica Labnics.
2. Se encendió la sorbona, el cual ayudó para la extracción de gases y olores antes de la manipulación de las arcillas y resinas en el proceso de mezclado.

3. Se procedió a realizar los pesajes, el cual se tomó una cantidad referencial de 4.000g de precisión de resinas (GE-60, GE-40 y GE-38), luego se añadió el 5% de arcilla (Cloisite 93A, Cloisite 30B y Cloisite 20A) del peso total de la resina; el cual permitió obtener un total de 9 combinaciones distintas entre las resinas y arcillas citadas Véase (Tabla 2).

4. Dichas mezclas fueron colocadas en el holder del speed mixer; los parámetros de mezclado fueron a 2500rpm durante 2min por cada mezcla.

Una vez listas las mezclas resinas-arcillas, cabe recalcar que dicho proceso continuo en el laboratorio de rayos X y será mencionado en la sección 3.6 Ensayos de difracción (XRD).

TABLA 2
MEZCLAS EFECTUADAS ENTRE RESINAS - ARCILLAS
CORRESPONDIENTE A LA MEZCLA 1

Mezcla 1		
Patrón 4.000g		
Preparación Previa: 1.-Speed Mixer 2500rpm Durante 2min	GE-60	93A
	4.006g	0.200g
	GE-60	30B
	4.003g	0.200g
	GE-60	20A
	4.008g	0.200g
	GE-40	93A
	4.007g	0.200g
	GE-40	30B
	4.002g	0.200g
	GE-40	20A
	4.005g	0.200g
	GE-38	93A
	4.003g	0.200g
	GE-38	30B
4.002g	0.200g	
GE-38	20A	
4.007g	0.200g	

Mezcla 1 Optimizada

Este proceso fue una optimización llamada Mezcla 1 Optimizada entre las combinaciones resinas-arcillas, el cual consiste exactamente el mismo procedimiento citado en la

sección anterior con la única diferencia en el recipiente plástico de mayor volumen debido a la disponibilidad en el mercado nacional Figura (3.48); se tuvo como variación en sus parámetros de mezclado en el speed mixer de 2min a 4min para que se dé una mezcla homogénea; se obtuvo un total de 9 combinaciones diferentes entre las resinas-arcillas véase (Tabla 3), este proceso continuará en el laboratorio de rayos X y será mencionado en la sección 3.6 “Ensayos de Difractometría XRD”.



FIGURA 3.48. PROCESO DE PESAJE - MEZCLA 1 OPTIMIZADA

TABLA 3
MEZCLAS EFECTUADAS ENTRE RESINAS-ARCILLAS
CORRESPONDIENTE A LA MEZCLA 1 OPTIMIZADA

Mezcla 1 Optimizada		
Patrón 4.000g		
Preparación Previa: 1.-Speed Mixer 2500rpm Durante 4min	GE-60	93A
	4.006g	0.200g
	GE-60	30B
	4.001g	0.200g
	GE-60	20A
	4.007g	0.200g
	GE-40	93A
	4.002g	0.200g
	GE-40	30B
	4.007g	0.200g
	GE-40	20A
	4.006g	0.200g
	GE-38	93A
	4.008g	0.200g
	GE-38	30B
4.002g	0.200g	
GE-38	20A	
4.002g	0.200g	

En estas mezclas optimizadas se obtuvo diferentes resultados que la Mezcla 1 a pesar de ser las mismas combinaciones; motivo por el cual se vio en la necesidad de validar dicho proceso con una optimización final.

Mezcla 1 Optimizada Final

En este proceso de optimización final, se validará el procedimiento efectuado para la preparación de la mezcla Resinas-Arcillas, por el cual se pudo controlar diferentes parámetros que no habían sido tomados en consideración pero que son de vital importancia para los ensayos de difracción que fueron realizados; uno de los parámetros que se pudo controlar en este proceso es el del tipo de recipiente adecuado ya que para la cantidad de resina estándar de 4.000g y con un 5% de arcilla del total de resina, se debe manejar un recipiente plástico pero que permita un mezclado homogéneo adecuado, el procedimiento que se efectuó es el mismo citado en las Mezclas 1 y Mezcla 1 optimizada; el cual se obtuvo un total de 9 combinaciones distintas véase en la (Tabla 4).



**FIGURA 3.49. PROCESO DE PESAJE – MEZCLA 1
OPTIMIZADA FINAL**



**FIGURA 3.50. COLOCACIÓN DE MUESTRA EN EL
HOLDER – MEZCLA 1 OPTIMIZADA FINAL**



FIGURA 3.51. COLOCACIÓN DEL HOLDER DENTRO DEL SPEED MIXER – MEZCLA 1 OPTIMIZADA FINAL



FIGURA 3.52. PUESTA DE PARÁMETROS EN EL SPEED MIXER – MEZCLA 1 OPTIMIZADA FINAL



FIGURA 3.53. OBTENCIÓN DE LA MEZCLA RESINA-ARCILLA – MEZCLA 1 OPTIMIZADA FINAL

TABLA 4
MEZCLAS EFECTUADAS ENTRE RESINAS-ARCILLAS
CORRESPONDIENTE A LA MEZCLA 1 OPTIMIZADA
FINAL

Mezcla 1 Optimizada Final		
Patrón 4.000g		
Preparación previa: 1.-Speed Mixer 2500rpm Durante 2min	GE-60	93A
	4.005g	0.200g
	GE-60	30B
	4.051g	0.203g
	GE-60	20A
	4.119g	0.206g
	GE-40	93A
	4.002g	0.200g
	GE-40	30B
	4.205g	0.210g
	GE-40	20A
	4.039g	0.202g
	GE-38	93A
	4.001g	0.200g
	GE-38	30B
4.236g	0.212g	
GE-38	20A	
4.057g	0.203g	

Mediante los 3 procesos: Mezcla 1, Mezcla 1 Optimizada y Mezcla 1 Optimizada Final; se efectuaron **27 mezclas en total** para llegar a validar dicho procedimiento entre las mezclas Resinas-Arcillas.

3.4.2 Resinas – Arcillas – Inhibidores

Este procedimiento se llevó a cabo, con la misma cantidad de resina estándar referencial de 4.000g (GE-60, GE-40 y GE-38), con un 5% de arcilla (Cloisite 93A) de la masa total de resina y con la inclusión del 1% de Inhibidor de corrosión (Carboxilato de Amina); para dicho proceso al igual que el citado en la sección anterior se necesitó de 3 etapas las cuales fueron llamadas: Mezcla 2, Mezcla 2 Optimizada y Mezcla 2 Optimizada Final, el cual sirvió para validar el procedimiento utilizado y que será citado a continuación:

1. Primero se niveló y encero la balanza analítica electrónica LabNics.
2. Se encendió la sorbona, la cual ayudó para la extracción de gases y olores antes de la manipulación de las arcillas, resinas e Inhibidor de corrosión en el proceso de mezclado.
3. Se procedió a realizar los pesajes respectivos, primero se mezcló el 5% de la arcilla (Cloisite 93A) con el 1% de inhibidor de corrosión (RM-210) de la masa total referencial de 4.000g de resina (GE-60, GE-40 y GE-38), luego se colocó la mezcla arcilla-Inhibidor al horno a 70°C

durante 10min, seguidamente se sacó las mezclas del horno y se las colocó en el speed mixer a 2500rpm durante 1min; este proceso se lo vuelve a realizar una vez más con los mismos parámetros de temperatura y revoluciones.

4. Una vez que se obtuvo la mezcla arcilla-Inhibidor se adhiere la resina con una masa referencial de 4.000g; luego se procede a colocar la muestra en el holder para finalmente ingresarla al speed mixer a 2500rpm durante 2min.



**FIGURA 3.54. PROCESO DE MEZCLADO RESINA-
ARCILLA- INHIBIDOR – MEZCLA 2 OPTIMIZADA FINAL**



**FIGURA 3.55. PUESTA AL HORNO DE LA MEZCLA RESINA
– ARCILLA -INHIBIDOR – MEZCLA 2 OPTIMIZADA FINAL**



**FIGURA 3.56. MEZCLADO AUTOMÁTICO SPEED MIXER
RESINA – ARCILLA -INHIBIDOR – MEZCLA 2 OPTIMIZADA
FINAL**



FIGURA 3.57. SEGUNDA PUESTA AL HORNO DE LA MEZCLA RESINA -ARCILLA - INHIBIDOR – MEZCLA 2 OPTIMIZADA FINAL



FIGURA 3.58. SEGUNDA PUESTA AL SPEED MIXER DE LA MEZCLA RESINA-ARCILLA- INHIBIDOR – MEZCLA 2 OPTIMIZADA FINAL



FIGURA 3.59. PROCESO DE ADHESIÓN DE RESINA A LA MEZCLA RESINA - ARCILLA-INHIBIDOR – MEZCLA 2 OPTIMIZADA FINAL



FIGURA 3.60. OBTENCIÓN DE LA MEZCLA RESINA - ARCILLA -INHIBIDOR – MEZCLA 2 OPTIMIZADA FINAL

Se obtuvo un **total de 9 combinaciones** en tres etapas:
 Mezcla 2, Mezcla 2 Optimizada y Mezcla 2 Optimizada Final;
 mediante el cual se validó este procedimiento.

TABLA 5
MEZCLAS EFECTUADAS ENTRE RESINAS – ARCILLAS –
INHIBIDOR CORRESPONDIENTE A LA MEZCLA 2

Mezcla 2			
Patrón 4.000g			
Preparación Previa: 1.-Horno a 70°C Arcilla- Inhibidor durante 10min. 2.-Speed Mixer 2500rpm durante 1min. 3.-Horno a 70°C Arcilla-Inhibidor durante 10min. 4.-Speed Mixer 2500rpm durante 1min. 5.-Mezclado manual Resina-Arcilla-Inhibidor 6.-Speed Mixer 2500rpm durante 2min.	GE-60	93A	CA
	4.000g	0.200g	0.040g
	GE-40	93a	CA
	4.009g	0.201g	0.043g
	GE-38	93a	CA
	4.002g	0.204g	0.041g

TABLA 6
MEZCLAS EFECTUADAS ENTRE RESINAS – ARCILLAS -
INHIBIDOR CORRESPONDIENTE A LA MEZCLA 2 OPTIMIZADA

Mezcla 2 Optimizada			
Patrón 4.000g			
Preparación Previa: 1.-Horno a 70°C Arcilla-Inhibidor durante 10min. 2.-Speed Mixer 2500rpm durante 1min. 3.-Horno a 70°C Arcilla-Inhibidor durante 10min. 4.-Speed Mixer 2500rpm durante 1min. 5.- Mezcla manual Resina-Arcilla-Inhibidor 6.-Speed Mixer 2500rpm durante 2min.	GE-60	93A	CA
	4.005g	0.205g	0.041g
	GE-40	93a	CA
	4.008g	0.203g	0.042g
	GE-38	93a	CA
	4.009g	0.209g	0.042g

TABLA 7
MEZCLAS EFECTUADAS ENTRE RESINAS – ARCILLAS -
INHIBIDOR CORRESPONDIENTE A LA MEZCLA 2 OPTIMIZADA
FINAL

Mezcla 2 Optimizada Final			
Patrón 4.000g			
Preparación Previa: 1.-Horno a 70°C Arcilla- Inhibidor durante 10min. 2.-Speed Mixer 2500rpm durante 1min. 3.-Horno a 70°C Arcilla-Inhibidor durante 10min. 4.-Speed Mixer 2500rpm durante 1min. 5.-Mezclado manual Resina-Arcilla-Inhibidor 6.-Speed Mixer 2500rpm durante 2min.	GE-60	93A	CA
	4.005g	0.201g	0.041g
	GE-40	93a	CA
	4.008g	0.204g	0.044g
	GE-38	93a	CA
	4.006g	0.208g	0.048g

3.4.3 Aminas – Arcillas

En este proceso se llevó a cabo el mezclado de aminas alifáticas (Jeffamine EDR-148, Jeffamine EDR-176, Jeffamine D-230, Jeffamine T-403, Triethylenetetramine (TETA), Triethylepentamine (TEPA) con Arcillas (Cloisite 93A, Cloisite 30B y Cloisite 20A); el cual al igual que en la sección anterior se lo realizo en 3 etapas (Mezcla 3, Mezcla 3 Optimizada y Mezcla 3 Optimizada Final), el procedimiento que se utilizó se lo describirá a continuación:

1. Primero se niveló y encero la balanza analítica electrónica LabNics.
2. Se encendió la sorbona, el cual ayudó para la extracción de gases y olores antes de la manipulación de las arcillas y aminas en el proceso de mezclado.
3. Luego se procedió al mezclado de un patrón referencial de 4.000g de Amina (Jeffamine EDR-148, Jeffamine EDR-176, Jeffamine D-230, Jeffamine T-403, Triethylenetetramine (TETA), Triethylepentamine (TEPA)) con un 5% de Arcilla (Cloisite 93A, Cloisite 30B y Cloisite 20A) correspondiente a la masa total de la Amina Figura (3.61).

4. Esta muestra obtenida se la colocó en el holder para llevarla al Speed Mixer en donde los parámetros al cual se la sometió fueron a 2500rpm durante 2min.
5. Finalmente se obtuvo las mezclas requeridas.



**FIGURA 3.61. PROCEDIMIENTO DE MEZCLADO AMINA-
ARCILLA MEZCLA 3 OPTIMIZADA FINAL**

TABLA 8
MEZCLAS EFECTUADAS ENTRE AMINAS-
ARCILLAS CORRESPONDIENTE A LA MEZCLA 3

Mezcla 3		
Patrón 4.000g		
Preparación previa: 1.-Speed Mixer 2500rpm durante 2min.	TETA	93A
	4.007g	0.200g
	TETA	30B
	4.002g	0.201g
	TETA	20A
	4.008g	0.200g
	TEPA	93A
	4.009g	0.205g
	TEPA	30B
	4.009g	0.202g
	TEPA	20A
	4.006g	0.200g
	EDR-148	93A
	4.002g	0.204g
	EDR-148	30B
4.002g	0.203g	
EDR-148	20A	
4.007g	0.200g	

Preparación previa: 1.-Speed Mixer 2500rpm durante 2min.	EDR-176	93A
	4.008g	0.201g
	EDR-176	30B
	4.001g	0.201g
	EDR-176	20A
	4.008g	0.201g
	T-403	93A
	4.006g	0.200g
	T-403	30B
	4.000g	0.200g
	T-403	20A
	4.009g	0.209g
	D-230	93A
	4.006g	0.201g
	D-230	30B
4.004g	0.200g	
D-230	20A	
4.003g	0.201g	

TABLA 9
MEZCLAS EFECTUADAS ENTRE AMINAS - ARCILLAS
CORRESPONDIENTE A LA MEZCLA 3 OPTIMIZADA

Mezcla 3 Optimizada		
Patrón 4.000g		
Preparación Previa: 1.-Speed Mixer 2500rpm durante 2min.	TETA	93A
	4.003g	0.207g
	TETA	30B
	4.005g	0.209g
	TETA	20A
	4.008g	0.203g
	TEPA	93A
	4.001g	0.204g
	TEPA	30B
	4.003g	0.207g
	TEPA	20A
	4.002g	0.203g
	EDR-148	93A
	4.003g	0.206g
	EDR-148	30B
	4.009g	0.203g
EDR-148	20A	
4.009g	0.204g	

Preparación previa: 1.-Speed Mixer 2500rpm durante 2min.	EDR-176	93A
	4.001g	0.202g
	EDR-176	30B
	4.002g	0.203g
	EDR-176	20A
	4.003g	0.203g
	T-403	93A
	4.006g	0.201g
	T-403	30B
	4.006g	0.208g
	T-403	20A
	4.009g	0.205g
	D-230	93A
	4.001g	0.201g
	D-230	30B
4.003g	0.203g	
D-230	20A	
4.009g	0.200g	

TABLA 10
MEZCLAS EFECTUADAS ENTRE AMINAS-ARCILLAS
CORRESPONDIENTE A LA MEZCLA 3 OPTIMIZADA
FINAL

Mezcla 3 Optimizada Final		
Patrón 4.000g		
Preparación previa: 1.-Speed Mixer 2500rpm durante 2min.	TETA	93A
	4.041g	0.203g
	TETA	30B
	4.025g	0.201g
	TETA	20A
	4.010g	0.201g
	TEPA	93A
	4.058g	0.202g
	TEPA	30B
	4.033g	0.201g
	TEPA	20A
	4.075g	0.203g
	EDR-148	93A
	4.085g	0.204g
	EDR-148	30B
4.023g	0.201g	
EDR-148	20A	
4.087g	0.204g	

Preparación previa: 1.-Speed Mixer 2500rpm durante 2min.	EDR-176	93A
	4.035g	0.201g
	EDR-176	30B
	4.019g	0.209g
	EDR-176	20A
	4.045g	0.202g
	T-403	93A
	4.049g	0.203g
	T-403	30B
	4.051g	0.202g
	T-403	20A
	4.049g	0.209g
	D-230	93A
	4.032g	0.206g
	D-230	30B
4.070g	0.203g	
D-230	20A	
4.016g	0.200g	

Se obtuvo **un total de 54 combinaciones** en tres etapas:
Mezcla 3, Mezcla 3 Optimizada y Mezcla 3 Optimizada Final;
mediante el cual se validó este procedimiento.

3.4.4 Aminas – Arcillas - Inhibidores

Este procedimiento se llevó a cabo, con la misma cantidad de Amina referencial de 4.000g (Jeffamine EDR-148, Jeffamine EDR-176, Jeffamine D-230, Jeffamine T-403, Triethylenetetramine (TETA), Triethylepentamine (TEPA)), con un 5% de arcilla (Cloisite 93A) de la masa total de amina y con la inclusión del 1% correspondiente al Inhibidor de corrosión (Carboxilato de Amina RM-210); para dicho proceso al igual que el citado en la sección anterior se necesitó de 3 etapas las cuales fueron llamadas: Mezcla 4, Mezcla 4 Optimizada y la Mezcla 4 Optimizada Final, el cual sirvió para validar el procedimiento utilizado y que será citado a continuación:

1. Primero se niveló y encero la balanza analítica electrónica LabNics.
2. Se encendió la sorbona, la cual ayudó para la extracción de gases y olores antes de la manipulación de las arcillas, resinas e Inhibidor de corrosión en el proceso de mezclado.
3. Se procedió a realizar los pesajes, primero se mezcló el 5% de la arcilla (Cloisite 93A) con el 1% de inhibidor de corrosión (RM-210) de la masa total referencial

correspondiente a 4.000g de amina (Jeffamine EDR-148, Jeffamine EDR-176, Jeffamine D-230, Jeffamine T-403, Triethylenetetramine (TETA), Triethylepentamine (TEPA)); luego se colocó la mezcla arcilla-Inhibidor al horno a 70°C durante 10min, seguidamente se sacó las muestras del horno y se las colocó en el speed mixer a 2500rpm durante 1min; este proceso se lo vuelve a realizar una vez más con los mismos parámetros de temperatura y revoluciones.

4. Una vez que se obtuvo la mezcla arcilla-Inhibidor se adhiere la amina con una masa referencial de 4.000g, luego se procede a colocar la muestra en el holder para finalmente ingresarla al speed mixer a 2500rpm durante 2min Figura (3.62).





FIGURA 3.62. PROCEDIMIENTO DE MEZCLADO AMINA-ARCILLA -INHIBIDOR MEZCLA 4 OPTIMIZADA FINAL

Se obtuvo **un total de 18 combinaciones** en tres etapas: Mezcla 4, Mezcla 4 Optimizada y la Mezcla 4 Optimizada Final; mediante el cual se validó este procedimiento.

TABLA 11
MEZCLAS EFECTUADAS ENTRE AMINAS-ARCILLAS-
INHIBIDOR CORRESPONDIENTE A LA MEZCLA 4

Mezcla 4			
Patrón 4.000g			
Preparación previa: 1.-Horno a 70°C Arcilla-Inhibidor durante 10min. 2.-Speed Mixer 2500rpm durante 1min. 3.-Horno a 70°C Arcilla-Inhibidor durante 10min. 4.- Speed mixer 2500rpm durante 1min. 5.-Mezcla manual Amina- Arcilla-Inhibidor 6.-Speed Mixer 2500rpm durante 2min.	TETA	93A	CA
	4.001g	0.200g	0.041g
	TEPA	93A	CA
	4.007g	0.204g	0.047g
	EDR-148	93A	CA
	4.005g	0.202g	0.042g
	EDR-176	93A	CA
	4.009g	0.203g	0.047g
	T-403	93A	CA
	4.005g	0.201g	0.041g
	D-230	93A	CA
	4.002g	0.202g	0.042g

TABLA 12
MEZCLAS EFECTUADAS ENTRE AMINAS-ARCILLAS-INHIBIDOR
CORRESPONDIENTE A LA MEZCLA 4 OPTIMIZADA

Mezcla 4 Optimizada			
Patrón 4.000g			
Preparación Previa: 1.-Horno a 70°C Arcilla-Inhibidor durante 10min. 2.-Speed Mixer 2500rpm durante 1min. 3.-Horno a 70°C Arcilla-Inhibidor durante 10min. 4.-Speed Mixer 2500rpm durante 1min. 5.-Mezcla manual Amina- Arcilla - Inhibidor 6.-Speed Mixer 2500rpm durante 2min.	TETA	93A	CA
	4.007g	0.200g	0.043g
	TEPA	93A	CA
	4.000g	0.207g	0.041g
	EDR-148	93A	CA
	4.001g	0.207g	0.048g
	EDR-176	93A	CA
	4.007g	0.205g	0.045g
	T-403	93A	CA
	4.008g	0.203g	0.045g
	D-230	93A	CA
	4.007g	0.201g	0.042g

TABLA 13
MEZCLAS EFECTUADAS ENTRE AMINAS - ARCILLAS-
INHIBIDOR CORRESPONDIENTE A LA MEZCLA 4 OPTMIZADA
FINAL

Mezcla 4 Optimizada Final			
Patrón 4.000g			
Preparación Previa: 1.-Horno a 70C Arcilla-Inhibidor durante 10min. 2.-Speed mixer 2500rpm durante 1min. 3.-Horno a 70°C Arcilla-Inhibidor durante 10min. 4.-Speed mixer 2500rpm durante 1min. 5.-Mezcla manual Amina- Arcilla - Inhibidor 6.-Speed Mixer 2500rpm durante 2min.	TETA	93A	CA
	4.003g	0.207g	0.041g
	TEPA	93A	CA
	4.005g	0.201g	0.041g
	EDR-148	93A	CA
	4.006g	0.208g	0.043g
	EDR-176	93A	CA
	4.008g	0.200g	0.040g
	T-403	93A	CA
	4.002g	0.207g	0.040g
D-230	93A	CA	
4.027g	0.203g	0.041g	

3.4.5 Resinas- Aminas– Arcillas- Inhibidores

En este proceso se decidió la mezcla entre la Arcilla (Cloisite 93A) con el Inhibidor de corrosión (RM-210); con diferentes proporciones de Inhibidor de corrosión correspondiente a la

masa total de la arcilla a utilizar; dicho procedimiento será descrito a continuación:

1. Primero se niveló y encero la balanza analítica electrónica LabNics.
2. Se encendió la Sorbona, la cual ayudó para la extracción de gases y olores antes de la manipulación de las arcillas e Inhibidor de corrosión en el proceso de mezclado.
3. Se procedió a realizar diferentes mezclas, entre la Arcilla (Cloisite 93A) – Inhibidor de corrosión (RM-210) el cual se tomó una cantidad referencial de 2.000g de Arcilla, dichos ensayos correspondieron al:

- Mezcla 5.- Se tomó una masa referencial de 2.000g de 93A con un 20% de RM-210 correspondiente a la masa total de arcilla, se realizó 3 muestras diferentes con dichos porcentajes:

A) El proceso normal consistió en la arcilla (93A) mezclada con el Inhibidor; dicho procedimiento fue el siguiente:

- 1) Se realizó el mezclado de las proporciones citadas en la respectiva balanza.
- 2) Se ingresó la mezcla al horno durante 10min.
- 3) Se colocó la mezcla en el speed mixer durante 1min a 2500rpm.
- 4) Se volvió a realizar los procedimientos ya mencionados en desde el paso 1 hasta el 3 una vez más.

B) El proceso sin temperatura consistió en el mezclado del mismo porcentaje de arcilla (93A) con el inhibidor de corrosión (RM-210), pero con la diferencia que dicha mezcla no se la expuso al horno, solo al mezclado mediante el speed mixer durante 1min a 2500rpm.

C) El proceso con temperatura consistió en el mismo mezclado que sin temperatura pero con la diferencia que se aplicó temperatura una vez tenida la mezcla e inmediatamente se le realizó el ensayo respectivo a temperatura Figura (3.63).



FIGURA 3.63. MEZCLADO 5

- Mezcla 6.- Consiste en el mismo procedimiento y muestras realizadas en el mezclado 5; con una masa referencial de 2.000g de 93A pero con la diferencia de que se utilizó el 10% de RM-210 para dicho procedimiento; luego al igual que el proceso de mezclado 5 se realizaron los mismos procedimientos llamados: Proceso normal, Proceso sin temperatura y Proceso con temperatura ya antes descritos Figura (3.64).

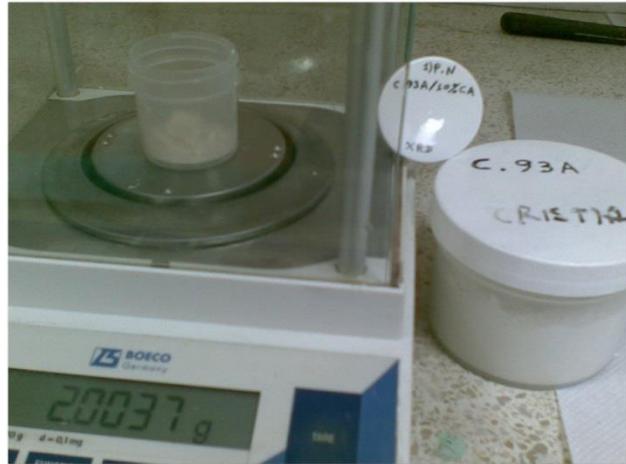


FIGURA 3.64. MEZCLADO 6

- Mezcla 7.- Consiste en el mismo procedimiento y muestras realizadas en el mezclado 6; con una masa referencial de 2.000g de 93A pero con la diferencia de que se utilizó el 2% de RM-210 para dicho procedimiento; luego al igual que el proceso de mezclado 6 se realizaron los mismos procedimientos llamados: Proceso normal, Proceso sin temperatura y Proceso con temperatura ya antes descritos Figura (3.65).



FIGURA 3.65. MEZCLADO 7

TABLA 14

**MEZCLAS EFECTUADAS ENTRE ARCILLA -
INHIBIDOR CORRESPONDIENTE A LA MEZCLA 5**

Mezcla 5	
Patrón 2.000g	
Proceso Normal	
93A	20%CA
2.001g	0.402g
Proceso Sin Temperatura	
93A	20% CA
2.003g	0.403g
Proceso con Temperatura	
93A	20%CA
2.003g	0.403g

TABLA 15
MEZCLAS EFECTUADAS ENTRE ARCILLA -
INHIBIDOR CORRESPONDIENTE A LA MEZCLA 6

Mezcla 6	
Patrón 2.000g	
Proceso Normal	
93A	10%CA
2.008g	0.201g
Proceso Sin Temperatura	
93A	10% CA
2.008g	0.201g
Proceso con Temperatura	
93A	10%CA
2.008g	0.201g

TABLA 16
MEZCLAS EFECTUADAS ENTRE ARCILLA-
INHIBIDOR CORRESPONDIENTE A LA MEZCLA 7

Mezcla 7	
Patrón 2.000g	
Proceso Normal	
93A	2%CA
2.000g	0.040g
Proceso Sin Temperatura	
93A	2% CA
2.003g	0.040g
Proceso con Temperatura	
93A	2%CA
2.003g	0.040g

Se obtuvo **un total de 9 muestras** en esta sección de mezclado entre diferentes proporciones de Inhibidor (RM-210) en conjunto con la organoracilla (93A); dicho procedimiento continúa en la sección 3.6 Ensayos de Difractometría XRD.

3.5 Preparación de las Mezclas para Ensayos de FTIR

3.5.1 Resinas – Arcillas

Los ensayos de FTIR se los clasificó en Pruebas de Asentamiento y Pruebas de Reflectancia Total Atenuada (ATR).

En el caso de la mezcla entre Resinas (GE-60, GE-40 y GE-38) con Arcillas (Cloisite 93A) se efectuaron las pruebas de asentamiento mediante el siguiente procedimiento:

1. Primero se niveló y encero la balanza analítica electrónica LabNics.
2. Se encendió la sorbona, la cual ayudó para la extracción de gases y olores antes de la manipulación de las arcillas e Inhibidor de corrosión en el proceso de mezclado.

3. Se tomó una masa referencial de 10.000g de Resina en consideración al llenado de 10.0ml correspondiente al tubo de ensayo plástico; la cantidad de arcilla que se utilizó fue el 5% correspondiente de la masa total de resina.
4. Luego de obtener dichas mezclas se procedió a realizar el mezclado homogéneo en el speed mixer a 2500rpm durante 2min.
5. Se vertió la mezcla resina-arcilla en el tubo de ensayo plástico llenándolo hasta 10ml.
6. Dicho tubo de ensayo se lo ingresó al equipo, el cual la masa fue balanceada, con un tubo de ensayo plástico lleno con agua equivalente a la cantidad de la mezcla Figura (3.66).
7. Una vez ya equilibrada la masa; se procedió a ingresar los parámetros, que fueron los siguientes:
 - GE-60 con 93A a 3000rpm durante 15min.
 - GE-40 con 93A a 3000rpm durante 5min.
 - GE-38 con 93A a 3000rpm durante 2min.
8. Finalmente se obtuvo la mezcla 8 (ver Tabla 17).



FIGURA 3.66. PROCEDIMIENTO DE EQUIPO DE CENTRIFUGADO

**TABLA 17
MEZCLAS EFECTUADAS ENTRE RESINA – ARCILLA
CORRESPONDIENTE A LA MEZCLA 8**

Mezcla 8	
Patrón 10.000g	
E. Centrifugado ; 3000rpm t =15min	
GE-60	5% 93A
10.416g	0.520g
E. Centrifugado ; 3000rpm t =5min	
GE-40	5% 93A
10.028g	0.501g
E. Centrifugado ; 3000rpm t =2min	
GE-38	5% 93A
10.089g	0.504g

Se obtuvo **un total de 3 muestras** que fueron sometidos al equipo de centrifugado entre las mezclas Resina-Arcilla; dicho procedimiento continúa en el laboratorio de reología y se lo detallará en la sección 3.7 Ensayos de FTIR.

3.5.2 Resinas- Arcillas- Inhibidores

En esta sección se realizó las pruebas de asentamiento y las pruebas de reflectancia total atenuada (ATR) correspondiente al ensayo de FTIR.

Por motivos de enfoque en este estudio se seleccionó para la realización de estas pruebas la mezcla entre las Aminas (TETA, TEPA, EDR-148, EDR-176, T-403 y D-230) en conjunto con la Arcilla (93A); se ejecutó el siguiente procedimiento descrito a continuación:

1. Primero se niveló y encero la balanza analítica electrónica LabNics.
2. Se encendió la Sorbona, la cual ayudó para la extracción de gases y olores antes de la manipulación de las arcillas e Inhibidor de corrosión en el proceso de mezclado.
3. Se seleccionó una masa referencial de amina de 14.000g en consideración a las dos pruebas realizarse.

4. Se procedió a realizar los pesajes, se seleccionó la masa referencial de 14.000g de Amina (TETA, TEPA, EDR-148, EDR-176, T-403 y D-230) en conjunto con el 5% de Arcilla (93A) correspondiente a la masa total de amina.
5. Luego se realizó el mezclado homogéneo de las muestras obtenidas en el speed mixer a 2500rpm durante 2min.
6. Finalmente se obtuvo el mezclado 9 (Tabla 18).

TABLA 18

**MEZCLAS EFECTUADAS ENTRE AMINA-ARCILLA
CORRESPONDIENTE A LA MEZCLA 9**

Mezcla 9	
Patrón 14.000g	
Speed Mixer ; 2500 rpm ; t=2min	
EDR-148	5% 93A
13.979g	0.690g
Speed Mixer ; 2500 rpm ; t=2min	
T-403	5% 93A
113.976g	0.689g
Speed Mixer ; 2500 rpm ; t=2min	
TEPA	5% 93A
13.750g	0.687g
Speed Mixer ; 2500 rpm ; t=2min	
TETA	5% 93A
13.700g	0.685g
Speed Mixer ; 2500 rpm ; t=2min	
D-230	5% 93A
13.715g	0.685g
Speed Mixer ; 2500 rpm ; t=2min	
EDR-176	5% 93A
13.710g	0.679g

Se obtuvo **un total de 6 muestras Amina-Arcilla** correspondiente al mezclado 9; dicho procedimiento continúa en el laboratorio de reología y se lo detallará en la sección 3.7 Ensayos de FTIR.

3.6 Ensayos de Difractometría XRD

Ensayo 1

Este ensayo se lo desarrolló para efectos de comparación entre la arcilla (93A) lavada y la arcilla (93A) sin lavar; cabe recalcar que es la continuación de la muestra obtenida en el laboratorio de síntesis citada en la sección 3.2; este ensayo 1 se lo desarrolló en el área de Rayos X, se efectuó el siguiente procedimiento Figura (3.67):

- 1)** Una vez obtenida la arcilla 93A lavada y sin lavar; se procedió alistar el portamuestra de XRD realizándole una limpieza con acetona y el secado con toallas absorbentes.
- 2)** Por medio de espátulas de acero inoxidable, se depositó la organoarcilla con la capacidad volumétrica del portamuestra que fue de 0.339ml.
- 3)** Se niveló la organoarcilla en el portamuestra por medio del vidrio reloj, luego se procedió a voltear al contenedor de

muestras tipo polvo para una ubicación de la organoarcilla totalmente uniforme en el portamuestra.

4) Se eligió la rejilla de incidencia de 1/8", la de difracción de 1/16" y la .mascarilla de 5".

5) Dicha muestra se la ingresa al difractómetro Panalytical; a continuación se citará los pasos que se siguió en el software XPERT DATA COLLECTOR para la ejecución de dicho ensayo 1:

- Primero se seleccionó el modo al cual se receptorán las emisiones de rayos X provenientes del tubo de cobre Reflection Transmission.
- Segundo se creó un programa llamado "arcillas andres", en donde se configura parámetros tales como las propiedades de escaneo.
- Dichas propiedades para el ensayo 1 fueron:

Ángulo inicial = 1.000°

Ángulo final = 9.000°

Tamaño de paso= 0.050°

Tiempo por paso = 20.00s

Velocidad de escaneo = 0.002500 °/s

Número de pasos = 160

Con estos parámetros ingresados se obtuvo un tiempo total de ensayo de 53min y 23s.

- 6) Luego se abrió la ventana “ajustes de instrumento”, se seleccionó la pestaña “etapa de la muestra”, en donde se seleccionó subir la muestra.
- 7) Una vez que la muestra está ubicada en la posición correcta para realizar el ensayo, se enciende el generador; en la pestaña “X-Ray” se sube el amperaje y el voltaje a partir de 0 Kv y 0mA de 10 en 10 hasta llegar a los 40 Kv y los 45mA requeridos para el ensayo.
- 8) Una vez configurado los parámetros, se procedió a abrir el programa creado, para guardarlo en un la ubicación deseada, el cual fue “Proyecto Andres” - “Christian”- “Pruebas de Cu” - “Ensayo 1”.
- 9) Para este ensayo 1 se utilizó dos muestras las cuales fueron:
La arcilla 93A sin Lavar al cual se la guardó como “93A SL 01” y La arcilla 93A Lavada que se la guardó como “93A LD 01”.

Finalmente **se obtuvieron los 2 difractogramas** correspondiente al Ensayo 1, el cual se utilizó el software “XPERT HIGH SCORE

PLUS” se los pudo visualizar con más detalle; los cuales serán presentados en la sección 4.1.





FIGURA 3.67. PROCEDIMIENTO DE ENSAYO 1

Ensayo 2

Este ensayo se lo desarrolló para notar la incidencia que tiene el aumento de la proporción de (RM-210) en conjunto con la Organoarcilla (93A) y también el efecto que tiene una diferente preparación en la mezcla Arcilla-Inhibidor; cabe recalcar que es la continuación de la muestra obtenida en el laboratorio de síntesis citada en la sección 3.4.5; este Ensayo 2 se lo desarrolló en el área de rayos X, se efectuó el siguiente procedimiento:

- 1) Una vez obtenida las 3 muestras por cada Mezcla 5, Mezcla 6 y Mezcla 7; en donde cada una difiere en la proporción de RM-210 utilizado en conjunto con la 93A; Se procedió alistar el portamuestra de XRD realizándole una limpieza con acetona y el secado con toallas absorbentes.
- 2) Por medio de espátulas de acero inoxidable, se depositó 3 tipos de muestra por cada mezcla.

- La primera denominada “P.Normal”; en donde la preparación entre la mezcla arcilla-Inhibidor fue efectuada en el laboratorio de síntesis; lo cual significa que esta lista para realizarse la difracción respectiva.
- La segunda denominada “S. Temperatura”; en donde al igual que la muestra anterior la preparación ya fue realizada en el laboratorio de síntesis, lo cual significa que no necesito ninguna previa modificación y la muestra lista para realizarse la difracción.
- La tercera denominada “C.Temperatura”; tuvo exactamente la misma preparación que la segunda muestra pero la única diferencia es que se le aplicó temperatura; ingresándola al horno a 70°C durante 10min e inmediatamente se le realizó el difractograma respectivo.

3) Los parámetros que se ingresó al software fueron los mismos citados en el Ensayo 1.

Finalmente se obtuvo un total de 9 difractogramas correspondiente al Ensayo 2, el cual se utilizó el software

“XPert HIGH SCORE PLUS” se los pudo visualizar con más detalle; los cuales serán presentados en la sección 4.1.



FIGURA 3.68. PROCEDIMIENTO DE ENSAYO 2

Ensayo 3

Este ensayo en particular permitió caracterizar el grado de compatibilidad entre las organoarcillas (Cloisite 93A, Cloisite 30B y Cloisite 20A) con las resinas epóxicas (GE-60 , GE-40 y GE-38), este proceso requirió de 2 optimizaciones y fue de la mano con los ensayos de FTIR citados en la sección 3.7; cabe recalcar que es la continuación de la muestra obtenida en el laboratorio de síntesis citada en la sección 3.4.1; este Ensayo 3 se lo desarrolló en el área de rayos X, el procedimiento que se citará a continuación es el Ensayo 3 Optimizado Final:

- 1) A diferencia de los ensayos anteriores las 9 muestras obtenidas por cada optimización, cabe recalcar que el ensayo se lo realizó inmediatamente una vez obtenida cada mezcla; se procedió alistar el portamuestra de XRD realizándole una limpieza previa con acetona y el secado con toallas absorbentes.
- 2) Por medio de espátulas de acero inoxidable, se depositó la muestra resina-arcilla con la capacidad volumétrica del portamuestra que fue de 0.339ml; cabe recalcar que este ensayo 3 es progresivo, lo cual significa que una vez obtenido un difractograma se deposita la siguiente mezcla en el portamuestra. El tiempo mínimo en el cual se debe

desarrollar este ensayo 3 Optimizado Final una vez lista la muestra se lo obtuvo en la sección 3.7 Ensayos FTIR y fue:

- GE-60 con 93A, 30B y 20A de 1500min.
- GE-40 con 93A, 30B y 20A de 740min.
- GE-38 con 93A, 30B y 20A de 450min.

3) Por aspectos de nivelación de la cantidad de muestra, se le colocó un vidrio reloj; el cual debe ser lavado con acetona, secado y manipulado con guantes para su uso, este sirvió para obtener una altura estándar en las diferentes mezclas resinas-arcillas

4) Se cambió de la rejilla de incidencia de 1/8" a 1/2", la de difracción de 1/16" a 1/4" y se mantuvo la .mascarilla de 5".

5) Las parámetros de software optimizados fueron:

Ángulo inicial = 1.000° se mantuvo

Ángulo final = 9.000° se mantuvo

Tamaño de paso= 0.050° se mantuvo

Tiempo por paso = 20.00s a 3.00s

Velocidad de escaneo = 0.002500 °/s a 0.016667

Número de pasos = 160 se mantuvo

Con estos parámetros ingresados se obtuvo un tiempo total de ensayo de 8min y 3s.

- 6) Luego se abrió la ventana “ajustes de instrumento”, se seleccionó la pestaña “etapa de la muestra”, en donde se le dio un visto a subir la muestra.
- 7) Se deshabilitó la opción de movimiento de la muestra, se siguió los pasos de la sección anterior para su previo encendido, se lo guardó con los nombres respectivos por mezcla y se ejecutó el ensayo.

Finalmente se obtuvo un **total de 27 difractogramas** correspondiente al Ensayo 3, Ensayo 3 Optimizado y Ensayo 3 optimizado final; el cual se utilizó el software “XPERT HIGH SCORE PLUS” se los pudo visualizar con más detalle; los cuales serán presentados en la sección 4.1.





FIGURA 3.69. PROCEDIMIENTO DE ENSAYO 3

Ensayo 4

Este ensayo permitió caracterizar el grado de compatibilidad entre la organoarcilla (Cloisite 93A) con las resinas epóxicas (GE-60 , GE-40 y GE-38) y la incidencia del Inhibidor de corrosión (RM-210), este proceso requirió de 2 optimizaciones y fue de la mano con los ensayos de FTIR citados en la sección 3.7; cabe recalcar que es la continuación de la muestra obtenida en el laboratorio de síntesis citada en la sección 3.4.2; este Ensayo 4 se lo desarrolló en el área

de rayos X, el procedimiento que se citará a continuación es correspondiente al Ensayo 4 Optimizado Final:

- 1) Una vez obtenida las 3 muestras por cada optimización; cabe recalcar que el ensayo se lo realizo inmediatamente una vez obtenida cada mezcla; se procedió alistar el portamuestra de XRD realizándole una limpieza con acetona y el secado con toallas absorbentes.
- 2) Por medio de espátulas de acero inoxidable, se depositó la muestra resina-arcilla-Inhibidor con la capacidad volumétrica del portamuestra que fue de 0.339ml; cabe recalcar que este ensayo 4 es progresivo, lo cual quiere decir que una vez obtenido un difractograma se deposita la siguiente mezcla en el portamuestra. El tiempo mínimo en el cual se debe desarrollar este ensayo 4 Optimizado Final una vez lista la muestra , se la obtuvo en la sección 3.7 Ensayos FTIR y fue para :
 - GE-60 / 93A/ RM-210 de 1500min.
 - GE-40 /93A/ RM-210 de 740min.
 - GE-38 /93A/ RM-210 de 450min.
- 3) Se realizó el mismo procedimiento desde el 3 hasta el 7 paso que se citó en el Ensayo 3 Optimizado Final.

Finalmente se obtuvo un **total de 9 difractogramas** correspondiente al Ensayo 4, Ensayo 4 Optimizado y Ensayo 4 optimizado final; el cual se usó el software “XPERT HIGH SCORE PLUS” se los pudo visualizar con más detalle; los cuales serán presentados en la sección 4.1.

Ensayo 5

Este ensayo tuvo la peculiaridad que permitió caracterizar el grado de compatibilidad entre las organoarcillas (Cloisite 93A, Cloisite 30B, Cloisite 20A) con las aminas alifáticas (TETA, TEPA, EDR-148, EDR-176, D-230 y T-403), este proceso requirió de 2 optimizaciones y fue de la mano con los ensayos de FTIR citados en la sección 3.7; cabe recalcar que es la continuación de la muestra obtenida en el laboratorio de Síntesis citada en la sección 3.4.3; este Ensayo 5 se lo desarrollo en el área de Rayos X; el procedimiento que se citara a continuación es correspondiente al Ensayo 5 Optimizado Final:

- 1) Una vez obtenida las 18 muestras por cada optimización; cabe recalcar que el ensayo se lo realizó inmediatamente una vez obtenida cada mezcla; se procedió alistar el portamuestra de

XRD realizándole una limpieza previa con acetona y el secado con toallas absorbentes.

- 2) Se usó un estile esterilizado con acetona, se cortó un parafilm que bordeee internamente el volumen de la muestra, para que actué como sellante debido a la baja viscosidad entre la mezcla amina-arcilla.
- 3) Por medio de pipetas plásticas, se depositó la muestra amina-arcilla con la capacidad volumétrica del portamuestra que fue de 0.339ml; cabe recalcar que este ensayo 5 al igual que el anterior es progresivo, lo cual quiere decir que una vez obtenido un difractograma se deposita la siguiente mezcla en el portamuestra.

El tiempo mínimo en el cual se debe desarrollar este ensayo 5 Optimizado Final una vez lista la muestra, se la obtuvo en la sección 3.7 Ensayos FTIR y fue:

- EDR-148 con 93A, 30B y 20A de 10min.
- D-230 con 93A, 30B y 20A de 10min.
- EDR-176 con 93A, 30B y 20A de 20min.
- TEPA con 93A, 30B y 20A de 25min.
- T-403 con 93A, 30B y 20A de 30min.

- TETA con 93A, 30B y 20A de 50min.

4) A partir de aquí, se realizó el mismo procedimiento desde el 3 hasta el 7 paso que se citó en el Ensayo 3 Optimizado Final.

Finalmente se obtuvo un **total de 54 difractogramas** correspondiente al Ensayo 5, Ensayo 5 Optimizado y Ensayo 5 optimizado final; el cual se usó el software “XPERT HIGH SCORE PLUS” se los pudo visualizar con más detalle; los cuales serán presentados en la sección 4.1.



FIGURA 3.70. PROCEDIMIENTO DE ENSAYO 5

Ensayo 6

En este ensayo se enfocó caracterizar el grado de compatibilidad entre la organoarcilla (Cloisite 93A) con las aminas alifáticas (TETA, TEPA, EDR-148, EDR-176, D-230 y T-403) y la incidencia del Inhibidor de corrosión (RM-210), este proceso requirió de 2 optimizaciones y fue de la mano con los ensayos de FTIR citados en la sección 3.7; cabe recalcar que es la continuación de la muestra obtenida en el laboratorio de síntesis citada en la sección 3.4.4; este Ensayo 6 se lo desarrolló en el área de rayos X; el procedimiento que se citará a continuación es correspondiente al Ensayo 6 Optimizado Final:

- 1)** Una vez obtenida las 6 muestras por cada optimización; cabe recalcar que el ensayo se lo realizó inmediatamente una vez obtenida cada mezcla; se procedió alistar el portamuestra de XRD realizándole una limpieza con acetona y el secado con toallas absorbentes.
- 2)** Se utilizó un estile esterilizado con acetona, se cortó un parafilm de manera que bordeé internamente el volumen de la muestra, para que actué como sellante debido a la baja viscosidad entre la mezcla amina-arcilla-Inhibidor.
- 3)** A partir de aquí, se realizó el mismo procedimiento desde el 3 hasta el 7 paso que se citó en el Ensayo 5 Optimizado Final,

cabe recalcar que el tiempo mínimo son los mismos que en la sección anterior pero con la diferencia que se incluye el uso del Inhibidor RM-210 .

Finalmente se obtuvo un **total de 18 difractogramas** correspondiente al Ensayo 6, Ensayo 6 Optimizado y Ensayo 6 optimizado final; el cual se aplicó el software “XPERT HIGH SCORE PLUS” se los pudo analizar con más detalle; los cuales serán presentados en la sección 4.1.

Ya efectuado Los ensayos de difracción (XRD), **se obtuvo un total de 119 Difractogramas** correspondiente a: Ensayo 1, Ensayo 2, Ensayo 3, Ensayo 3 Optimizado, Ensayo 3 Optimizado Final, Ensayo 4, Ensayo 4 Optimizado, Ensayo 4 Optimizado Final, Ensayo 5, Ensayo 5 Optimizado, Ensayo 5 Optimizado Final, Ensayo 6, Ensayo 6 Optimizado, Ensayo 6 Optimizado Final.



FIGURA 3.71. ENSAYOS XRD



FIGURA 3.72. ENSAYOS XRD OPTIMIZADOS



FIGURA 3.73. ENSAYOS XRD OPTIMIZADOS FINALES

3.7 Ensayos de FTIR

Ensayo 1 FTIR

Este ensayo se lo efectuó para tener una idea de manera visual tangible del efecto del asentamiento al mezclar la organoarcilla (Cloisite 93A) con las resinas epóxicas (GE-60, GE-40 y GE-38), este proceso fue la base para realizar los ensayos de XRD citados en la sección 3.6; cabe recalcar que es la continuación de la

muestra obtenida en el laboratorio de síntesis citada en la sección 3.5.1; este Ensayo 1 FTIR se lo desarrolló en el área de reología a continuación se citará el procedimiento seguido:

- 1) Una vez obtenida la muestra en el laboratorio de síntesis; cabe recalcar que el ensayo se lo realizó inmediatamente una vez obtenida cada mezcla. Se vertió la mezcla resina-arcilla en el tubo de ensayo plástico hasta ocupar una capacidad de 10.0ml.
- 2) Dicho tubo se lo colocó en un trípode de manera que quedará suspendido a efectos de la gravedad sin ninguna otra alteración; a su vez se procedió a encender el cronómetro para monitorear el asentamiento de 10.0ml hasta 7.0ml una profundidad de 3.0ml.



FIGURA 3.74. MONITOREO GE-38/93A 0MIN



FIGURA 3.75. MONITOREO GE-38/93A 5MIN



FIGURA 3.76. MONITOREO GE-38/93A 30MIN



FIGURA 3.77. MONITOREO GE-38/93A 60MIN



FIGURA 3.78. MONITOREO GE-38/93A 122MIN



FIGURA 3.79. MONITOREO GE-38/93A 390MIN



FIGURA 3.80. MONITOREO GE-38/93A 450MIN

Finalmente se obtuvo un **total de 3 Monitoreos de Asentamiento**, tabulados en un rango específico para las mezclas (GE-60/93A, GE-40/30B y GE-38/20A) que abarcó desde 10.0ml hasta 7.0ml correspondiente al Ensayo 1 FTIR; los cuales serán presentados en la sección 4.1.

Ensayo 2 FTIR

Este ensayo se lo dividió en dos procesos: el de asentamiento que permitió monitorear de manera visual tangible dicho fenómeno y el de Reflectancia Total Atenuada, que por medio de dicho ensayo se realizó un análisis de su composición en base a dicho asentamiento al mezclar la organoarcilla (Cloisite 93A) con las aminas alifáticas (EDR-148, T-403, TEPA, TETA, D-230 y EDR-176), estos procesos fueron la base para realizar los ensayos de XRD citados en la sección 3.6; cabe recalcar que es la continuación de la muestra obtenida en el laboratorio de síntesis citada en la sección 3.5.2; este Ensayo 2 FTIR se lo desarrolló en el área de reología a continuación se citará el procedimiento seguido:

- 1) Una vez obtenida la muestra en el laboratorio de síntesis; cabe recalcar que el ensayo se lo realizó inmediatamente una vez obtenida cada mezcla. Se vertió la mezcla resina-arcilla en el tubo de ensayo plástico hasta ocupar una

capacidad de 10.0ml y la cantidad restante de aproximadamente 4.000g el cual se lo ocupará para el procedimiento de ATR.

2) Dicho tubo se lo colocó en un trípode de manera que quedará suspendido a efectos de la gravedad sin ninguna otra alteración; a su vez se procedió a encender el cronómetro para monitorear el asentamiento de 10.0ml hasta 7.0ml una profundidad de 3.0ml. Una vez obtenido los tiempos de asentamiento, se efectuó el proceso de ATR mediante el Espectrómetro; dicho procedimiento se lo citará a continuación:

A) Verificar los deshumidificadores.

B) Abrir el software "Spectrum Media"; el cual permitió ejecutar el ensayo ATR, los pasos seguidos se citarán a continuación:

- Primero se tuvo el accesorio ATR debidamente esterilizado con acetona y luego secado con las toallas absorbentes.
- Una vez listo el accesorio, se procede a realizar el background requerido sin muestra; pestaña Instrument/ Scan/pestaña scan.

- En la opción Instrument, se escribe el rango de interés start: 4000 cm-1 End: 400 cm-1; En options se seleccionó scan type: Background y number scan: 4.
- Se da un clic en Start para ejecutar el background requerido por el equipo.
- Una vez obtenido el Background, se procedió a depositar con la pipeta plástica la cantidad de 1.0ml de la muestra amina-arcilla en el accesorio ATR.
- Ya vertida la muestra, se ingresó a la opción instrument en el cual rango seleccionado fue el mismo que se citó en el background, en options se seleccionó Sample, las unidades seleccionadas fueron absorbancia y el mismo number Scan.
- Se procede a darle un nombre a la mezcla amina-arcilla "T-403 93AA 0MIN" y se ejecuta el ensayo.
- Luego se realizó el proceso de normalizado del espectro; se escogió la opción process.
- ATR correction / OK.
- Process/ Smooth / Automatic Smooth/ ok.
- Process/Baseline Correction/ Automatic Correction/ ok.

- Process/ Normalize/ 1 /ok /cancel.
- Finalmente se borran los anteriores espectros, el último que se obtenga será el requerido y se lo guarda con el mismo nombre que se le dio al momento de ejecutarlo antes del normalizado.



FIGURA 3.81. MONITOREO EDR-148/93A 0MIN



FIGURA 3.82. MONITOREO EDR-148/93A 10MIN



FIGURA 3.83. MONITOREO EDR-148/93A 20MIN



FIGURA 3.84. MONITOREO EDR-148/93A 35MIN



FIGURA 3.85. MONITOREO EDR-148/93A 60MIN



FIGURA 3.86. MONITOREO EDR-148/93A 120MIN



FIGURA 3.87. MONITOREO EDR-148/93A 140MIN

Finalmente se obtuvo un **total de 72 espectrogramas (36 rango específico y 36 rango general) y 6 monitoreos de asentamiento** correspondiente al ensayo 2 FTIR; los cuales serán presentados en la sección 4.1.

Ya efectuado los ensayos de FTIR, se **obtuvo un total de 72 espectrogramas y 9 monitoreos de asentamiento** correspondiente a: Ensayo 1 FTIR y Ensayo 2 FTIR.

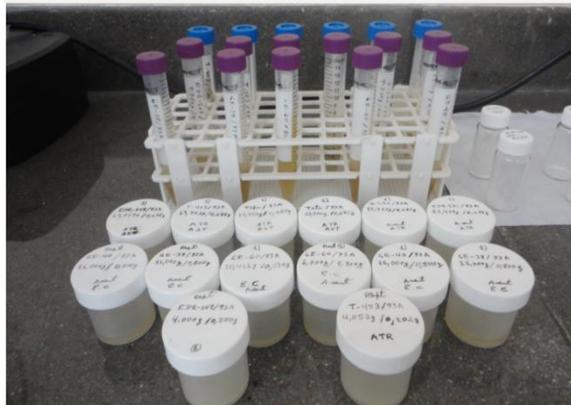


FIGURA 3.88. ENSAYOS FTIR

CAPÍTULO 4

4. RESULTADO Y ANÁLISIS

4.1. Presentación de Resultados de las Caracterizaciones y Ensayos

Efecto de la Previa preparación del C.93A (Ensayo 1)

Este ensayo 1 se lo realizó para observar la distancia espectral característica presentada por la C.93A sin lavar Figura (4.1); en la sección 4.2 “Análisis de la dispersión de C.93A con el inhibidor de corrosión (Ensayo 1)” se realiza un análisis más exhaustivo del difractograma presentado en la Figura (4.1).

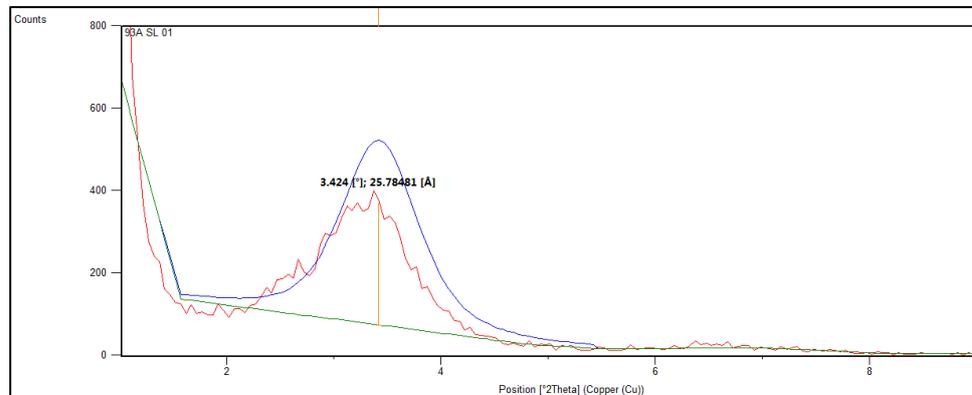


FIGURA 4.1 DIFRACTOGRAMA 93A SIN LAVAR

El siguiente ensayo 1 se lo realizó para observar el efecto de la eliminación de los iones de sulfato en la distancia espectral característica presentada por la C.93A lavada Figura (4.2); en la sección 4.2 “Análisis de la dispersión de C.93A con el inhibidor de corrosión (Ensayo 1)” se realiza un análisis más profundo del difractograma presentado en la Figura (4.2).

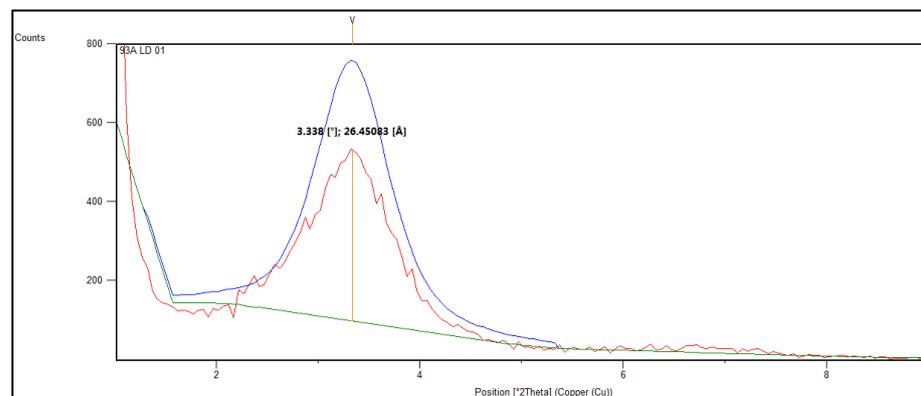


FIGURA 4.2 DIFRACTOGRAMA 93A LAVADA

Se realizó una comparación Figura (4.3), para observar gráficamente la diferencia que puede presentar el difractograma al realizarse el previo lavado de la organoarcilla; esto se analiza de manera detallada en la sección 4.2 “Análisis de la dispersión de C.93A con el inhibidor de corrosión (Ensayo 1)”.

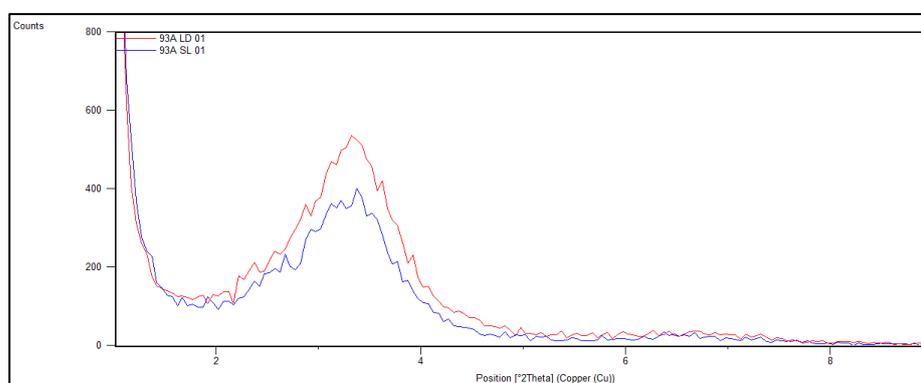


FIGURA 4.3 COMPARACIÓN ENTRE 93A SIN LAVAR CON 93A LAVADA

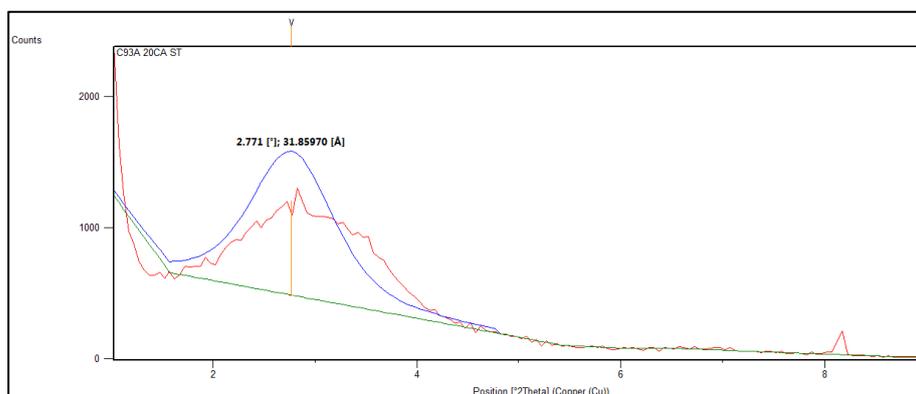
TABLA 19

RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 1

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
93A SL 01	3.4240	296.6600	25.7848
93 LV 01	3.3380	440.8400	26.4508

Procedimiento y concentración óptima del inhibidor al mezclarse con la organoarcilla C.93A (Ensayo 2)

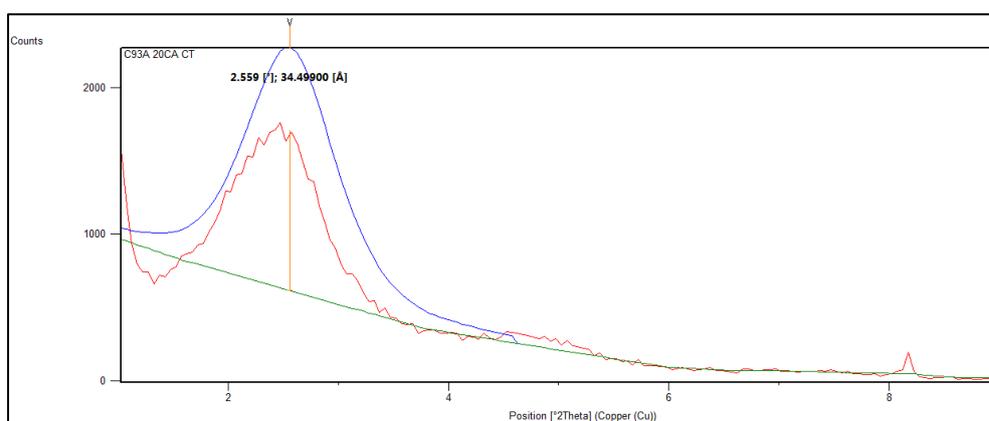
Este ensayo 2 Figura (4.4), se lo realizó para tener una idea clara en cuanto incide una concentración del 20% de CA a temperatura ambiente del total de la organoarcilla 93A utilizada en cuanto a su distancia espectral presentada; en la sección 4.2 “Análisis del procedimiento y concentración óptima del inhibidor al mezclarse con la organoarcilla C93A (Ensayo 2)” se realizó un análisis más exhaustivo del difractograma presentado en la Figura (4.4).



**FIGURA 4.4 DIFRACTOGRAMA 93A - 20%CA SIN
TEMPERATURA**

El siguiente ensayo 2 se lo efectuó para observar la incidencia del incremento de temperatura en una concentración del 20%CA del total de la organoarcilla 93A utilizada, en cuanto a la distancia espectral

característica presentada Figura (4.5); en la sección 4.2 “Análisis del procedimiento y concentración óptima del inhibidor al mezclarse con la organoarcilla C93A (Ensayo 2)” se realizó un análisis más profundo del difractograma presentado en la Figura (4.5).



**FIGURA 4.5 DIFRACTOGRAMA 93A – 20%CA CON
TEMPERATURA**

El siguiente ensayo 2 presentado Figura (4.6), permitió visualizar el efecto de la combinación de un incremento de temperatura y un mezclado automatizado a una concentración del 20%CA del total de la organoarcilla 93A utilizada, en la sección 4.2 “Análisis del procedimiento y concentración óptima del inhibidor al mezclarse con la organoarcilla C93A (Ensayo 2)” se realizó un análisis íntegro del difractograma presentado en la Figura (4.6).

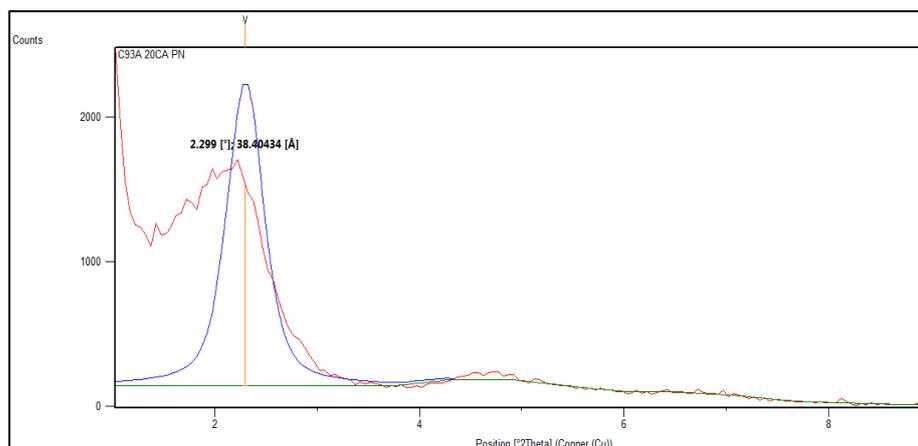


FIGURA 4.6 DIFRACTOGRAMA 93A – 20%CA PROCESO NORMAL

En la Figura (4.7) se puede apreciar claramente la diferencia entre los tres procesos de mezclados distintos, con una concentración equivalente al 20% de CA y su incidencia en la distancia espectral presentada; esto se analizó con mayor detalle en la sección 4.2 “Análisis del procedimiento y concentración óptima del inhibidor al mezclarse con la organoarcilla C93A (Ensayo 2)”.

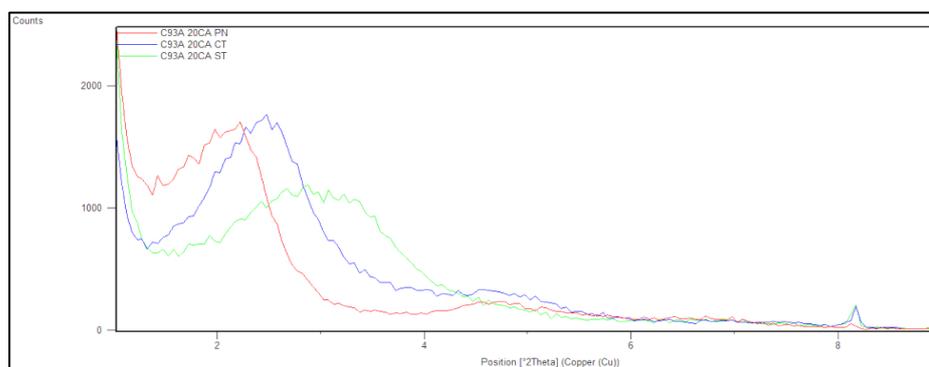


FIGURA 4.7 COMPARACIÓN ENTRE C93A - 20%CA PROCESO NORMAL, SIN TEMPERATURA Y CON TEMPERATURA

TABLA 20

RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 2 (20%CA)

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
93A 20CA PN	2.2986	1390.6800	38.4043
93A 20CA CT	2.5590	1094.1000	34.4990
93A 20CA ST	2.7710	663.7200	31.8597

El siguiente ensayo 2 Figura (4.8), se lo realizó para tener una idea clara en cuanto incide una concentración media equivalente al 10% de CA a temperatura ambiente del total de la organoarcilla 93A utilizada, en cuanto a la distancia espectral presentada; en la sección 4.2 “Análisis del procedimiento y concentración óptima del inhibidor al mezclarse con la organoarcilla C93A (Ensayo 2)” se realizó un análisis más exhaustivo del difractograma presentado en la Figura (4.8).

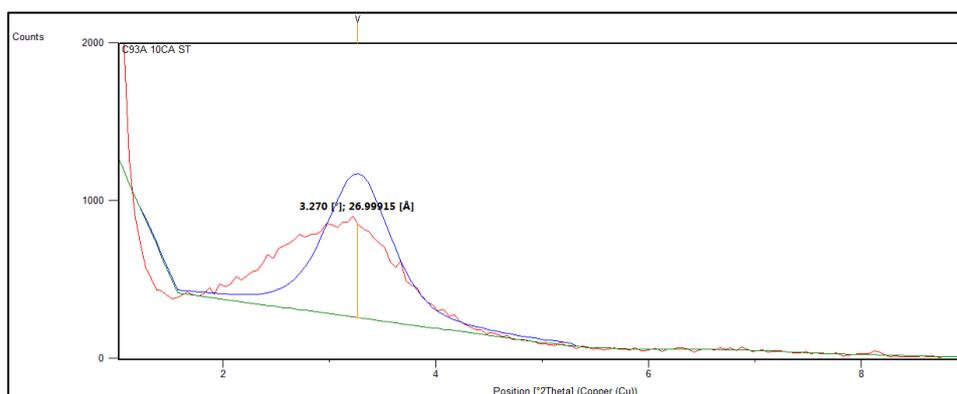
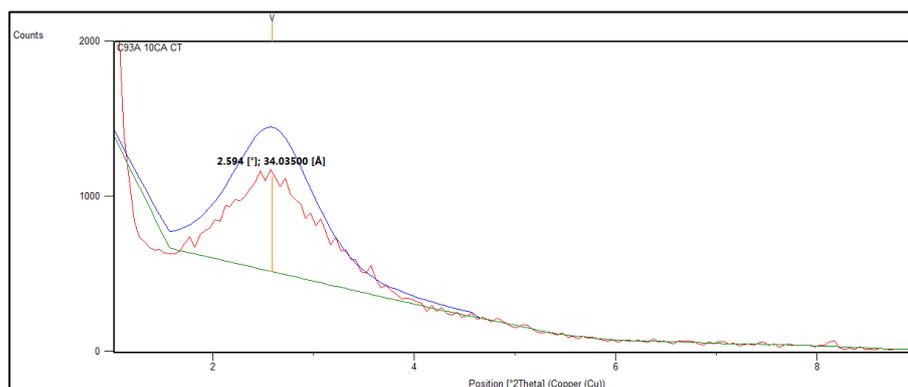


FIGURA 4.8 DIFRACTOGRAMA C93A – 10%CA SIN TEMPERATURA

El siguiente ensayo 2 se lo efectuó para observar la incidencia del incremento de temperatura en una concentración del 10%CA del total de la organoarcilla 93A utilizada, en cuanto a la distancia espectral característica presentada Figura (4.9); en la sección 4.2 “Análisis del procedimiento y concentración óptima del inhibidor al mezclarse con la organoarcilla C93A (Ensayo 2)” se realizó un análisis más profundo del difractograma presentado en la Figura (4.9).



**FIGURA 4.9 DIFRACTOGRAMA C93A – 10%CA CON
TEMPERATURA**

El siguiente ensayo 2 presentado Figura (4.10), permitió visualizar el efecto de la combinación de un incremento de temperatura y un mezclado automatizado a una concentración del 10%CA correspondiente al total de la organoarcilla 93A utilizada, en la sección 4.2 “Análisis del procedimiento y concentración óptima del inhibidor al mezclarse con la organoarcilla C93A (Ensayo 2)”

se realizó un análisis íntegro del difractograma presentado en la Figura (4.10).

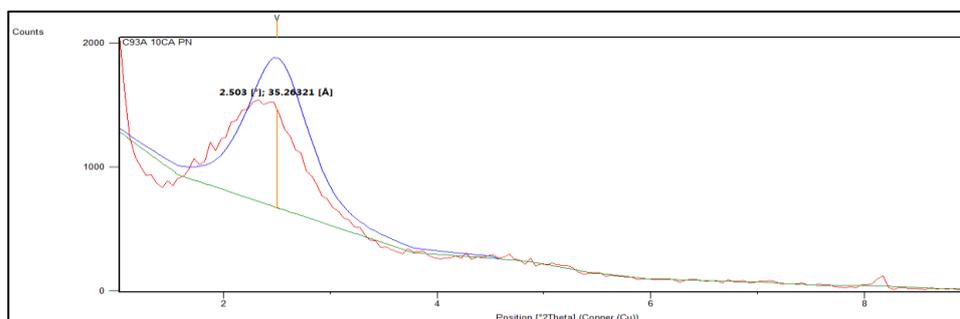


FIGURA 4.10 DIFRACTOGRAMA C93A – 10%CA PROCESO NORMAL

En la Figura (4.11), se puede apreciar claramente la diferencia entre los tres procesos de mezclados distintos, con una concentración equivalente al 10% de CA y su incidencia en la distancia espectral presentada; esto se analizó con mayor detalle en la sección 4.2 “Análisis del procedimiento y concentración óptima del inhibidor al mezclarse con la organoarcilla C93A (Ensayo 2)”.

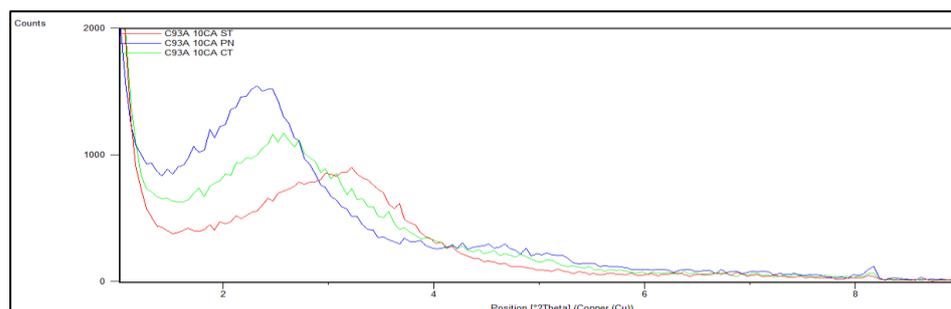


FIGURA 4.11 COMPARACIÓN ENTRE C93A - 10%CA PROCESO NORMAL, SIN TEMPERATURA Y CON TEMPERATURA

TABLA 21

RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 2 (10%CA)

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	D-spacing [Å]
93A10CAPN	2.5034	799.6300	35.2632
93A10CACT	2.5937	616.7500	34.0350
93A 10CAST	3.2698	604.8800	26.9991

El siguiente ensayo 2 Figura (4.12), se lo realizó para tener una idea clara en cuanto incide una concentración pequeña equivalente al 2% de CA a temperatura ambiente del total de la organoarcilla 93A utilizada, en cuanto a la distancia espectral presentada; en la sección 4.2 “Análisis del procedimiento y concentración óptima del inhibidor al mezclarse con la organoarcilla C93A (Ensayo 2)” se realizó un análisis más exhaustivo del difractograma presentado en la Figura (4.12).

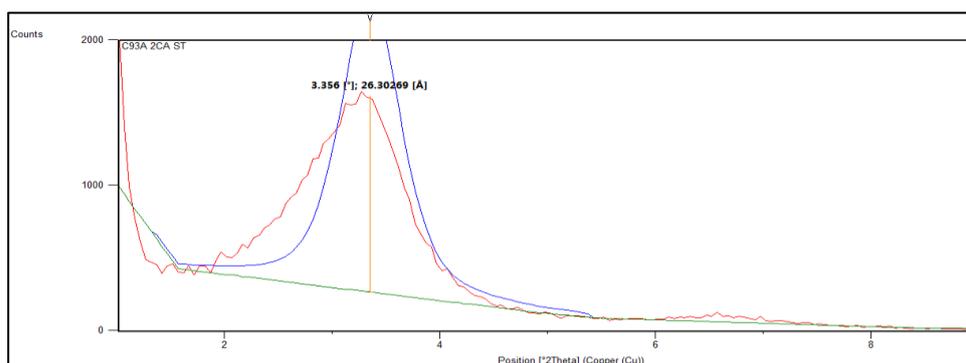


FIGURA 4.12 DIFRACTOGRAMA C93A – 2%CA SIN TEMPERATURA

El siguiente ensayo 2 se lo efectuó para observar la incidencia del incremento de temperatura en una concentración del 2%CA del total de la organoarcilla 93A utilizada, en cuanto a la distancia espectral presentada Figura (4.13); en la sección 4.2 “Análisis del procedimiento y concentración óptima del inhibidor al mezclarse con la organoarcilla C93A (Ensayo 2)” se realizó un análisis más profundo del difractograma presentado en la Figura (4.13).

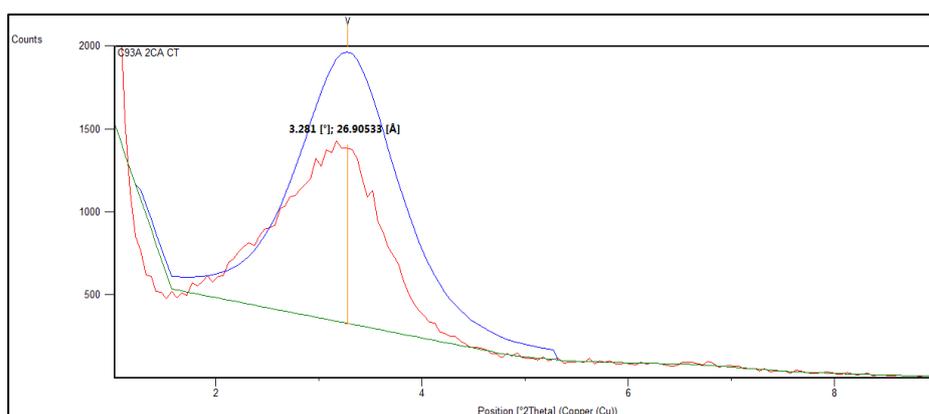


FIGURA 4.13 DIFRACTOGRAMA C93A – 2%CA CON TEMPERATURA

El siguiente ensayo 2 presentado Figura (4.14), permitió visualizar el efecto de la combinación de un incremento de temperatura y un mezclado automatizado a una concentración del 2%CA del total de organoarcilla 93A utilizada, en la sección 4.2 “Análisis del procedimiento y concentración óptima del inhibidor al mezclarse con

la organoarcilla C93A (Ensayo 2)” se realizó un análisis íntegro del difractograma presentado en la Figura (4.14).

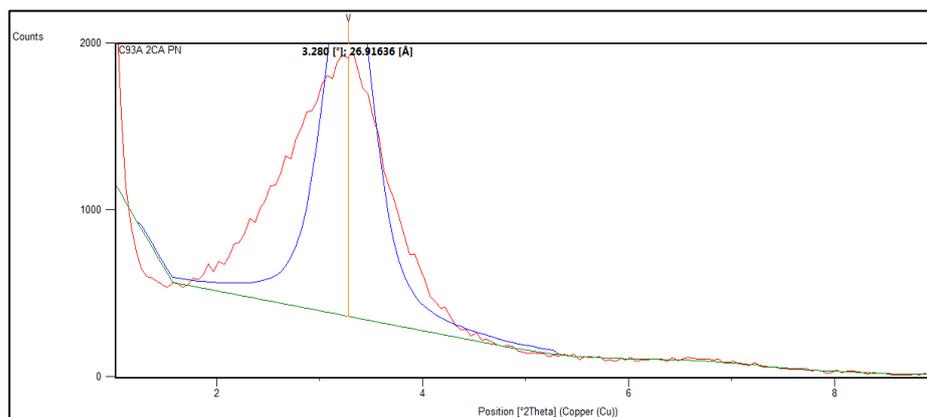


FIGURA 4.14 DIFRACTOGRAMA C93A- 2%CA PROCESO NORMAL

En la Figura (4.15), se puede apreciar claramente la diferencia entre los tres procesos de mezclados distintos, con una misma concentración equivalente al 2% de CA y su incidencia en la distancia espectral presentada; esto se analizó con mayor detalle en la sección 4.2 “Análisis del procedimiento y concentración óptima del inhibidor al mezclarse con la organoarcilla C93A (Ensayo 2)”.

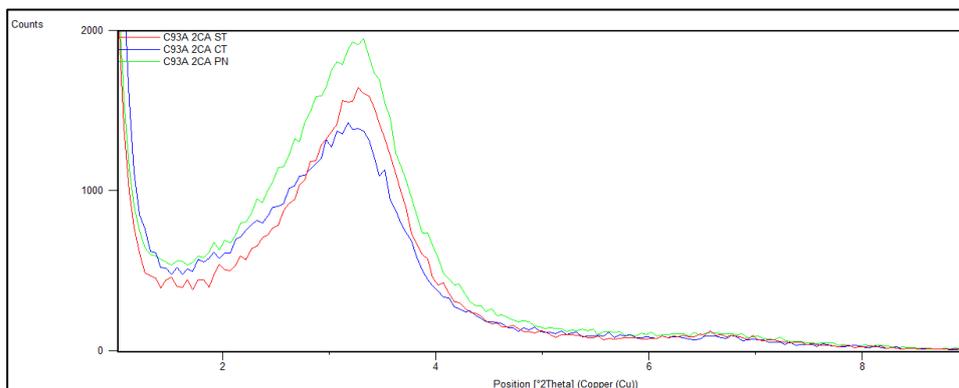


FIGURA 4.15 COMPARACIÓN ENTRE C93A - 2%CA PROCESO NORMAL, SIN TEMPERATURA Y CON TEMPERATURA

**TABLA 22
RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 2 (2%CA)**

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	D-spacing [Å]
93A 2CA PN	3.2799	1553.1600	26.91636
93A 2CA CT	3.2812	1063.4200	26.90533
93A 2CA ST	3.3564	1343.5900	26.30269

Dispersión óptima entre las resinas epóxicas y las organoarcillas C93A, C20A y C30B (Ensayo 3 Optimizado Final)

El difractograma presentado en la Figura (4.16), se quiso caracterizar que efecto tiene el mezclado de una resina con viscosidad baja como la GE-38 con la organoarcilla 93A con respecto a su grado de compatibilidad espectral.

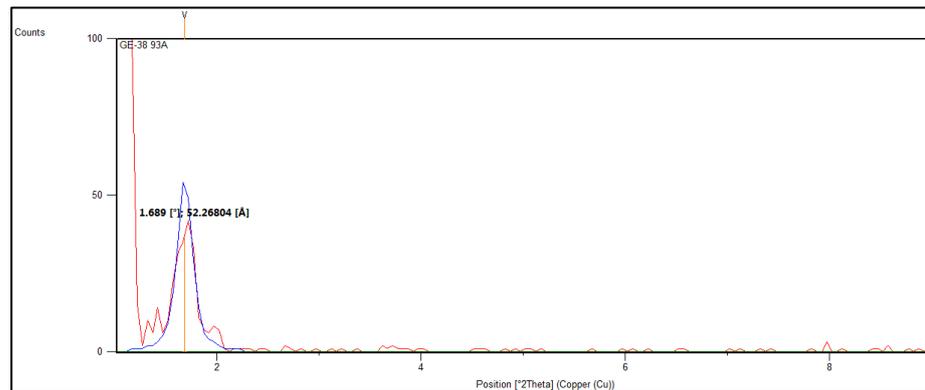


FIGURA 4.16 DIFRACTOGRAMA GE-38 93A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

El siguiente difractograma presentado en la Figura (4.17), se quiso visualizar la consecuencia de mantener la misma resina GE-38 pero con una organoarcilla diferente como la 30B, en cuanto a su grado de compatibilidad espectral.

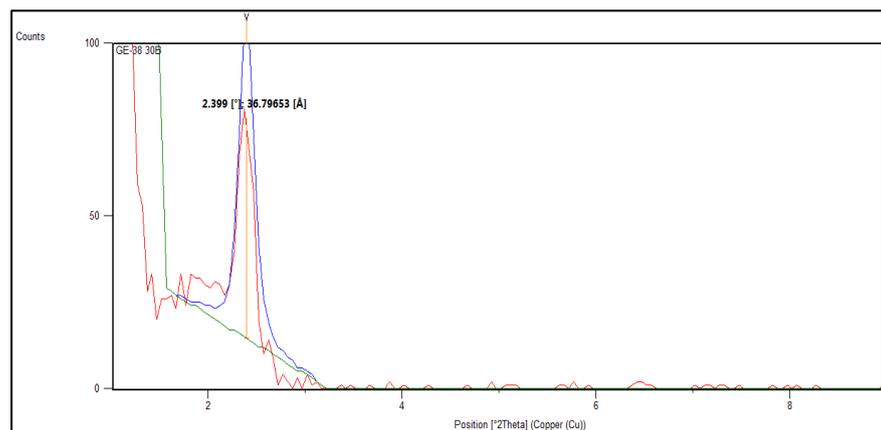


FIGURA 4.17 DIFRACTOGRAMA GE-38 30B ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

El difractograma presentado en la Figura (4.18), se mantuvo la misma resina GE-38 con una organoarcilla diferente como la 20A y ver qué efecto se da con respecto a su grado de compatibilidad espectral.

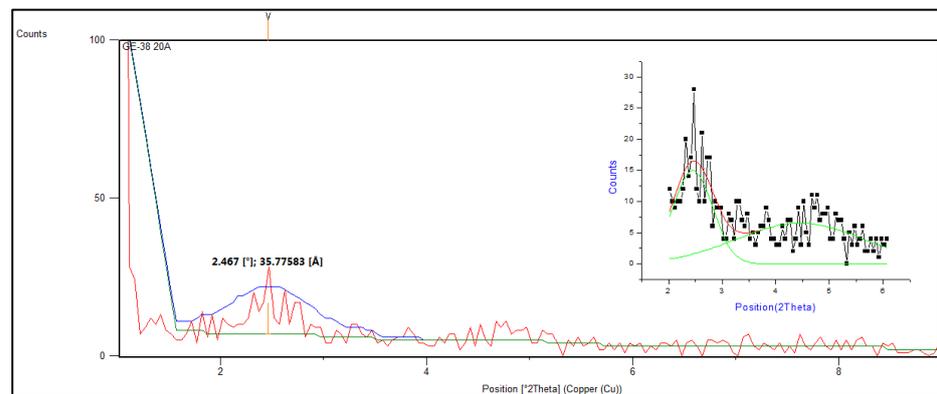


FIGURA 4.18 DIFRACTOGRAMA GE-38 20A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

Finalmente se presenta la comparación entre la GE-38 con las diferentes organoarcillas utilizadas en los ensayos Figura (4.19), en donde claramente se observa la diferencia con respecto al grado de compatibilidad espectral presentado por diferentes mezclas. Para un análisis más detallado véase en la sección 4.2 "Análisis de la dispersión óptima entre las resinas epóxicas y organoarcillas C.93A, C30B y 20A (Ensayo 3)".

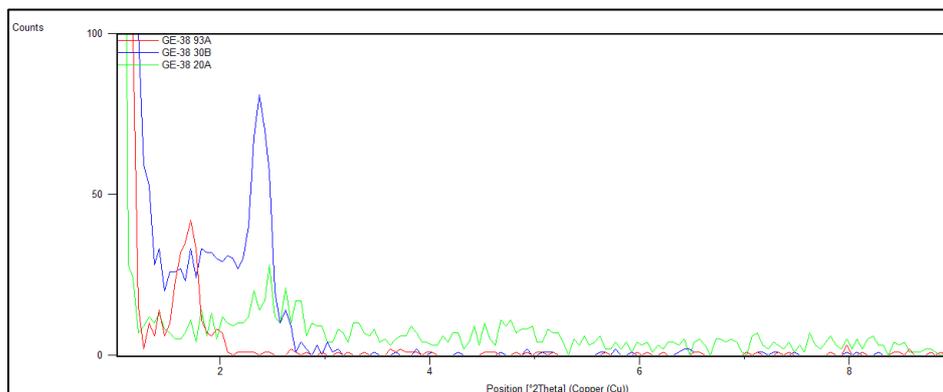
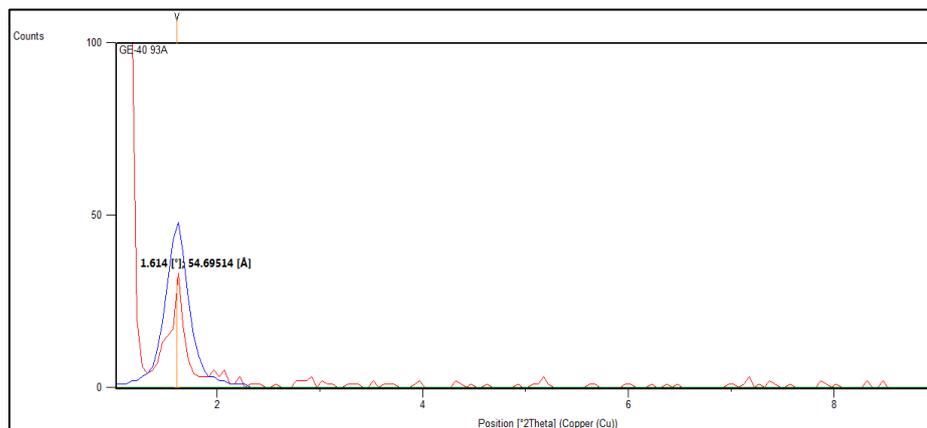


FIGURA 4.19 COMPARACIÓN ENTRE GE-38 /93A; GE-38/30B Y GE-38/20A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

**TABLA 23
RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 3 (GE-38 /
ORGANOARCILLAS)**

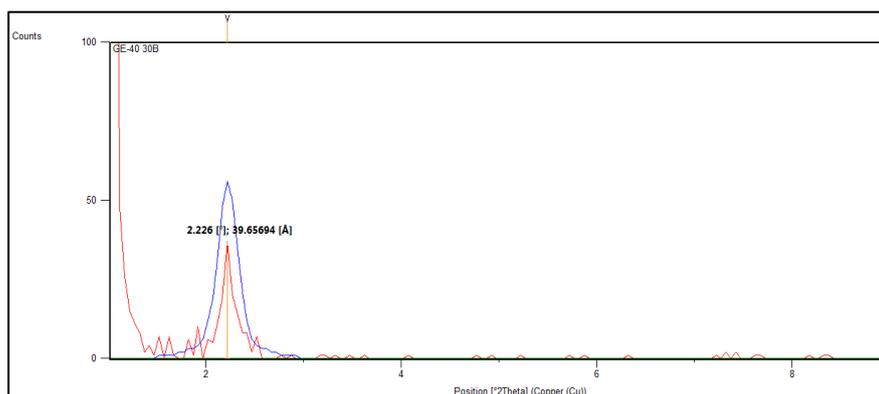
Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	D-spacing [Å]
GE-38 93A	1.6890	36.4000	52.2680
GE-38 30B	2.3990	64.0500	36.7965
GE-38 20A	2.4670; 4.4572	9.9100; 6.5200	35.7758; 19.8000

El siguiente difractograma presentado en la Figura (4.20), se quiso caracterizar que efecto tiene el mezclado de una resina con viscosidad intermedia entre las resinas utilizadas como la GE-40 con la organoarcilla 93A respecto a su grado de compatibilidad espectral.



**FIGURA 4.20 DIFRACTOGRAMA GE-40 93A ENSAYO
OPTIMIZADO FINAL**

El siguiente difractograma presentado en la Figura (4.21), se quiso ver la consecuencia de mantener la misma resina GE-40 con una organoarcilla diferente como la 30B con respecto a su grado de compatibilidad espectral.



**FIGURA 4.21 DIFRACTOGRAMA GE-40 30B ENSAYO
OPTIMIZADO FINAL**

El difractograma presentado en la Figura (4.22), se mantuvo la misma resina GE-40 con una organoarcilla diferente como la 20A y ver qué efecto se obtiene con respecto a su grado de compatibilidad espectral.

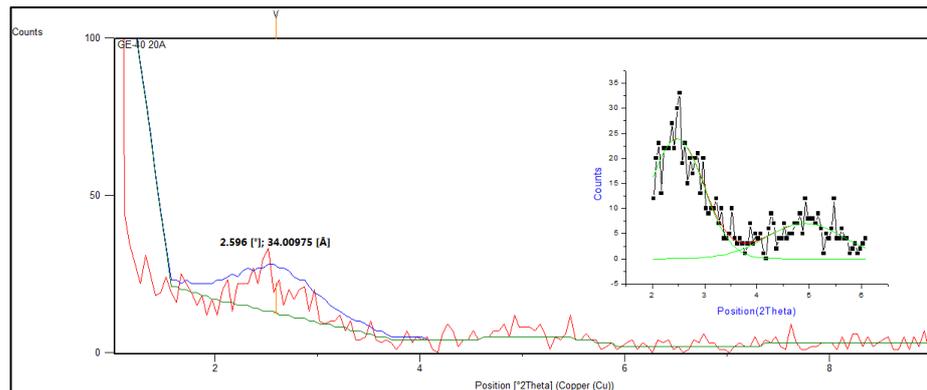


FIGURA 4.22 DIFRACTOGRAMA GE-40 20A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

Finalmente se presentó la comparación entre la GE-40 con las diferentes organoarcillas utilizadas en los ensayos Figura (4.23), en donde claramente se observó la diferencia respecto al grado de compatibilidad espectral presentado por diferentes mezclas. Para un análisis más profundo véase en la sección 4.2 "Análisis de la dispersión óptima entre las resinas epóxicas y organoarcillas C.93A, C.30B y C.20A (Ensayo 3)".

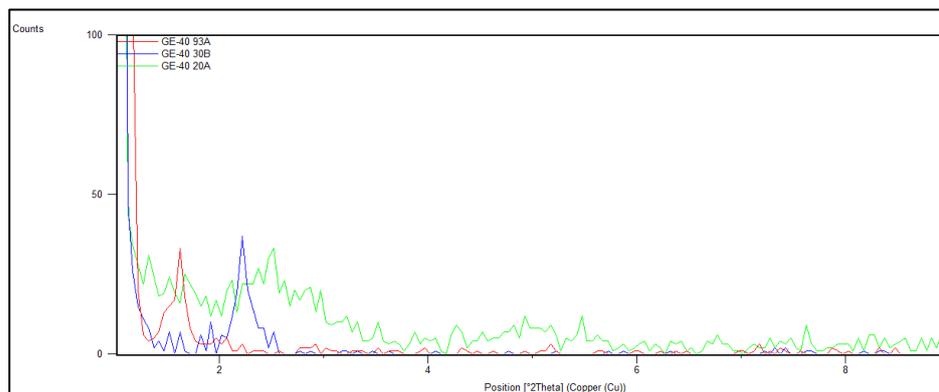


FIGURA 4.23 COMPARACIÓN ENTRE GE-40 /93A; GE-40/30B Y GE-40/20A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

TABLA 24

RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 3 (GE-40 / ORGANOARCILLAS)

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
GE-40 93A	1.6140	31.5200	54.6951
GE-40 30B	2.2260	36.9800	39.6569
GE-40 20A	2.5960; 4.9142	9.8800	34.0097; 17.9677

El siguiente difractograma presentado en la Figura (4.24), se quiso caracterizar que efecto tiene el mezclado de una resina de alta viscosidad como la GE-60 con la organoarcilla 93A respecto a su grado de compatibilidad espectral.

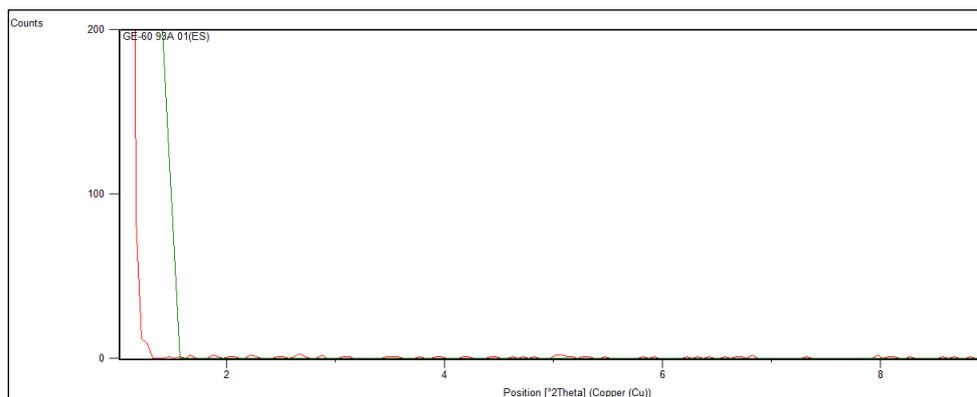


FIGURA 4.24 DIFRACTOGRAMA GE-60 93A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

El siguiente difractograma presentado en la Figura (4.25), se quiso ver la consecuencia de mantener la misma resina GE-60 con una organoarcilla diferente como la 30B con respecto a su grado de compatibilidad espectral.

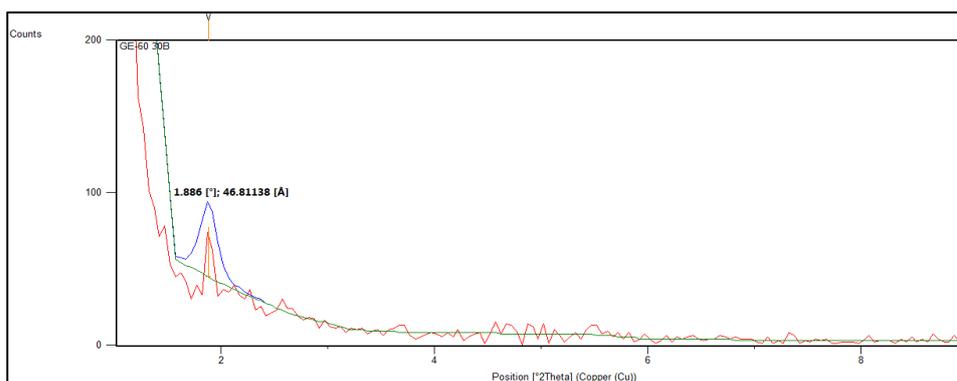


FIGURA 4.25 DIFRACTOGRAMA GE-60 30B ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

El difractograma presentado en la Figura (4.26), se mantuvo la misma resina GE-60 con una organoarcilla diferente como la 20A y observar qué efecto se da respecto a su grado de compatibilidad espectral.

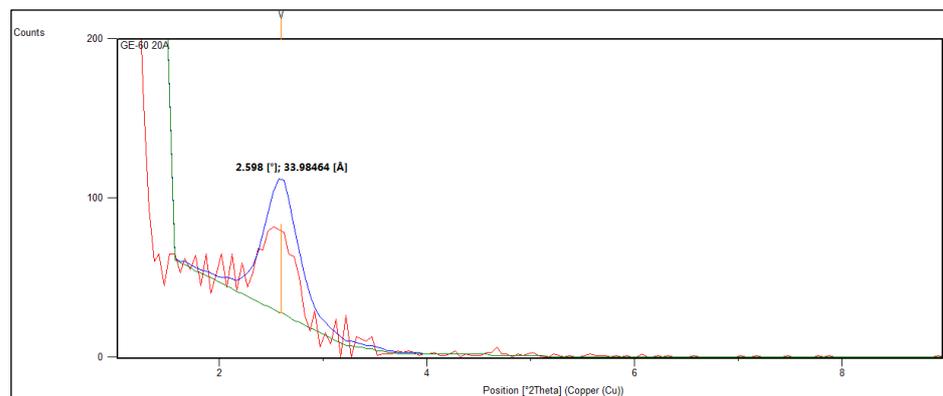


FIGURA 4.26 DIFRACTOGRAMA GE-60 20A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

Finalmente se presentó la comparación entre la GE-60 con las diferentes organoarcillas utilizadas en los ensayos Figura (4.27), en donde claramente se observó la diferencia respecto al grado de compatibilidad espectral presentado por diferentes mezclas. Para un análisis más profundo véase en la sección 4.2 "Análisis de la dispersión óptima entre las resinas epóxicas y organoarcillas C.93A, C.30B y C.20A (Ensayo 3)".

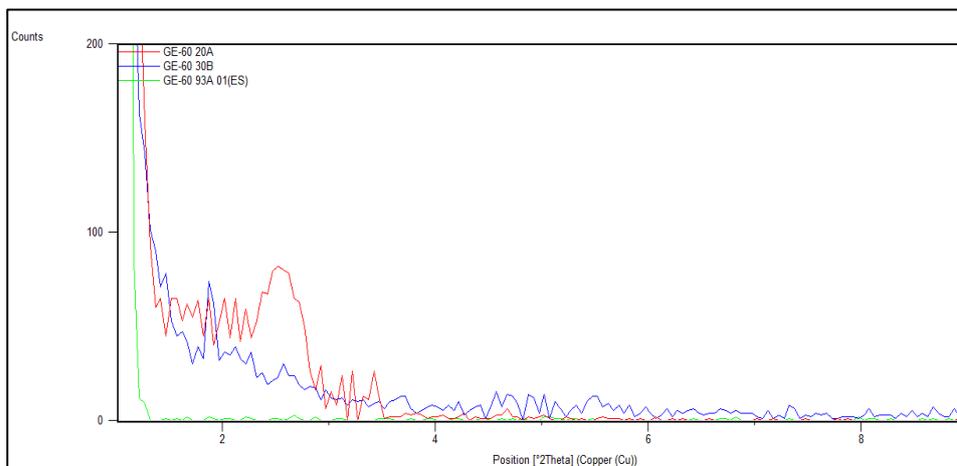


FIGURA 4.27 COMPARACIÓN ENTRE GE-60 /93A, GE-60/30B Y GE-60/20A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

**TABLA 25
RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 3 (GE-60 /
ORGANOARCILLAS)**

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
GE-60 93A	Exfoliación		
GE-60 30B	1.8850	66.3500	46.8113
GE-60 20A	2.5976	50.6300	33.9846

Dispersión óptima entre las resinas epóxicas, la organoarcilla C93A y el inhibidor de corrosión (Ensayo 4 Optimizado Final).

En el difractograma de la Figura (4.28), se presentó la mezcla entre la resina GE-38 en conjunto con las organoarcilla C93A que fue la que mejor resultado presentó en el ensayo 3.

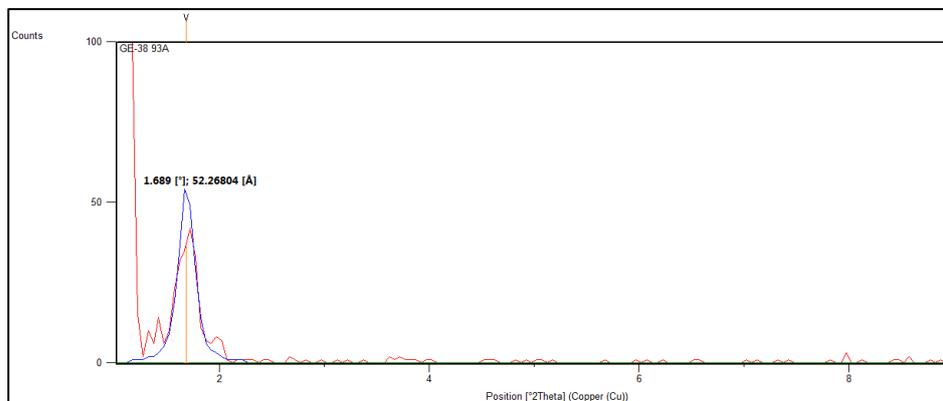


FIGURA 4.28 DIFRACTOGRAMA GE-38 / 93A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

El siguiente difractograma presentado en la Figura (4.29), se quiso demostrar la incidencia del inhibidor de corrosión en la mezcla GE-38/93A que presentó un alto grado de intercalación.

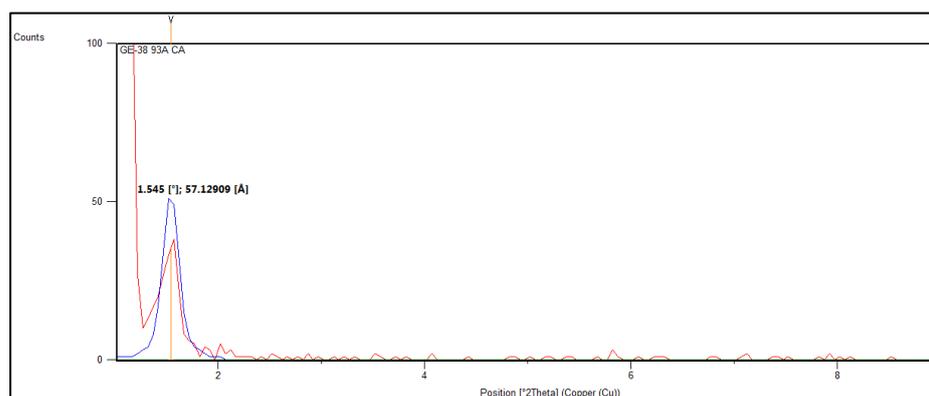


FIGURA 4.29 DIFRACTOGRAMA GE-38/ 93A/ CA ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.30), se buscó diferenciar el efecto de añadirle el inhibidor de corrosión a la mezcla GE-38/93A; para un análisis más profundo véase en la sección 4.2 "Análisis de la dispersión óptima entre las resinas epóxicas, la organoarcilla C93A y el inhibidor de corrosión (Ensayo 4)".

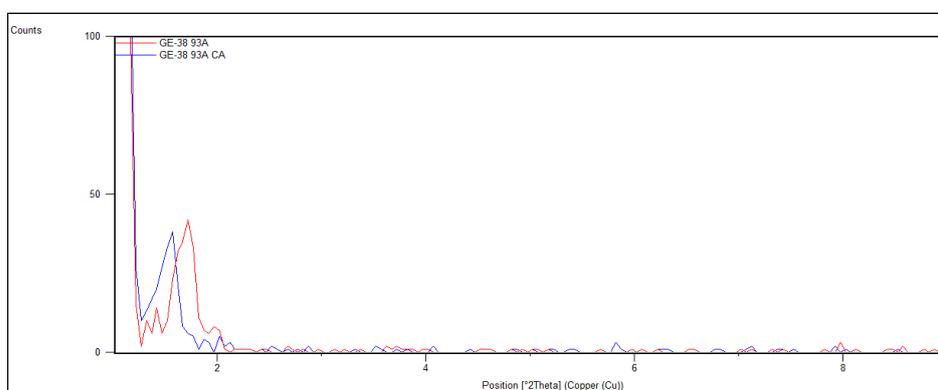


FIGURA 4.30 COMPARACIÓN ENTRE GE-38 /93A CON GE-38/93A/CA ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

**TABLA 26
RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 4 (GE-38 / 93A / CA)**

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
GE-38 93A	1.6890	36.4000	52.2680
GE-38 93A CA	1.5450	35.0100	57.1290

En el difractograma de la Figura (4.31), se presentó la mezcla entre la resina GE-40 en conjunto con la organoarcilla C93A que mejor resultado presentó en el ensayo 3.

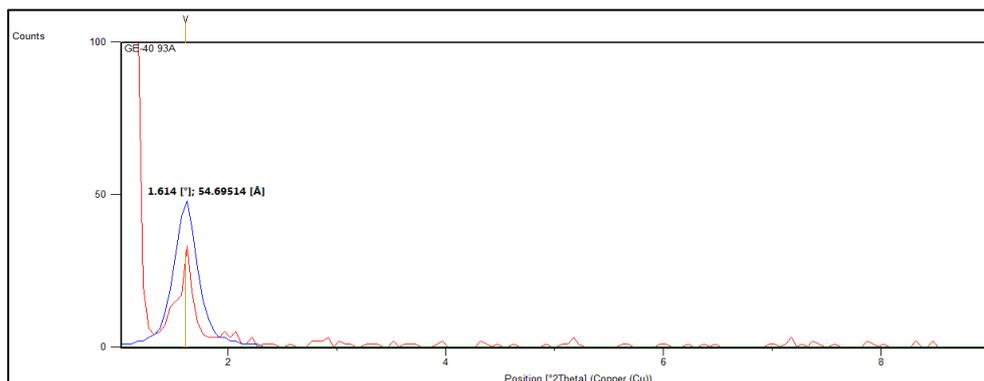


FIGURA 4.31 DIFRACTOGRAMA GE-40 / 93A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

El difractograma presentado en la Figura (4.32), se quiso demostrar la incidencia del inhibidor de corrosión en la mezcla GE-40/93A que presentó un alto grado de intercalación.

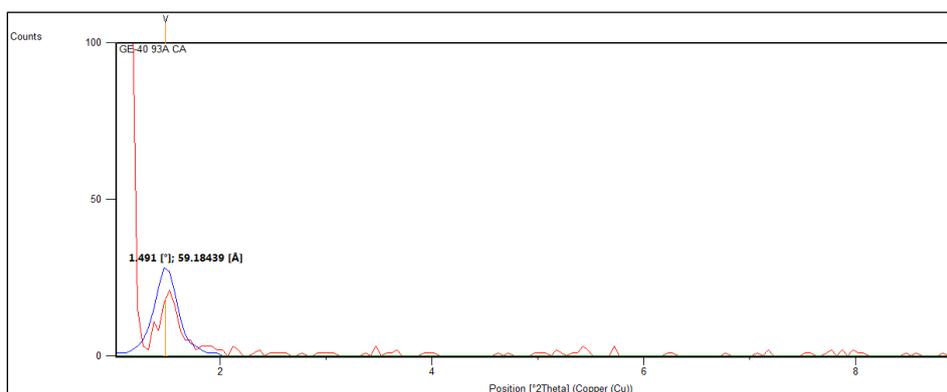


FIGURA 4.32 DIFRACTOGRAMA GE-40/ 93A/ CA ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.33), se buscó diferenciar el efecto de añadirle el inhibidor de corrosión a la mezcla GE-40/93A; para un análisis más profundo véase en la sección 4.2”Análisis de la dispersión óptima entre las resinas epóxicas, la organoarcilla C93A y el inhibidor de corrosión (Ensayo 4)”.

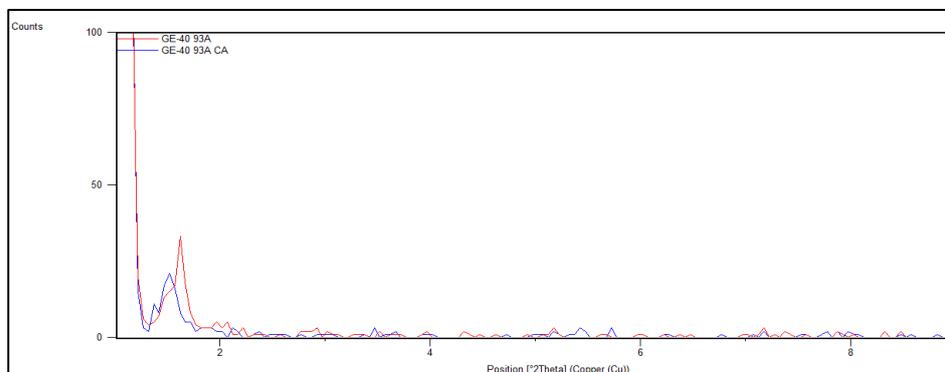


FIGURA 4.33 COMPARACIÓN ENTRE GE-40 /93A CON GE-40/93A/CA ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

**TABLA 27
RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 4 (GE- 40 / 93A / CA)**

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
GE-40 93A	1.6140	31.5200	54.6951
GE-40 93A CA	1.4910	18.8400	59.1843

En el difractograma de la Figura (4.34), se presentó la mezcla entre la resina GE-60 en conjunto con las organoarcilla C93A que mejor resultado presentó entre la mezcla resina/organoarcilla en todo el ensayo 3.

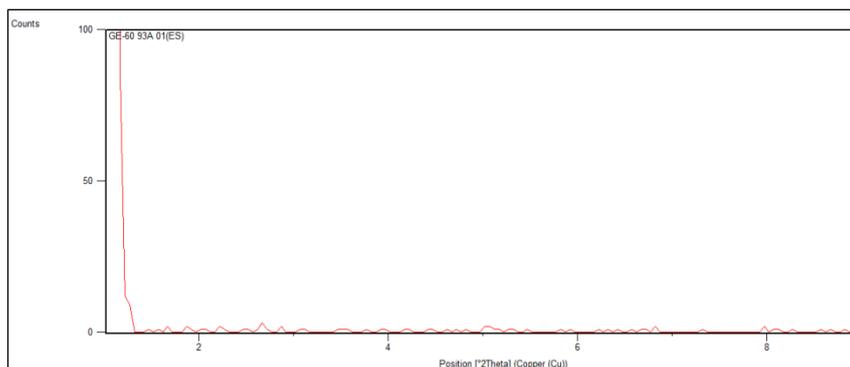


FIGURA 4.34 DIFRACTOGRAMA GE-60/ 93A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

El difractograma presentado en la Figura (4.35), se quiso demostrar la incidencia del inhibidor de corrosión en la mezcla GE-60/93A que presento una exfoliación en su compatibilidad.

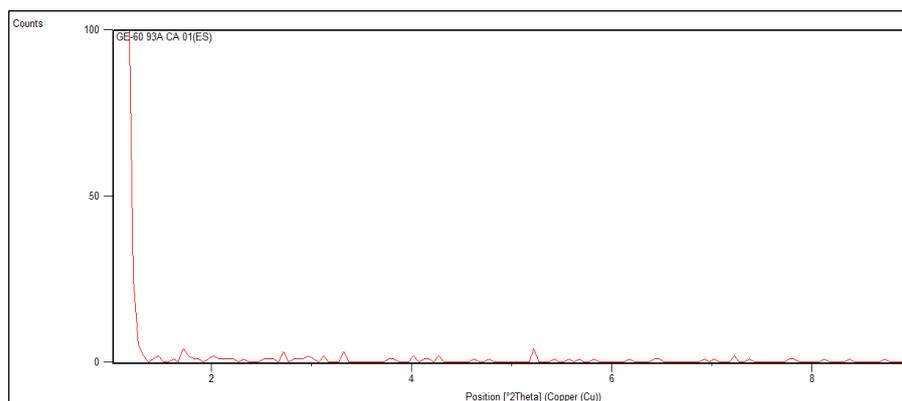


FIGURA 4.35 DIFRACTOGRAMA GE-60/ 93A/CA ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.36), se buscó diferenciar el efecto de añadirle el inhibidor de corrosión a la mezcla GE-60/93A; para un análisis más profundo véase en la sección 4.2”Análisis de la dispersión óptima entre las resinas epóxicas, la organoarcilla C93A y el inhibidor de corrosión (Ensayo 4)”.

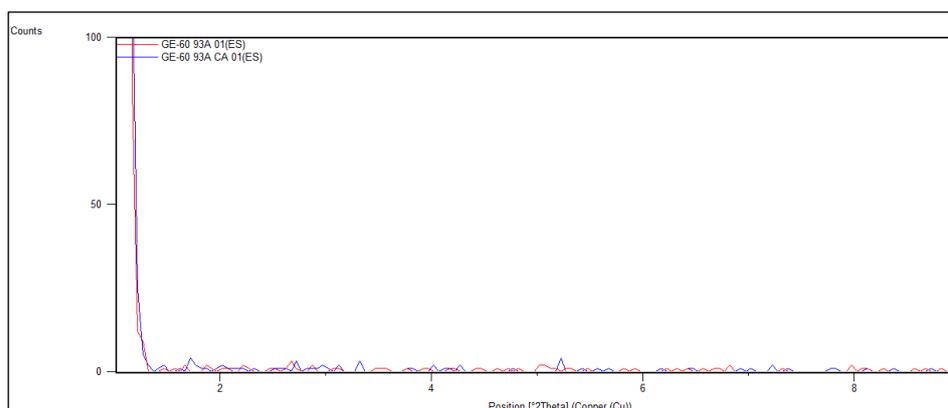


FIGURA 4.36 COMPARACIÓN ENTRE GE-60 /93A CON GE-60/93A/CA ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

TABLA 28

RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 4 (GE-60 / 93A / CA)

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
GE-60 93A			Exfoliación
GE-60 93A CA			Exfoliación

Dispersión óptima entre las aminas alifáticas y las organoarcillas C93A, C20A y C30B (Ensayo 5 Optimizado Final)

En la Figura (4.37), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente una amina primaria como la D-230 en conjunto con la organoarcilla C.93A.

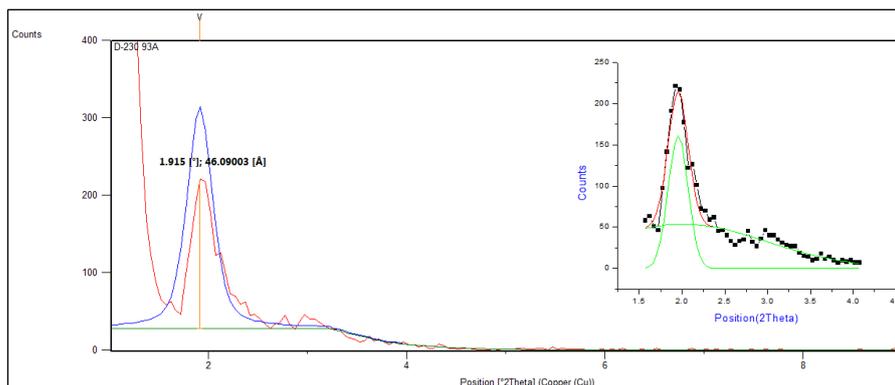


FIGURA 4.37 DIFRACTOGRAMA D-230/ 93A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.38), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente una amina primaria como la D-230 en conjunto con la Organoarcilla C30B.

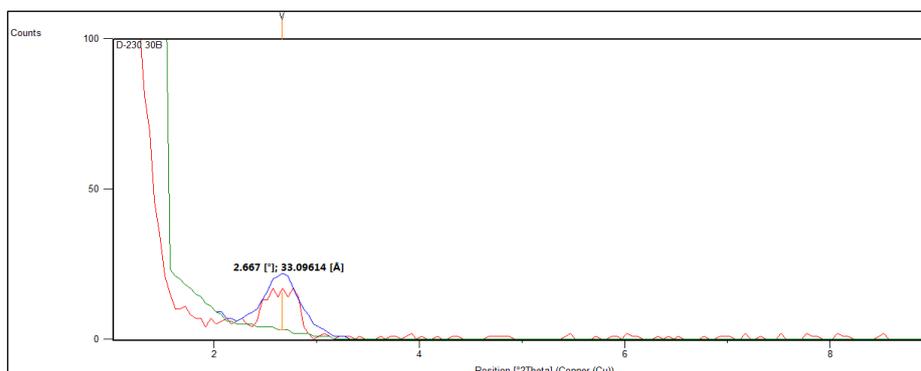


FIGURA 4.38 DIFRACTOGRAMA D-230/ 30B ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.39), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente una amina primaria como la D-230 en conjunto con la Organoarcilla C20A.

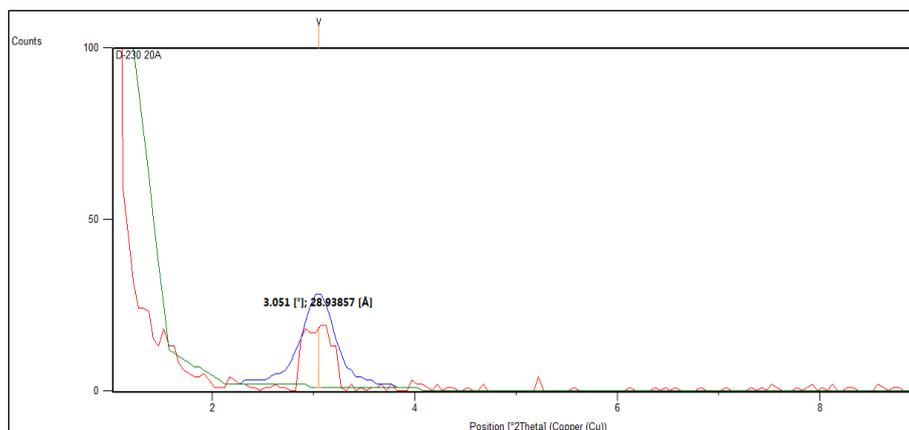


FIGURA 4.39 DIFRACTOGRAMA D-230/ 20A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.40), se pudo apreciar la diferencia entre la distancia espectral que presentan las diferentes mezclas entre la amina primaria D-230 en conjunto con las organoarcillas C93A, C30B, C20A; en la sección 4.2 “Análisis de la dispersión óptima entre la aminas alifáticas y las organoarcillas C93A, C30B y C20A (Ensayo 5)” se realizó un análisis más detallado acerca de los resultados presentados por los difractogramas.

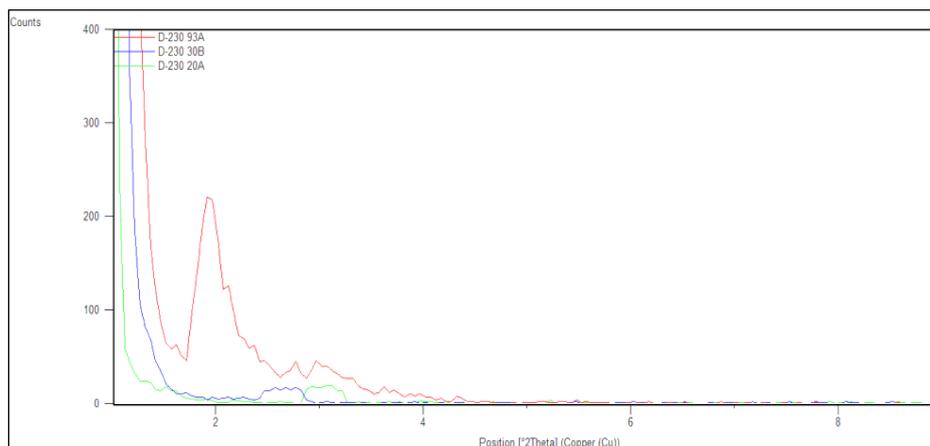
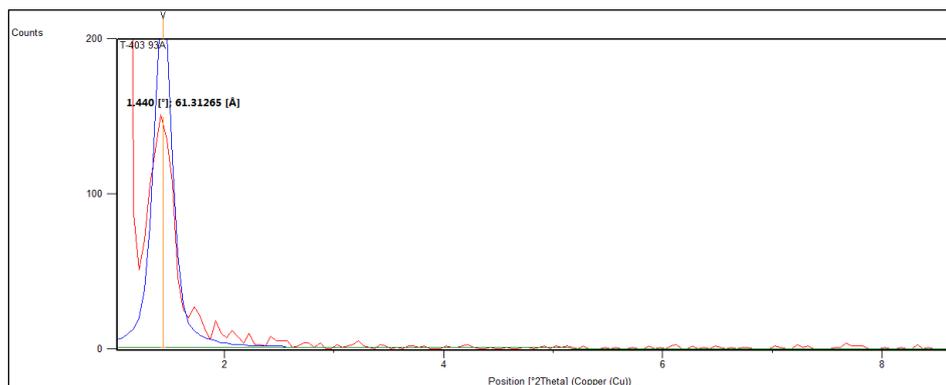


FIGURA 4.40 COMPARACIÓN ENTRE D-230 /93A CON D-230/30B CON D-230/20A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

**TABLA 29
RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 5 (D-230/ORGANOARCILLAS)**

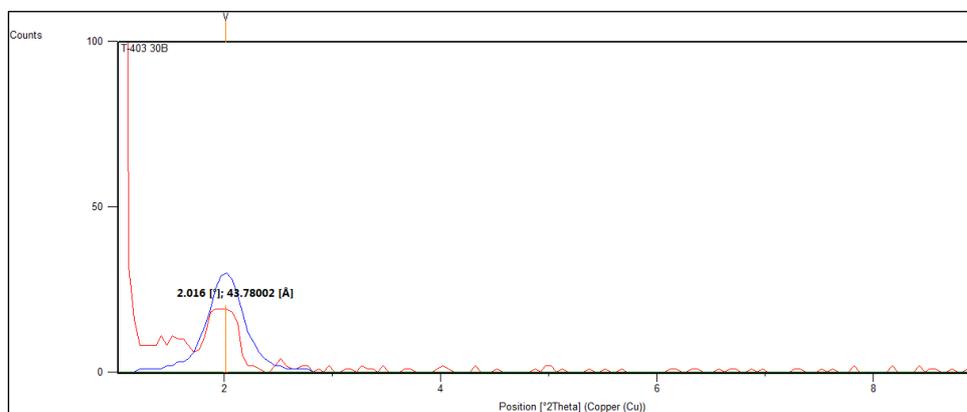
Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
D-230/ 93A	1.9552; 2.0086	189.7900; 53.7540	46.0900; 43.9482
D-230/ 30B	2.6670	12.8200	33.0961
D-230/ 20A	3.0510	17.7500	28.9385

En la Figura (4.41), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente una amina secundaria como la T-403 en conjunto con la organoarcilla C93A.



**FIGURA 4.41 DIFRACTOGRAMA T-403/ 93A ENSAYO
OPTIMIZADO FINAL**

En la Figura (4.42), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente una amina secundaria como la D-230 en conjunto con la Organoarcilla C30B.



**FIGURA 4.42 DIFRACTOGRAMA T-403/ 30B ENSAYO
OPTIMIZADO FINAL**

En la Figura (4.43), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente una amina secundaria como la T-403 en conjunto con la organoarcilla C20A.

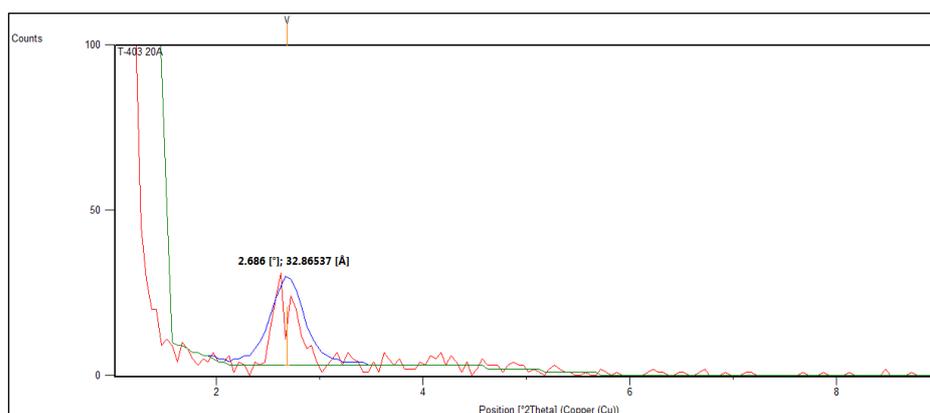


FIGURA 4.43 DIFRACTOGRAMA T-403/ 20A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.44), se puede apreciar la diferencia en la distancia espectral que presentó las diferentes mezclas entre la amina secundaria T-403 en conjunto con las organoarcillas C93A, C30B, C20A; en la sección 4.2 “Análisis de la dispersión óptima entre la aminas alifáticas y las organoarcillas C93A, C30B y C20A (Ensayo 5)” se realizó un análisis más profundo acerca de los resultados presentados por los difractogramas.

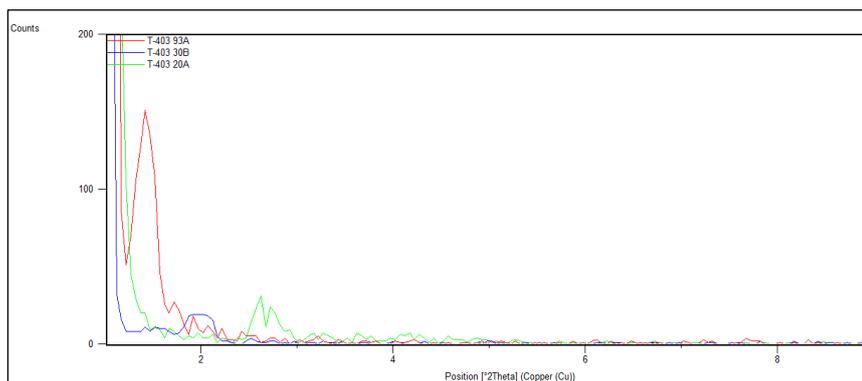


FIGURA 4.44 COMPARACIÓN ENTRE T- 403 /93A CON T- 403/30B CON T- 403/20A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

TABLA 30

**RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 5 (T-403 /
ORGANOARCILLAS)**

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
T-403 93A	1.4400	148.9200	61.3126
T-403 30B	2.0160	20.1300	43.7802
T-403 20A	2.6860	17.8500	32.8653

En la Figura (4.45), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente una amina reactiva como la EDR-148 en conjunto con la organoarcilla C93A.

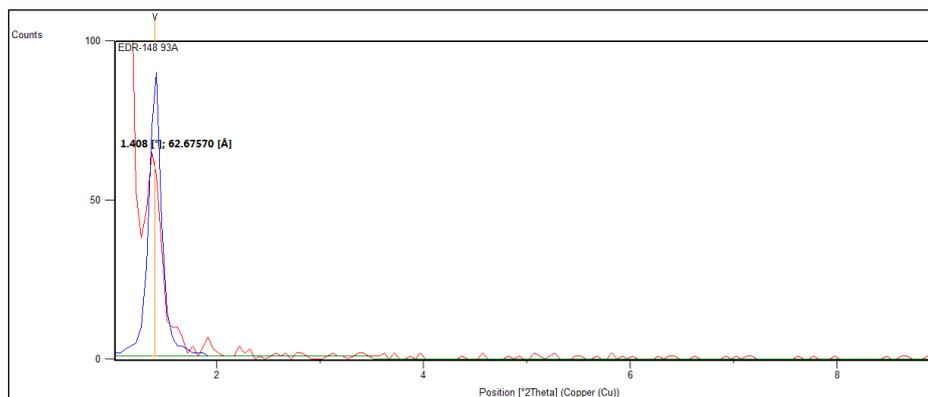


FIGURA 4.45 DIFRACTOGRAMA EDR-148/ 93A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.46), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente una amina reactiva como la EDR-148 en conjunto con la organoarcilla C30B.

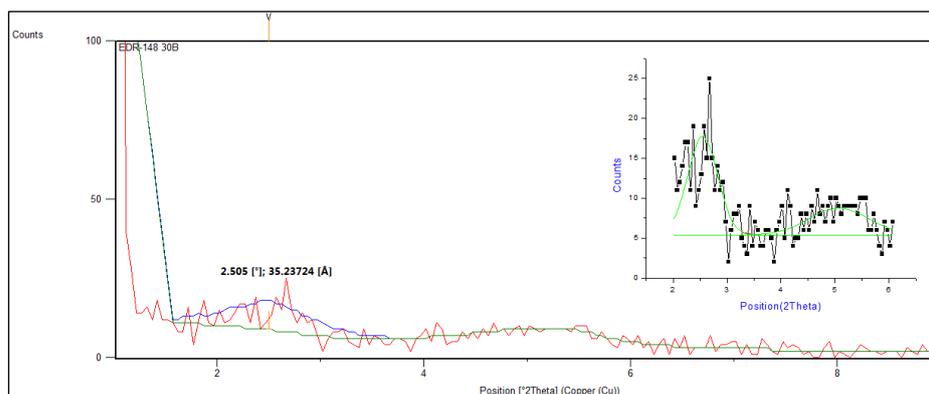


FIGURA 4.46 DIFRACTOGRAMA EDR-148/ 30B ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.47), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente una amina reactiva como la EDR-148 en conjunto con la Organoarcilla C20A.

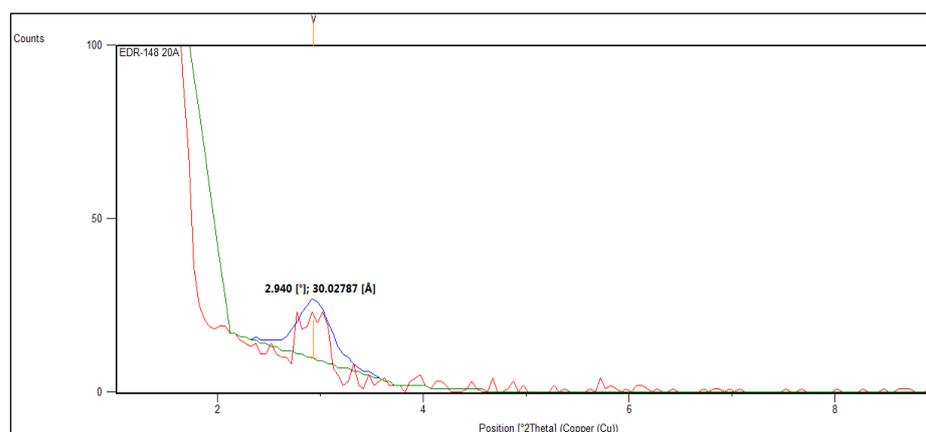


FIGURA 4.47 DIFRACTOGRAMA EDR-148/ 20A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.48), se puede apreciar la diferencia entre la distancia espectral que presentan las diferentes mezclas entre una amina reactiva como la EDR-148 en conjunto con las organoarcillas C93A, C30B y C20A; En la sección 4.2 “Análisis de la dispersión óptima entre la aminas alifáticas y las organoarcillas C93A, C30B y C20A (Ensayo 5)” se realizó un análisis más detallado acerca de los resultados presentados por los difractogramas.

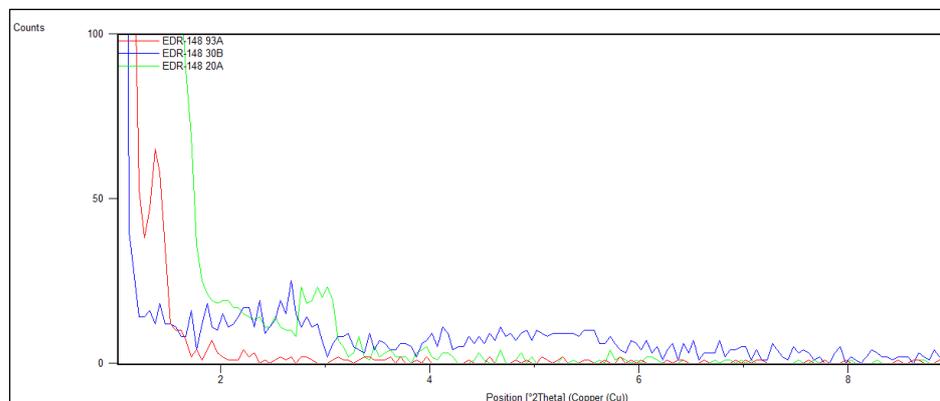


FIGURA 4.48 COMPARACIÓN ENTRE EDR-148 /93A CON EDR-148/30B CON EDR-148/20A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

**TABLA 31
RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 5 (EDR-148 /
ORGANOARCILLAS)**

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
EDR-148 93A	1.4080	61.7500	62.6757
EDR-148 30B	2.5050; 5.0762	5.7500; 3.3608	35.2372; 17.3946
EDR-148 20A	2.9400	11.3000	30.0278

En la Figura (4.49), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente otro tipo de amina reactiva como la EDR-176 en conjunto con la organoarcilla C93A.

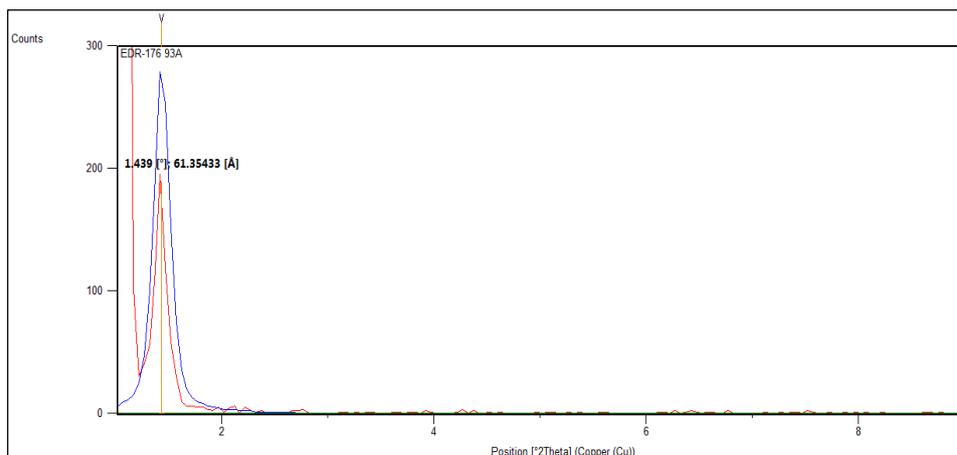


FIGURA 4.49 DIFRACTOGRAMA EDR-176/ 93A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.50), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente otro tipo de amina reactiva como la EDR-176 en conjunto con la organoarcilla C30B.

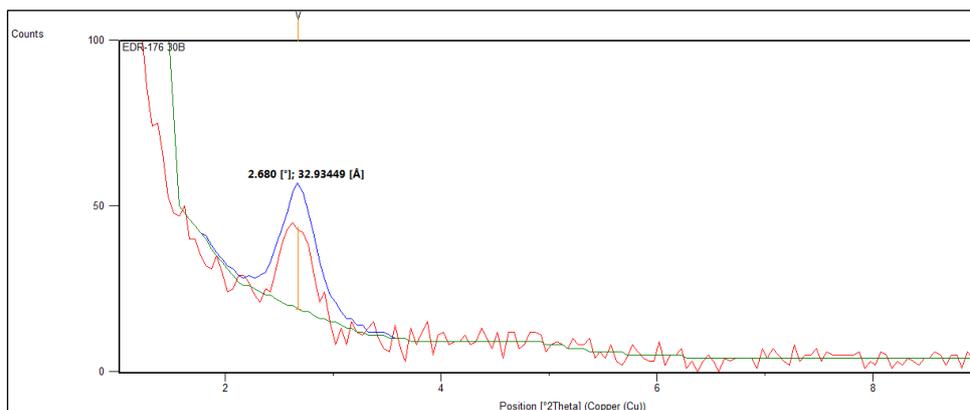


FIGURA 4.50 DIFRACTOGRAMA EDR-176/ 30B ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.51), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente otro tipo de amina reactiva como la EDR-176 en conjunto con la organoarcilla C20A.

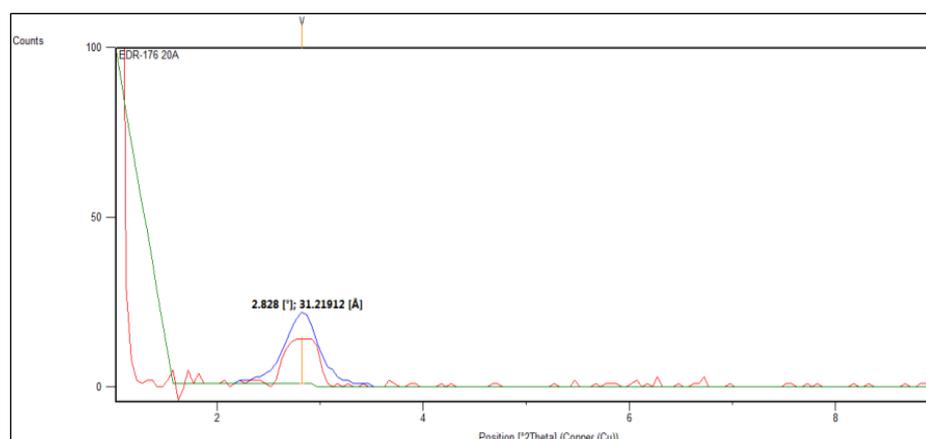


FIGURA 4.51 DIFRACTOGRAMA EDR-176/ 20A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.52), se pudo apreciar la diferencia en la distancia espectral que presentan las diferentes mezclas entre la otra tipo de amina reactiva como la EDR-176 en conjunto con las organoarcillas C93A, C30B y C20A; en la sección 4.2 “Análisis de la dispersión óptima entre la aminas alifáticas y las organoarcillas C93A, C30B y C20A (Ensayo 5)” se realizó un análisis más detallado acerca de los resultados presentados por los difractogramas.

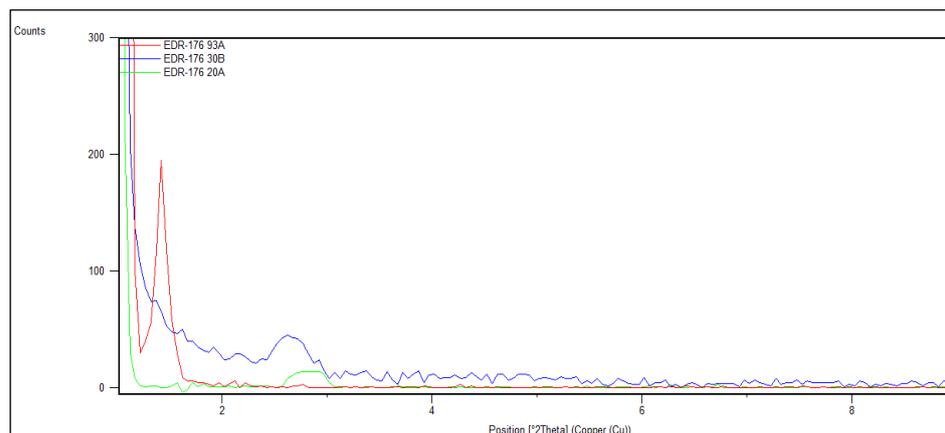


FIGURA 4.52 COMPARACIÓN ENTRE EDR-176 /93A CON EDR-176/30B CON EDR-176/20A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

**TABLA 32
RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 5 (EDR-176 /
ORGANOARCILLAS)**

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
EDR-176 93A	1.4390	188.6700	61.3543
EDR-176 30B	2.7030	25.0500	32.6639
EDR-176 20A	2.8280	13.8300	31.2191

En la Figura (4.53), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente una penta amina como la TEPA en conjunto con la organoarcilla C93A.

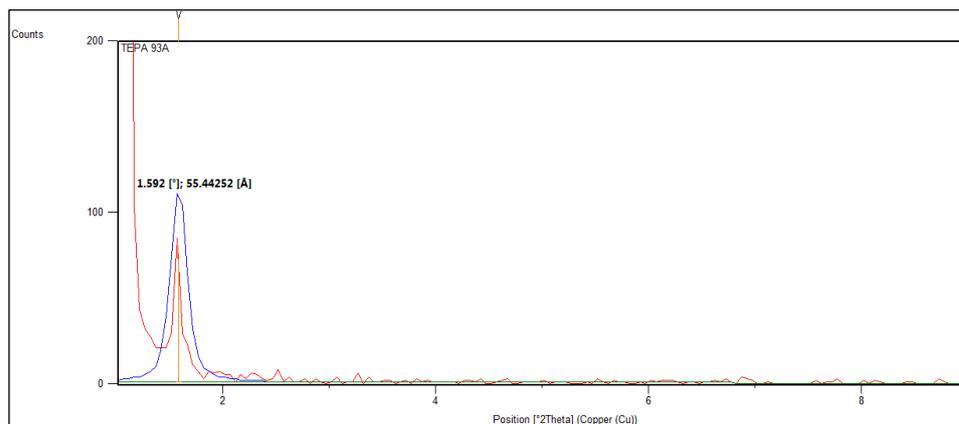


FIGURA 4.53 DIFRACTOGRAMA TEPA/ 93A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.54), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente una penta amina como la TEPA en conjunto con otro tipo de organoarcilla C30B.

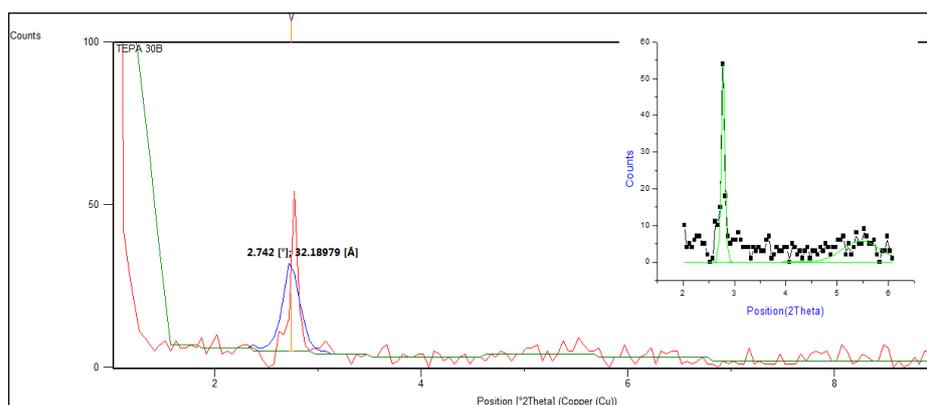


FIGURA 4.54 DIFRACTOGRAMA TEPA/ 30B ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.55), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente una penta amina como la TEPA en conjunto con otro tipo de organoarcilla como la C20A.

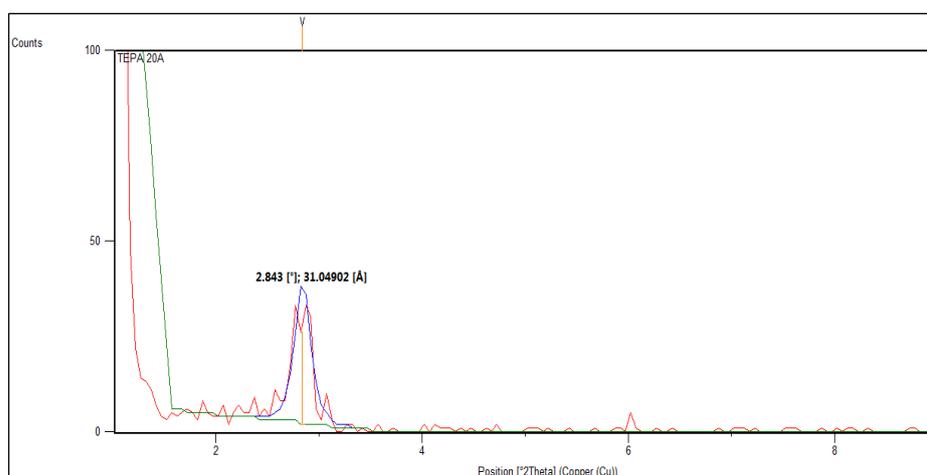
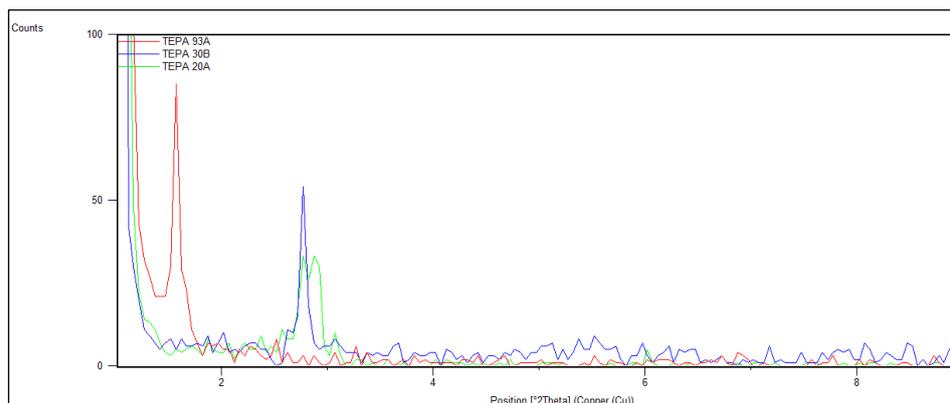


FIGURA 4.55 DIFRACTOGRAMA TEPA/ 20A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.56), se puede apreciar la diferencia en la distancia espectral que presentan las diferentes mezclas entre una penta amina como la TEPA en conjunto con las organoarcillas C93A, C30B, C20A; En la sección 4.2 “Análisis de la dispersión óptima entre la aminas alifáticas y las organoarcillas C93A, C30B y C20A (Ensayo 5)” se realizó un análisis más detallado acerca de los resultados presentados por los difractogramas.



**FIGURA 4.56 COMPARACIÓN ENTRE TEPA /93A CON TEPA/30B
CON TEPA/20A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL**

TABLA 33

**RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 5 (TEPA /
ORGANOARCILLAS)**

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
TEPA 93A	1.5920	75.45	55.4425
TEPA 30B	2.7767; 5.4730	17.89; 5.7869	53.9360;16.1343
TEPA 20A	2.8430	24.41	31.0490

En la Figura (4.57), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente otro tipo de penta amina como la TETA en conjunto con la Organoarcilla C93A.

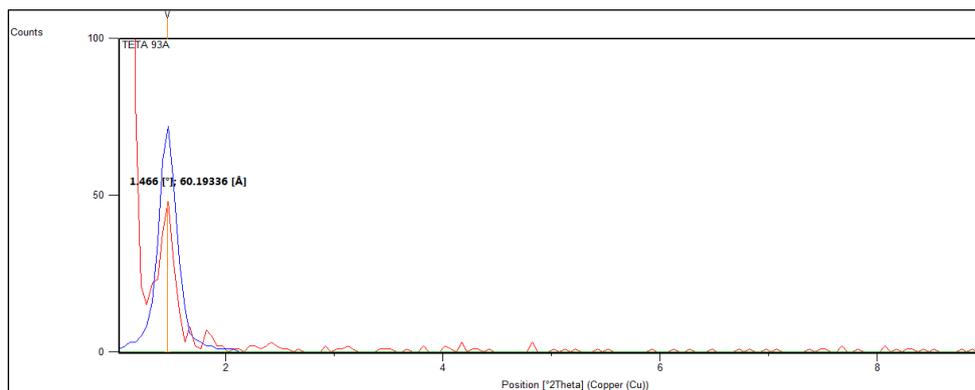


FIGURA 4.57 DIFRACTOGRAMA TETA/ 93A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.58), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente otro tipo de penta amina como la TETA en conjunto con otro tipo de Organoarcilla como la C30B.

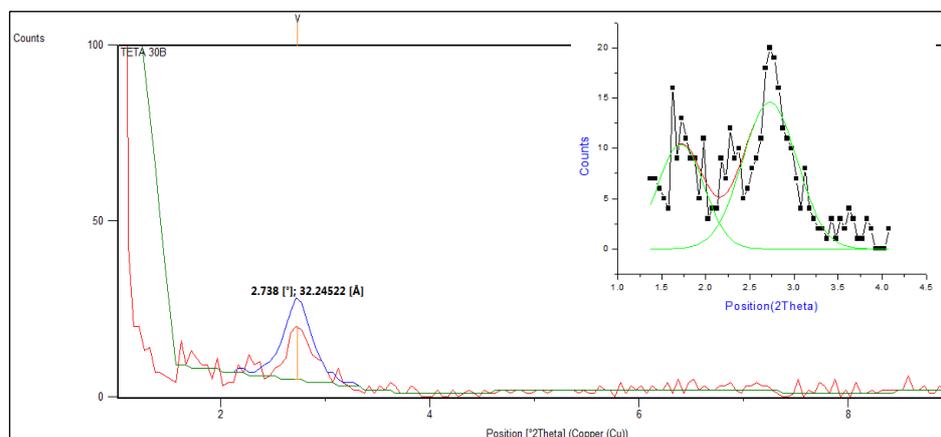
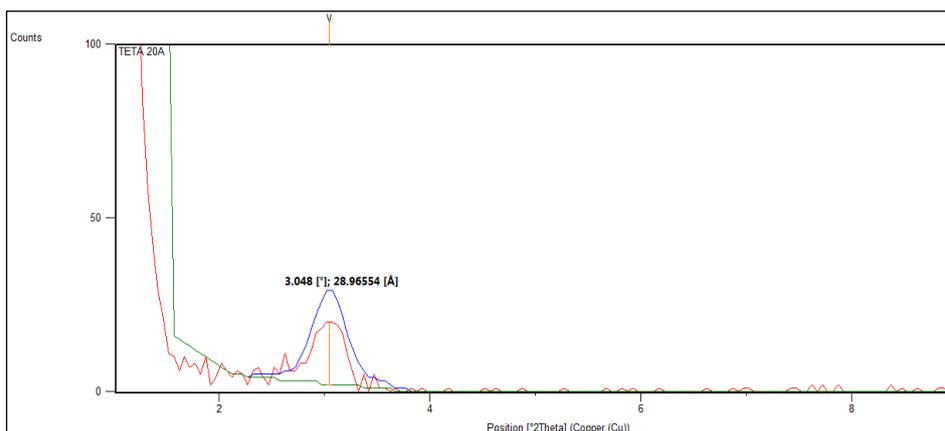


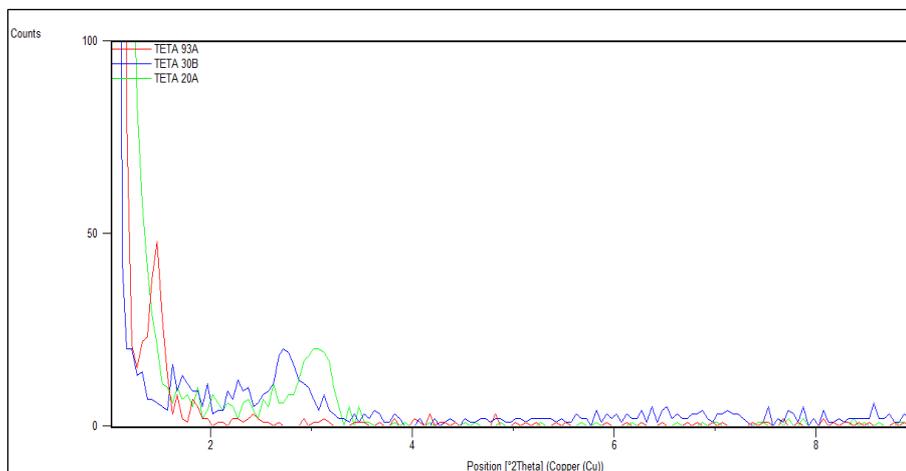
FIGURA 4.58 DIFRACTOGRAMA TETA/ 30B ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En la Figura (4.59), se buscó caracterizar cómo reacciona espectralmente otro tipo de penta amina como la TETA en conjunto con otro tipo de Organoarcilla como la C20A.



**FIGURA 4.59 DIFRACTOGRAMA TETA/ 20A ENSAYO
OPTIMIZADO FINAL**

En La Figura (4.60), se puede apreciar la distancia espectral característica que presentan las diferentes mezclas entre otro tipo de penta amina como la TETA en conjunto con las organoarcillas C93A, C30B y C20A; en la sección 4.2 “Análisis de la dispersión óptima entre la aminas alifáticas y las organoarcillas C93A, C30B y C20A (Ensayo 5)” se realizó un análisis más exhaustivo acerca de los difractogramas presentados.



**FIGURA 4.60 COMPARACIÓN ENTRE TETA /93A CON TETA/30B
CON TETA/20A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL**

TABLA 34

**RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 5 (TETA /
ORGANOARCILLAS)**

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
TETA 93A	1.4660	48.1600	60.1936
TETA 30B	2.7380; 1.7156	15.2500; 10.4520	32.2452; 51.4532
TETA 20A	3.0480	18.0100	28.9655

**Dispersión óptima entre las aminas alifáticas, la organoarcilla
C.93A y el inhibidor de corrosión (Ensayo 6 Optimizado Final)**

La Figura (4.61), presenta la mezcla entre la amina primaria D-230 con la organoarcilla C.93A que mejor resultado se obtuvo entre este tipo de mezcla amina primaria/organoarcilla.

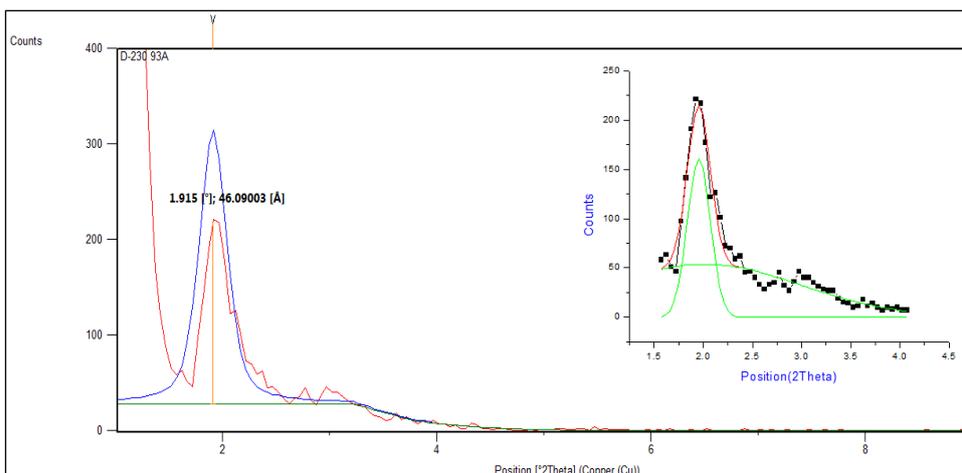


FIGURA 4.61 DIFRACTOGRAMA D-230/ 93A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En el siguiente difractograma Figura (4.62), se buscó mejorar la intercalación que presentó la mezcla entre la amina primaria D-230 con la organoarcilla C.93A añadiéndole un agente compatibilizante como el CA.

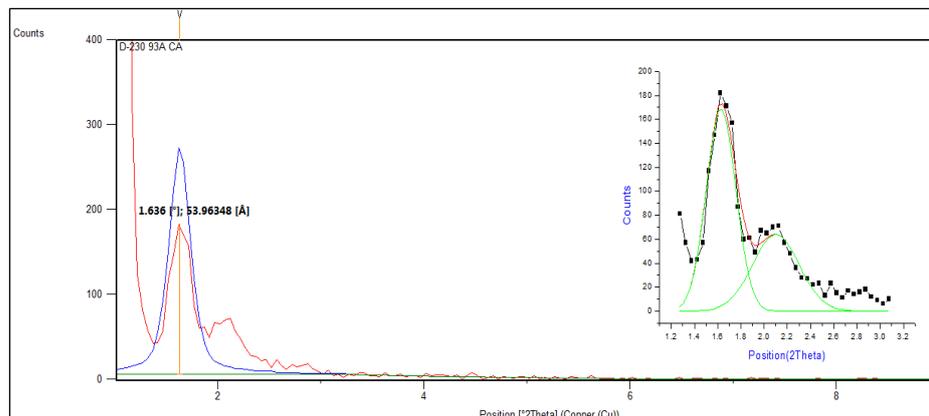


FIGURA 4.62 DIFRACTOGRAMA D-230/ 93A/CA ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

Se realizó una comparación Figura (4.63), para observar el efecto de añadirle el agente compatibilizante a la mezcla D-230/93A; en la sección 4.2 “Análisis de la dispersión óptima entre las aminas alifáticas, la organoarcilla C.93A y el inhibidor de corrosión (Ensayo 6)” se realizó un análisis con más detalle de los resultados presentados en los difractogramas.

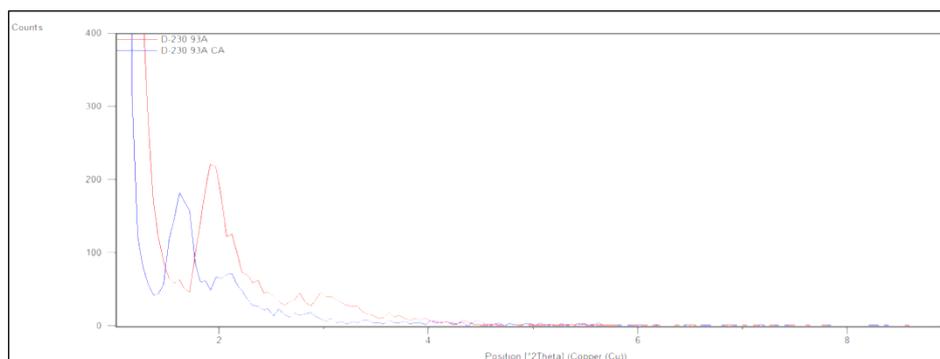


FIGURA 4.63 COMPARACIÓN ENTRE D-230 /93A CON D-230/93A/CA ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

TABLA 35

RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 6 (D-230 / 93A / CA)

Peak List			
Sample	Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	d-spacing [\AA]
D-230 93A	1.9552;2.0086	189.7900; 53.7540	46.0900; 43.9482
D-230 93A CA	1.6358;2.1018	177.7700; 63.9170	53.9634; 41.9996

La Figura (4.64), presentó la mezcla entre la amina secundaria como la T-403 con la organoarcilla C.93A que mejor resultado se obtuvo entre este tipo de mezcla amina secundaria/organoarcilla.

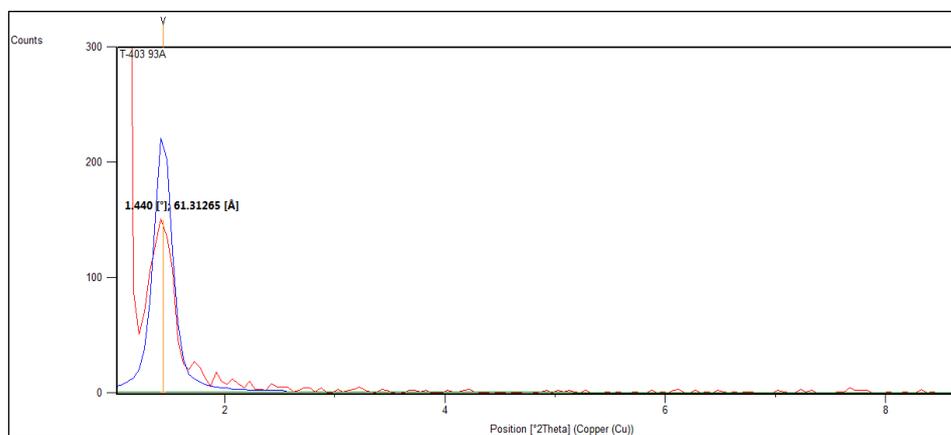
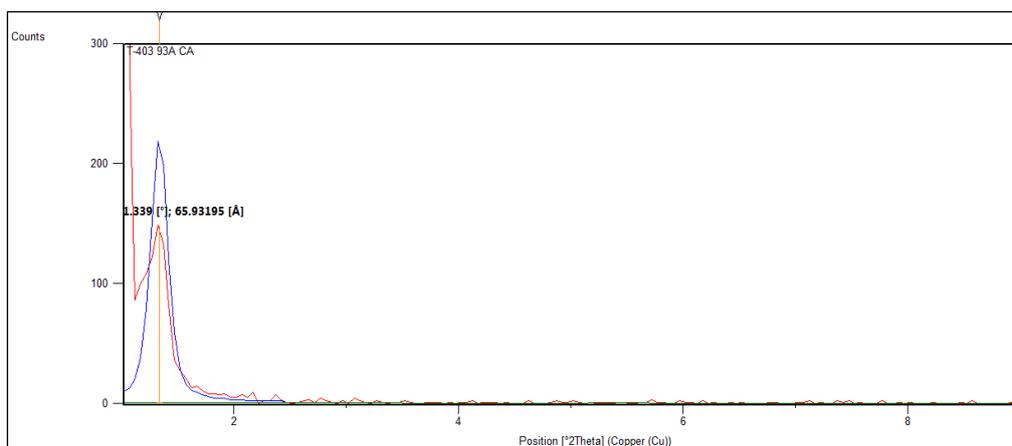


FIGURA 4.64 DIFRACTOGRAMA T-403 / 93A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En el siguiente difractograma Figura (4.65), se buscó mejorar la intercalación que presentó la mezcla entre la amina secundaria T-403 con la organoarcilla C.93A añadiéndole un agente compatibilizante como el C.A.



**FIGURA 4.65 DIFRACTOGRAMA T-403 / 93A/CA ENSAYO
OPTIMIZADO FINAL**

Se realizó una comparación Figura (4.66), para observar el efecto de añadirle el agente compatibilizante a la mezcla T-403/93A; en la sección 4.2 “Análisis de la dispersión óptima entre las aminas alifáticas, la organoarcilla C.93A y el inhibidor de corrosión (Ensayo 6)” se realizó un análisis más profundo de los resultados presentados en los difractogramas.

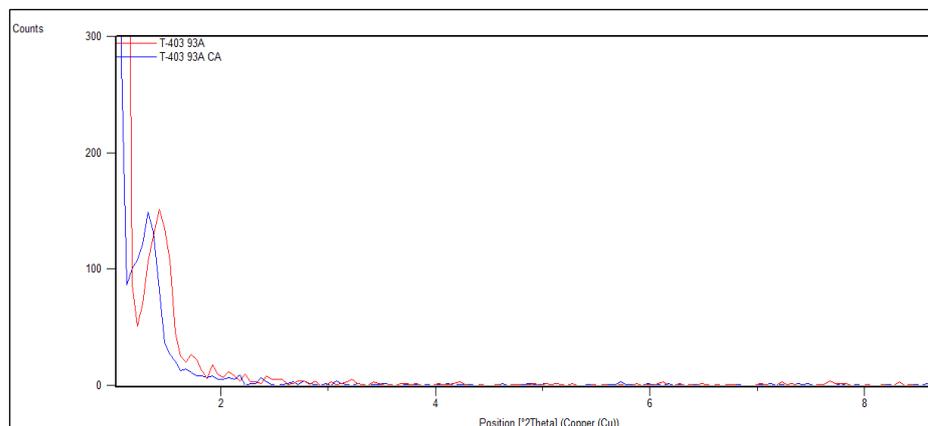


FIGURA 4.66 COMPARACIÓN ENTRE T-403 /93A CON T-403/93A/CA ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

TABLA 36

RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 6 (T-403 / 93A /CA)

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
T-403 93A	1.4400	148.9200	61.3126
T-403 93A CA	1.3390	147.3800	65.9319

En la Figura (4.67), se presentó la mezcla entre la amina reactiva como la EDR-148 con la organoarcilla C.93A que mejor resultado se obtuvo entre este tipo de mezcla amina reactiva/organoarcilla.

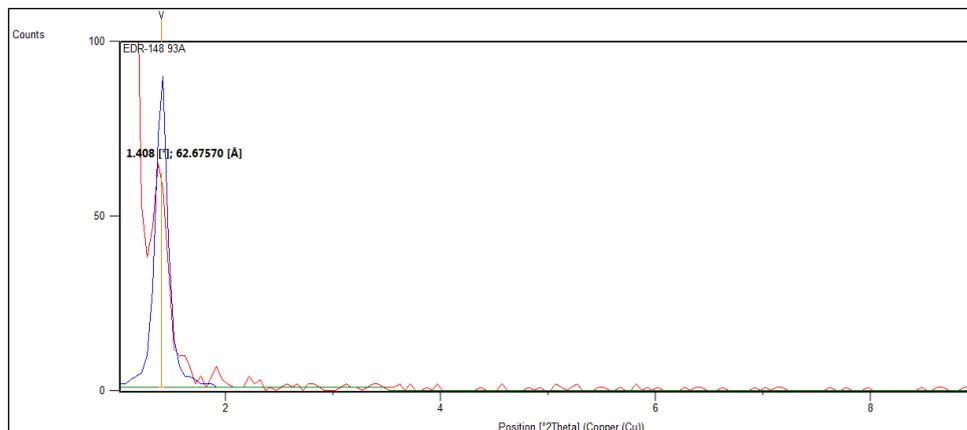


FIGURA 4.67 DIFRACTOGRAMA EDR-148 / 93A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En el siguiente difractograma Figura (4.68), se buscó mejorar la intercalación que presentó la mezcla entre la amina reactiva EDR-148 con la organoarcilla C.93A añadiéndole un agente compatibilizante como el CA.

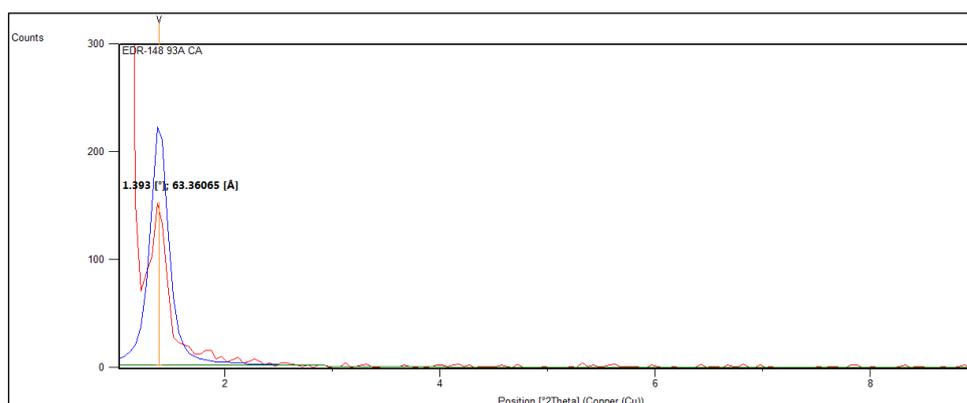


FIGURA 4.68 DIFRACTOGRAMA EDR-148 / 93A/CA ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

Se realizó una comparación Figura (4.69), para observar el efecto de añadirle el agente compatibilizante a la mezcla EDR-148/93A; en la sección 4.2 “Análisis de la dispersión óptima entre las aminas alifáticas, la organoarcilla C.93A y el inhibidor de corrosión (Ensayo 6)” se realizó un análisis más exhaustivo de los resultados presentados en los difractogramas.

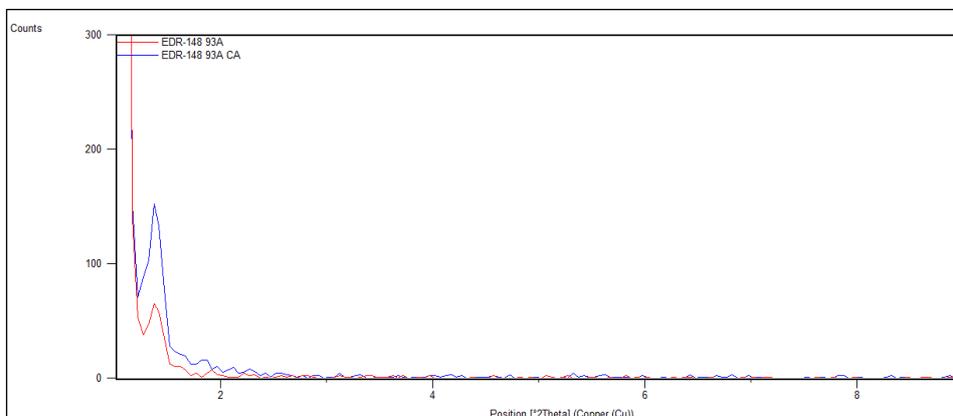


FIGURA 4.69 COMPARACIÓN ENTRE EDR-148 /93A CON EDR-148/93A/CA ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

TABLA 37

RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 6 (EDR-148 / 93A / CA)

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
EDR-148 93A	1.4080	61.7500	62.6757
EDR-148 93A CA	1.3930	151.6000	63.3606

En la Figura (4.70), presentó la mezcla entre otro tipo de amina reactiva como la EDR-176 con la organoarcilla C.93A que mejor resultado se obtuvo entre este tipo de mezcla amina reactiva/organoarcilla.

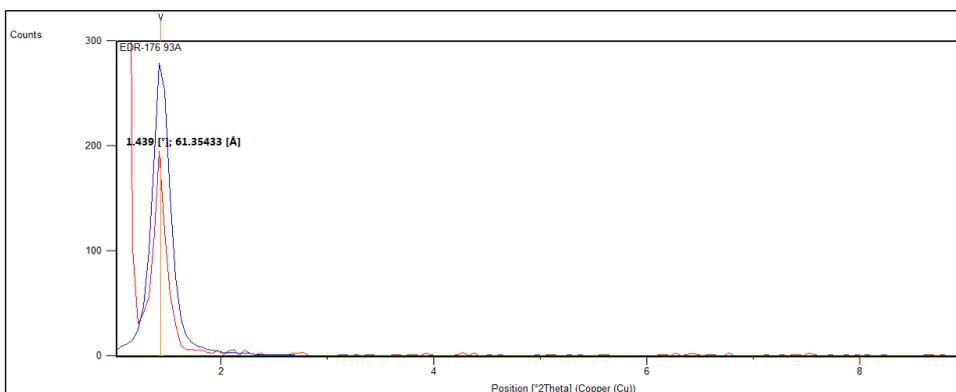


FIGURA 4.70 DIFRACTOGRAMA EDR-176 / 93A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En el siguiente difractograma Figura (4.71), se buscó mejorar la intercalación que presentó la mezcla entre otro tipo de amina reactiva EDR-176 con la organoarcilla C.93A añadiéndole un agente compatibilizante como el CA.

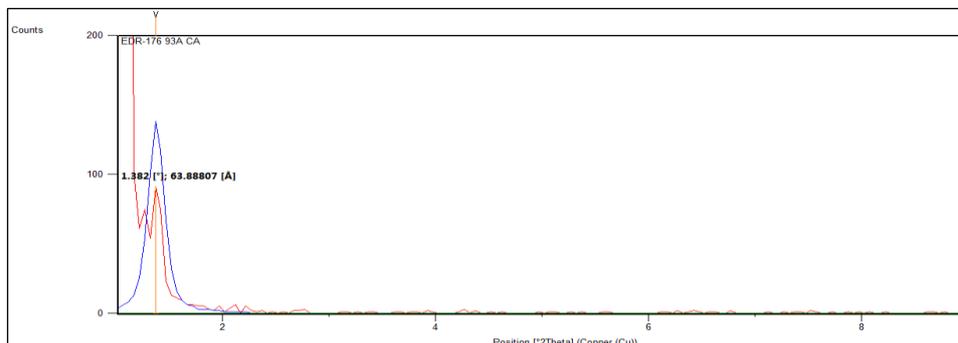


FIGURA 4.71 DIFRACTOGRAMA EDR-176 / 93A/CA ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

Se realizó una comparación Figura (4.72), para observar el efecto de añadirle el agente compatibilizante a la mezcla EDR-176/93A; en la sección 4.2 “Análisis de la dispersión óptima entre las aminas alifáticas, la organoarcilla C.93A y el inhibidor de corrosión (Ensayo 6)” se realizó un análisis más profundo de los resultados presentados en los difractogramas.

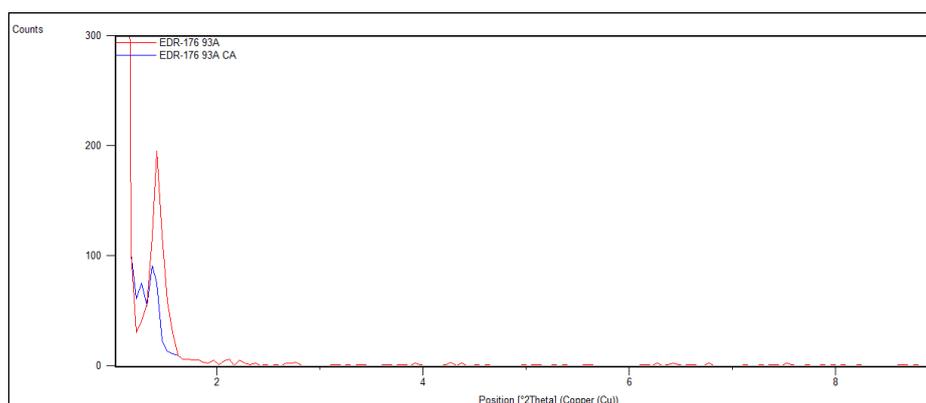


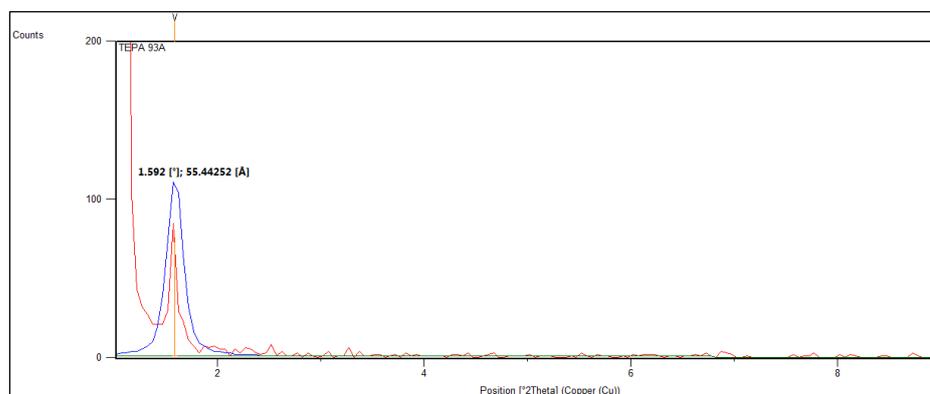
FIGURA 4.72 COMPARACIÓN ENTRE EDR-176 /93A CON EDR-176/93A/CA ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

TABLA 38

RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 6 (EDR-176 / 93A / CA)

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
EDR-176 93A	1.4390	188.6700	61.3543
EDR-176 93A CA	1.3820	91.6700	63.8880

En la Figura (4.73), presentó la mezcla de una penta amina como la TEPA con la organoarcilla C.93A que mejor resultado se obtuvo entre este tipo de mezcla penta amina/organoarcilla.



**FIGURA 4.73 DIFRACTOGRAMA TEPA / 93A ENSAYO
OPTIMIZADO FINAL**

En el siguiente difractograma Figura (4.74), se buscó mejorar la intercalación que presentó la mezcla entre una penta amina TEPA

con la organoarcilla C.93A añadiéndole un agente compatibilizante como el C.A.

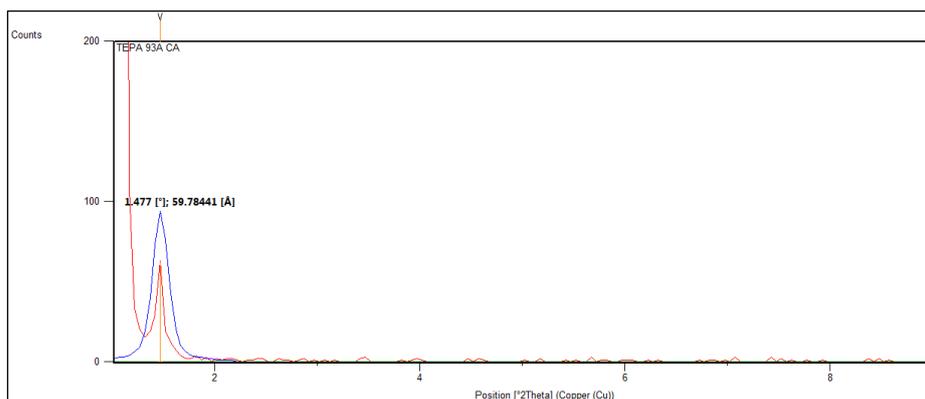
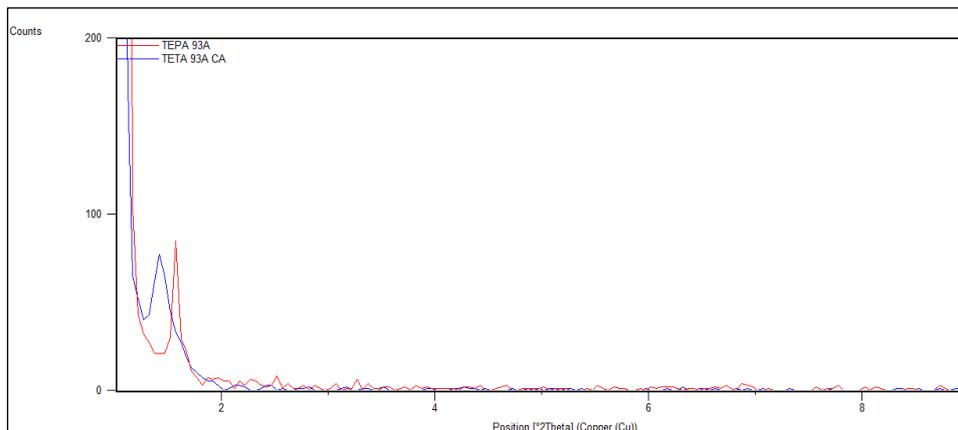


FIGURA 4.74 DIFRACTOGRAMA TEPA / 93A/CA ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

Se realizó una comparación Figura (4.75), para observar el efecto de añadirle el agente compatibilizante a la mezcla TEPA/93A; en la sección 4.2 “Análisis de la dispersión óptima entre las aminas alifáticas, la organoarcilla C.93A y el inhibidor de corrosión (Ensayo 6)” se realizó un análisis más detallado de los resultados presentados en los difractogramas.



**FIGURA 4.75 COMPARACIÓN ENTRE TEPA /93A CON
TEPA/93A/CA ENSAYO OPTIMIZADO FINAL**

TABLA 39

RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 6 (TEPA /93A / CA)

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
TEPA 93A	1.5920	75.4500	55.4425
TEPA 93A CA	1.4770	62.4800	59.7844

En la Figura (4.76), presenté la mezcla entre otro tipo de penta amina como la TETA con la organoarcilla C.93A que mejor resultado se obtuvo entre este tipo de mezcla penta amina/organoarcilla.

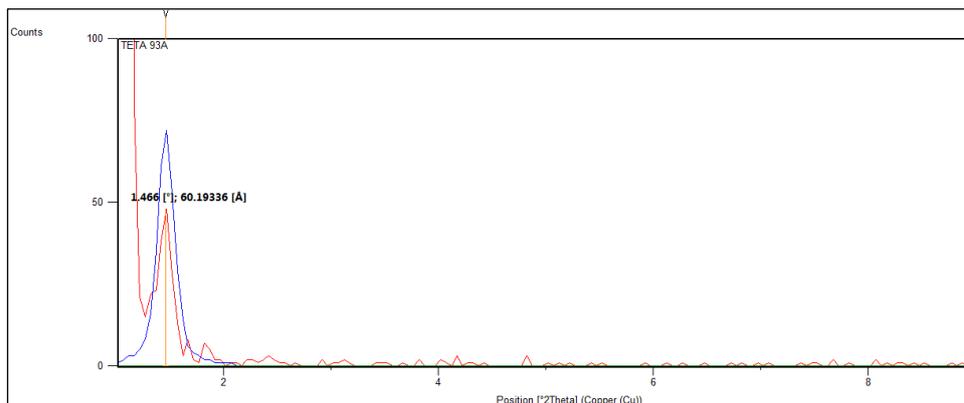


FIGURA 4.76 DIFRACTOGRAMA TETA / 93A ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

En el siguiente difractograma Figura (4.77), se buscó mejorar la intercalación que presentó la mezcla entre otro tipo de penta amina como la TETA con la organoarcilla C.93A añadiéndole un agente compatibilizante como el CA.

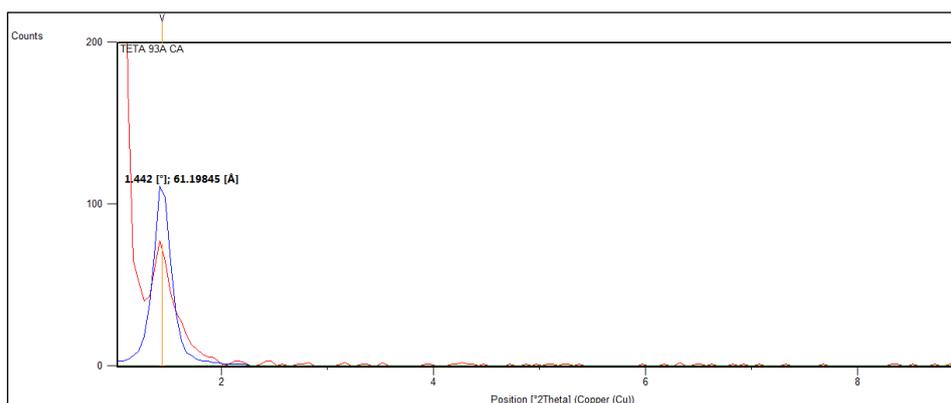
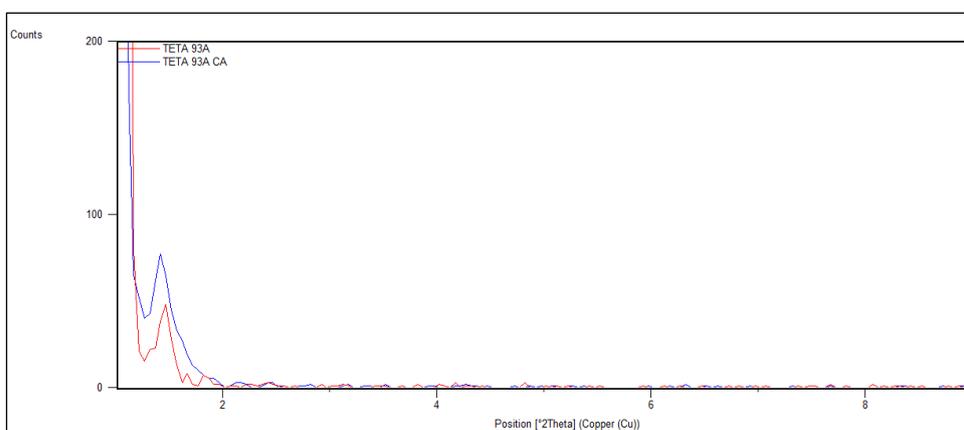


FIGURA 4.77 DIFRACTOGRAMA TETA / 93A/CA ENSAYO OPTIMIZADO FINAL

Se realizó una comparación Figura (4.78), para observar el efecto de añadirle el agente compatibilizante a la mezcla TETA/93A; en la sección 4.2 “Análisis de la dispersión óptima entre las aminas alifáticas, la organoarcilla C.93A y el inhibidor de corrosión (Ensayo 6)” se realizó un análisis más exhaustivo de los resultados presentados en los difractogramas.



**FIGURA 4.78 COMPARACIÓN ENTRE TETA /93A CON
TETA/93A/CA ENSAYO OPTIMIZADO FINAL**

TABLA 40

RESULTADOS OBTENIDOS DEL ENSAYO 6 (TETA / 93A / CA)

Peak List			
Sample	Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]
TETA 93A	1.4660	48.1600	60.1933
TETA 93A CA	1.4420	75.6700	61.1984

Asentamiento y Compatibilidad de la organoarcilla C93A con las resinas epóxicas (Ensayo 1 FTIR)

Las tablas presentadas se las obtuvo mediante el monitoreo de asentamiento visual de la mezcla resinas epóxicas/ organoarcilla C93A en tubos de ensayo plásticos de 15ml sometidos a un equipo centrifugador. En la sección 4.2 “Análisis del asentamiento y compatibilidad de la organoarcilla C93A con las resinas epóxicas (Ensayo 1 FTIR)” se realizó una análisis más detallado.

TABLA 41
MONITOREO TIEMPO DE ASENTAMIENTO GE-60/93A

Equipo centrifugador		
a 3000rpm durante 15min		
GE-60 /93A		
t(min)	ASENT(ml)	
0	0.0	10.0
45	0.5	9.5
130	1.0	9.0
430	1.5	8.5
730	2.0	8.0
900	2.5	7.5
1500	3.0	7.0

TABLA 42

MONITOREO TIEMPO DE ASENTAMIENTO GE-40/93A

Equipo centrifugador		
a 3000rpm durante 5min		
GE-40 /93A		
t(min)	ASENT(ml)	
0	0.0	10.0
15	0.5	9.5
70	1.0	9.0
119	1.5	8.5
360	2.0	8.0
510	2.5	7.5
740	3.0	7.0

TABLA 43

MONITOREO TIEMPO DE ASENTAMIENTO GE-38/93A

Equipo centrifugador		
a 3000rpm durante 2min		
GE-38 /93A		
t(min)	ASENT(ml)	
0	0.0	10.0
5	0.5	9.5
30	1.0	9.0
60	1.5	8.5
122	2.0	8.0
390	2.5	7.5
450	3.0	7.0

Asentamiento y Compatibilidad de la organoarcilla C93A con las aminas alifáticas (Ensayo 2 FTIR)

**TABLA 44
MONITOREO TIEMPO DE ASENTAMIENTO D-230 / 93A**

D-230 /93A				
t(min)	ASENT(ml)		Área (FTIR-ATR)	
			3025-3706	Normalizado
0	0.0	10.0	70.97	1.00
1			75.57	1.06
3			81.11	1.14
5			88.51	1.25
10	0.5	9.5	98.61	1.39
15	1.0	9.0	106.22	1.50
20	1.5	8.5	112.7	1.59
30	2.0	8.0	126.83	1.79
45	2.5	7.5	137.74	1.94
60	3.0	7.0	148.26	2.09

Con los tiempos de asentamiento obtenidos en el monitoreo tangible visual, se procedió a realizar el monitoreo INSITU en el ensayo ATR presentado para la mezcla D-230 /93A Figura (4.79). Se analizó con más detalle en la sección 4.2 “Análisis de asentamiento y compatibilidad de la organoarcilla 93A con las aminas alifáticas (Ensayo 2 FTIR)”.

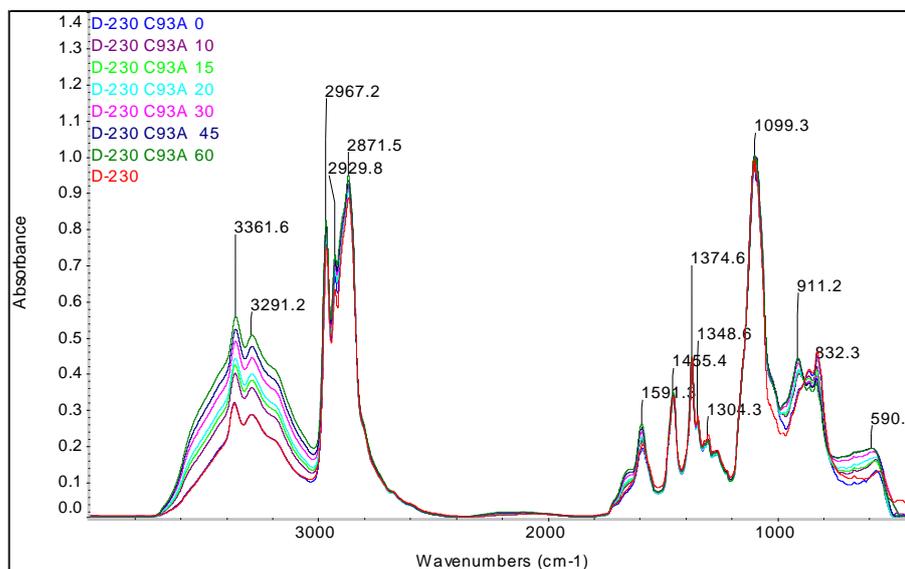


FIGURA 4.79 INSITU D-230/93A RANGO ESPECÍFICO ATR

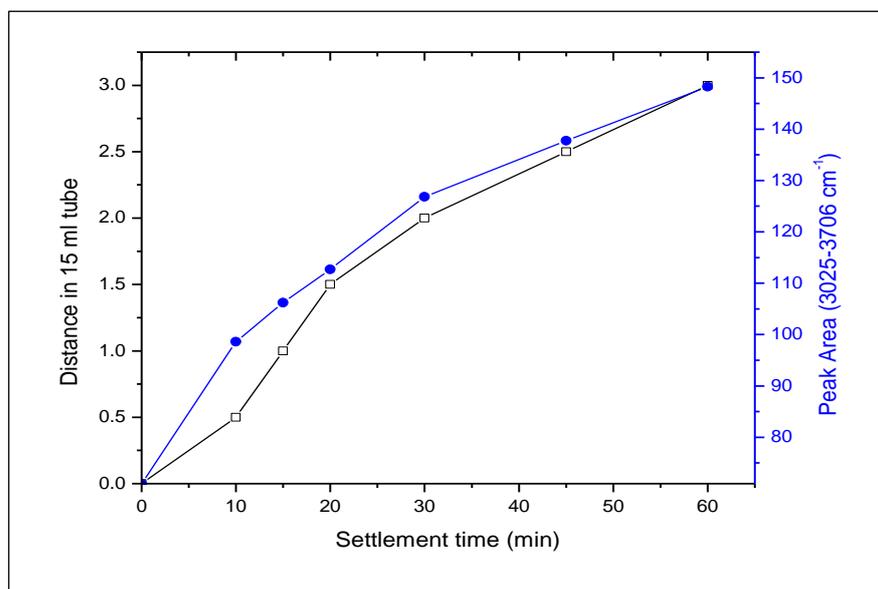


FIGURA 4.80 COMPARACIÓN ASENT VS ATR D-230/93A

TABLA 45
MONITOREO TIEMPO DE ASENTAMIENTO T- 403 / 93A

T-403 /93A				
t(min)	ASENT(ml)		Área (FTIR-ATR)	
			3025-3706	Normalizado
0	0.0	10.0	59.01	1.00
1			59.5	1.01
3			61.39	1.04
5			63.01	1.07
10			68.01	1.15
20			73.12	1.24
30	0.5	9.5	73.51	1.25
160	1.0	9.0	107.29	1.82
180	1.5	8.5	110.95	1.88
240	2.0	8.0	112.53	1.91
300	2.5	7.5	115.96	1.97
355	3.0	7.0	126.2	2.14

Con los tiempos de asentamiento obtenidos en el monitoreo tangible visual, se procedió a realizar el monitoreo INSITU en el ensayo ATR presentado para la mezcla T-403 /93A Figura (4.81). Se analizó con más detalle en la sección 4.2 “Análisis de asentamiento y compatibilidad de la organoarcilla 93A con las aminas alifáticas (Ensayo 2 FTIR)”.

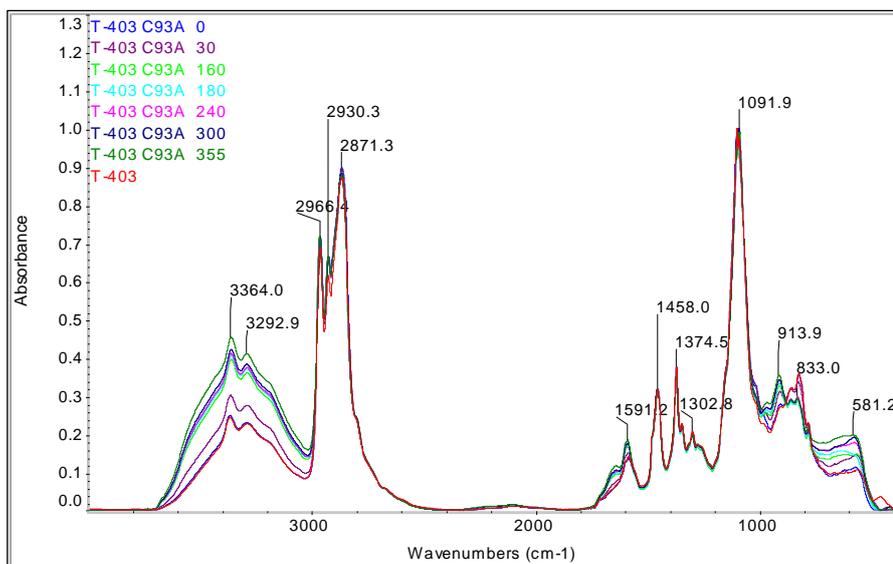


FIGURA 4.81 INSITU T-403/93A RANGO ESPECÍFICO ATR

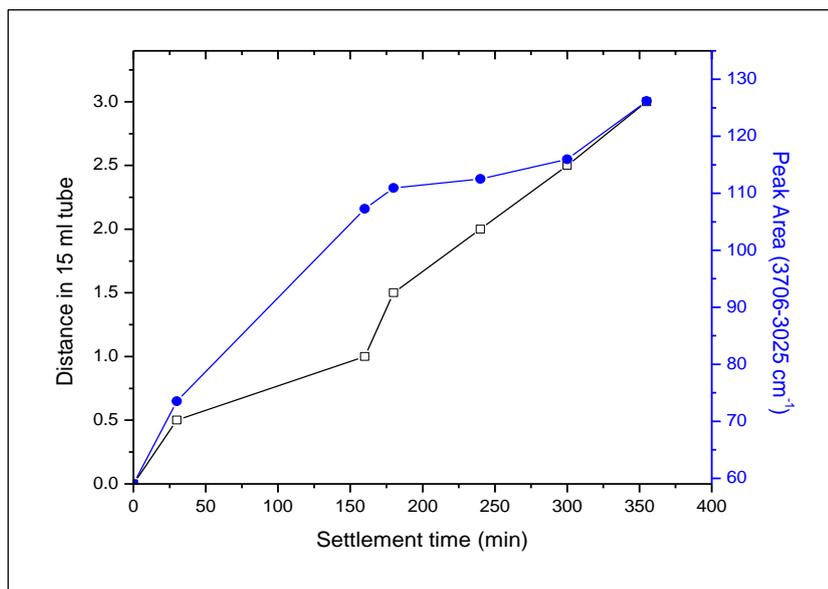


FIGURA 4.82 COMPARACIÓN ASENT VS ATR T-403/93A

TABLA 46
MONITOREO TIEMPO DE ASENTAMIENTO EDR-148 / 93A

EDR-148 /93A				
t(min)	ASENT(ml)		Área (FTIR-ATR)	
			3000-3706	Normalizado
0	0.0	10.0	86.7	1.00
1	-	-	102.05	1.18
3	-	-	107.45	1.24
5	-	-	114.27	1.32
10	0.5	9.5	129.78	1.50
20	1.0	9.0	150.47	1.74
35	1.5	8.5	158.86	1.83
60	2.0	8.0	182.08	2.10
120	2.5	7.5	215.72	2.49
140	3.0	7.0	222.67	2.57

Con los tiempos de asentamiento obtenidos en el monitoreo tangible visual, se procedió a realizar el monitoreo INSITU en el ensayo ATR presentado para la mezcla EDR-148 /93A Figura (4.83). Se analizó con más detalle en la sección 4.2 “Análisis de asentamiento y compatibilidad de la organoarcilla 93A con las aminas alifáticas (Ensayo 2 FTIR)”.

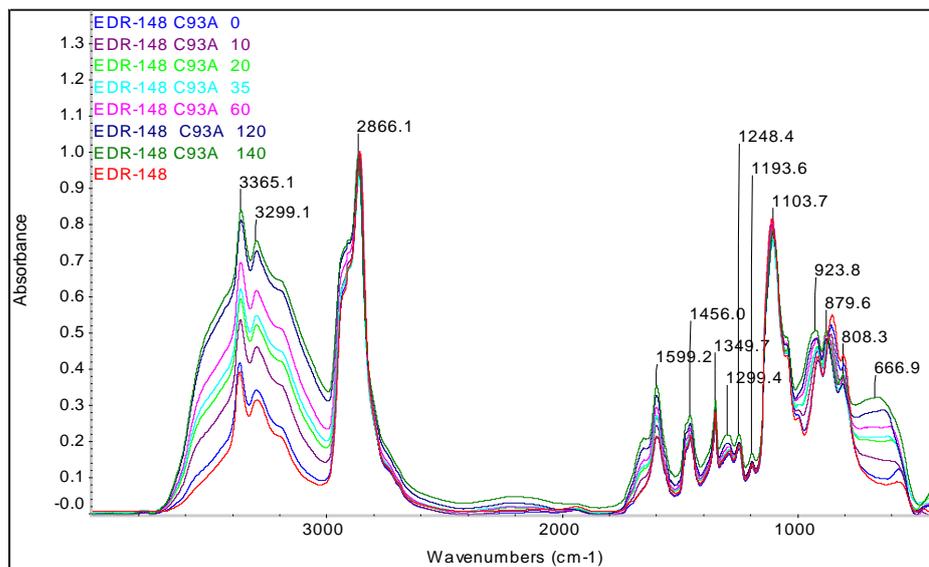


FIGURA 4.83 INSITU EDR-148/93A RANGO ESPECÍFICO ATR

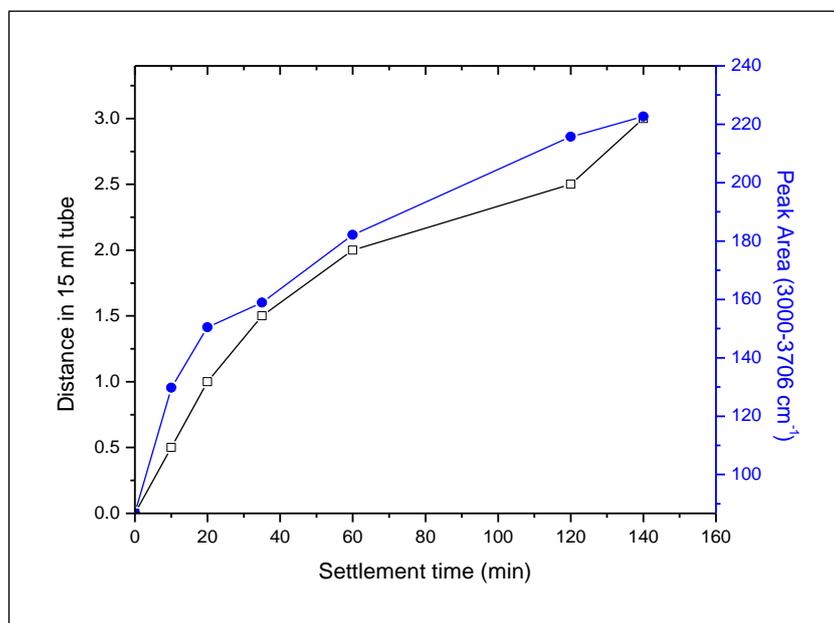


FIGURA 4.84 COMPARACIÓN ASENT VS ATR EDR-148/93A

TABLA 47
MONITOREO TIEMPO DE ASENTAMIENTO EDR-176 / 93A

EDR-176 /93A				
t(min)	ASENT(ml)		Área (FTIR-ATR)	
			3000-3706	Normalizado
0	0.0	10.0	66.1	1.00
1			65.52	0.99
3			66.15	1.00
5			68.19	1.03
10			79.67	1.21
20	0.5	9.5	86.82	1.31
40	1.0	9.0	117.24	1.77
60	1.5	8.5	133.86	2.03
94	2.0	8.0	155.72	2.36
110	2.5	7.5	162.23	2.45
127	3.0	7.0	166.33	2.52

Con los tiempos de asentamiento obtenidos en el monitoreo tangible visual, se procedió a realizar el monitoreo INSITU en el ensayo ATR presentado para la mezcla EDR-176 /93A Figura (4.85). Se analizó con más detalle en la sección 4.2 “Análisis de asentamiento y compatibilidad de la organoarcilla 93A con las aminas alifáticas (Ensayo 2 FTIR)”.

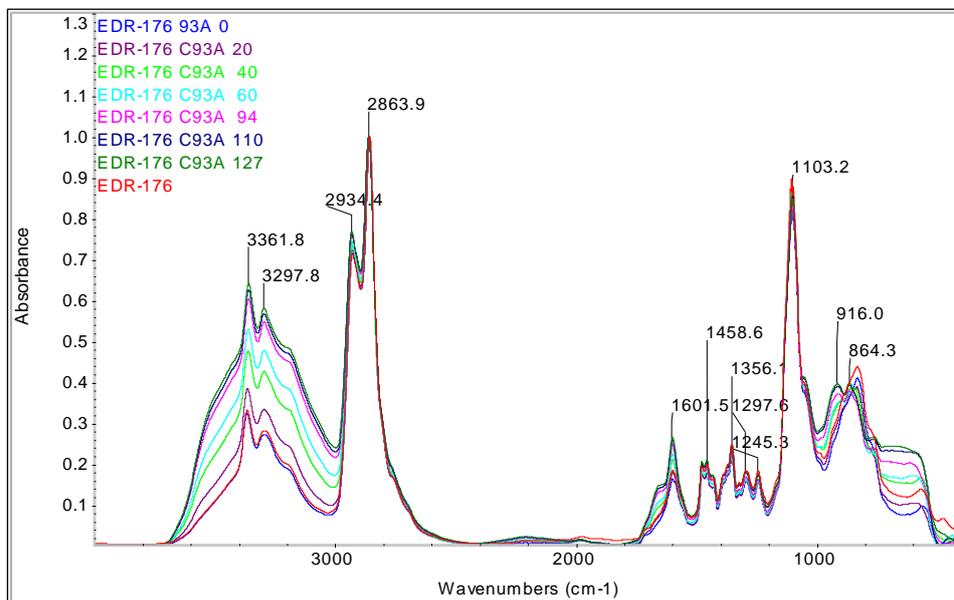


FIGURA 4.85 INSITU EDR-176/93A RANGO ESPECÍFICO ATR

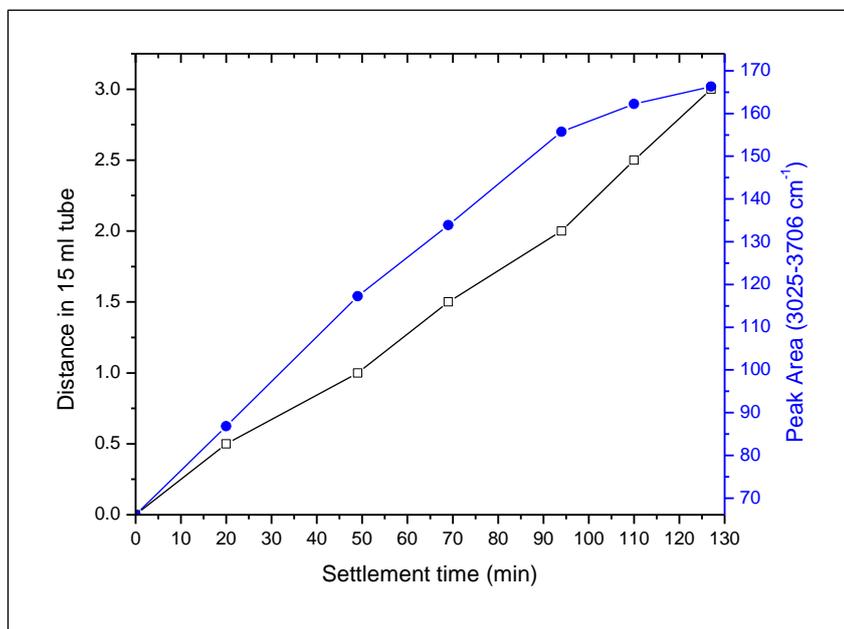


FIGURA 4.86 COMPARACIÓN ASENT VS ATR EDR-176

TABLA 48

MONITOREO TIEMPO DE ASENTAMIENTO TEPA / 93A

TEPA /93A				
t(min)	ASENT(ml)		Área (FTIR-ATR)	
			3004-3706	Normalizado
0	0.0	10.0	80.3	1.00
1	-	-	79.22	0.99
3	-	-	78.55	0.98
5	-	-	77.66	0.97
10			74.44	0.93
20			79.86	0.99
25	0.5	9.5	83.24	1.04
110	1.0	9.0	161.22	2.01
190	1.5	8.5	220.67	2.75
210	2.0	8.0	226.4	2.82
240	2.5	7.5	234.79	2.92
300	3.0	7.0	237.59	2.96

Con los tiempos de asentamiento obtenidos en el monitoreo tangible visual, se procedió a realizar el monitoreo INSITU en el ensayo ATR presentado para la mezcla TEPA /93A Figura (4.87). Se analizó con más detalle en la sección 4.2 “Análisis de asentamiento y compatibilidad de la organoarcilla 93A con las aminas alifáticas (Ensayo 2 FTIR)”.

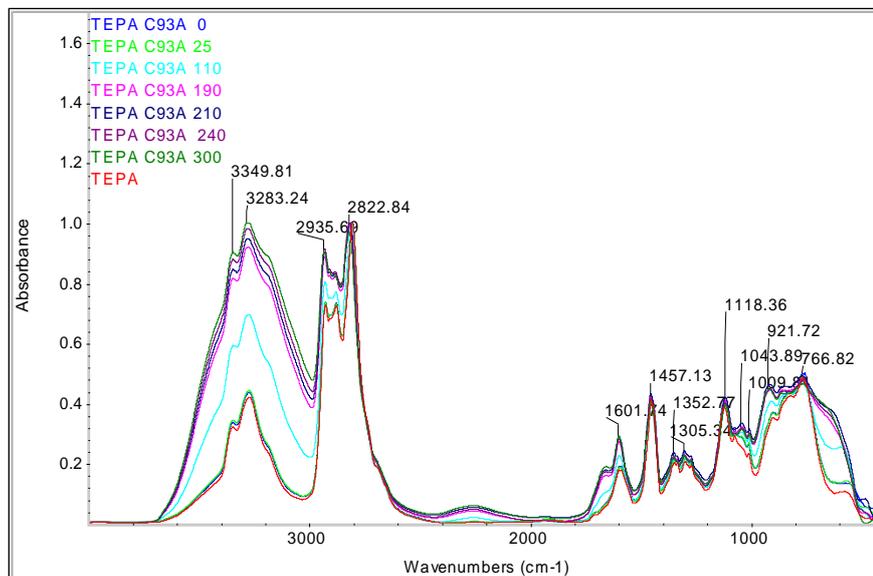


FIGURA 4.87 INSITU TEPA/93A RANGO ESPECÍFICO ATR

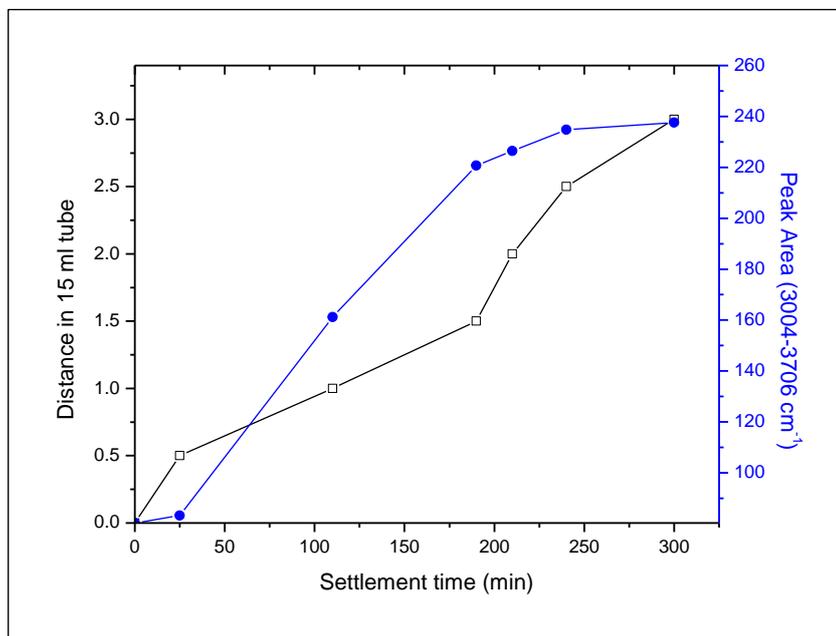


FIGURA 4.88 COMPARACIÓN ASENT VS ATR TEPA/93A

TABLA 49

MONITOREO TIEMPO DE ASENTAMIENTO TETA / 93A

TETA / 93A				
t(min)	ASENT(ml)		Area (FTIR-ATR)	
			3006-3706	Normalizado
0	0.0	10.0	90.25	1.00
1	-	-	89.29	0.99
3	-	-	88.9	0.99
5	-	-	89.048	0.99
10			90.81	1.01
20			101.14	1.12
50	0.5	9.5	149.74	1.66
75	1.0	9.0	182.23	2.02
90	1.5	8.5	191.4	2.12
140	2.0	8.0	225.08	2.49
160	2.5	7.5	233.58	2.59
184	3.0	7.0	234.62	2.60

Con los tiempos de asentamiento obtenidos en el monitoreo tangible visual, se procedió a realizar el monitoreo INSITU en el ensayo ATR presentado para la mezcla TETA /93A Figura (4.89). Se analizó con más detalle en la sección 4.2 “Análisis de asentamiento y compatibilidad de la organoarcilla 93A con las aminas alifáticas (Ensayo 2 FTIR)”.

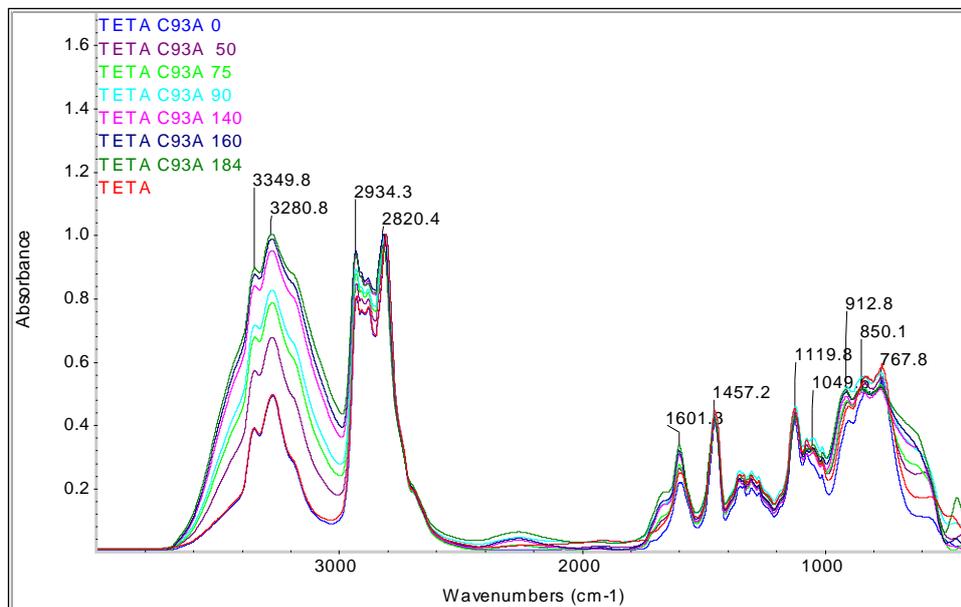


FIGURA 4.89 INSITU TETA / 93A RANGO ESPECÍFICO ATR

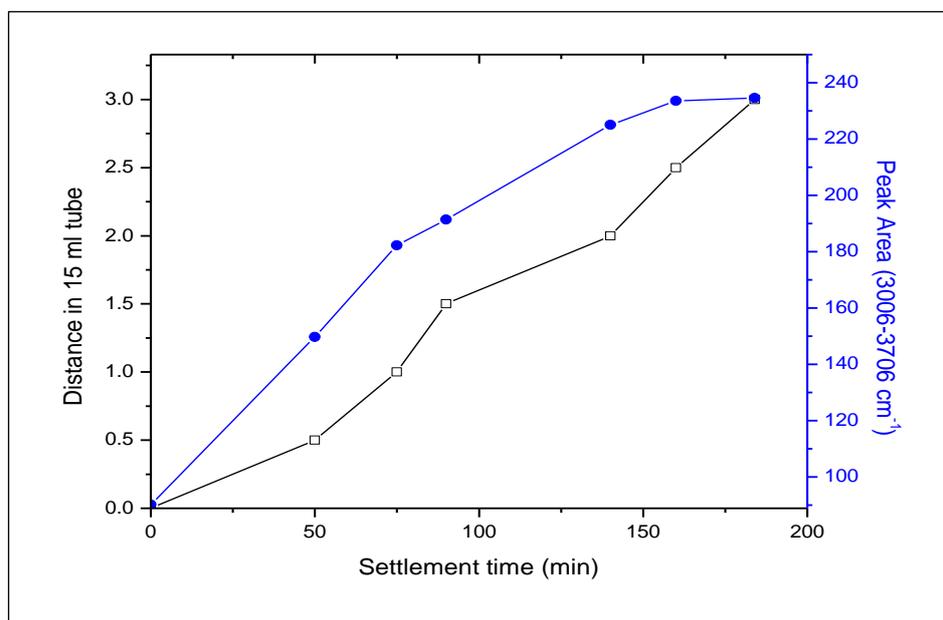


FIGURA 4.90 COMPARACIÓN ASENT VS ATR TETA/93A

4.2. Análisis de los Resultados Obtenidos

Análisis Efecto de la Previa preparación del C.93A (Ensayo 1)

Este ensayo 1 fue la primera caracterización que se lo efectuó en el proyecto. Se partió de la idea de realizar una previa mejora en la organoarcilla, la cual consistió en un lavado de la organoarcilla que permita eliminar los iones de sulfato por medio de un equipo centrifugador.

El cual se puede observar en la Figura (4.1) que la cloisite 93A sin lavar presenta en su difractograma una distancia espectral de 25.7848Å, mientras que aquella que se la sometió al lavado de iones de sulfato Figura (4.2) presenta en su difractograma una distancia espectral de 26.4508Å.

Al comparar ambos difractogramas Figura (4.3), se pudo comprobar que esta previa preparación de la organoarcilla, no incide en una mejora significativa ya que sus distancias entre capas son muy similares de 25.7848Å a 26.4508Å véase (Tabla 19); el cual este resultado indica que la organoarcilla 93A sometida a lavado tendrá un resultado similar que aquella sin lavar con respecto a la compatibilidad y tipos de nanocompuestos a formarse.

Análisis de procedimiento y concentración óptima del inhibidor al mezclarse con la organoarcilla C.93A (Ensayo 2)

Este ensayo 2 fue trascendental para conocer la proporción correcta del Inhibidor de corrosión (RM-210) a usarse y determinar el procedimiento óptimo de mezclado entre el inhibidor (RM-210) con la organoarcilla (93A) para un mezclado adecuado con las resinas epóxicas y aminas alifáticas.

En los difractogramas presentados se muestra la mezcla del inhibidor de corrosión con las organoarcillas bajo 3 procedimientos y diferentes proporciones de este, los cuales fueron:

- En la figura (4.4) se muestra como el inhibidor mezclado con la organoarcilla a temperatura ambiente presenta un espaciamiento basal de 31.8597Å . En la Figura (4.5) se produce un incremento del espacio basal a 34.4990Å debido a que fue sometido a un incremento de 70°C durante 10min. El tercer procedimiento Figura (4.6) (denominado normal), consistió en la mezcla horno 70°C durante 10min –speed mixer 2500rpm durante 1min - horno 70°C durante 10min y speed mixer 2500rpm durante 1min, lo que dio como resultado un aumento en el espaciamiento basal hasta 38.4043Å .

Se deduce que este sistema es el más eficiente. Dicha comparación se la puede observar muy claramente en la Figura (4.7) en donde la proporción de CA fue del 20% de organoarcilla.

- En la figura (4.8) se muestra como el inhibidor mezclado con la organoarcilla a temperatura ambiente presenta un espaciamiento basal de 26.9991Å. En la Figura (4.9) se produce un incremento del espacio basal a 34.0350Å debido a que fue sometido a un incremento de 70°C durante 10min. El tercer procedimiento Figura (4.10) (denominado normal), consistió en la mezcla horno 70°C durante 10min – speed mixer 2500rpm durante 1min - horno 70°C durante 10min y speed mixer 2500rpm durante 1min, lo que dio como resultado un aumento en el espaciamiento basal hasta 35.2632 Å.

Se deduce que este sistema es el más eficiente. Dicha comparación se la puede observar muy claramente en la Figura (4.11) en donde la proporción de C.A fue del 10% de organoarcilla.

- En la Figura (4.12) se muestra como el inhibidor mezclado con la organoarcilla a temperatura ambiente presenta un espaciamiento basal de 26.3026Å. En la Figura (4.13) se

produce un incremento del espacio basal a 26.9053Å debido a que fue sometido a un incremento de 70°C durante 10min.

El tercer procedimiento Figura (4.14) (denominado normal), consistió en la mezcla horno 70°C durante 10min – speed mixer 2500rpm durante 1min - horno 70°C durante 10min y speed mixer 2500rpm durante 1min, lo que dio como resultado un aumento en el espaciamiento basal hasta 26.9163 Å, se deduce que este sistema es el más eficiente. Dicha comparación se la puede observar muy claramente en la Figura (4.15) en donde la proporción de C.A fue del 2% de organoarcilla.

Una vez realizado un análisis detallado de los difractogramas presentados, se estipuló que la proporción óptima entre la mezcla organoarcilla-inhibidor es del 20% equivalente al 1% de la mezcla total entre amina o resina-organoarcilla-inhibidor y el procedimiento fue denominado normal.

Análisis de dispersión óptima entre las resinas epóxicas y las organoarcillas C93A, C20A y C30B (Ensayo 3 Optimizado Final)

Este ensayo presentado se lo obtuvo después de 2 procesos de optimización, lo que llevó a un proceso final llamado “Ensayo 3 Optimizado Final”; el cual sirvió para comparar el grado de compatibilidad entre las mezclas resina-organoarcilla.

- En el caso de la resina GE-38 con la organoarcilla 93A Figura (4.16) se pudo observar la distancia espectral más relevante obtenida de 52.2680Å, seguida de la 30B Figura (4.17) con una intercalación de 36.7965Å y finalmente la 20A Figura (4.18) que presenta dos intercalaciones de 35.7758 Å y 19.8000 Å. Esta comparación se la puede apreciar de forma más notoria en la Figura (4.19).
- En el caso de la resina GE-40 con la organoarcilla 93A Figura (4.20) se pudo observar la distancia espectral más relevante obtenida de 54.6951Å, seguida de la 30B Figura (4.21) con una intercalación de 39.6569Å y finalmente la 20A Figura (4.22) que presenta dos intercalaciones de 34.0097Å y 17.9677Å. Esta comparación se la puede apreciar de forma más notoria en la Figura (4.23).
- La última resina utilizada fue la GE-60 con la organoarcilla 93A Figura (4.24) se obtuvo una exfoliación, seguida de la 30B Figura (4.25) con una intercalación de 46.8113Å y finalmente la 20A Figura (4.26) que presenta una intercalación de 33.9846Å. Esta comparación se la puede apreciar de forma más notoria en la Figura (4.27).

Una vez hecho un análisis minucioso de los difractogramas obtenidos, la dispersión óptima obtenida sin duda fue la mezcla GE-60/93A con un resultado de exfoliación.

Análisis la dispersión óptima entre las resinas epóxicas, la organoarcilla C.93A y el inhibidor de corrosión (Ensayo 4 Optimizado Final).

El siguiente ensayo fue la continuación del ensayo 3 presentado, tan solo se tomó la organoarcilla que mejores resultados presentó entre la mezcla resina-arcilla que fue la 93A, en busca de una mejora a dicha organoarcilla se le añadió el inhibidor de corrosión y los resultados obtenidos en los difractogramas fueron los siguientes:

- GE-38/93A con GE-38/93A/CA.- Se mejoró la intercalación de 52.2680\AA a 57.1290\AA véase (Tabla 26); lo cual quiere decir que la presencia del inhibidor en esta mezcla es de gran ayuda para mejorar la dispersión Figura (4.30).
- GE-40/93A con GE-40/93A/CA.- Como se pudo observar en el difractograma Figura (4.33), la presencia del inhibidor en esta mezcla en específica mejora la intercalación de 54.6951\AA a 59.1843\AA véase (Tabla 27).

- GE-60/93A con GE-60/ 93A/ CA.- En esta mezcla en particular por el difractograma obtenido Figura (4.36), se pudo observar que la presencia del inhibidor no incide en esta mezcla cuando ya sin la presencia del inhibidor ya hubo exfoliación véase (Tabla 28).

Análisis la dispersión óptima entre las aminas alifáticas y las organoarcillas C93A, C20A y C30B (Ensayo 5 Optimizado Final).

Este ensayo presentado se lo obtuvo después de 2 procesos de optimización, lo que llevó a un proceso final llamado “Ensayo 5 Optimizado Final”; el cual sirvió para comparar el grado de compatibilidad entre las aminas alifáticas-organoarcillas.

Se estandarizó un tiempo de 10min por ensayo el cual elimina el fenómeno de asentamiento posible en los resultados obtenidos en los difractogramas; dichos resultados fueron los siguientes:

- D-230 con 93A, 30B y 20A.- con la 20A Figura (4.39) se obtuvo una intercalación de 28.9385Å la más baja, seguida de la 30B Figura (4.38) con una intercalación de 33.0961Å y la más

representativa entre ellas la mezcla D-230 con la 93A Figura (4.37) con una distancia espectral de 46.0900Å. Dicha comparación se la puede observar de forma más notoria en la Figura (4.40).

- T-403 con 93A, 30B y 20A.- Las intercalaciones obtenidas son mejores comparadas con la amina anterior, con la 20A Figura (4.43) se obtuvo una intercalación de 32.8653Å la más baja, seguida de la 30B Figura (4.42) con una intercalación de 43.7802Å y el más representativo la mezcla entre T-403 con la 93A Figura (4.41) con una distancia de 61.3126Å. Dicha comparación se la puede observar de forma más notoria en la Figura (4.44).
- EDR-148 con 93A, 30B y 20A.- La compatibilidad entre esta amina considerada reactiva es muy similar a la presentada en la T-403 con las organoarcillas debido a los difractogramas obtenidos, con la 20A Figura (4.47) presenta una intercalación de 30.0278Å, seguido de la 30B Figura (4.46) que presenta dos intercalaciones de 35.2372Å y 17.3946Å y el resultado más representativo con la 93A Figura (4.45) de 62.6757Å.

Dicha comparación se la puede observar de forma más notoria en la Figura (4.48).

- EDR-176 con 93A, 30B y 20A.- El grado de intercalación de esta amina es muy similar a la presentada en la T-403 y EDR-148, con la 20A Figura (4.51) presenta una intercalación de 31.2191\AA , seguido de la 30B Figura (4.50) que presenta una intercalación de 32.6639\AA y el resultado más representativo con la 93A Figura (4.49) de 61.3543\AA . Dicha comparación se la puede observar de forma más notoria en la Figura (4.52).
- TEPA con 93A, 30B y 20A.- El grado de intercalación presentado por este ensayo es bajo. La Figura (4.55) presenta una intercalación de 31.0490\AA correspondiente a la mezcla TETA/C20A. El caso de la mezcla con la 30B, la Figura (4.54) presenta dos intercalaciones de 53.9360\AA y 16.1343\AA . Sin embargo, la Figura (4.53) muestra el espaciamiento más representativo con la mezcla de TEPA/93A de aproximadamente 55.4425\AA . Dicha comparación se la puede observar de forma más notoria en la Figura (4.56).

- TETA con 93A, 30B y 20A.- Posee un grado de intercalación intermedio comparado con las demás aminas; con la 20A Figura (4.59) presenta una intercalación de 28.9655Å, seguido de la 30B Figura (4.58) que presenta dos intercalaciones de 51.2532Å y 32.2452Å, el más representativo el de la mezcla de TEPA con 93A Figura (4.57) de 60.1936Å. Dicha comparación se la puede observar de forma más notoria en la Figura (4.60).

Análisis la dispersión óptima entre las aminas alifáticas, la organoarcilla C.93A y el inhibidor de corrosión (Ensayo 6 Optimizado Final)

El siguiente ensayo fue la continuación del ensayo 5 presentado, tan solo se tomó la organoarcilla que mejores resultados presentó entre la mezcla amina-arcilla que fue la 93A, en busca de una mejora a dicha organoarcilla se le añadió el inhibidor de corrosión y los resultados obtenidos en los difractogramas fueron los siguientes:

- D-230/93A con D-230/93A/CA.- Se mejoró la intercalación; muy significativamente de 46.0900Å a 53.9634Å véase (Tabla

35); lo cual quiere decir que la presencia del inhibidor en esta mezcla es de gran ayuda para mejorar la intercalación Figura (4.61).

- T-403/93A con T-403/93A/CA.- Como se pudo observar en el difractograma Figura (4.66), la presencia del inhibidor en esta mezcla; incide para una pequeña mejora en su intercalación; pero la más considerable entre todas las mezclas aminas-arcillas obtenida de 61.3126Å a 65.9319Å.
- EDR-148/93A con EDR-148/ 93A/ CA.- Por el difractograma presentado, se puede observar una leve mejora en su intercalación debido a la presencia del inhibidor de 62.6757Å a 63.3606 Å.
- EDR-176/93A con EDR-176/ 93A/ CA.- Al igual que la mezcla anterior; ya que pertenecen a la misma familia es lógico que exista una mejora muy similar a la que hubo en la amina EDR-148 de 61.3543Å a 63.8880Å.
- TEPA/93A con TEPA/ 93A/ CA.- Este ensayo presenta una mejora no tan considerable comparada con las demás

mezclas, pero válida la presencia del inhibidor con una mejora de 55.4425Å a 59.7844 Å.

- TETA/93A con TETA/ 93A/ CA.- Se obtuvo una mejora no tan representativa por la compatibilidad que resultado dicha mezcla, pero de suma importancia para que la presencia del inhibidor de corrosión sea vital al trabajar con aminas alifáticas y organoarcillas con una mejora de 60.1933Å a 61.1984Å.

Dado que las intercalaciones obtenidas por los difractogramas oscilan en un rango muy similar véase Tabla (50) no se puede establecer con certeza la amina alifática que mejor compatibilidad presenta con la organoarcilla 93A, es por ello que para justificar con mayor certeza y confiabilidad, se procede a validar dicho análisis en el procedimiento de asentamiento y ATR por Espectrometría Infrarroja de Fourier.

TABLA 50
INTERCALACIONES OBTENIDAS ENTRE AMINAS ALIFÁTICAS
CON 93A/CA

93A/CA	
Amina Alifática	Amstrong
D-230	53.96340
T-403	65.9319
EDR-176	63.8880
EDR-148	63.3606
TEPA	59.7844
TETA	61.1984

Análisis de asentamiento y compatibilidad de la organoarcilla C93A con las resinas epóxicas (Ensayo 1 FTIR)

Este ensayo correspondiente a las resinas epóxicas representa de manera tangible visual de cómo actúa el asentamiento de la organoarcilla en dichas resinas; ya que al poseer viscosidades altas en comparación a las aminas alifáticas, el proceso de mezclado se lo puede efectuar sin ningún problema; siempre y cuando se considere los tiempos que se obtuvieron presentados a continuación:

- GE-60/93A.- Correspondiente a dicha mezcla por ser la resina que presenta mayor viscosidad es lógico que el tiempo mínimo que se obtuvo para el primer asentamiento de 0.5ml es de 45min; cabe recalcar que la mezcla fue sometida a un equipo centrifugador durante 15min a 3000rpm.
- GE-40/93A.- Dicha resina es la que posee una viscosidad intermedia y esto se lo puede denotar por el tiempo mínimo que se obtuvo para el primer asentamiento de 0.5ml es de 15min, cabe recalcar que la mezcla fue sometida a un equipo centrifugador durante 5min a 3000rpm debido a la viscosidad intermedia presentada.
- GE-38/93A.- ya que esta resina es la de menor viscosidad esto es confirmado, debido al resultado obtenido para el primer asentamiento de 0.5ml es de 5min; dicha mezcla también fue sometida al equipo centrifugador durante 2min a 3000rpm debido a la viscosidad baja presentada.

Gracias a la Ley de Stocks descrita como se indicó en la sección 2.4. Se pueden determinar los diámetros hidrodinámicos de las organoarcillas con cada resina epóxica. Al reordenar la ecuación de Stokes y utilizar los datos de viscosidad, densidad proporcionada

por los fabricantes de las resinas y organoarcilla ver apéndices (A, B, C y D) se parte de la siguiente expresión:

Primero se parte de la siguiente ecuación (1.1):

$$V_a = \frac{X_l}{t_a} \quad (1.1)$$

Debido al monitoreo de asentamiento entre las diferentes resinas es de 0.5ml, se procede a igualar dichas distancias entre las diferentes resinas en este caso la GE-60 con la GE-40 de la siguiente manera:

$$X_{l1} = X_{l2}$$

Entonces al igualar dicha expresión queda que:

$$V_{a1} t_{a1} = V_{a2} t_{a2}$$

Por otro lado se sabe que la velocidad de asentamiento por la ley de Stokes es igual a la ecuación (1.2):

$$V_a = \frac{g D_h^2 (\rho_p - \rho_m)}{18\mu} \quad (1.2)$$

Al reemplazar se obtiene la siguiente igualdad:

$$\begin{aligned} & \frac{g D_{hGE-60}^2 (\rho_{93A} - \rho_{GE-60})}{18\mu_{GE-60}} t_{aGE-60} \\ & = \frac{g D_{hGE-40}^2 (\rho_{93A} - \rho_{GE-40})}{18\mu_{GE-40}} t_{aGE-40} \end{aligned}$$

Al substituir para el primer asentamiento monitoreado de 0.5ml y al reemplazar los valores dados en tablas en la sección de apéndices (A, B, C y D) se obtiene lo siguiente:

$$\frac{D_{\text{hGE-60}}^2 (1880 \text{ kg/m}^3 - 1285 \text{ kg/m}^3)}{13 \text{ Pa.s}} \cdot 2700\text{s} = \frac{D_{\text{hGE-40}}^2 (1880 \text{ kg/m}^3 - 1245 \text{ kg/m}^3)}{1.05 \text{ Pa.s}} \cdot 900\text{s}$$

Al despejar dicha ecuación se llega a la siguiente relación:

$$D_{\text{hGE-60}} = 2.09 D_{\text{hGE-40}}$$

Las demás relaciones que se obtuvieron fueron las siguientes:

$$D_{\text{hGE-60}} = 3.58 D_{\text{hGE-38}}$$

$$D_{\text{hGE-40}} = 0.53 D_{\text{hGE-38}}$$

Debido a que la resina GE-60 presenta la mayor relación de diámetros, se deduce que su compatibilidad es la mejor en la mezcla con la organoarcilla 93A.

Análisis de asentamiento y compatibilidad de la organoarcilla C93A con las aminas alifáticas (Ensayo 2 FTIR)

En este ensayo correspondiente a las aminas alifáticas permite conocer tanto de manera visual tangible con el ensayo de asentamiento, como de manera automatizada con el procedimiento de ATR efectuado; reforzar y complementar ambos resultados obtenidos para conocer cómo actúa el asentamiento de la organoarcilla en dichas aminas alifáticas; ya que al eliminar el efecto de asentamiento se estará seguro que el ensayo realizado en el mezclado se descartará el asentamiento; siempre y cuando se considere los tiempos que se obtuvieron en el primer tramo del monitoreo presentados a continuación:

- D-230/93A.- Asentamiento de 0.5ml en $t_{lim} = 10\text{min}$
- T-403/93A.- Asentamiento de 0.5ml en $t_{lim} = 30\text{min}$
- EDR-148/93A.- Asentamiento de 0.5ml en $t_{lim} = 10\text{min}$
- EDR-176/93A.- Asentamiento de 0.5ml en $t_{lim} = 20\text{min}$
- TEPA/93A.- Asentamiento de 0.5ml en $t_{lim} = 25\text{min}$
- TETA/93A.- Asentamiento de 0.5ml en $t_{lim} = 50\text{min}$.

Otro parámetro que se logró analizar gracias a los resultados presentados fue de qué manera reacciona su composición a medida que transcurre el tiempo con un monitoreo INSITU específico de cada mezcla Amina-Organoarcilla; se llegó al siguiente análisis presentado a continuación:

- La extensión de la banda de amina primaria se dividió en asimétrica (3368-3370 cm^{-1}) y simétrica (3291-3298 cm^{-1}). Se pudo notar que la cantidad de C.93A es muy baja en la superficie del cristal ATR al comienzo del experimento, pero ambas bandas se incrementan continuamente al transcurrir el asentamiento eso nos denota la mayor presencia de C.93A, esto se da debido a la interacción entre N-H y el Oxígeno de la superficie de la montmorillonita.
- La flexión de la cadena N-H se observó alrededor de 1590-1600 cm^{-1} .
- El movimiento de la cadena N-H se encontró alrededor de la región 909-666 cm^{-1} , dicha región se la dividió en dos regiones. La primera entre 700-900 cm^{-1} , en el cual se produjo el movimiento principal de la cadena N-H (grupos de aminas

primarias y secundarias). La otra región fue entre 600-700cm⁻¹ esta mostro una característica torsional de la cadena C-N-H.

- Se deduce que la banda más pequeña se encuentra entre 400-500cm⁻¹ se le atribuyó a una torcedura o una vibración torsional de las cadenas C-N.
- D-230/93A.- Para esta mezcla, el monitoreo efectuado duro un tiempo total 60min correspondiente al ensayo de ATR y al ensayo de asentamiento, con respecto a la velocidad de asentamiento presentan una tendencia similar Figura (4.80) y es considerada alta por el tiempo total que este efectuó en 3.0ml de monitoreo; por otro lado el espectrograma presentado por el ensayo de ATR revela que la compatibilidad entre la amina D-230 con la organoarcilla 93A es alta, debido a que la concentración de aminas primarias tiene un aumento considerable a medida que transcurrió el monitoreo Figura (4.79) .
- T-403/93A.- En la siguiente mezcla, el monitoreo efectuado duro un tiempo total de 355min correspondiente al ensayo de ATR y al ensayo de asentamiento, con respecto a la velocidad

de asentamiento presentan un comportamiento distinto durante gran parte del monitoreo pero que al final hallan su tendencia Figura (4.82) y considerada lenta por el tiempo total que este efectuó en 3.0ml de monitoreo; por otro lado el espectrograma presentado revela que la compatibilidad entre la amina T-403 con la organoarcilla 93A es considerada alta, debido a que al igual que la amina anterior la concentración de aminas primarias tiene un aumento considerable a media que transcurrió el monitoreo Figura (4.81).

- EDR-148/93A.- Este monitoreo fue efectuado en un tiempo total de 140min correspondiente al ensayo de ATR y al ensayo de asentamiento, con respecto a la velocidad de asentamiento presentan una tendencia similar Figura (4.84) y considerada media por el tiempo total que este efectuó en 3.0ml de monitoreo; por otro lado con respecto al espectrograma presentado revela que la compatibilidad entre la amina EDR-148 con la organoarcilla 93A es considerada media, ya que la concentración de las aminas primarias transcurrido el monitoreo tiene un aumento moderado Figura (4.83).

- EDR-176/93A.- El siguiente monitoreo tomo un tiempo total de 127min correspondiente al ensayo de ATR y al ensayo de asentamiento, con respecto la velocidad de asentamiento presentan una tendencia similar Figura (4.86) y es considerada media por el tiempo total que este efectuó en 3.0ml de monitoreo; por otro lado con respecto al espectrograma presentado revela que la compatibilidad entre la amina EDR-176 con la organoarcilla 93A es considerada media, ya que la concentración de las aminas primarias transcurrido el monitoreo tiene un aumento moderado Figura (4.85).
- TEPA/93A.- Este monitoreo llevó en un tiempo total de 300min correspondiente al ensayo de ATR y al ensayo de asentamiento, con respecto a la velocidad de asentamiento es considerada lenta por el tiempo total que este efectuó en 3.0ml de monitoreo, presentó un comportamiento inicial distinto pero con una misma tendencia al transcurrir el ensayo Figura (4.88). Por otro lado con respecto a la compatibilidad entre la amina TEPA con la organoarcilla 93A es considerada alta, ya que la concentración de aminas primarias transcurrido el monitoreo es alta Figura (4.87).

- TETA/93A.- El siguiente monitoreo dio un tiempo total de 184min correspondiente al ensayo de ATR y al ensayo de asentamiento, la velocidad de asentamiento es considerada media por el tiempo total que este efectuó en 3.0ml de monitoreo con igual tendencia Figura (4.90); con respecto a la compatibilidad entre la amina TETA con la organoarcilla 93A es considerada baja, ya que la concentración de aminas primarias transcurrido el monitoreo es baja Figura (4.89).

Dicho efecto de la velocidad de asentamiento transcurrido el monitoreo INSITU se lo puede apreciar en la Figura (4.91).

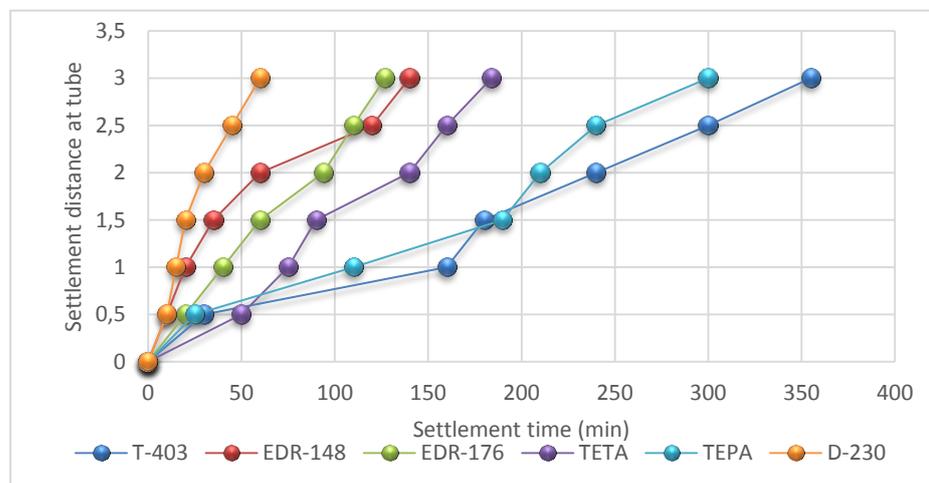


FIGURA 4.91 VELOCIDAD DE ASENTAMIENTO DE AMINAS

Para tener una idea más clara de la reacción que sucede en el monitoreo INSITU con respecto a la concentración de aminas primarias y por ende su compatibilidad a medida que transcurre el tiempo con las organoarcillas se presentan las siguientes Figuras ilustrativas:

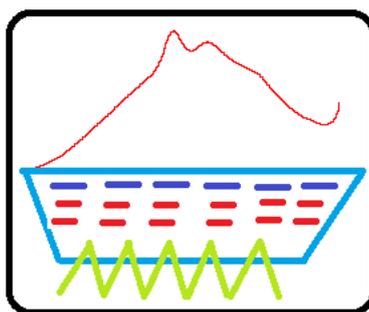


FIGURA 4.92 COMPATIBILIDAD T- 403/93A 0MIN (Curva Roja)

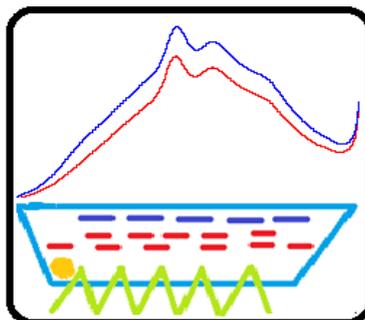


FIGURA 4.93 COMPATIBILIDAD T- 403/93A 30MIN (Curva Azul)

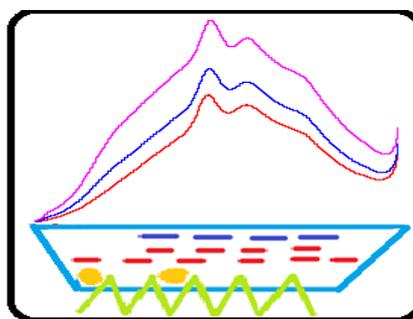


FIGURA 4.94 COMPATIBILIDAD T- 403/93A 160MIN (Curva Rosada)

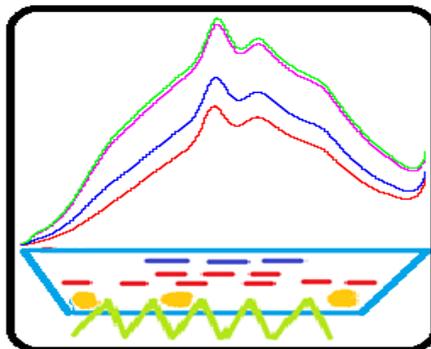


FIGURA 4.95 COMPATIBILIDAD T- 403/93A 180MIN (Curva Verde Claro)

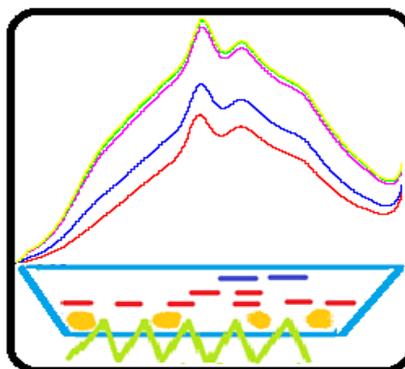


FIGURA 4.96 COMPATIBILIDAD T- 403/93A 240MIN (Curva Amarilla)

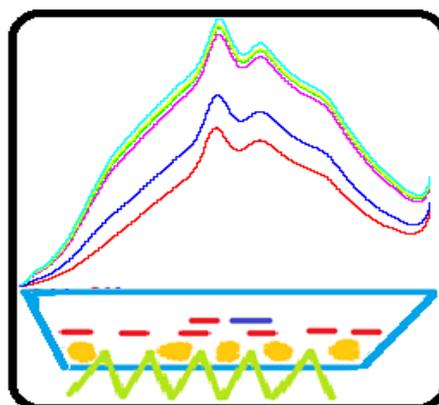


FIGURA 4.97 COMPATIBILIDAD T- 403/ 93A 300MIN (Curva Celeste)

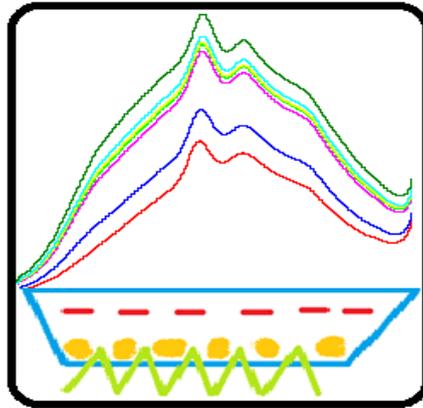


FIGURA 4.98 COMPATIBILIDAD T- 403/93A 355MIN (Curva Verde Oscuro)

Otra manera de poder visualizar la compatibilidad entre las aminas alifáticas y la organoarcilla 93A que fueron monitoreadas es por medio del cálculo del diámetro hidrodinámico.

El cual con el tiempo de asentamiento obtenido en la sección anterior en este caso particular para la T-403 de 30min equivalente a 1800s y la distancia lineal de 0.003m equivalente a 0.5ml, se procedió a calcular primero la velocidad de asentamiento ecuación (1.1).

$$V_a = \frac{X_l}{t_a} \quad (1.1)$$

$$V_{aT-403} = 1.66 \times 10^{-6} \text{ m/s}$$

Luego con la velocidad de asentamiento obtenida, se procede con la ecuación (1.2) a obtener el diámetro hidrodinámico, se utilizó los datos de viscosidad, densidad proporcionada por el fabricante de aminos y organoarcilla ver apéndices (A, B, C y D), se obtiene el siguiente diámetro hidrodinámico para la T-403 al reemplazar dichos valores:

$$V_{aT-403} = \frac{g D_{hT-403}^2 (\rho_{93A} - \rho_{T-403})}{18\mu_{T-403}} \quad (1.2)$$

$$1.66 \times 10^{-6} \text{ m/s} = \frac{9.80 \text{ m/s}^2 D_{hT-403}^2 (1880 \text{ kg/m}^3 - 978 \text{ kg/m}^3)}{18(0.072 \text{ Pa}\cdot\text{s})}$$

$$D_{hT-403} = 1.56 \times 10^{-5} \text{ m/s}$$

La Ley de Stock me permitió establecer una buena relación entre el diámetro hidrodinámico y la dispersión. Además se obtuvo los demás diámetros dinámicos para las aminos alifáticos restantes en las diferentes distancias y tiempos de asentamiento para cada amina alifática en particular presentado en la Tabla (51)

TABLA 51

**DIÁMETROS HIDRODINÁMICOS DE LAS MEZCLAS AMINAS
ALIFÁTICAS / ORGANOARCILLA 93A**

Distancia a (15ml)	D _h TEPA (m)	D _h TETA (m)	D _h EDR148 (m)	D _h EDR176 (m)	D _h T403 (m)	D _h D230 (m)
0.5	1.49E- 05	6.57E- 06	9.08E-06	6.77E-06	1.56E- 05	9.67E- 06
1.0	1.01E- 05	7.59E- 06	9.08E-06	6.77E-06	9.57E- 06	1.12E- 05
1.5	9.38E- 06	8.48E- 06	8.41E-06	6.77E-06	1.10E- 05	1.18E- 05
2.0	1.03E- 05	7.85E- 06	7.41E-06	6.25E-06	1.10E- 05	1.12E- 05
2.5	1.08E- 05	8.21E- 06	5.86E-06	6.46E-06	1.10E- 05	1.02E- 05
3.0	1.06E- 05	8.39E- 06	5.94E-06	6.58E-06	1.11E- 05	9.67E- 06

Los diámetros hidrodinámicos hallados se encuentran en un rango válido, ya que el diámetro de las organoarcillas va del orden de 15µm a 25µm; estos resultados se los representó en la Figura (4.99).

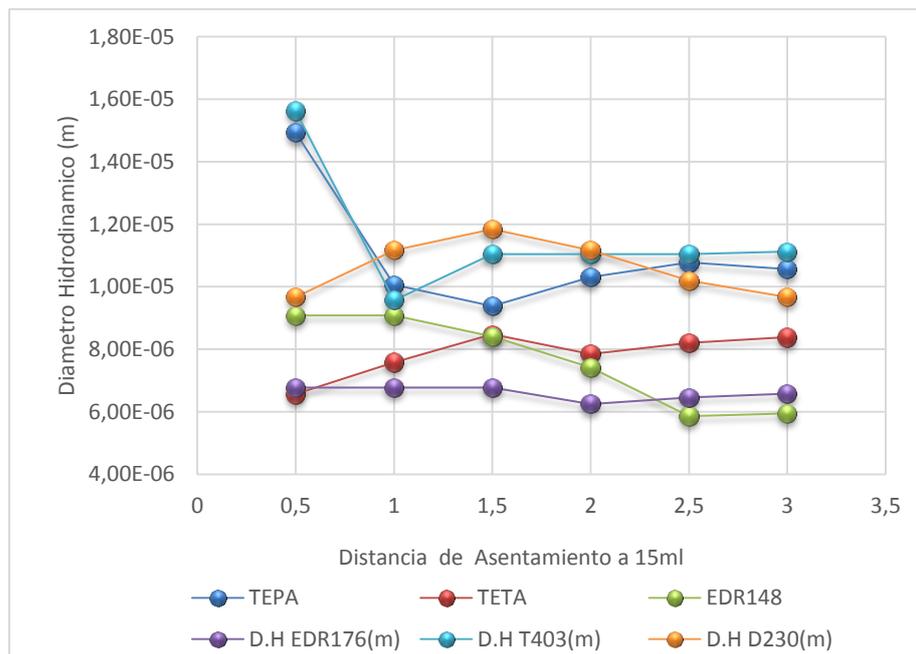


FIGURA 4.99 DIÁMETROS HIDRODINÁMICOS VS DISTANCIA DE ASENTAMIENTO

Para poder visualizar de una manera más clara el efecto del diámetro hidrodinámico en la compatibilidad molecular de las mezclas efectuadas en el monitoreo, se realizó las siguientes Figuras ilustrativas:

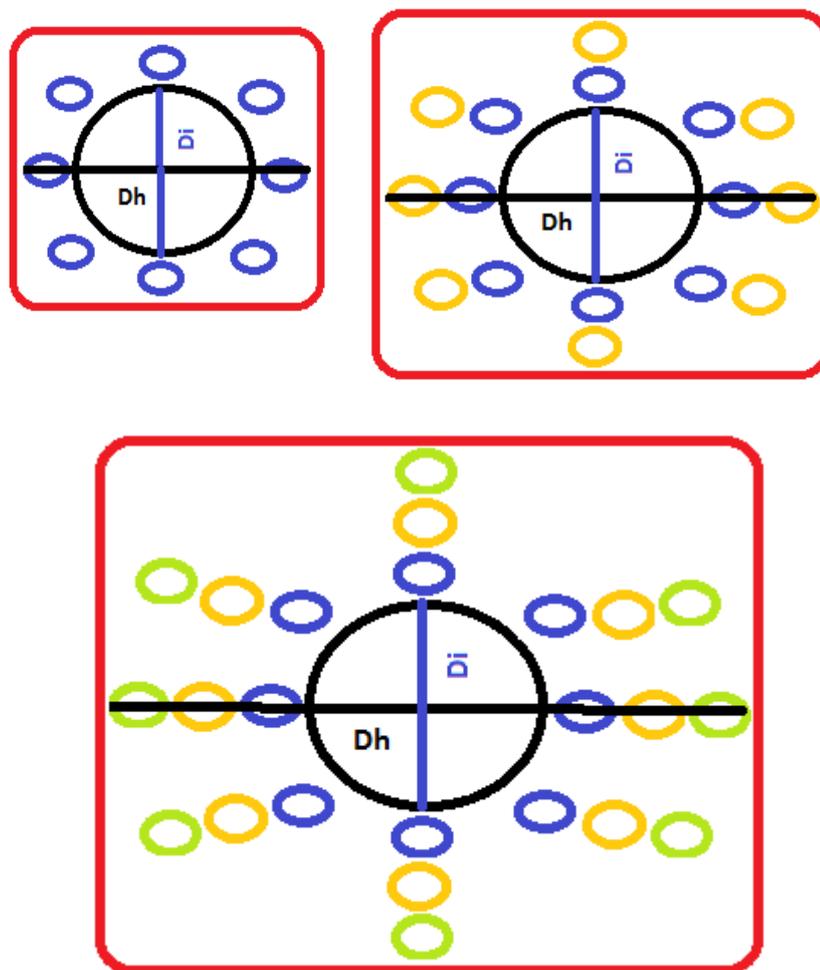


FIGURA 4.100 EFECTO DEL DIÁMETRO HIDRODINÁMICO EN LA COMPATIBILIDAD MOLECULAR

CAPÍTULO 5

5. Conclusiones y Recomendaciones

5.1 Conclusiones

- Se obtuvo una leve mejora previo al proceso de mezclado, el cual consistió en el lavado de la organoarcilla (93A) para la eliminación de iones de sulfato, que mejora el espacio interlaminar entre las capas de la organoarcilla.
- Se estableció la proporción y técnica óptima de aplicación del inhibidor de corrosión, la cual fue del 1% en la mezcla amina o resina-arcilla-inhibidor, mezclado manual - horno 10min- speed mixer durante 1min a 2500rpm - horno 10min - speed mixer durante 1min a 2500rpm; esto se pudo concluir mediante las pruebas efectuadas en el difractómetro de Rayos.

- Se desarrolló una conexión entre los ensayos de difracción y espectrometría, estandarizar el tiempo límite de asentamiento por ensayo de 10min, el cual dio como resultado la eliminación del efecto del asentamiento en la realización de los ensayos.
- Se encontró la mezcla entre resina-organoarcilla que mayor tiempo se demoró en asentarse 0.5ml fue: GE-60/93A con un tiempo de 45min; por otro lado las tres mezclas amina-organoarcilla que mayor tiempo se demoraron en asentarse 0.5ml fueron: TEPA/93A con un tiempo de 50min, seguido de la T-403/93A con un tiempo de 30min y finalmente TETA/93A con un tiempo de 25min.
- Se determinó la mezcla entre resina-organoarcilla-inhibidor que mejor difractograma presentó fue: GE-60/93A/CA el cual dio como resultado una exfoliación; por otro lado en las mezclas amina-organoarcilla-inhibidor, debido a la similitud en los difractogramas presentados, se vio la necesidad de complementar con el ensayo ATR para validar los resultados.

- Se observó el grado de compatibilidad de las mezclas Aminas- Organoarcillas en el espectrómetro por medio del monitoreo INSITU, se concluyó que se depende de la concentración de aminas primarias presentes, para poder determinar que mezclas que presentan la mejor compatibilidad entre la mezcla amina-organoarcilla, en este caso fueron: D-203/93A y T-403/93A.
- Se dedujo un procedimiento óptimo, el cual fue necesario realizar dos procesos de Optimización en los ensayos efectuados, cada vez se tomó en consideración nuevos factores que pudieren inferir en los resultados obtenidos como: el asentamiento, los parámetros de operación de los ensayos y el tipo de preparación de cada mezcla.
- Se efectuó un método analítico, por medio de la Ley de Stokes, para determinar los diámetros hidrodinámicos y tener una idea de la compatibilidad en los arreglos moleculares entre las mezclas efectuadas al transcurrir el tiempo del mezclado.

- Se obtuvo que la mejor mezcla en el presente proyecto de graduación, resina-organoarcilla-inhibidor fue: GE-60/93A/CA y la mejor mezcla amina-organoarcilla-inhibidor fue:

T-403/93A/CA las cuales se las pudo caracterizar y sintetizar mediante los ensayos de Espectrometría Infrarroja, difracción de rayos X y métodos analíticos.

5.2 Recomendaciones

- Considerar que el ambiente en donde se debe mantener las Arcillas y los sistemas de mezclado con Arcillas; debe poseer un confort menor al 55%; que garantice una humedad relativamente baja del ambiente.
- Ayudar a mantener el ambiente con baja humedad, con sistemas de refrigeración con una temperatura alrededor de 20°C en conjunto con sistemas de deshumidificadores; estos sistemas serán de gran ayuda para tener un ambiente óptimo de trabajo.

- Recordar el uso de la sorbona y mascarilla de protección en el proceso de tamizado y mezclado; ya que se manejan partículas de polvo en pequeñas escalas, que pudieran afectar a la salud en el caso de no usar protección.
- Tomar en cuenta al usar el equipo de centrifugado, tener que balancear la carga, para evitar problemas de vibración; que a priori puedan causar daños al equipo.
- Antes de ocupar el equipo de difracción Panalytical; hacer una revisión de: su equipo auxiliar, parámetros como la calidad del agua, el nivel del refrigerante, sensores de temperatura y de flujo; esto llevará a efectuar los ensayos sin presentarse anomalía alguna.
- No olvidar al momento que se requiera utilizar el chiller, el constante cambio de al menos una vez por semana del agua que ingresa al sistema de refrigeración, ya que además posee un filtro de impurezas, la calidad del agua normalmente requiere que provenga de una planta de tratamiento para no taponar las tuberías y evitar problemas de flujo; también se recomienda un

cambio trimestral del filtro para un óptimo funcionamiento del mismo.

- Para una mejora en el sistema de refrigeración en el chiller, se recomienda el uso de una bombita sumergible tipo pecera con capacidad aproximada de 30litros, que permita tener la masa de enfriamiento en constante movimiento para evitar la solidificación de la misma y permita un óptimo sistema de enfriamiento, dicho problema se intensifica en temporadas calurosas en donde es realmente complejo mantener temperaturas por debajo de los 20°C una vez puesto en marcha el ensayo, ya que el tubo de cobre posee un índice de radiación elevada por ende mayor calentamiento.
- Al ejecutar el ensayo en el difractor Panalytical asegúrese que al momento de ingresar la muestra se encuentre apagado el disparador de rayos x y también asegúrese que la puerta protectora de emisión de rayos x quede totalmente cerrada al momento de ejecutar el ensayo.

- Antes de utilizar el espectrómetro infrarrojo; asegurarse de que los deshumidificadores estén de color azul o celeste; de no ser así se recomienda purgar el equipo con nitrógeno una hora previa al ensayo.

APÉNDICES

APÉNDICE A

HOJA TÉCNICA DE LA ARCILLA CLOISITE 93A

SOUTHERN CLAY PRODUCTS / ROCKWOOD ADDITIVES
PRODUCT BULLETIN/CLOISITE®
WWW.CLOISITE.COM



Southern Clay Products, Inc.
1212 Church Street
Gonzales, TX 78828
Phone: 800-324-2891
Fax: 830-872-1803
www.soprod.com

Cloisite® 93A Typical Physical Properties Bulletin

Description:

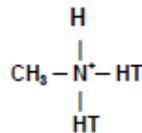
Cloisite® 93A is a natural montmorillonite modified with a ternary ammonium salt.

Designed Used:

Cloisite® 93A is an additive for plastics and rubbers to improve various physical properties, such as reinforcement, HDT, CLTE, synergistic flame retardant and barrier.

Typical Properties:

Treatment/Properties:	Organic Modifier (1)	Modifier Concentration	% Moisture	% Weight Loss on Ignition
Cloisite® 93A	M2HT	95 meq/100g clay	< 2%	39.5%



Where HT is Hydrogenated Tallow (~65% C18; ~30% C16; ~5% C14)

Anion: HSO₄

(1) M2HT: methyl, dihydrogenatedtallow ammonium

Typical Dry Particle Sizes: (microns, by volume)



10% less than:	50% less than:	90% less than:
2µm	6µm	13µm

Color: Off White

Density:

Loose Bulk, lbs/ft ³	Packed Bulk, lbs/ft ³	Density, g/cc
10.56	18.03	1.88

X Ray Results: $d_{001} = 23.6 \text{ \AA}$

For additional information or technical assistance contact Southern Clay Products, Inc. toll free at 800-324-2891.

Disclaimer of Warranty: The information presented herein is believed to be accurate but is not to be taken as a warranty, guarantee, or representation for which we assume legal responsibility. This information does not grant permission, license, or any rights or recommendations to practice any form of proprietary intellectual property without obtaining the appropriate license or grant from the property owner. The information is offered solely for your consideration, investigation and verification, but you must determine the suitability of the product for your specific application. The purchaser assumes all risk of use of handling the material, including but not limited to transferring the material within purchaser's facilities, using the material in applications specified by the purchaser and handling any product which includes the material, whether or not in accordance with any statements made herein.

APÉNDICE B

HOJA TÉCNICA DE LA ARCILLA CLOISITE 30B

SOUTHERN CLAY PRODUCTS / ROCKWOOD ADDITIVES
PRODUCT BULLETIN/CLOISITE®
WWW.CLOISITE.COM

SCp **Rockwood**
Additives

Southern Clay Products, Inc.
1212 Church Street
Gonzales, TX 79425
Phone: 806-334-2991
Fax: 830-473-1903
www.scpod.com

Cloisite® 30B Typical Physical Properties Bulletin

Description:
Cloisite® 30B is a natural montmorillonite modified with a quaternary ammonium salt.

Designed Used:
Cloisite® 30B is an additive for plastics and rubbers to improve various physical properties, such as reinforcement, CLTE, synergistic flame retardant and barrier.

Typical Properties:

Treatment/Properties:	Organic Modifier (1)	Modifier Concentration	% Moisture	% Weight Loss on Ignition
Cloisite® 30B	MT2E1OH	90 meq/100g clay	< 2%	30%

$$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \\ | \\ \text{CH}_3 - \text{N}^+ - \text{T} \\ | \\ \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \end{array}$$

Where T is Tallow (~65% C18; ~30% C16; ~5% C14)

Anion: Chloride



10% less than:	50% less than:	90% less than:
2 μ m	6 μ m	13 μ m

Color: Off White

Density:

Loose Bulk, lbs/ft ³	Packed Bulk, lbs/ft ³	Density, g/cc
10.56	18.03	1.88

X Ray Results: $d_{001} = 23.6 \text{ \AA}$

APÉNDICE C

HOJA TÉCNICA DE LA ARCILLA CLOISITE 20A

SOUTHERN CLAY PRODUCTS / A SUBSIDIARY OF ROCKWOOD SPECIALTIES, INC.

PRODUCT BULLETIN/Cloisite®



ROCKWOOD
ADDITIVES

Southern Clay Products, Inc.
1212 Church Street
Gonzales, TX 78629
Phone: 800-324-2891
Fax: 830-672-1903
www.scproud.com

Cloisite® 20A

Typical Physical Properties Bulletin

Description:

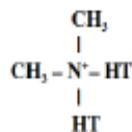
Cloisite® 20A is a natural montmorillonite modified with a quaternary ammonium salt.

Designed Used:

Cloisite® 20A is an additive for plastics to improve various plastic physical properties, such as reinforcement, HDT, CLTE and barrier.

Typical Properties:

Treatment/Properties:	Organic Modifier (1)	Modifier Concentration	% Moisture	% Weight Loss on Ignition
Cloisite® 20A	2M2HT	95 meq/100g clay	< 2%	38%



Where HT is Hydrogenated Tallow (~65% C18; ~30% C16; ~5% C14)

Anion: Chloride

(1) 2M2HT: dimethyl, dehydrogenated tallow, quaternary ammonium

Typical Dry Particle Sizes: (microns, by volume)

10% less than:	50% less than:	90% less than:
2 μ	6 μ	13 μ

Color: Off WhiteDensity:

Loose Bulk, lbs/ft ³	Packed Bulk, lbs/ft ³	Density, g/cc
7.35	13.55	1.77

X Ray Results: $d_{001} = 24.2\text{\AA}$

For additional information or technical assistance contact Southern Clay Products, Inc. toll free at 800-324-2891.

Disclaimer of Warranty: The information presented herein is believed to be accurate but is not to be taken as a warranty, guarantee, or representation for which we assume legal responsibility. This information does not grant permission, license, or any rights or recommendations to practice any form of proprietary intellectual property without obtaining the appropriate license or grant from the property owner. The information is offered solely for your consideration, investigation and verification, but you must determine the suitability of the product for your specific application. The purchaser assumes all risk of use of handling the material, including but not limited to transferring the material within purchaser's facilities, using the material in applications specified by the purchaser and handling any product which includes the material, whether or not in accordance with any statements made herein.

APÉNDICE D
PROPIEDADES FÍSICAS DE RESINAS EPÓXICAS Y
AMINAS ALIFÁTICAS

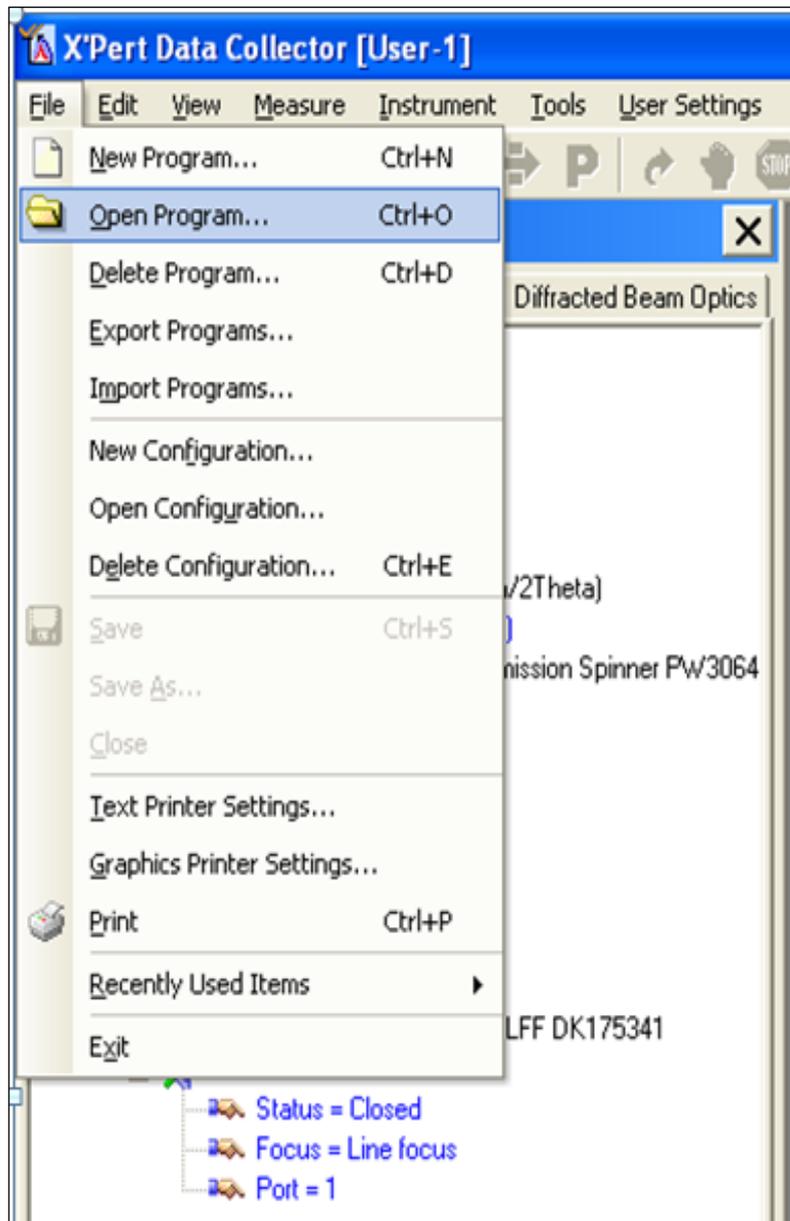
Nombre	Viscosidad (Pa*s)	Densidad (Kg/m3)
GE-60	13.0000	1285
GE-40	1.0500	1245
GE-38	1.2300	1230
TEPA	0.0541	990
TETA	0.0214	970
EDR-148	0.0080	990
EDR-176	0.0090	980
T-403	0.0720	978
D-230	0.0095	948

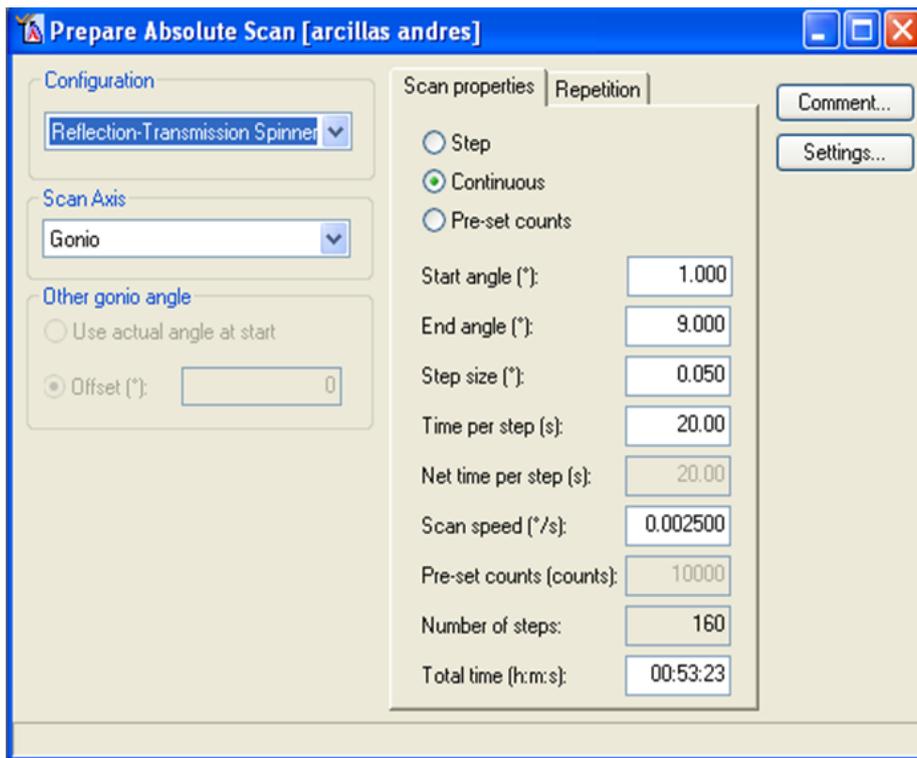
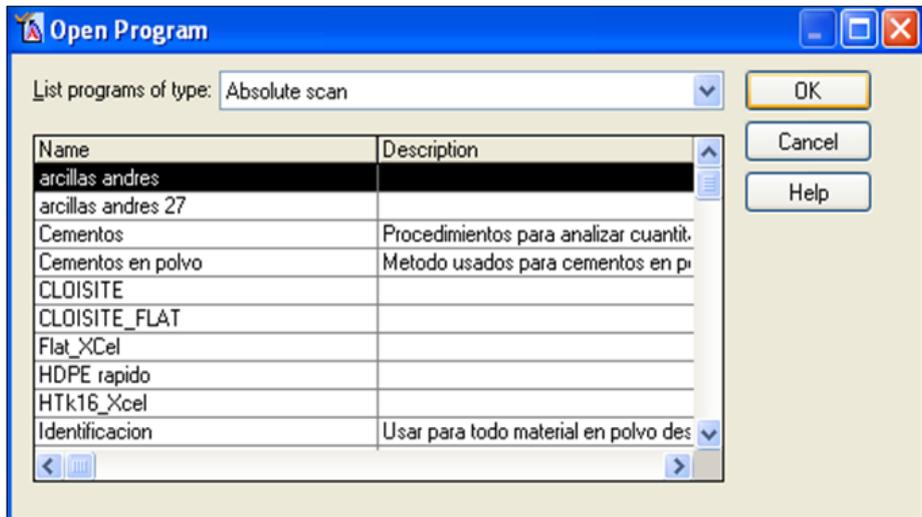
APÉNDICE E

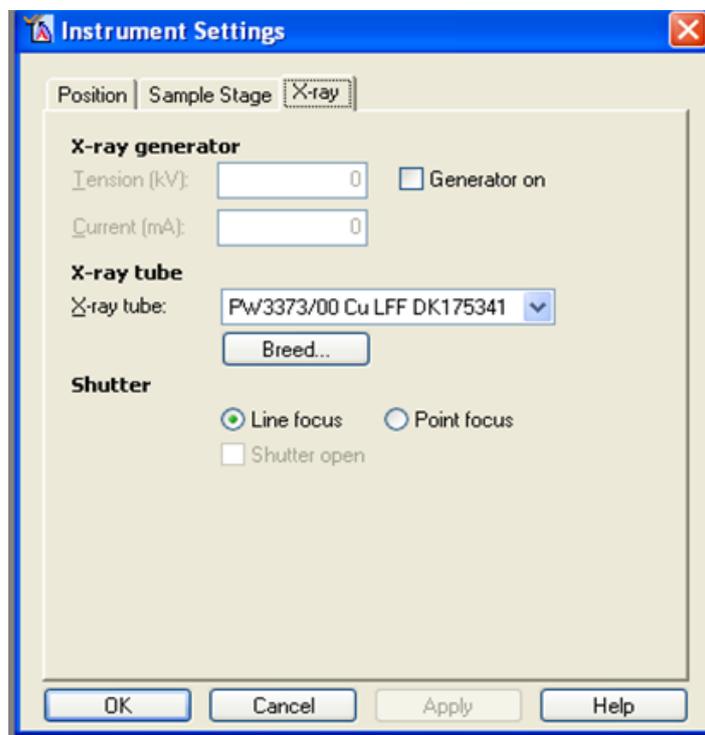
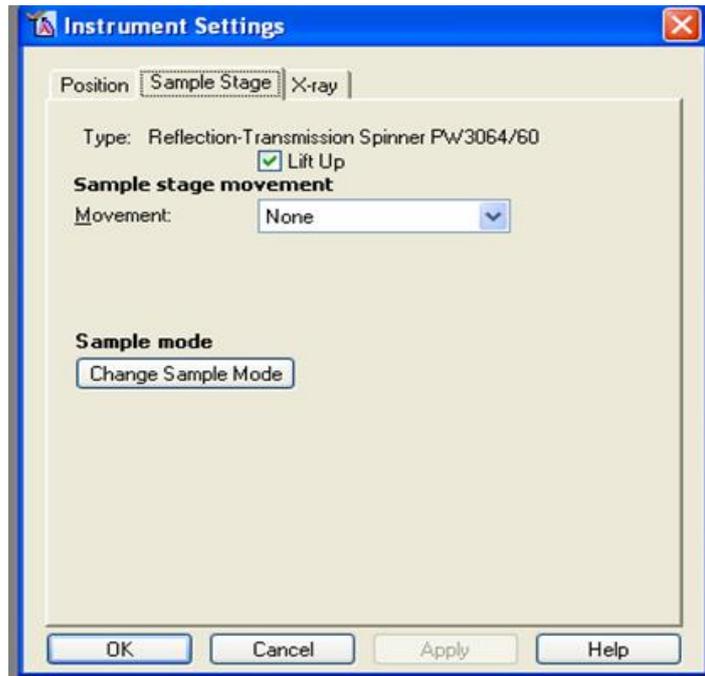
HOJA TÉCNICA DEL INHIBIDOR VOLÁTIL DE CORROSIÓN RM-210

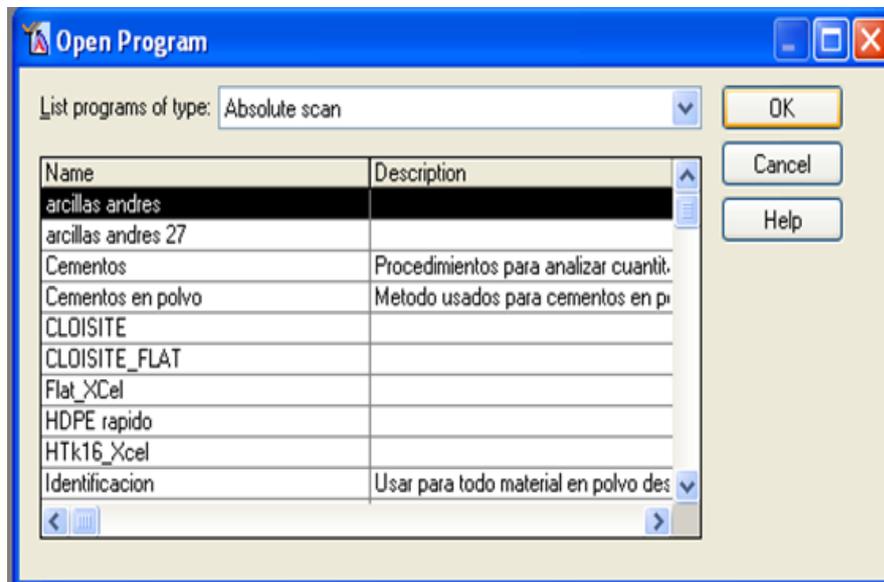
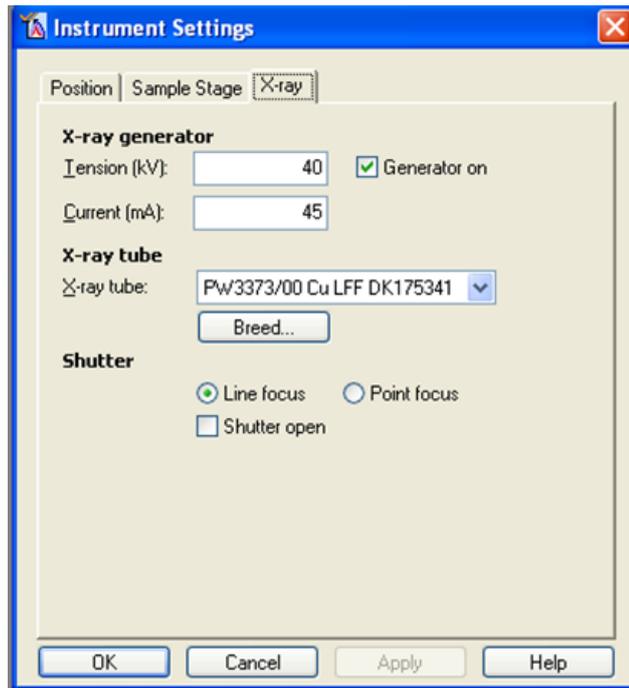
<p style="text-align: center;">MATERIAL SAFETY DATA SHEET THE CORTEC CORPORATION 4119 WHITE BEAR PARKWAY ST. PAUL, MINNESOTA 55110 PHONE: 651-429-1100 OR TOLL FREE 1-800-4-CORTEC FAX: 651-429-1122</p> <p>EMERGENCY PHONE NO.: CHEMTREC (FOR SPILL, LEAK, FIRE, EXPOSURE OR ACCIDENT): 1-800-424-9300 (DAY OR NIGHT) ***** RM-210 *****</p> <p>SECTION I - PRODUCT IDENTIFICATION PRODUCT NAME: RM-210 PRODUCT DESCRIPTION: Proprietary inhibitor.</p> <p>SECTION II - HAZARDOUS INGREDIENTS OF POWDER</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; text-align: center;"> <thead> <tr> <th rowspan="2">INGREDIENT NAME(S)</th> <th rowspan="2">WEIGHT PERCENT</th> <th colspan="2">OCCUPATIONAL EXPOSURE LIMITS</th> </tr> <tr> <th>TLV OR PEL</th> <th>ORAL LD-50</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>N.A.</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table> <p>Carcinogenic: OSHA = no NTP = no IARC = no</p> <p>SECTION III - PHYSICAL DATA COLOR: White to off white PHYSICAL FORM: powder ODOR: N.A. NON-VOLATILE (weight): 99.5-100% pH: 6.5-7.5 (1% water) VAPOR DENSITY: N.E. MELTING RANGE: 139°-150°C VAPOR PRESSURE: N.E. BOILING RANGE: N.E. EVAPORATION RATE: N.E. DENSITY: N.A.</p> <p>SECTION IV - FIRE AND EXPLOSION DATA HMIS FLAMMABILITY RATING: 1 FLASH POINT: N.E. FLAMMABLE LIMITS: LEL: N.E. UEL: N.E. EXTINGUISHING MEDIA: Use appropriate media for underlying cause of fire. UNUSUAL FIRE AND EXPLOSION HAZARDS: Not determined. SPECIAL FIRE FIGHTING PROCEDURES: Firefighters should wear self-contained breathing apparatus.</p> <p>SECTION V - HEALTH HAZARD DATA EMERGENCY AND FIRST AID PROCEDURES: Remove contaminated clothing and flush affected area with copious amounts of water. For eye contact, flush eyes with copious amounts of water and seek medical attention if irritation persists. MEDICAL CONDITIONS PRONE TO AGGRAVATION BY EXPOSURE: None known PRIMARY ROUTES OF ENTRY: Skin contact HEALTH HAZARDS (acute and chronic) / EFFECTS OF OVEREXPOSURE: 1. Eye contact with this product is mildly irritating. 2. Skin contact with this product may cause irritation. 3. Inhalation of product may be irritating to nasal and respiratory tract. 4. Ingestion - systemic toxicity is expected to be moderate.</p> <p>SECTION VI - REACTIVITY DATA STABILITY: Stable HAZARDOUS POLYMERIZATION: Will not occur. HAZARDOUS DECOMPOSITION PRODUCTS (Under fire conditions): Ammonia, carbon dioxide, carbon monoxide INCOMPATIBILITY: Not determined CONDITIONS TO AVOID: Not determined</p>	INGREDIENT NAME(S)	WEIGHT PERCENT	OCCUPATIONAL EXPOSURE LIMITS		TLV OR PEL	ORAL LD-50	N.A.				<p>SECTION VII - SPILL OR LEAK PROCEDURES STEPS TO BE TAKEN IN CASE MATERIAL IS RELEASED OR SPILLED: Carefully sweep up material, place onto appropriate containers and dispose of as described below. WASTE DISPOSAL: Take to a chemically secure land disposal site meeting RCRA requirements and permitted to receive this material.</p> <p>SECTION VIII - SAFE HANDLING AND USE INFORMATION RESPIRATORY PROTECTION: Use local ventilation to control dust at its source. Dust cartridge (as required). PROTECTIVE GLOVES: Butyl rubber gloves. EYE PROTECTION: Safety glasses or face shield. OTHER PROTECTIVE EQUIPMENT: None.</p> <p>SECTION IX - SPECIAL PRECAUTIONS AND STORAGE DATA PRECAUTIONS TO BE TAKEN IN HANDLING: Avoid excessive storage temperatures and direct sunlight.</p> <p>SECTION X - SHIPPING DATA DOT/IMDG/IATA SHIPPING NAME: N.A. UN/NA NUMBER: N.A. DOT/IMDG/IATA HAZARD CLASS.: N.A. T.S.C.A. STATUS: Listed DOT/IMDG/IATA REQUIRED LABELS: N.A. TECHNICAL SHIPPING NAME: N.A.</p> <p>PREPARED BY: Margarita Kharshan, R&D Manager APPROVED BY: Christophe Chandler, Lab Director DATE PREPARED: 11/06/07 SUPERSEDES: 8/31/00</p> <p>DISCLAIMER: This information is furnished without warranty, expressed or implied, except that it is accurate to the best knowledge of the Cortec Corporation. This data on this sheet relates only to the specific material designated herein. The Cortec Corporation assumes no legal responsibility for use or reliance upon this data.</p> <p>N.E. = NOT ESTABLISHED N.A. = NOT APPLICABLE</p>
INGREDIENT NAME(S)			WEIGHT PERCENT	OCCUPATIONAL EXPOSURE LIMITS							
	TLV OR PEL	ORAL LD-50									
N.A.											

APÉNDICE F
SOFTWARE XPERT DATA COLLECTOR
ENSAYO XRD









Start

Program
 Name:
 Type:
 Description:

File
 Name:
 Folder:
 Comment:

Sample
 ID:
 Name:
 Prepared by:

Position
Diffractometer
 2Theta (°): Phi (°): X (mm):
 Offset (°): Psi (°): Y (mm):
 Omega (°): Z (mm):

Reflection
 Unit cell: h k l:

OK Cancel Help

Select Filename

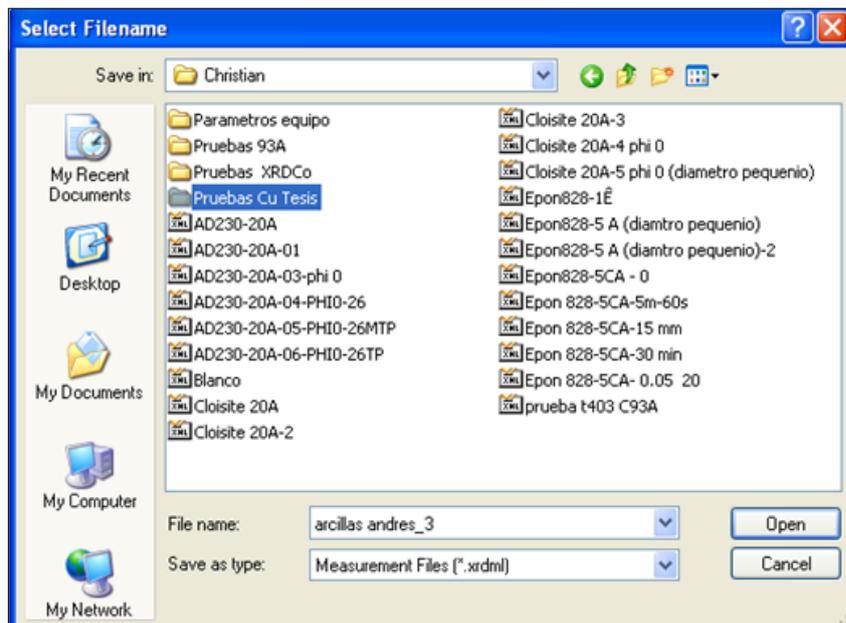
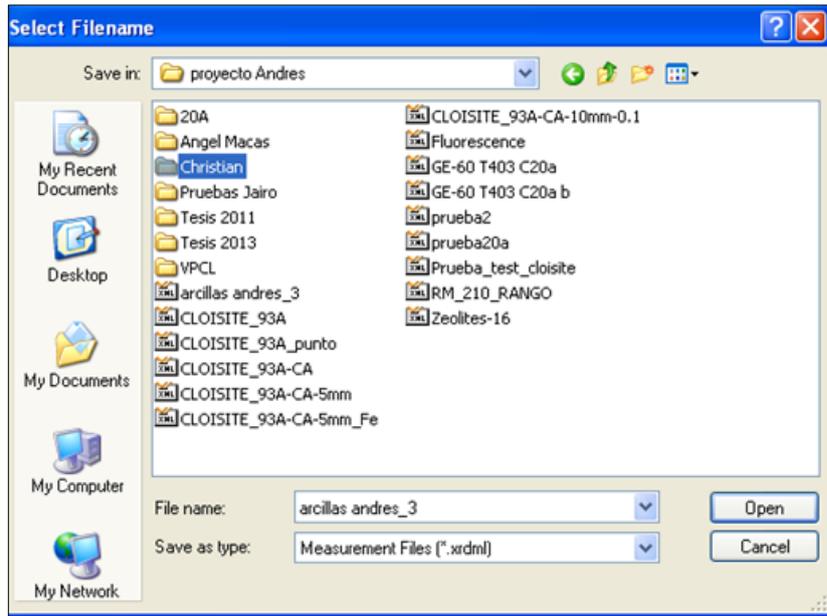
Save in:

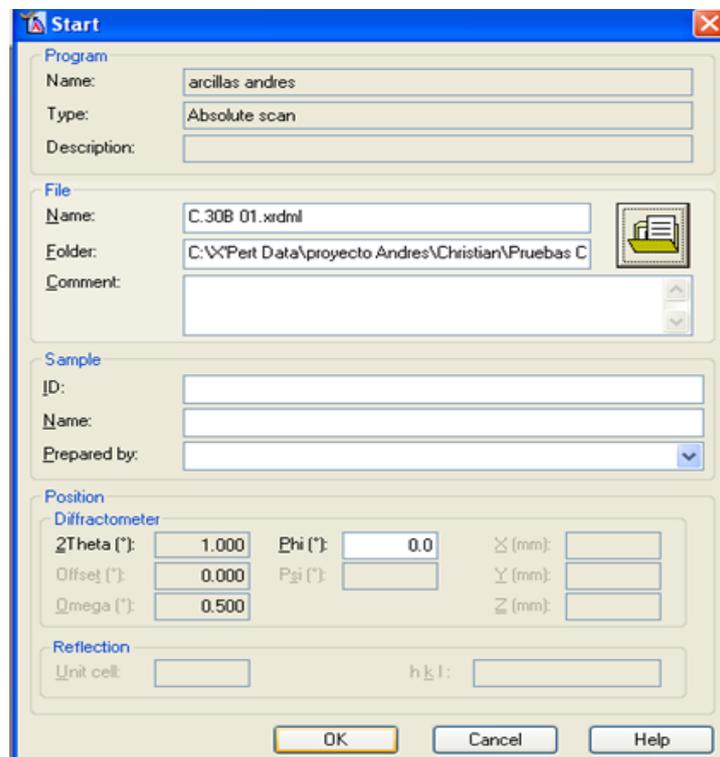
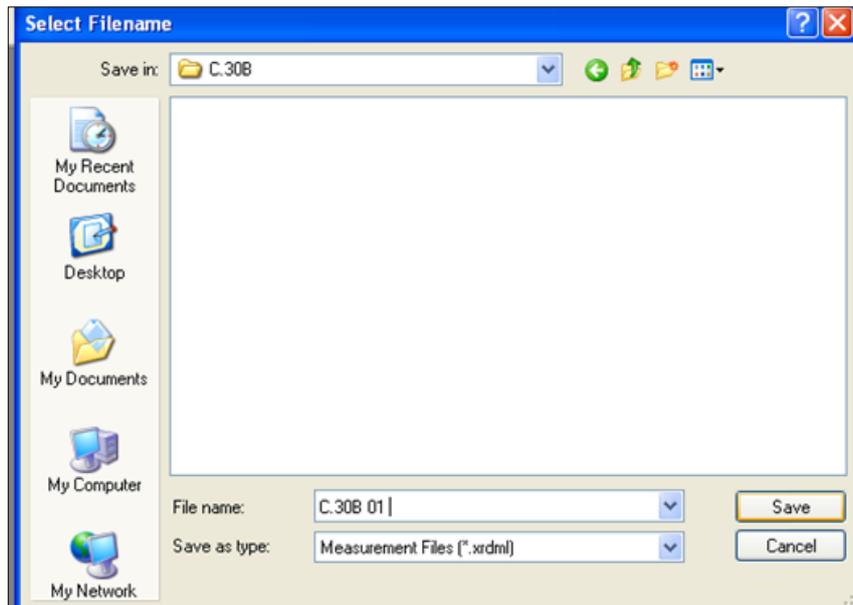
My Recent Documents
 Desktop
 My Documents
 My Computer
 My Network

adriano_tesis
 Alejandro Martiz
 Allauca
 Analisis en brabender
 Andrea y Roberto
 ARCILLA EPN
 ATesis VY
 CIDNA
 CIF's
 DENNIS
 Ensayos LEMAT
 geopolimero
 grupos
 Javier Bermudez
 JJH
 Jose&Jose
 LEMAT
 Mauricio
 NC Luis
 Neta
 proyecto Andres
 Report
 RODRIG
 RPB
 Tesis
 Tesis Andres

File name: Open
 Save as type: Cancel

Size: 31.7 MB
 Folders: 20A, Angel Macas, Christia
 Files: 10-1260q.RTF, arcillas andres

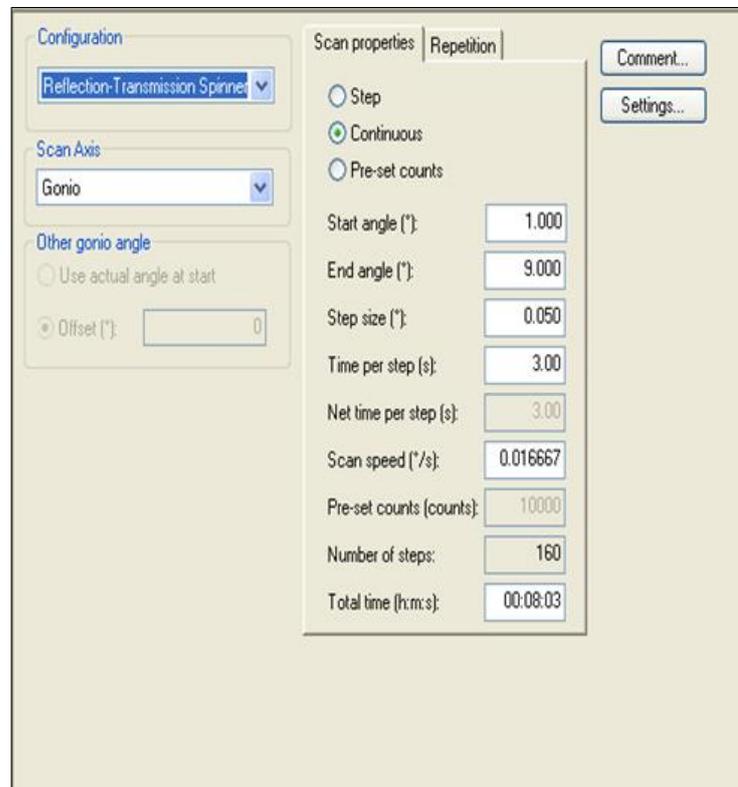
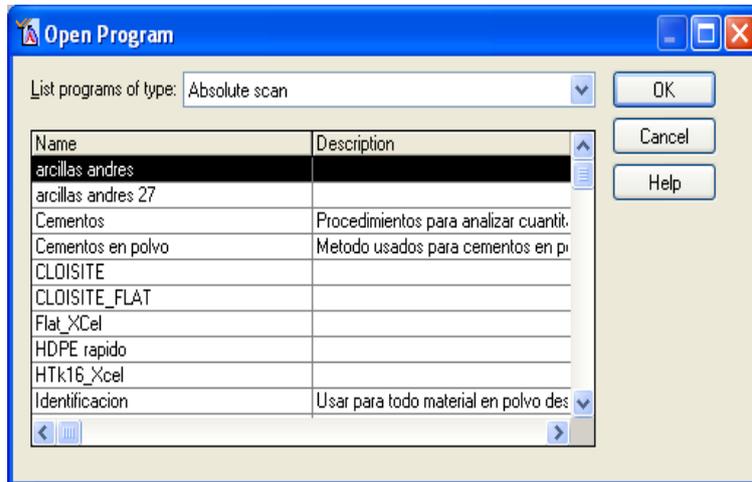




APÉNDICE G

SOFTWARE XPERT DATA COLLECTOR

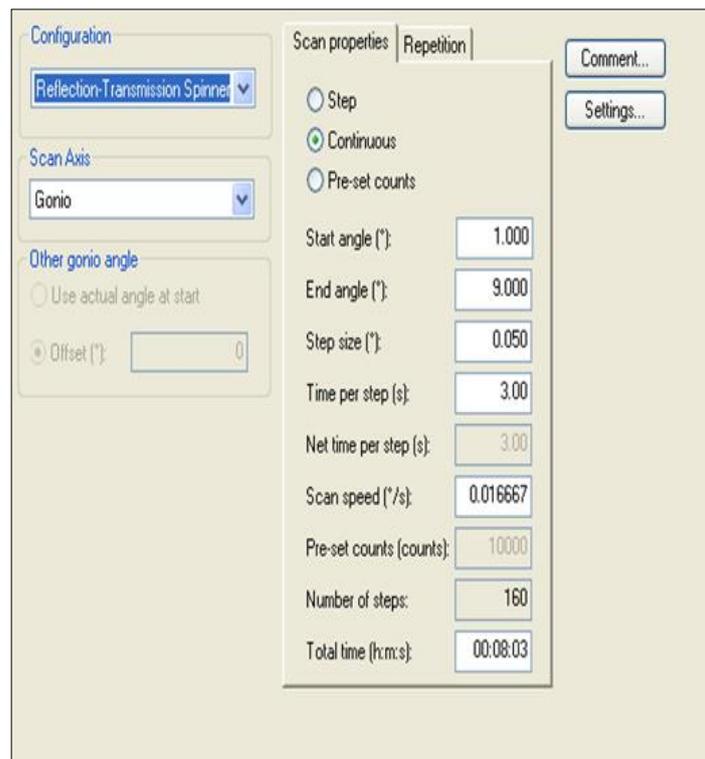
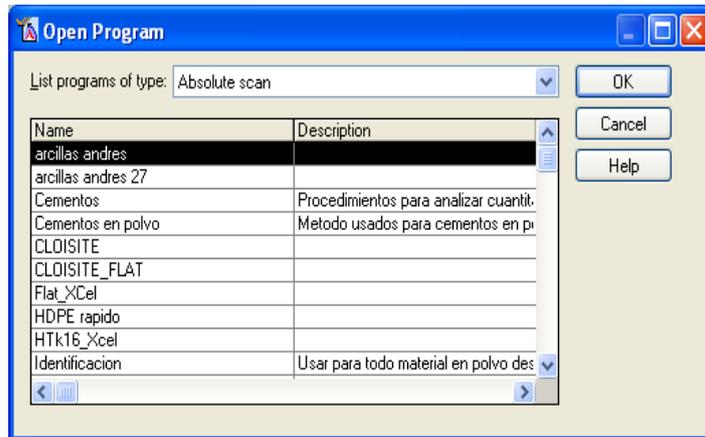
ENSAYO XRD OPTIMIZADO

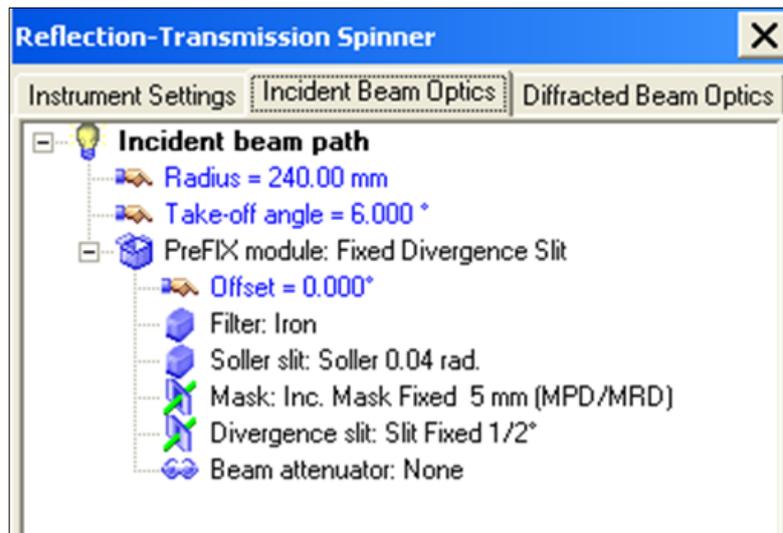
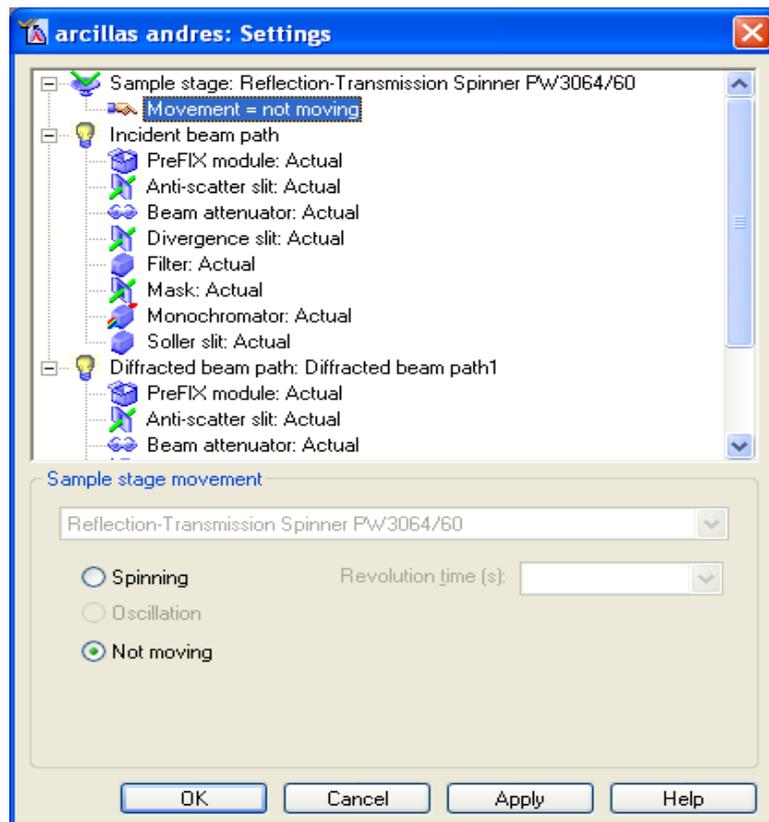


APÉNDICE H

SOFTWARE XPERT DATA COLLECTOR

ENSAYO XRD OPTIMIZADO FINAL



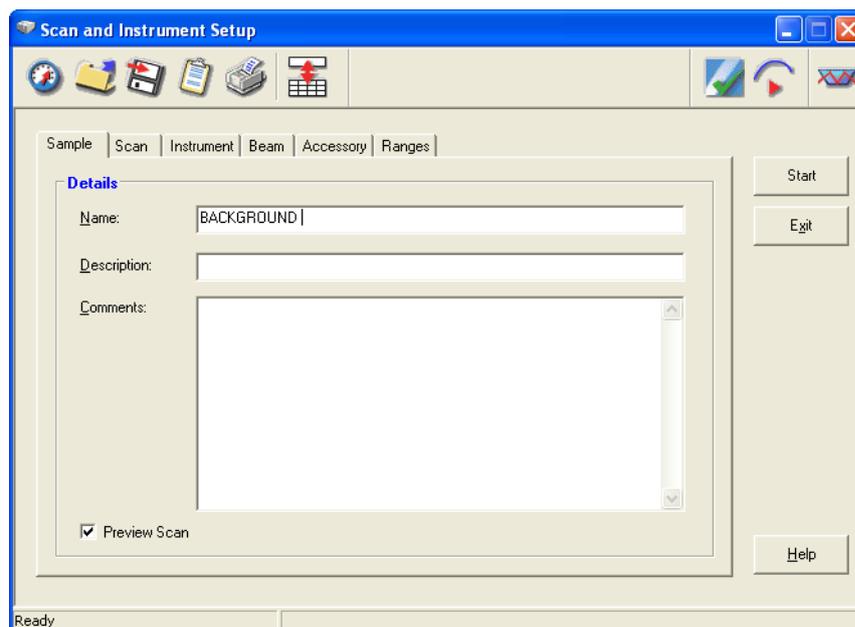
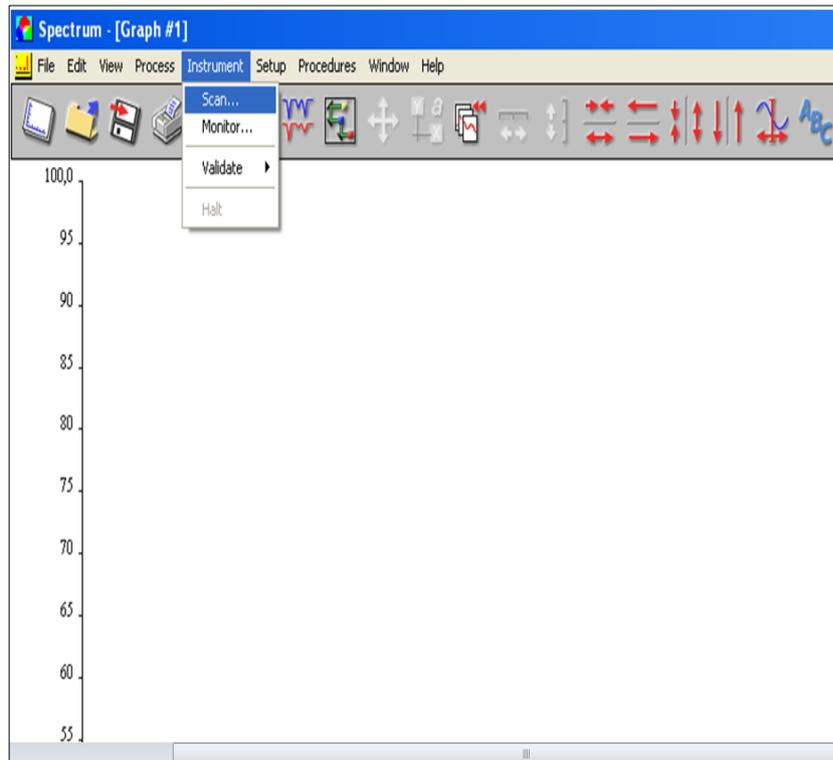


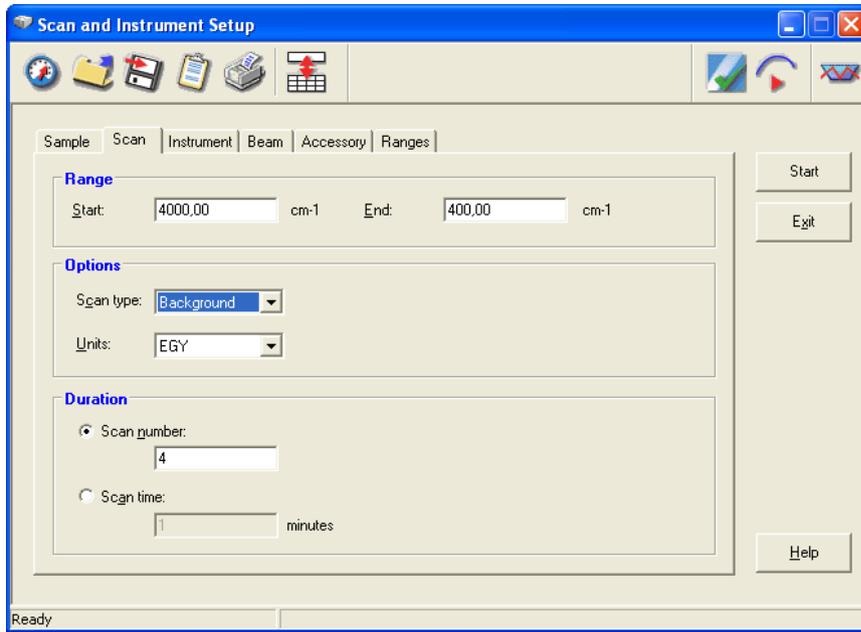
 **Diffracted beam path1** Optic number = 1 Radius = 240.00 mm Actual radius = 240.00 mm Offset = 0.000° Used wavelength = K-Alpha (= 1.5418740 Å)  PreFIX module: Programmable Receiving Slit Offset = 0.000° Soller slit: Soller 0.04 rad. Monochromator: Diffr. Beam Curved 1x graphite for C  Receiving slit: Prog. Rec. Slit Height = 0.10 mm Anti-scatter slit: Slit Fixed 1/4° Filter: None Beam attenuator: None Mask: None  Detector: PW3011/20 (Miniprop. large window)[1] PHD lower level = 35.0% PHD upper level = 80.0% Factory PHD lower level = 20.0% Factory PHD upper level = 80.0%

APÉNDICE I

SOFTWARE SPECTRUM MULTIMEDIA

ENSAYO FTIR BACKGROUND

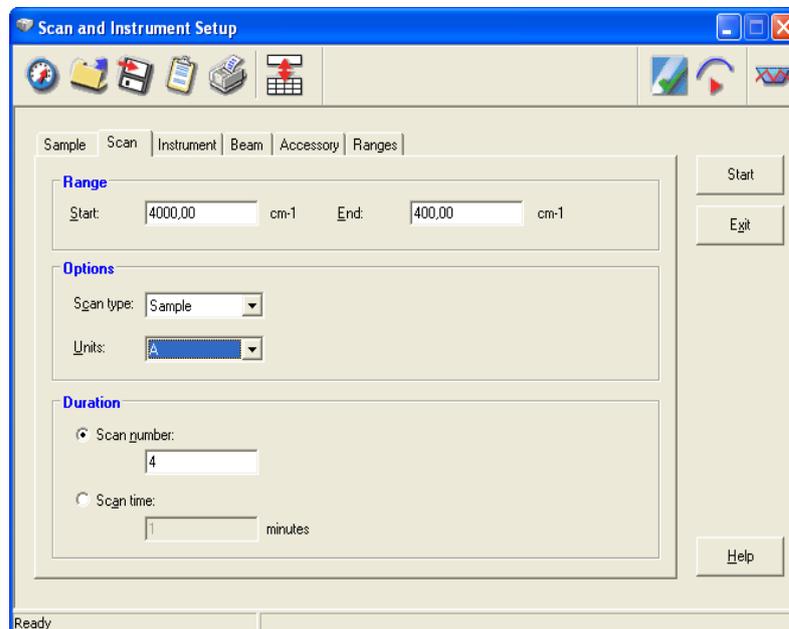
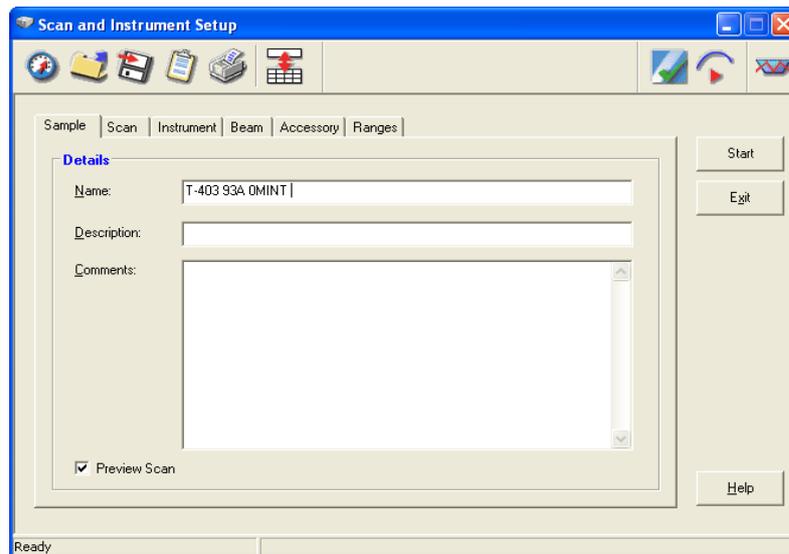




APÉNDICE J

SOFTWARE SPECTRUM MULTIMEDIA

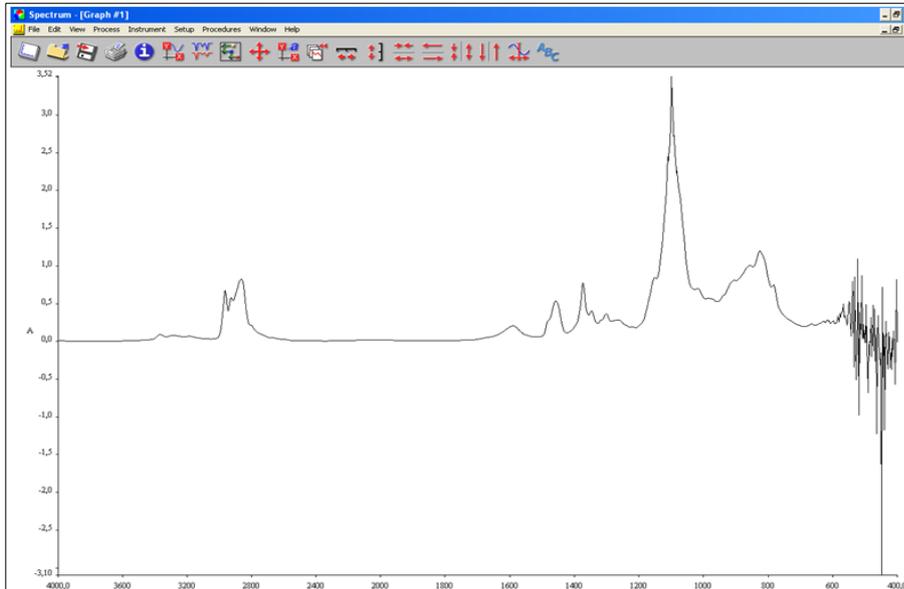
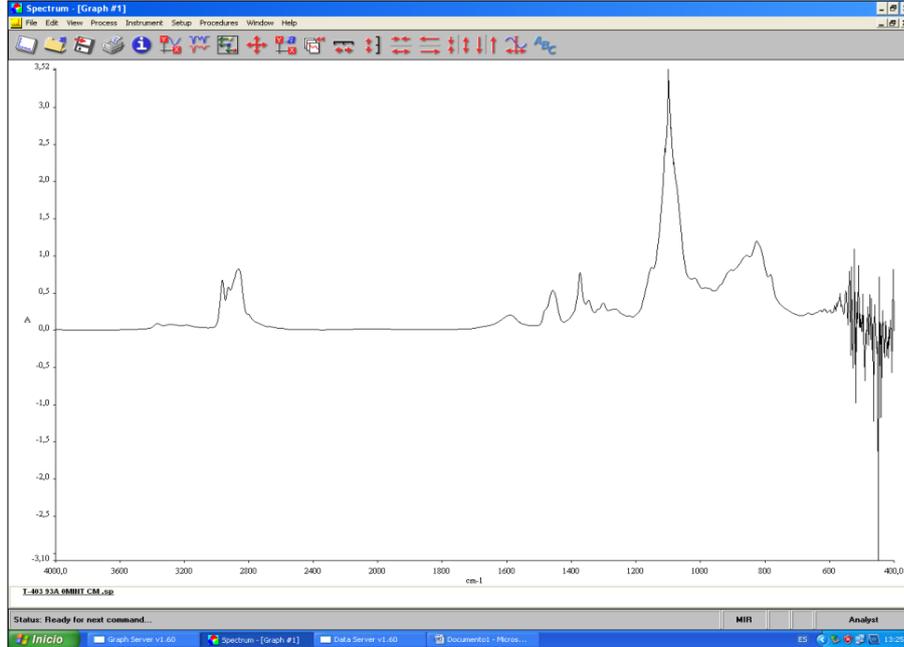
ENSAYO FTIR SAMPLE

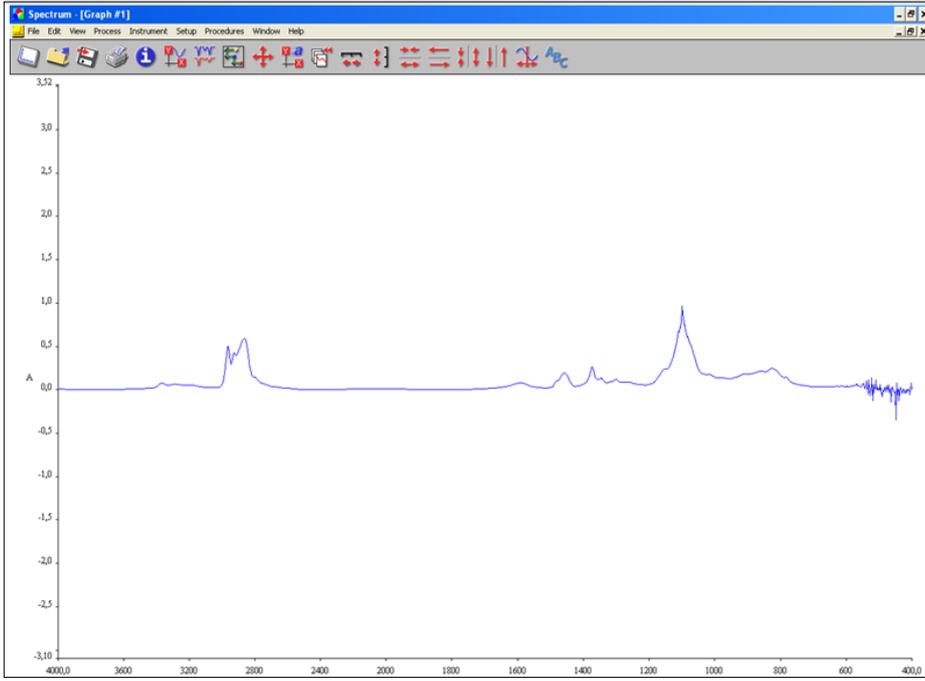
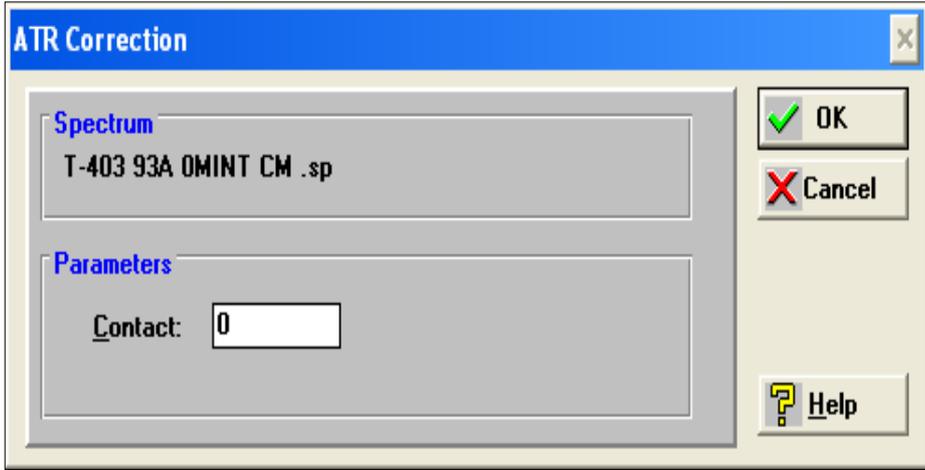


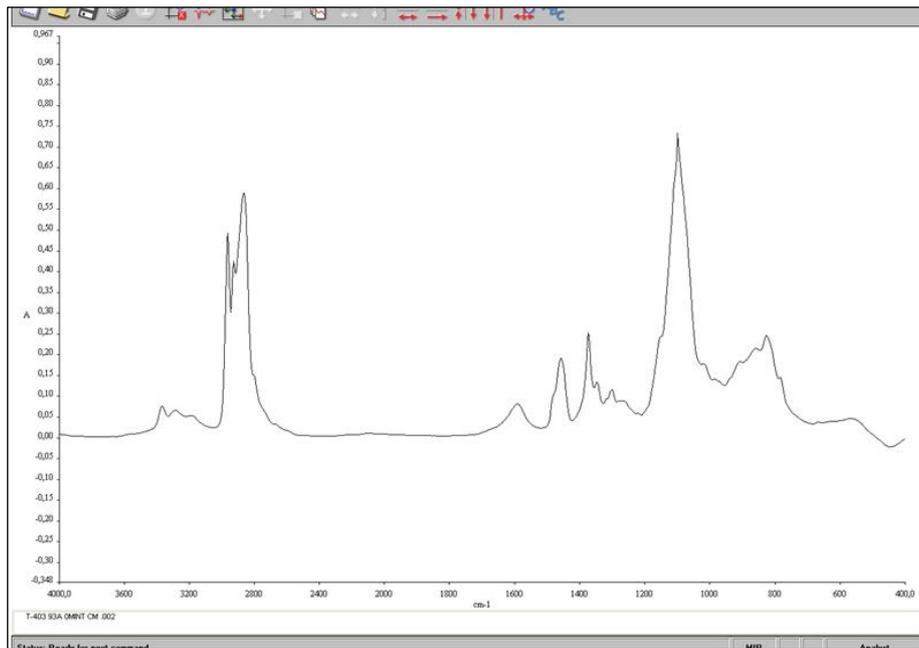
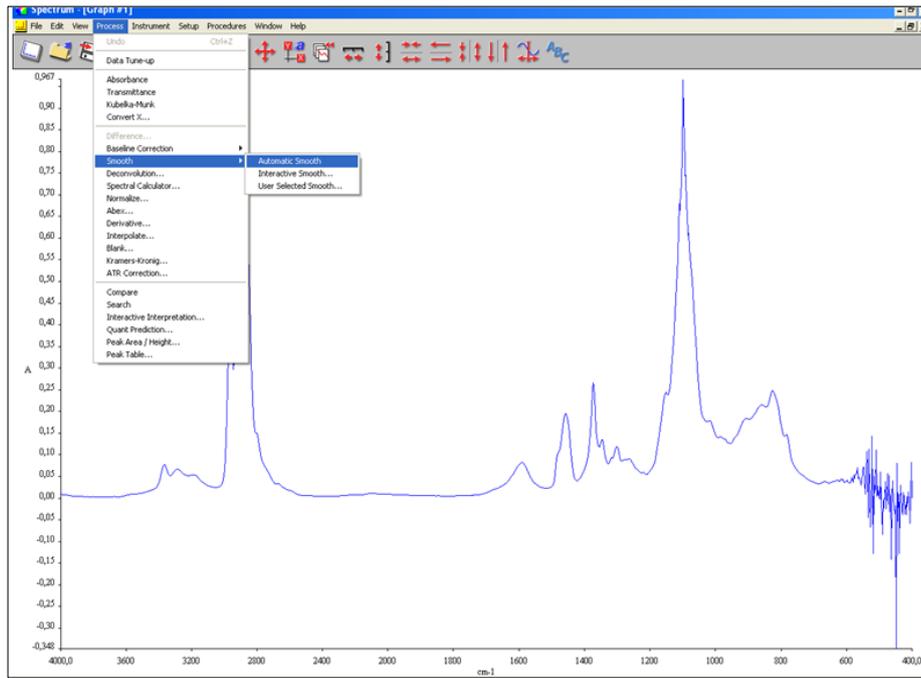
APÉNDICE K

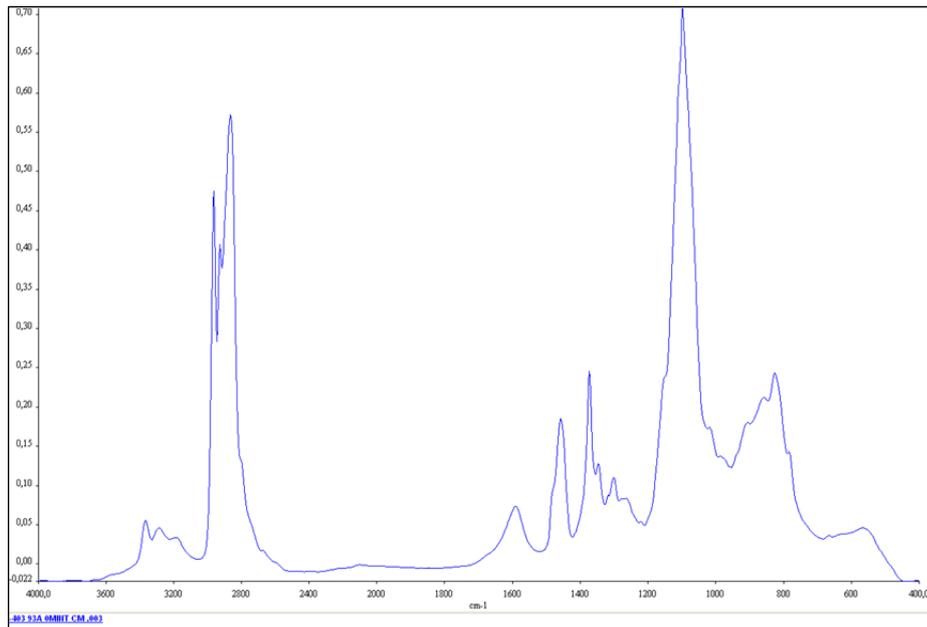
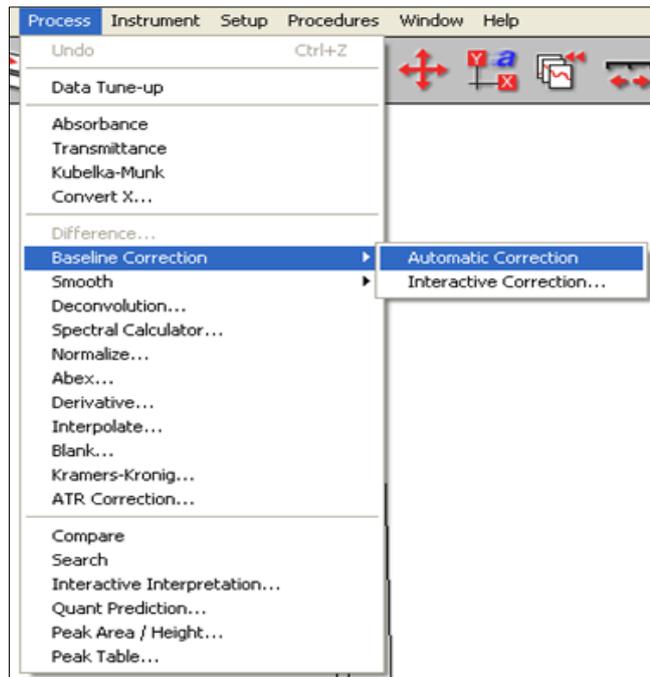
SOFTWARE SPECTRUM MULTIMEDIA

ENSAYO FTIR CORRECTION









Normalize [X]

Spectrum
T-403 93A 0MINT CM .003

Parameters

Peak / Abscissa

Ordinate Limit A

Start cm-1

End cm-1

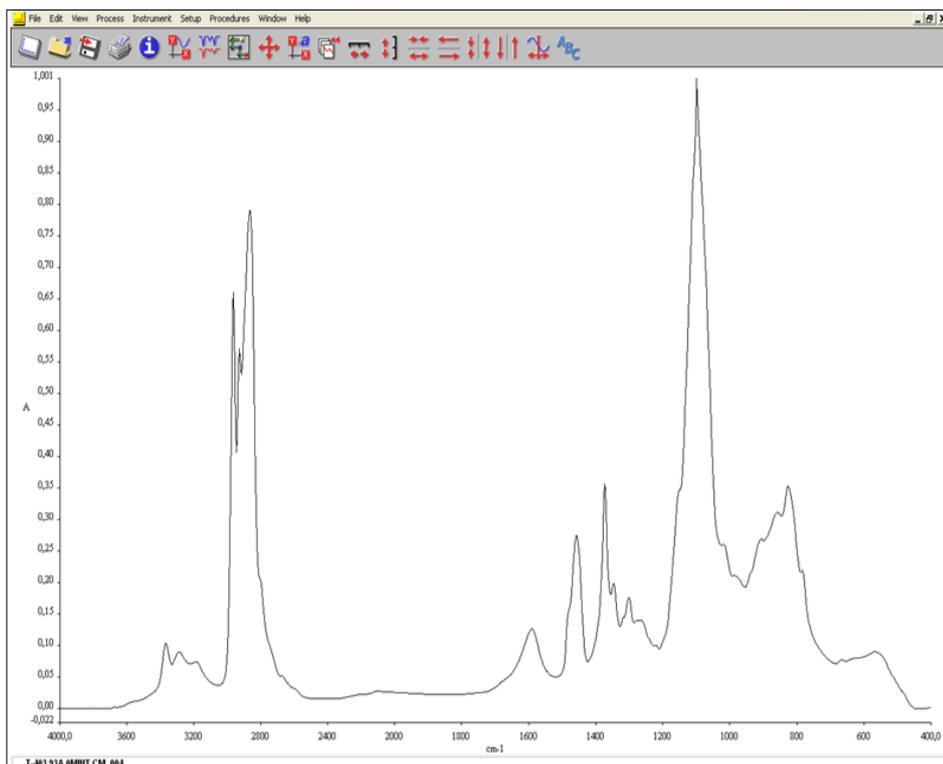
Zero Point

Off

Auto Zero

Manual Zero

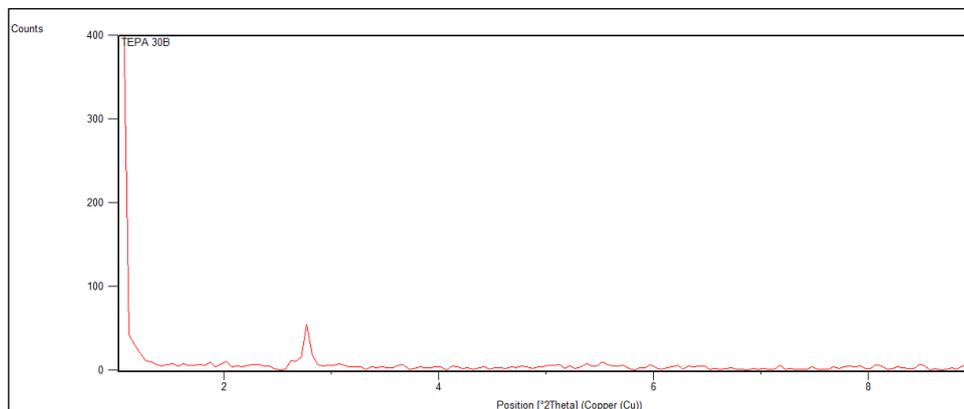
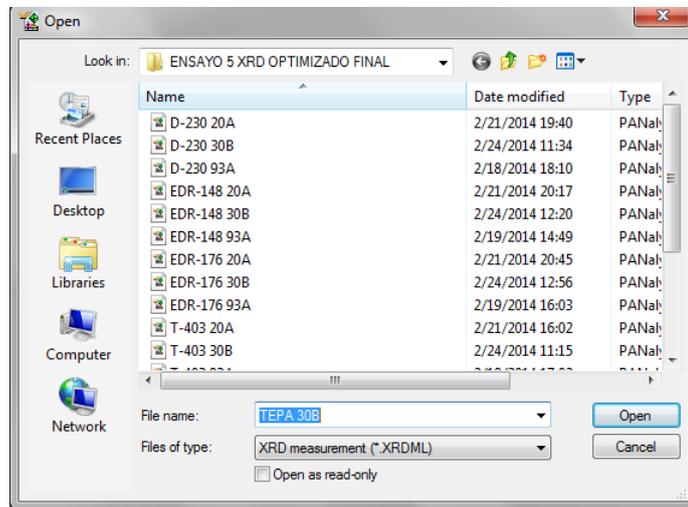
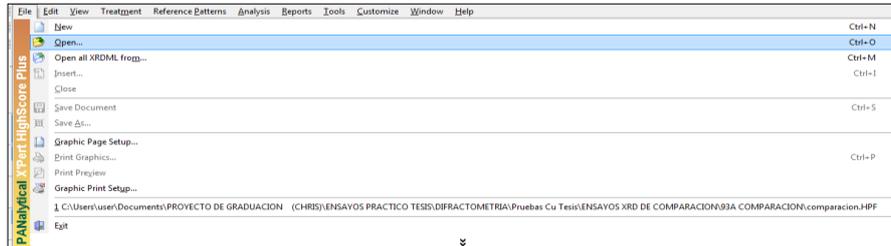
cm-1



APÉNDICE L

SOFTWARE XPERT HIGHSCORE PLUS

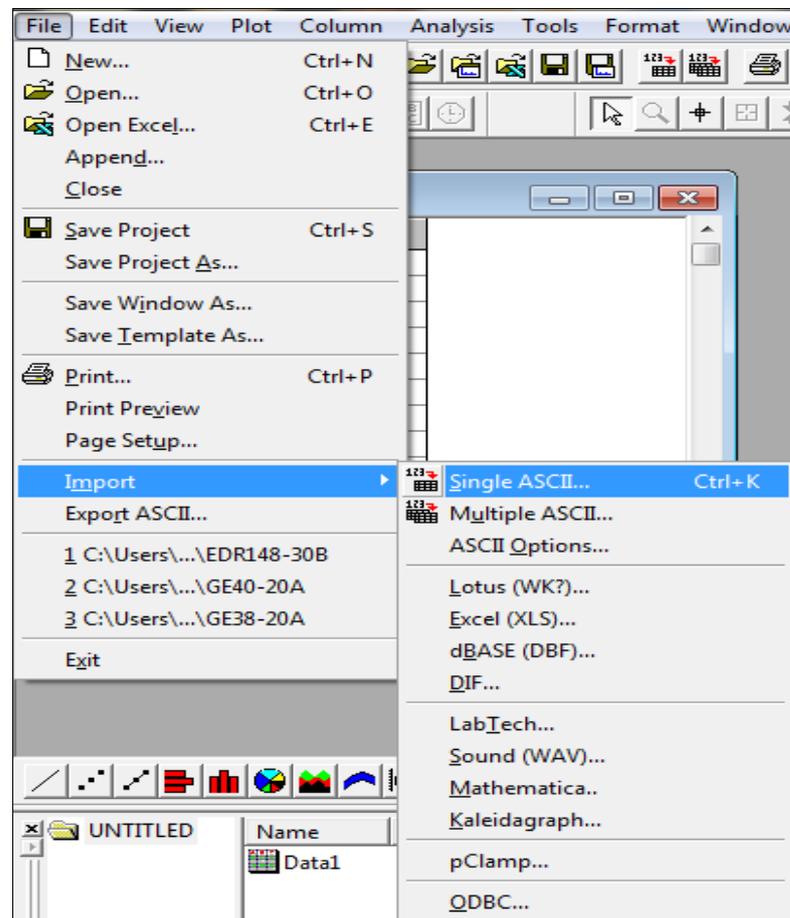
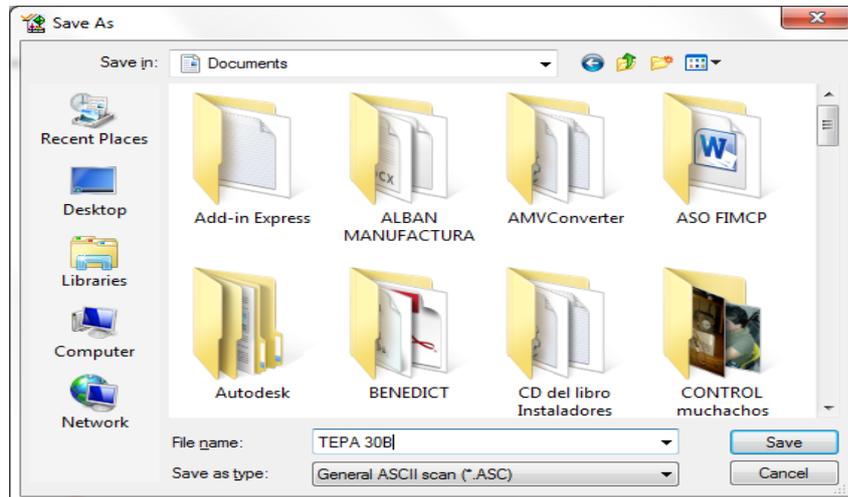
VISUALIZAR ENSAYO XRD

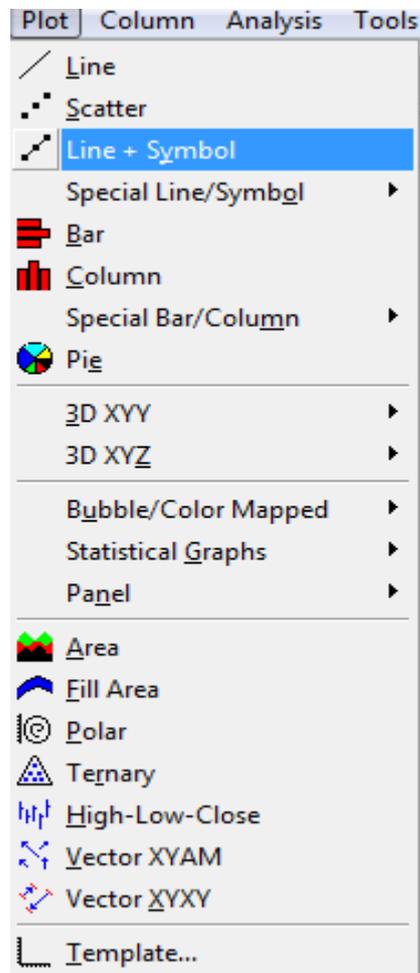
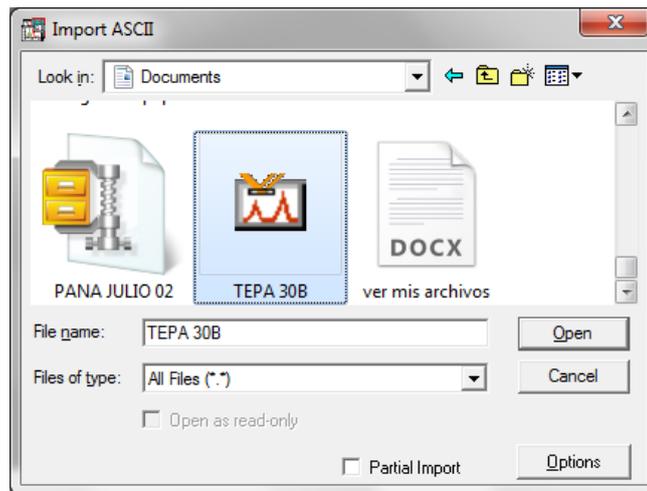


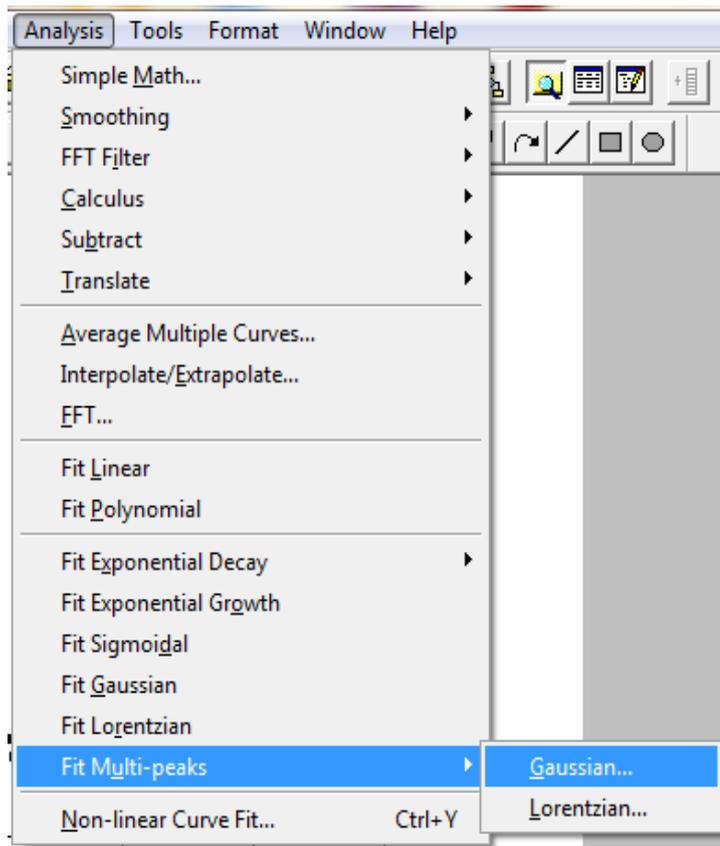
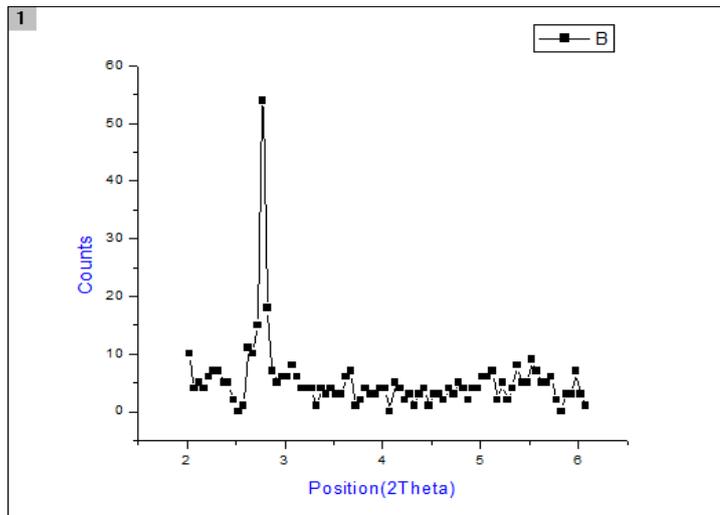
APÉNDICE M

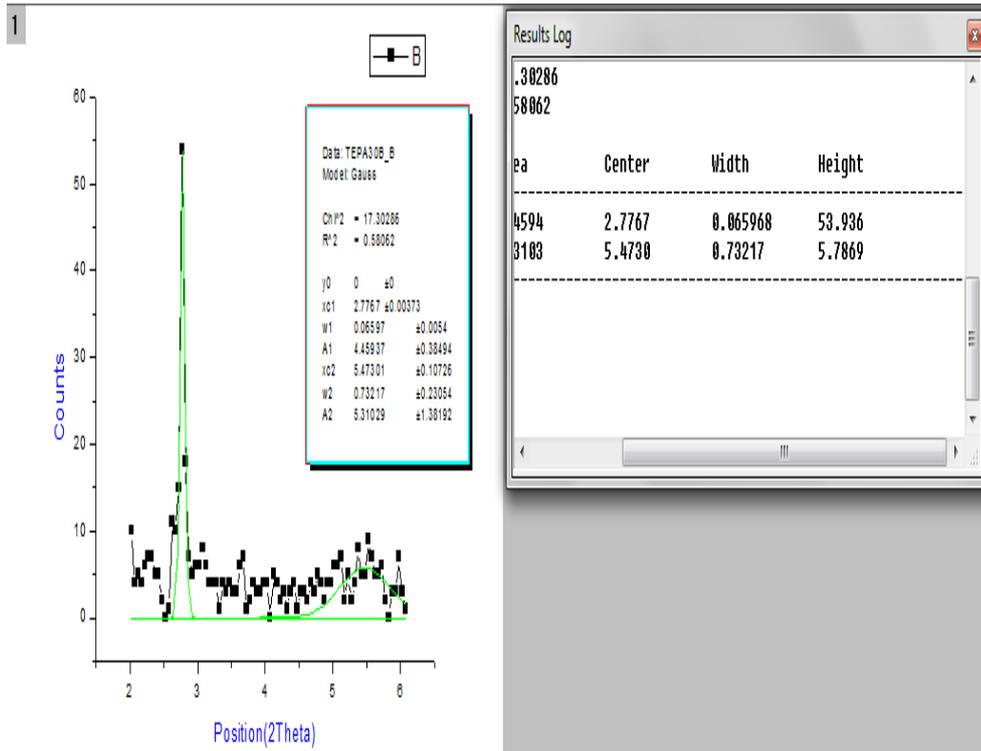
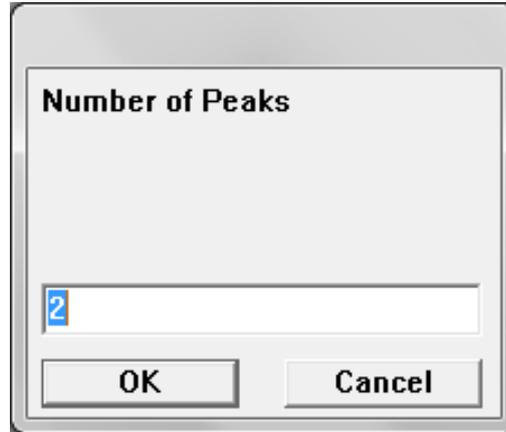
SOFTWARE ORIGIN

ENSAYO XRD ANÁLISIS MÁS DETALLADO





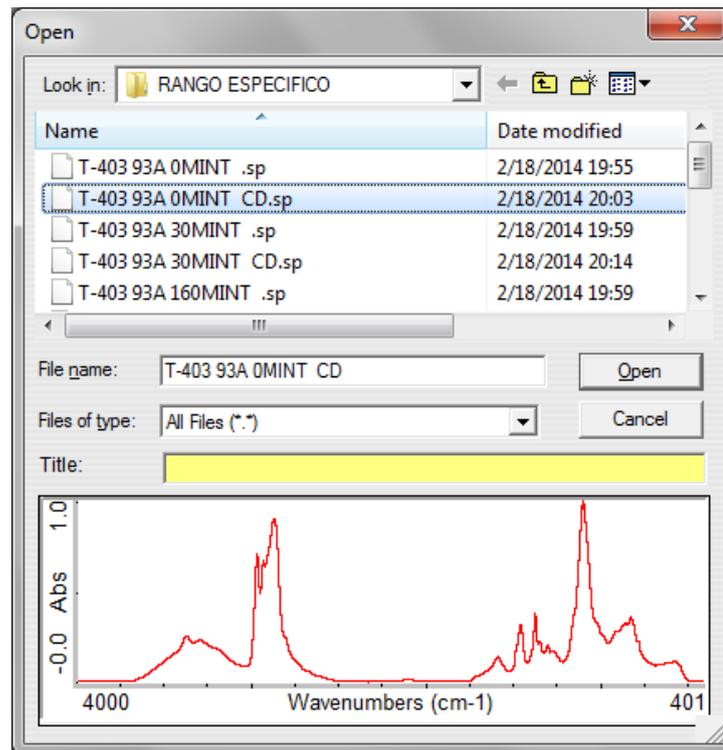
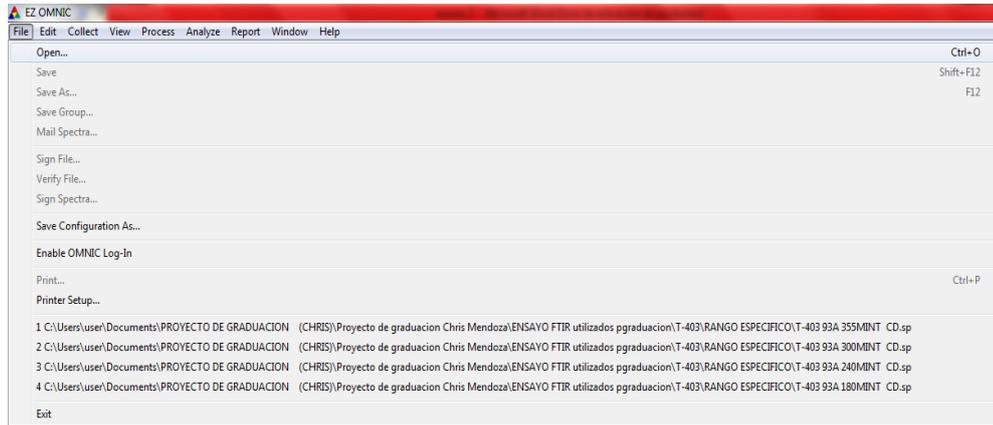


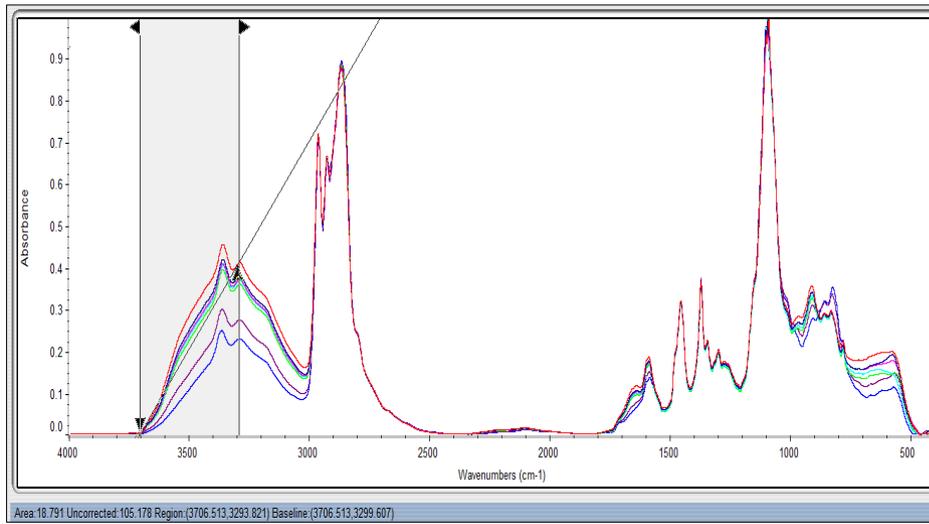
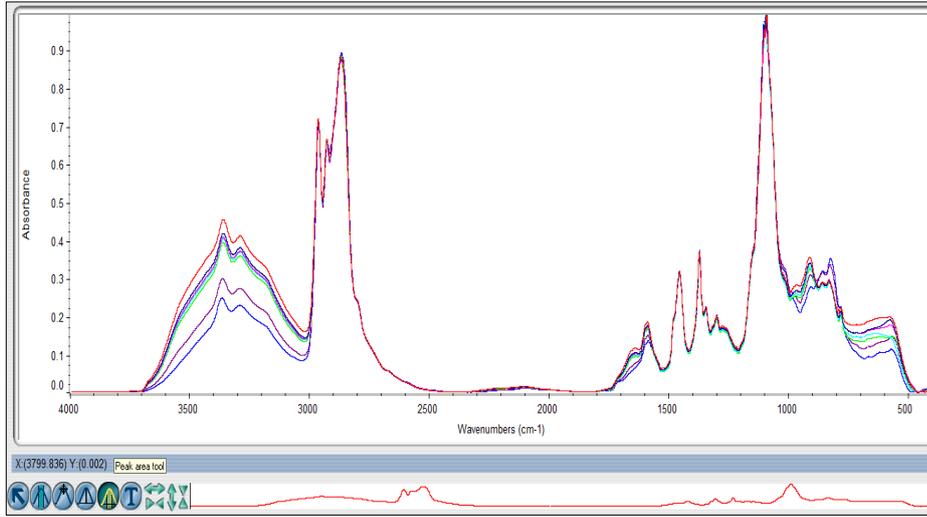


APÉNDICE N

SOFTWARE OMNIC

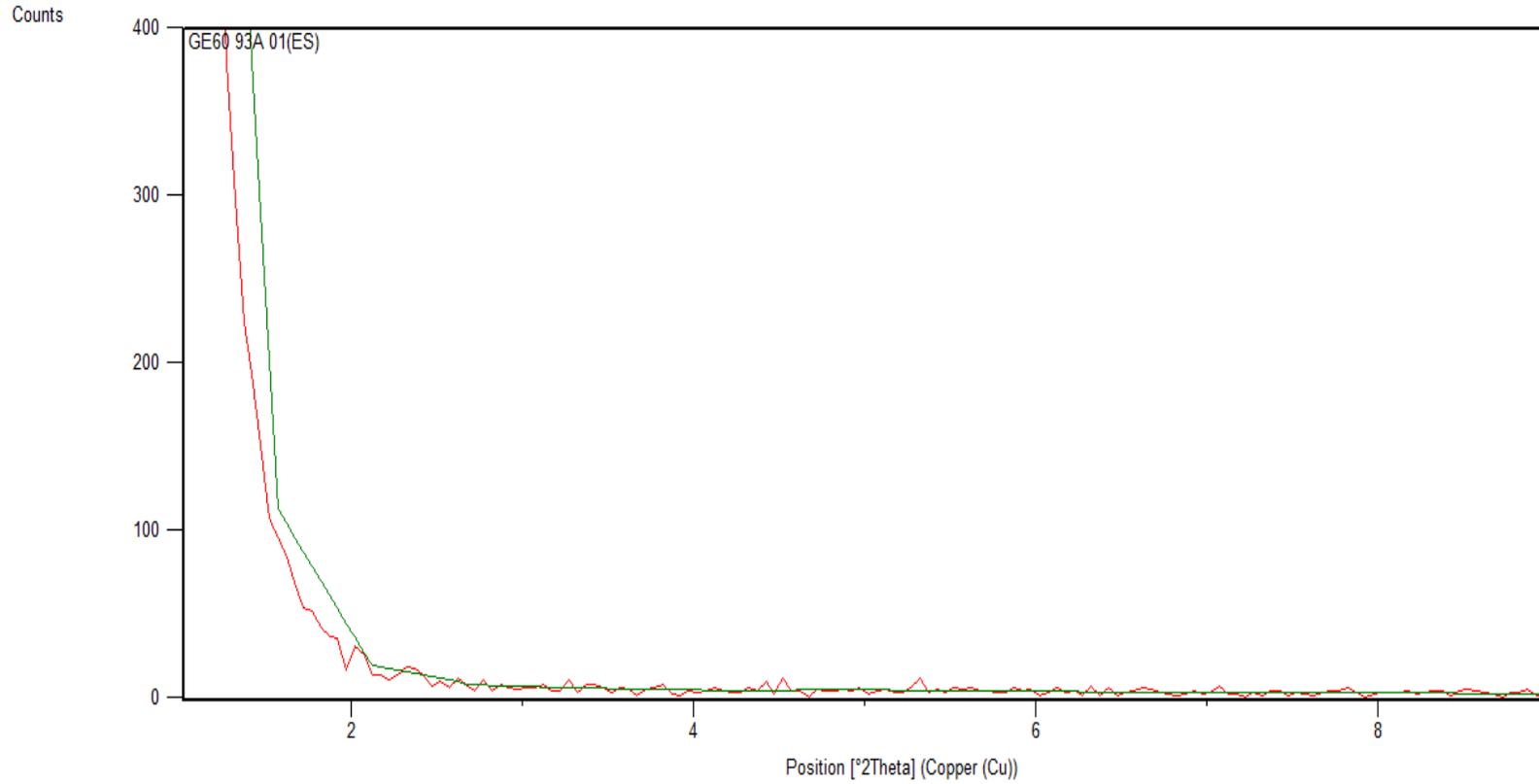
ENSAYO FTIR ANÁLISIS MÁS DETALLADO

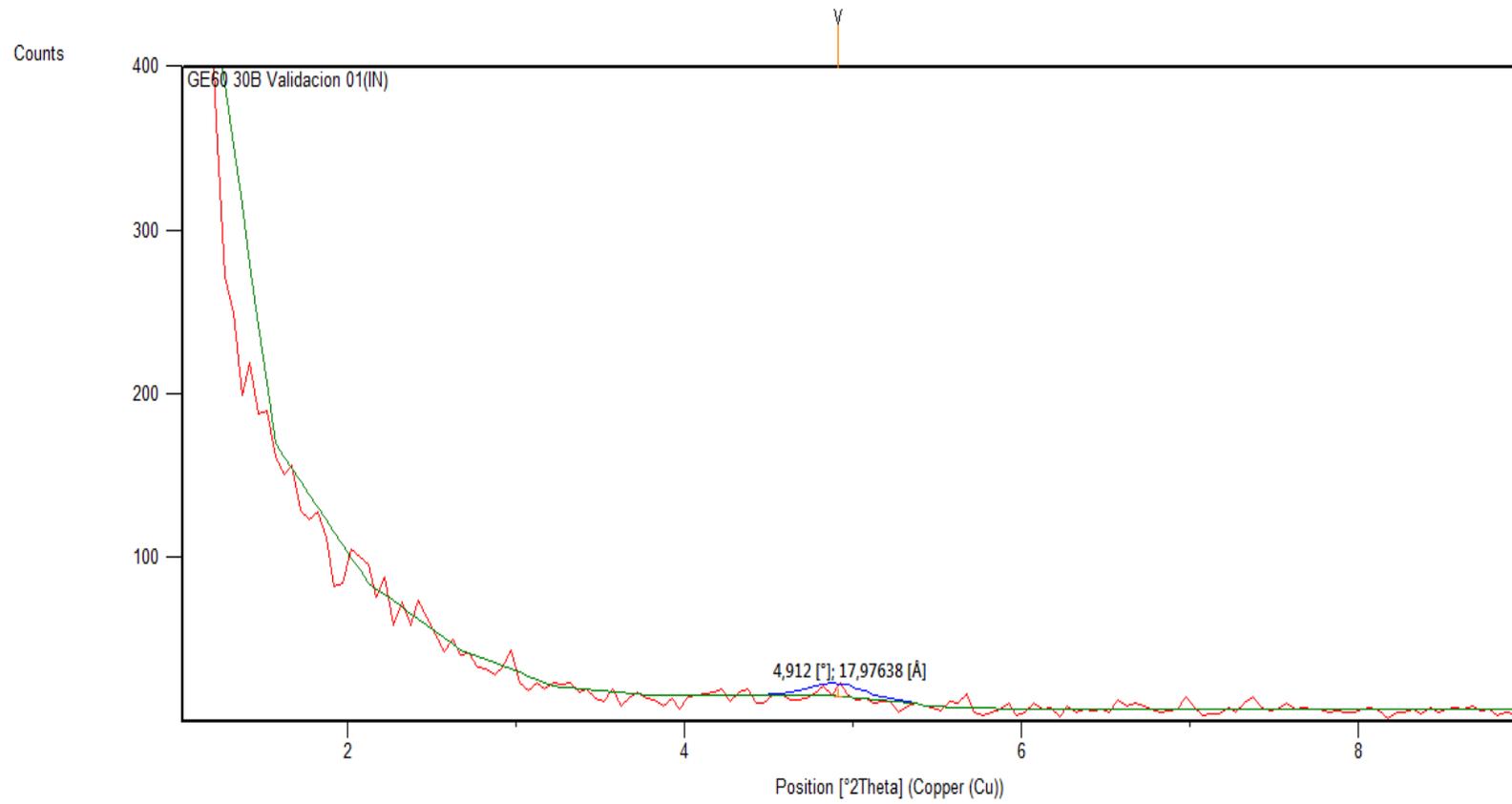


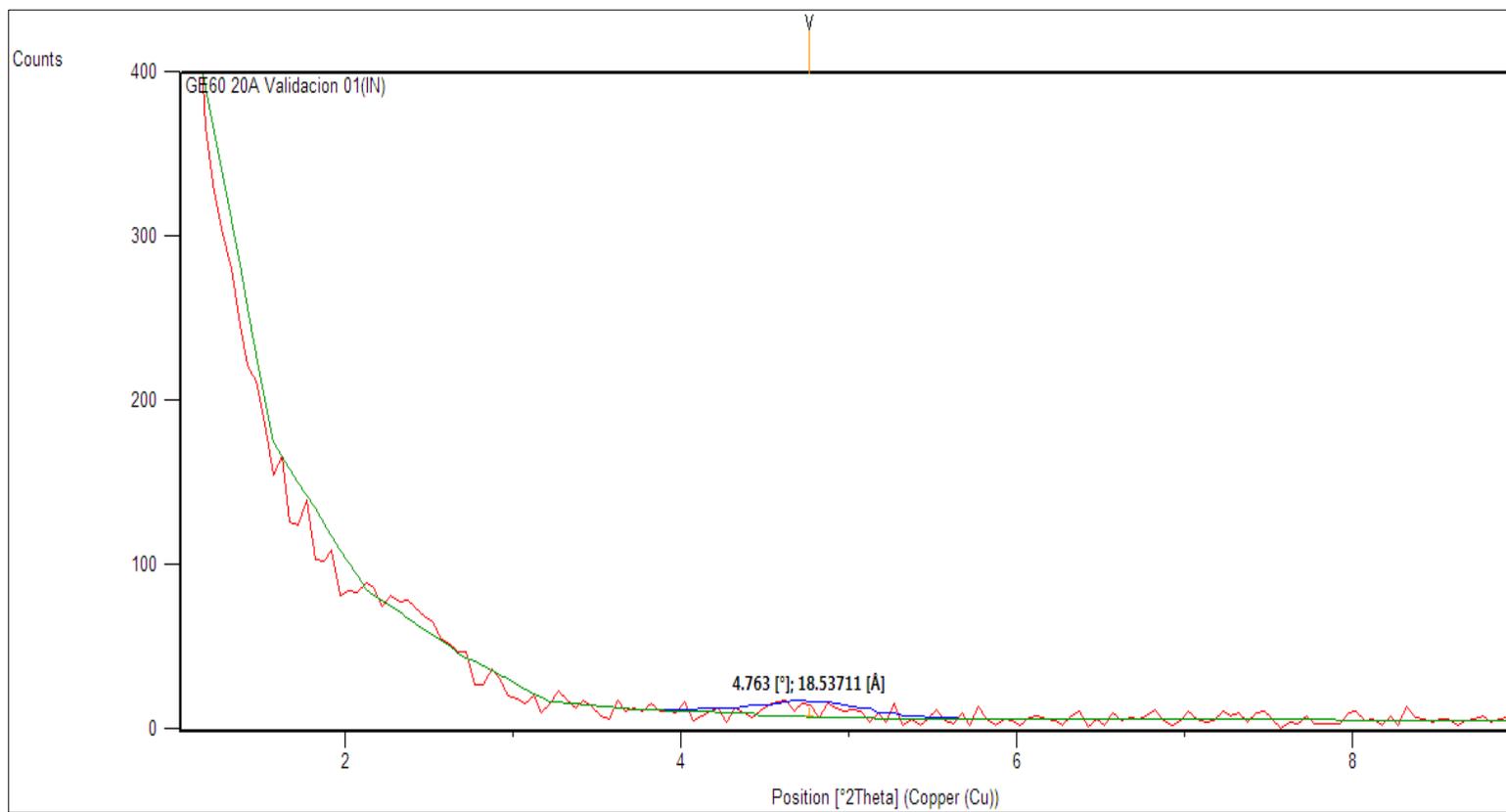


APÉNDICE Ñ

ENSAYO 3 XRD GE-60/93A, GE-60/30B y GE-60/20A

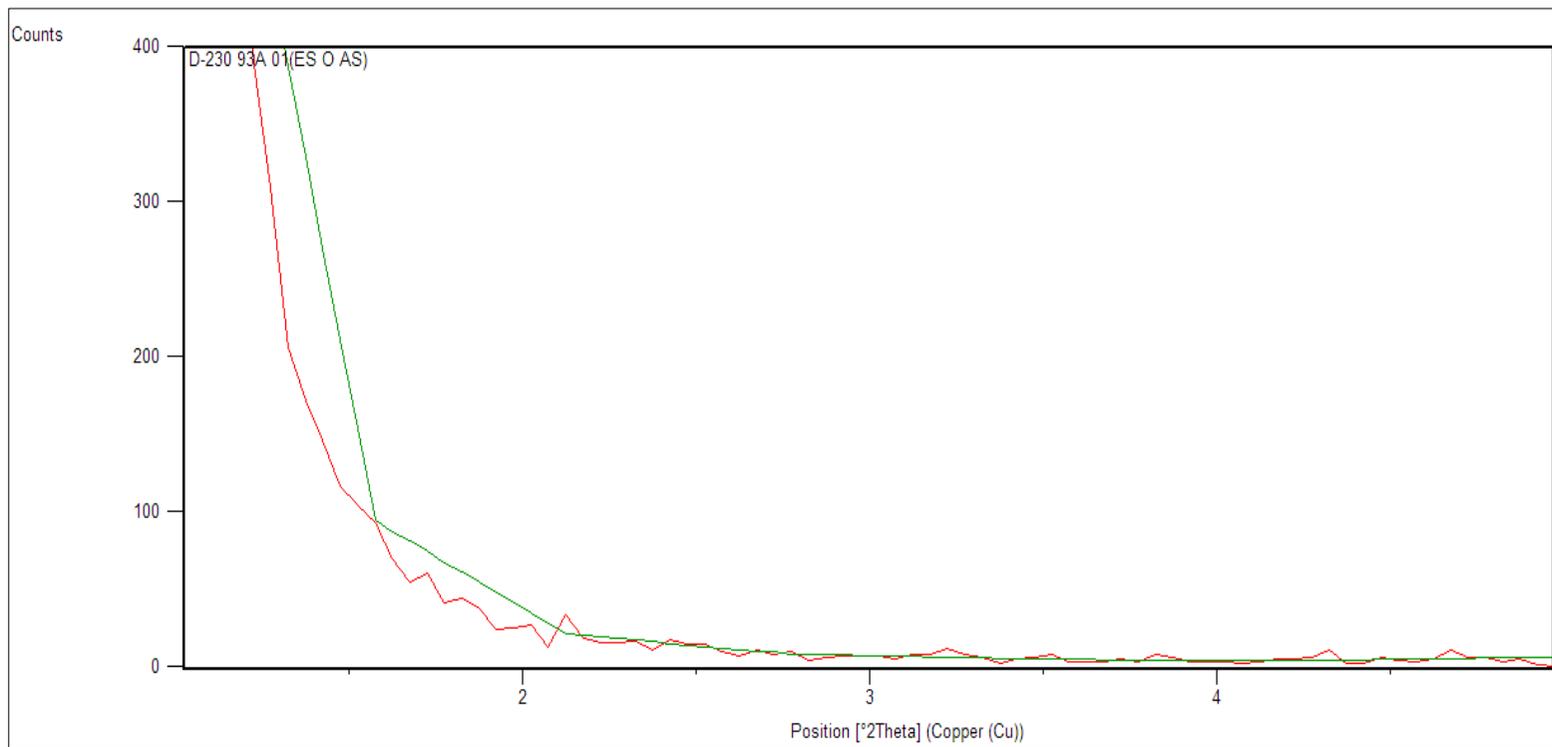


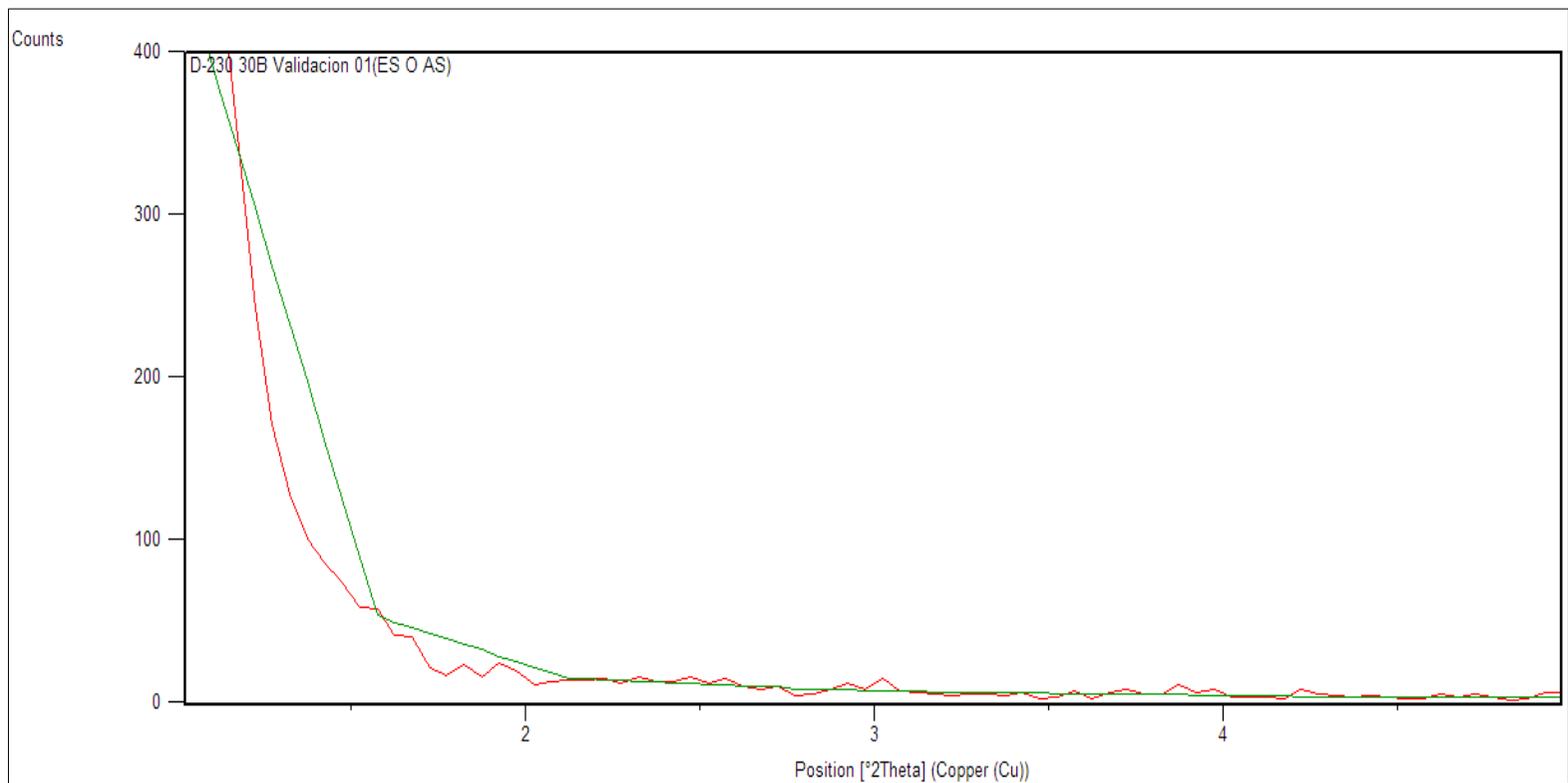


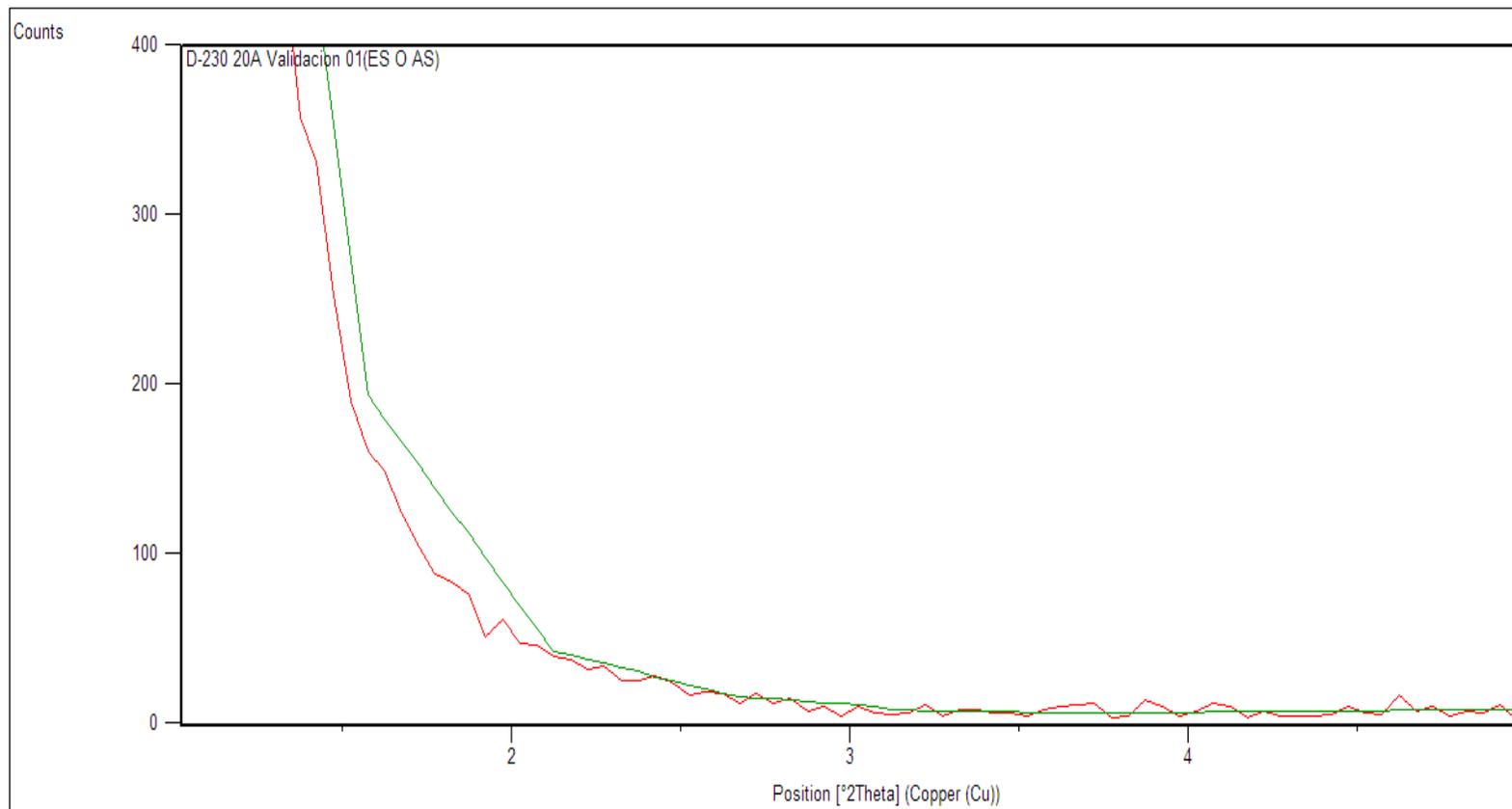


APÉNDICE O

ENSAYO 4 XRD D-230/ 93A, D-230/30B y D-230/20A

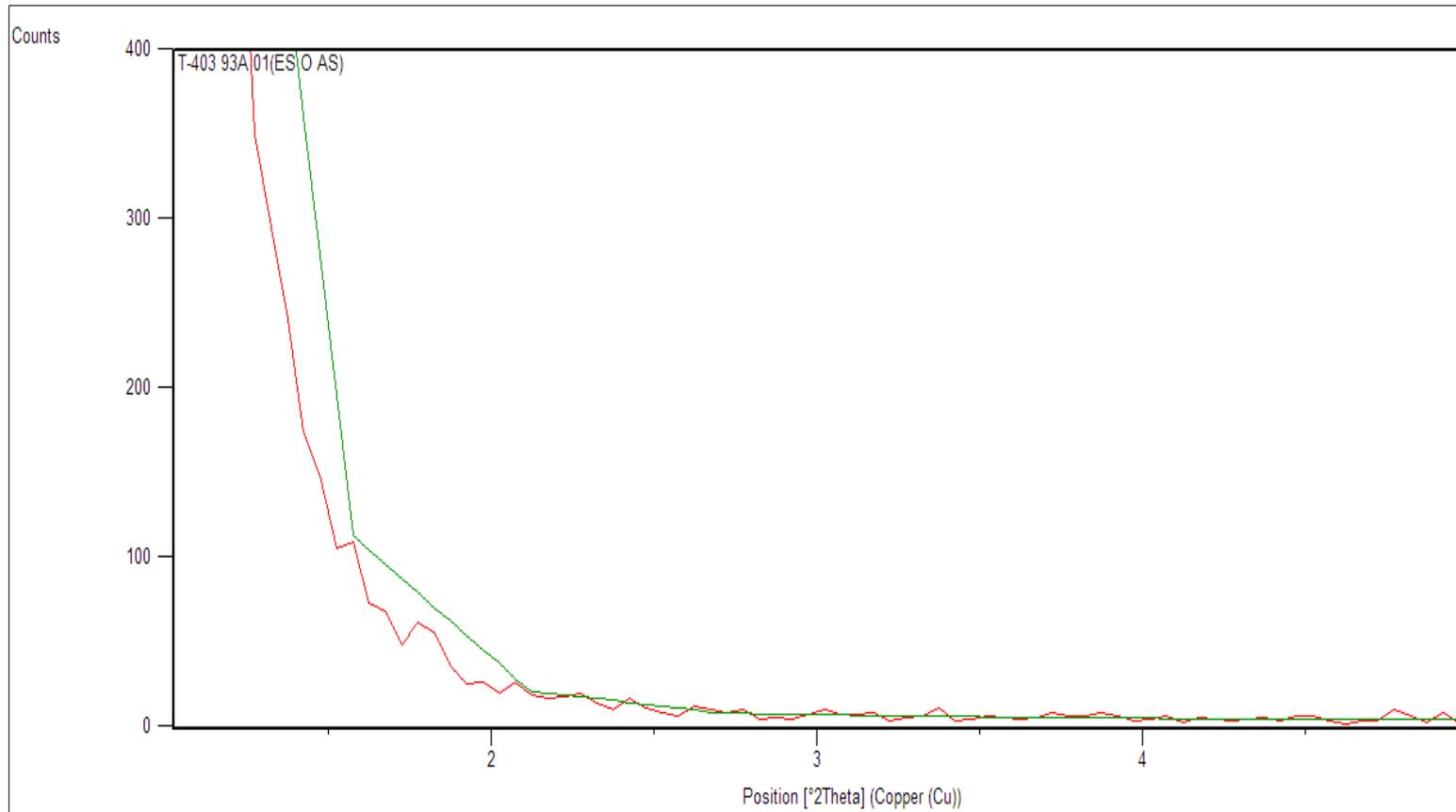


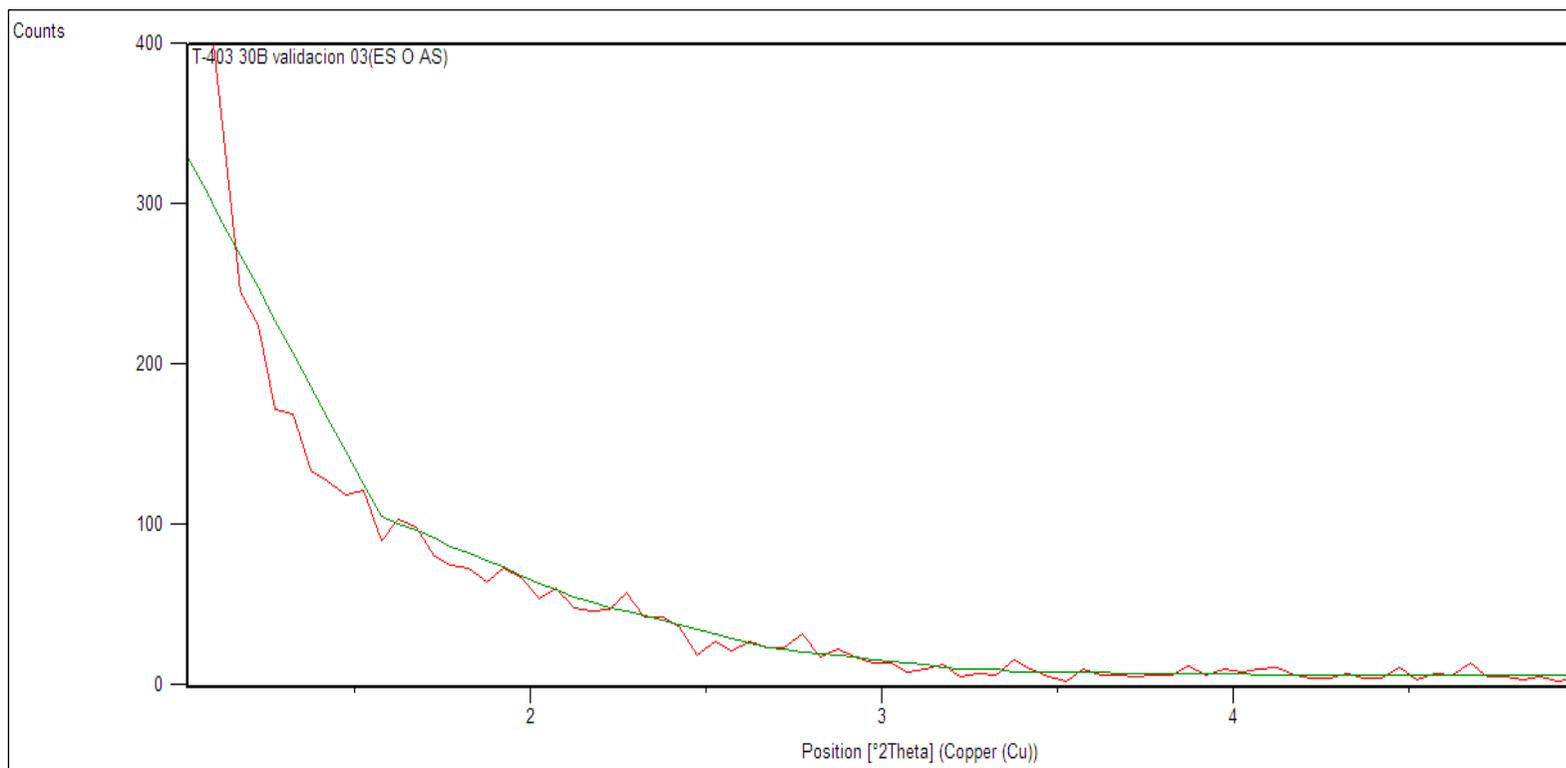


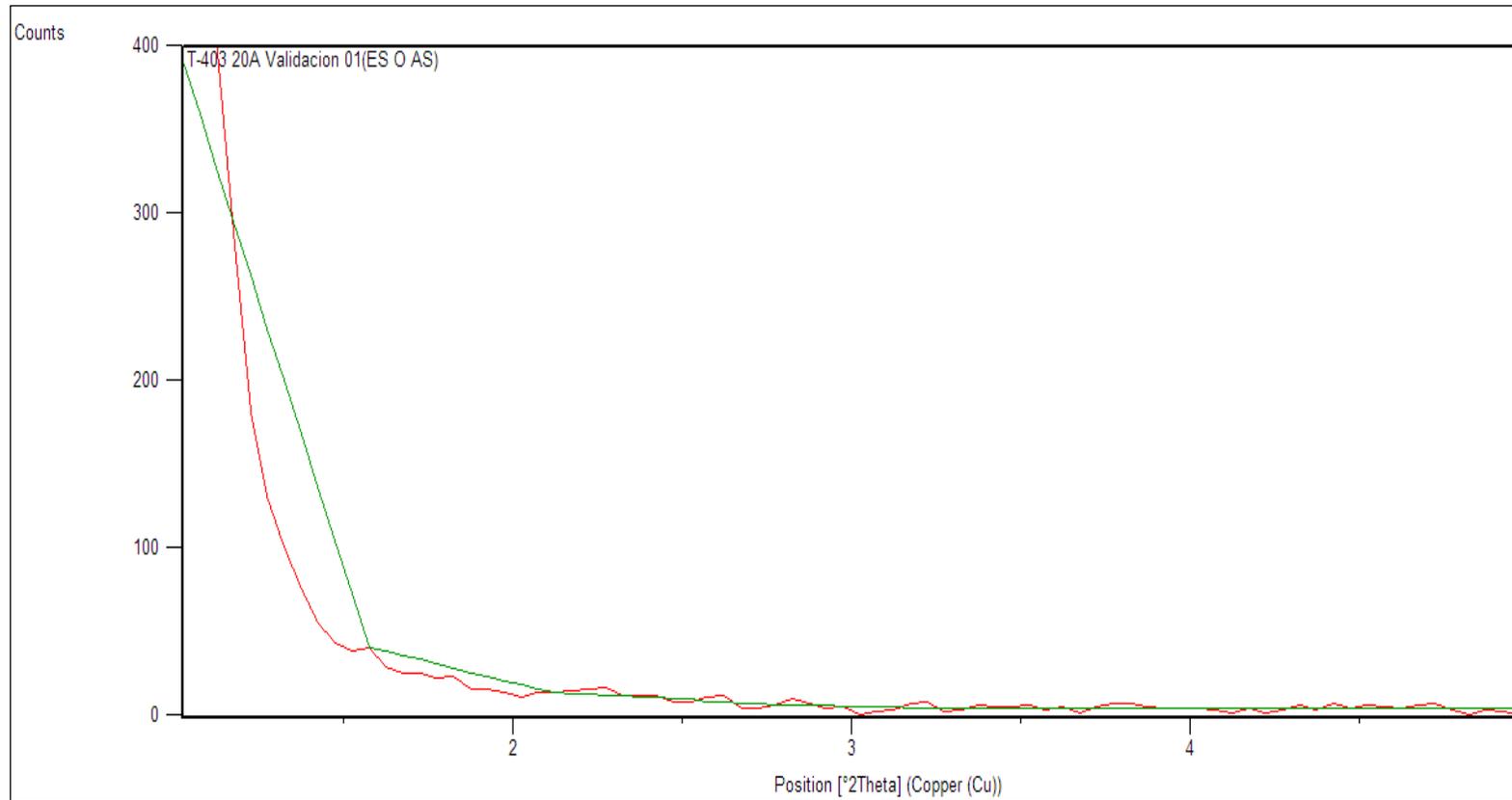


APÉNDICE P

ENSAYO 4 XRD T-403/ 93A, T-403/30B y T-403/20A

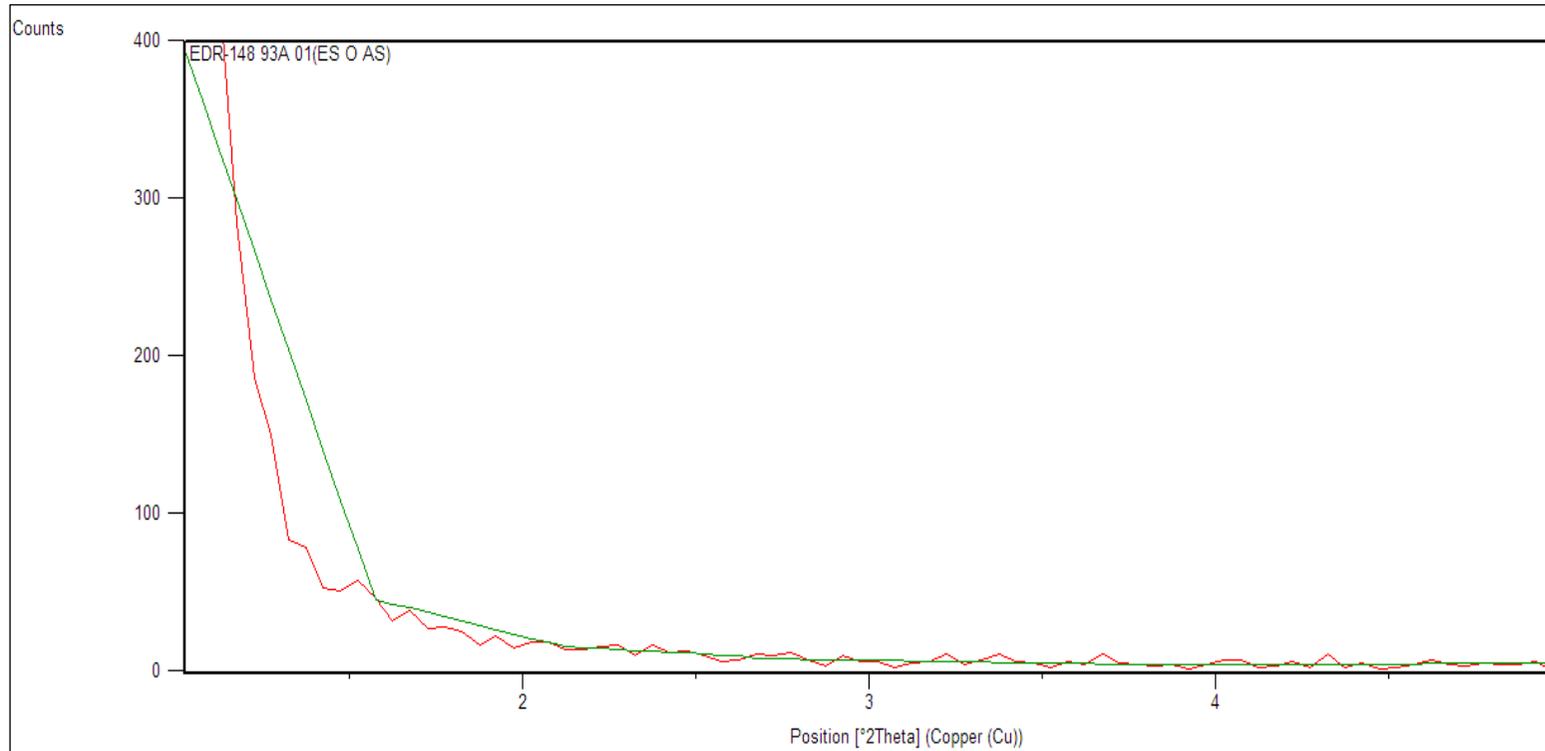


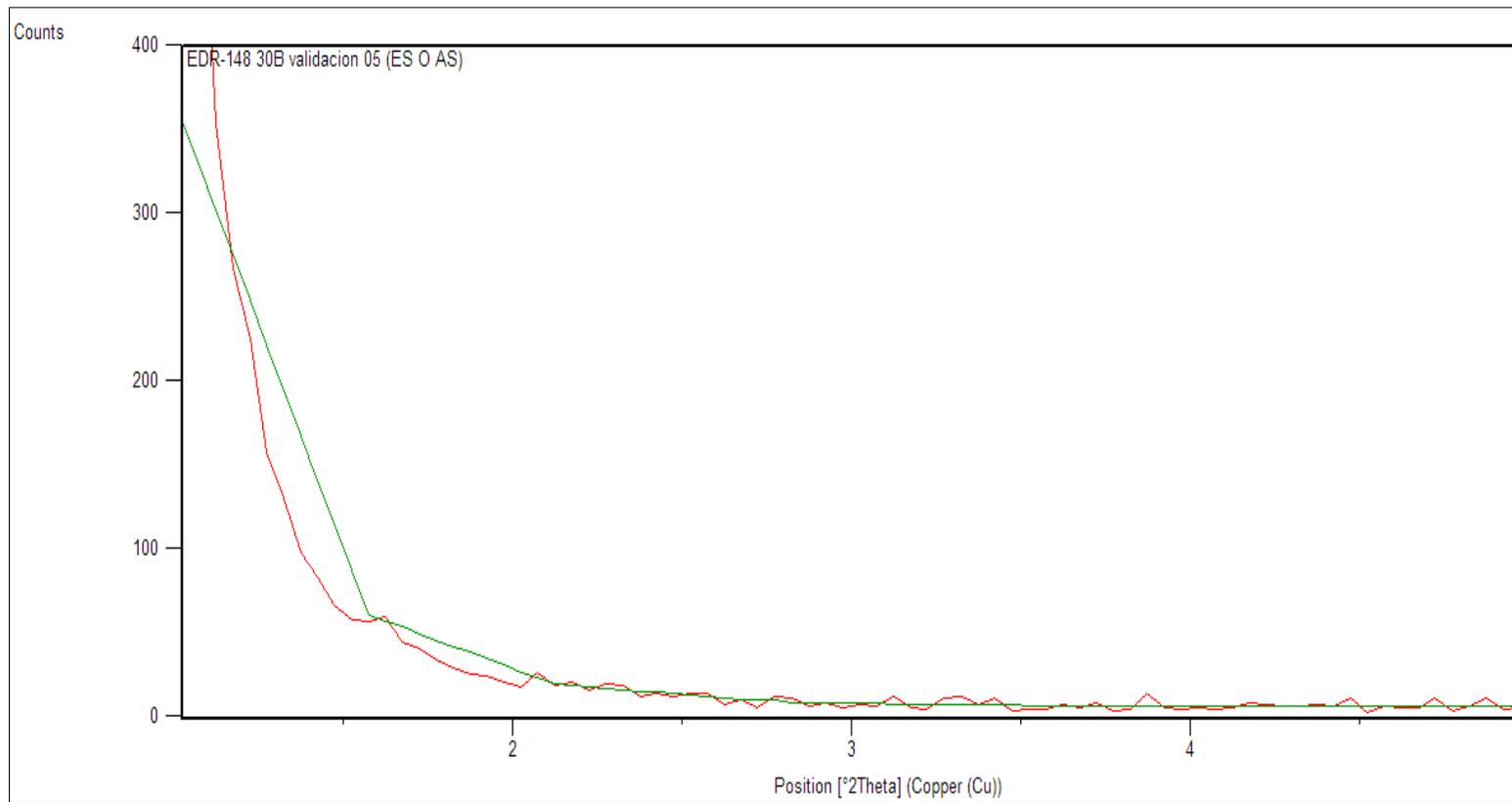


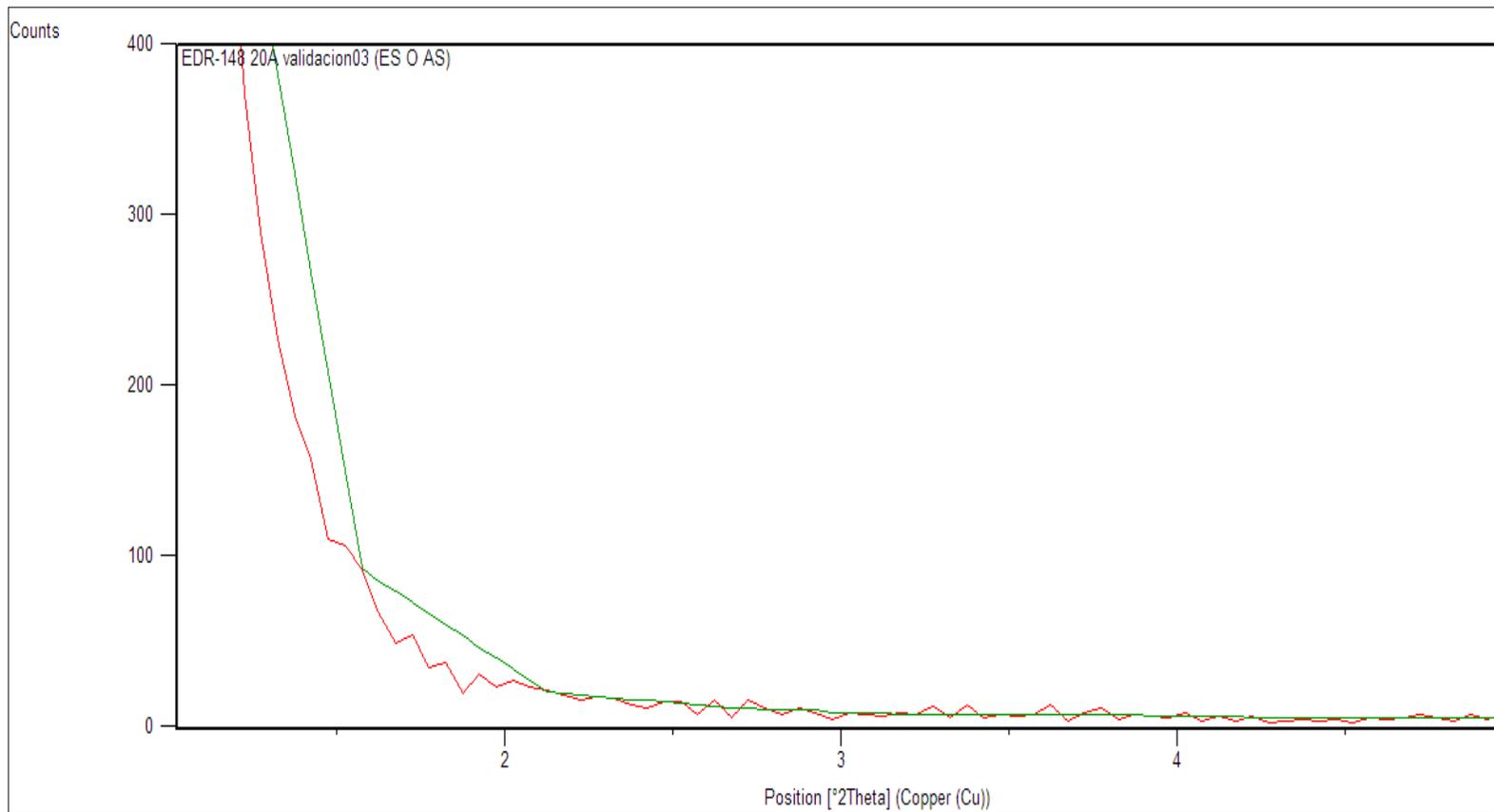


APÉNDICE Q

ENSAYO 4 XRD EDR-148/ 93A, EDR-148/30B y EDR-148/20A

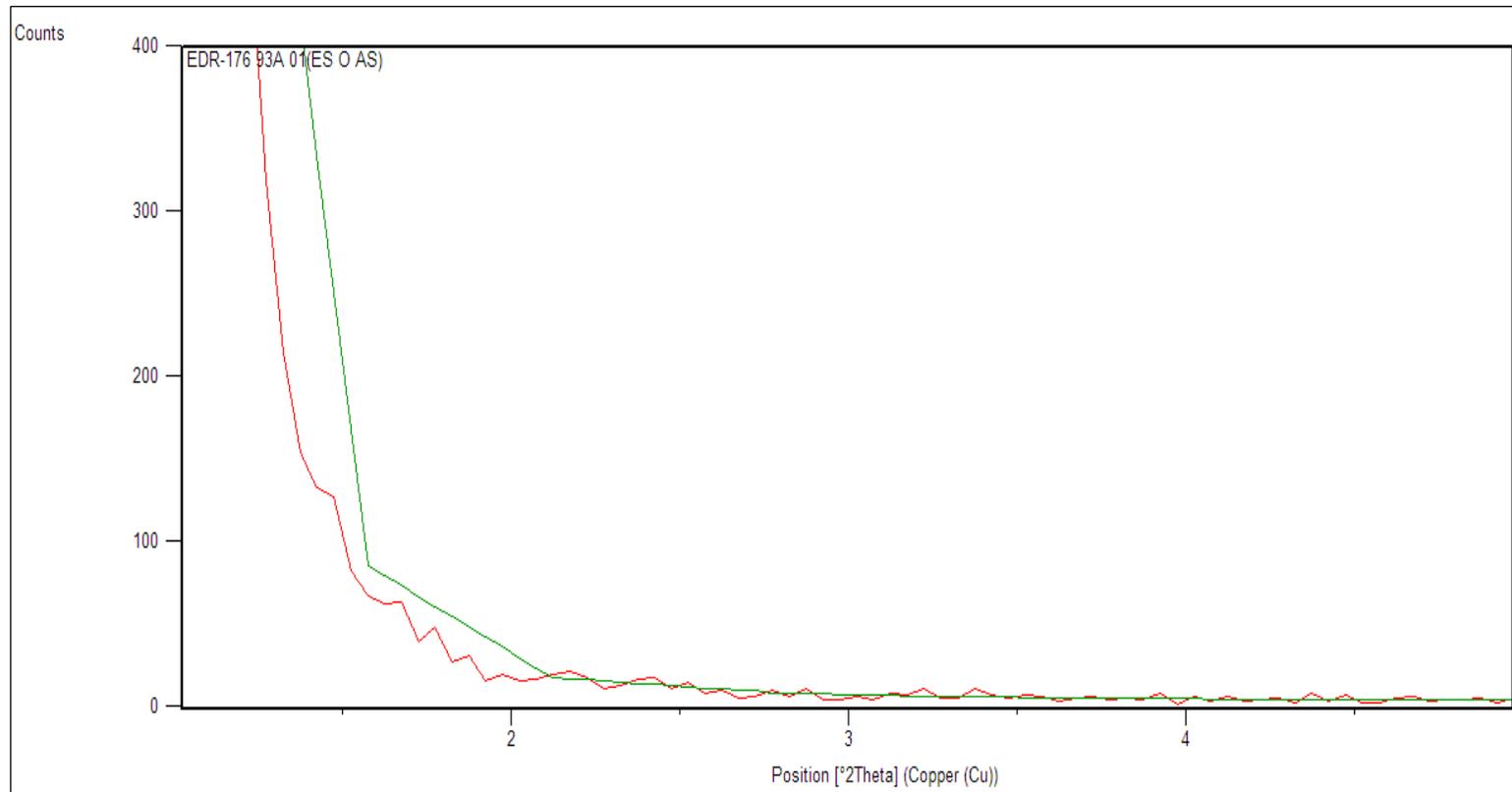


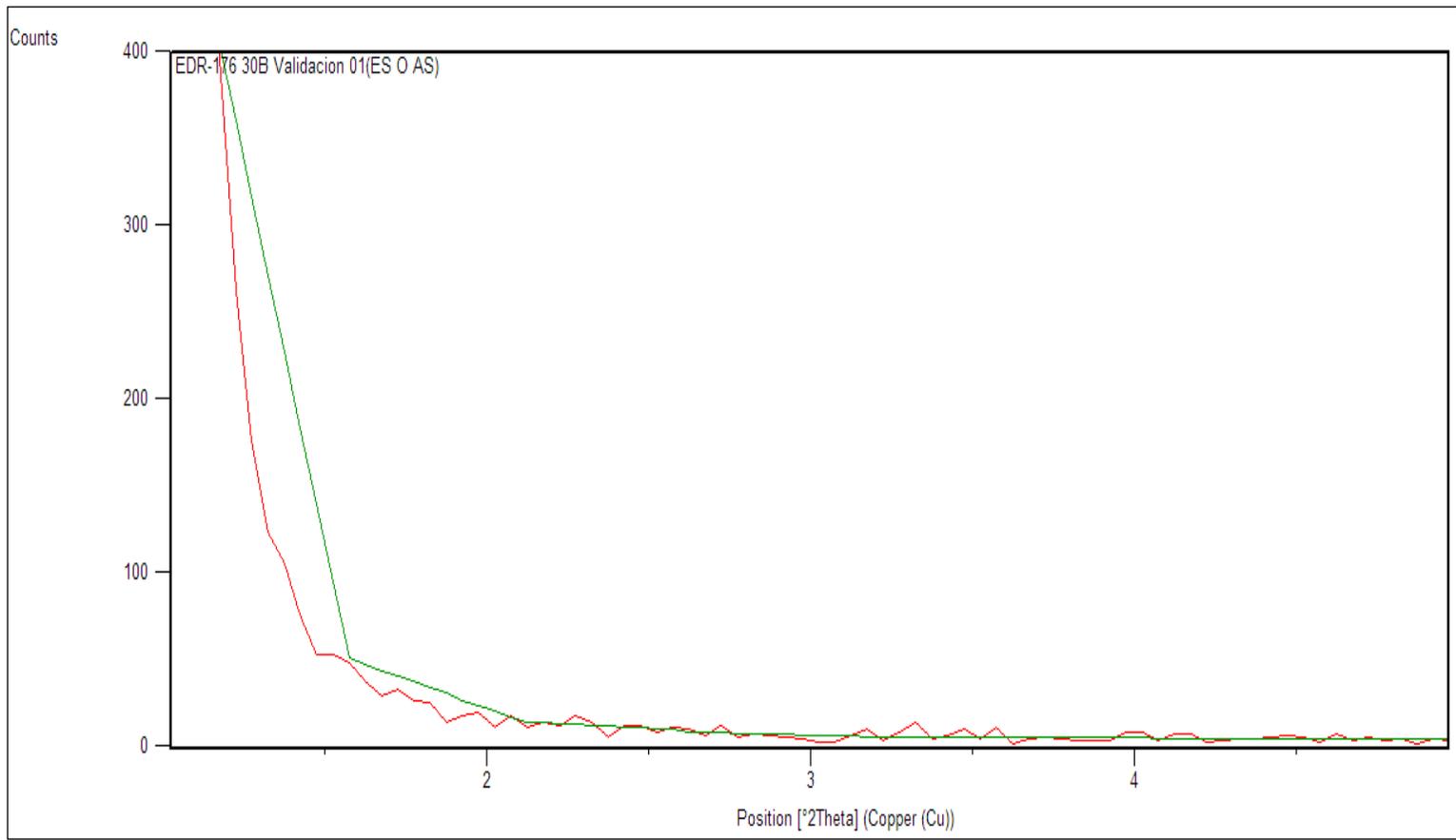


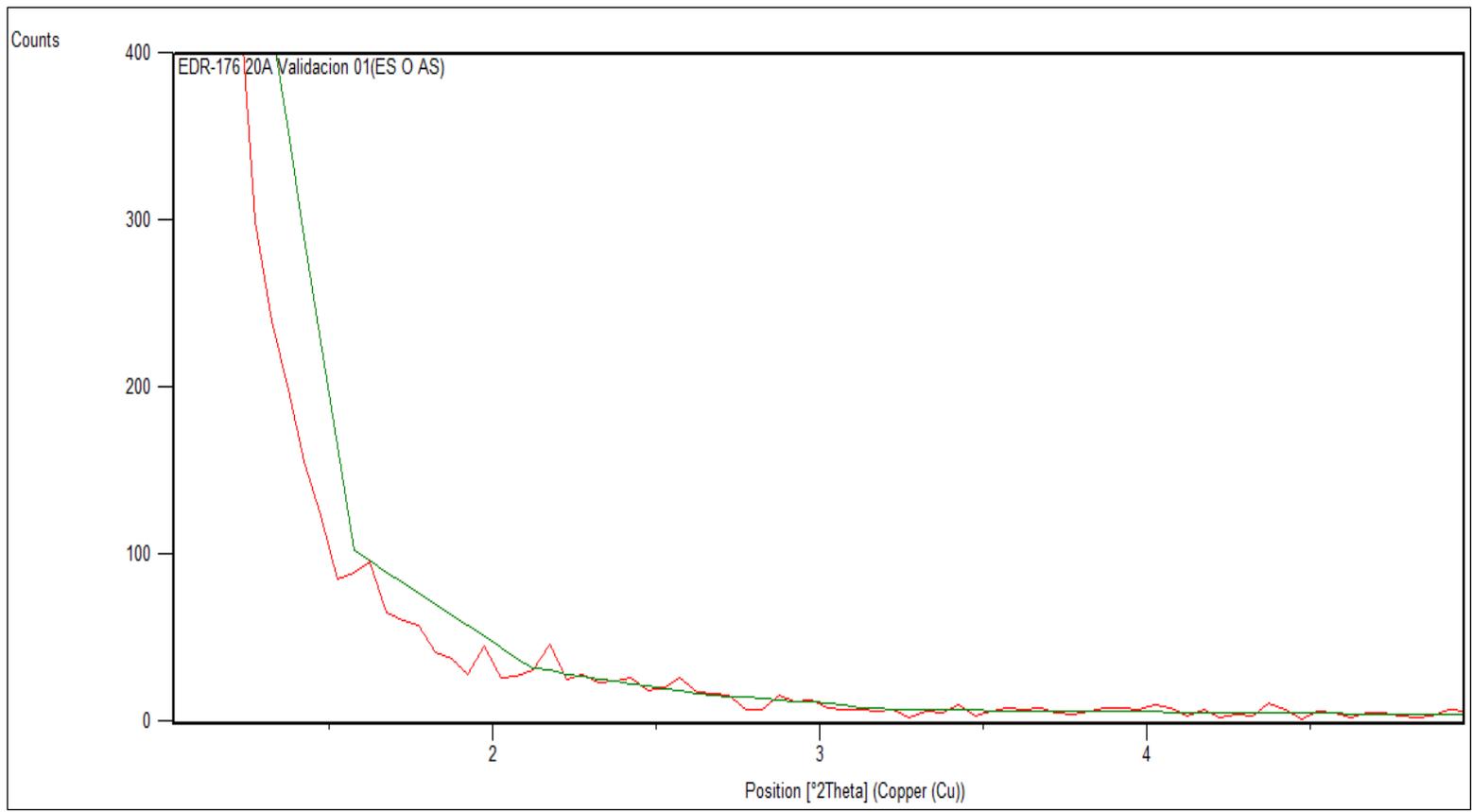


APÉNDICE R

ENSAYO 4 XRD EDR-176/93A, EDR-176/30B Y EDR-176/20A

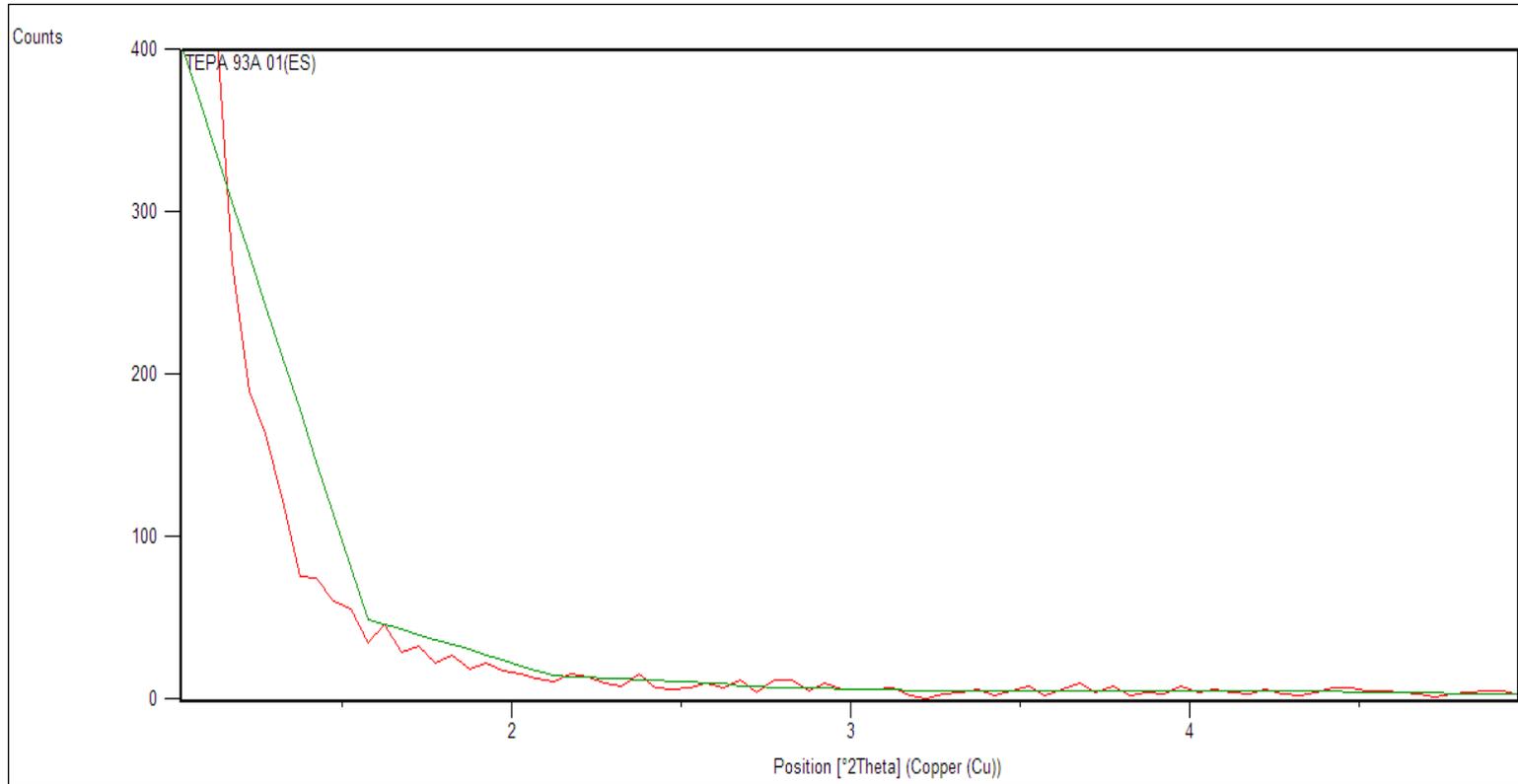


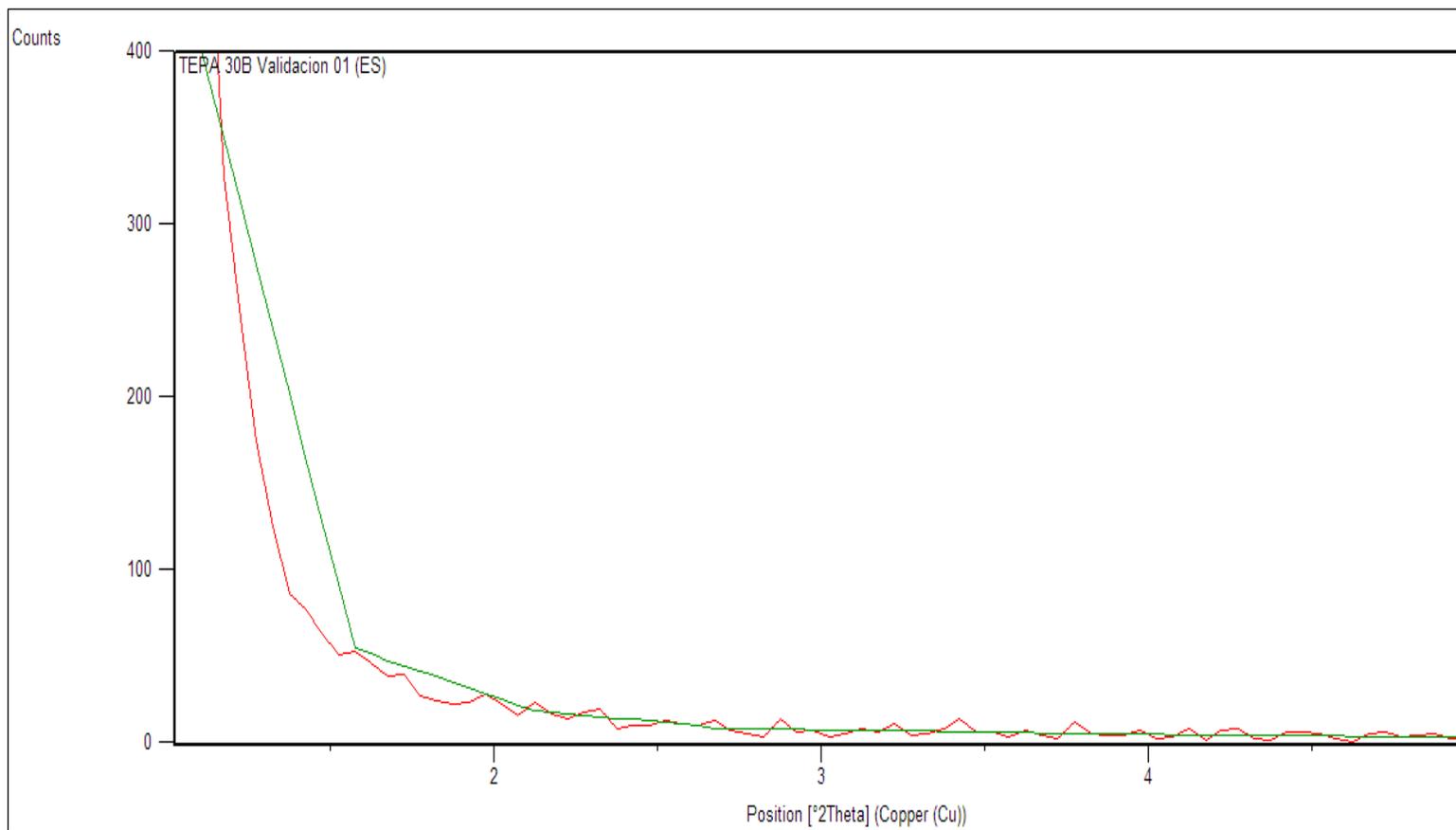


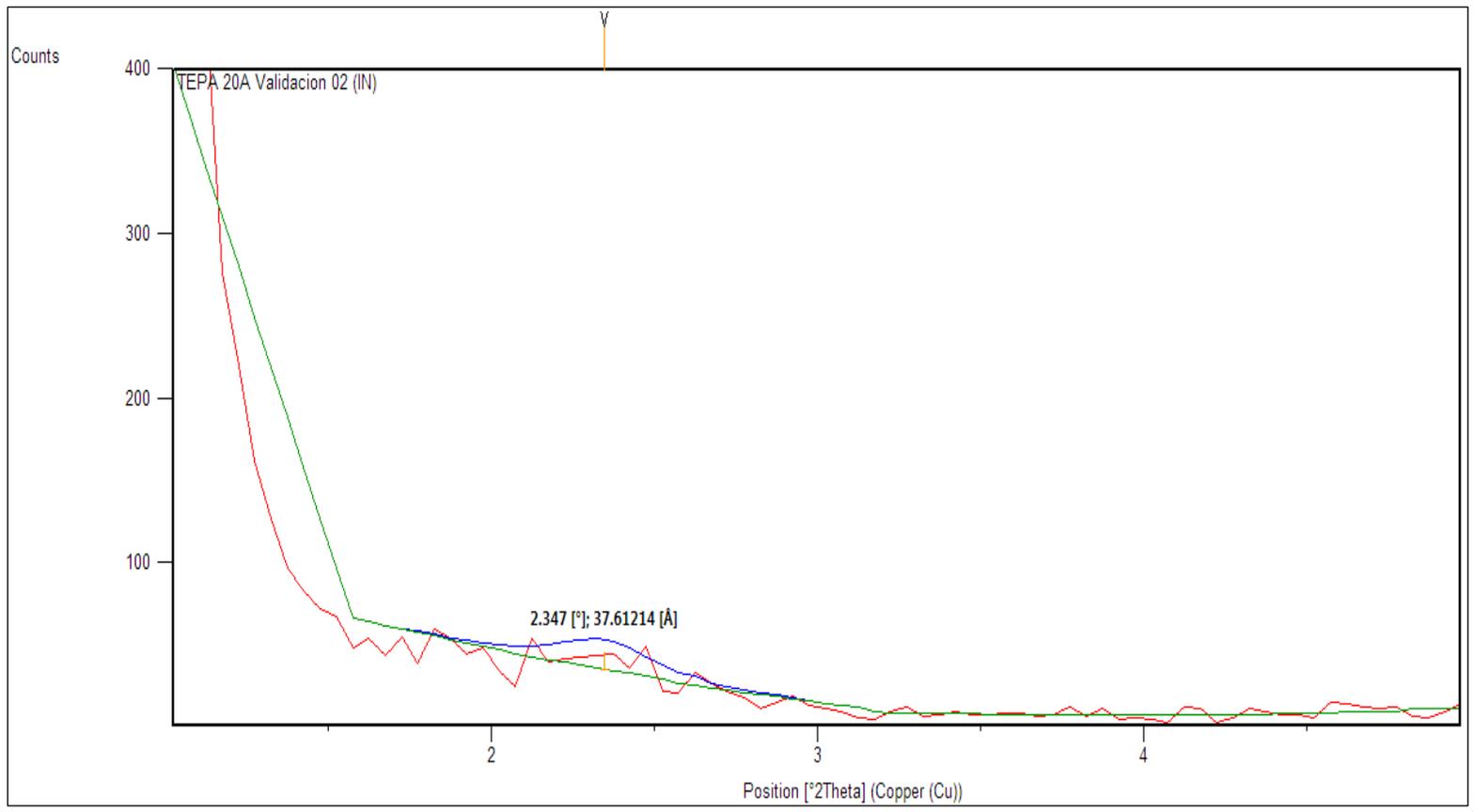


APÉNDICE S

ENSAYO 4 XRD TEPA/ 93A, TEPA/30B Y TEPA/20A

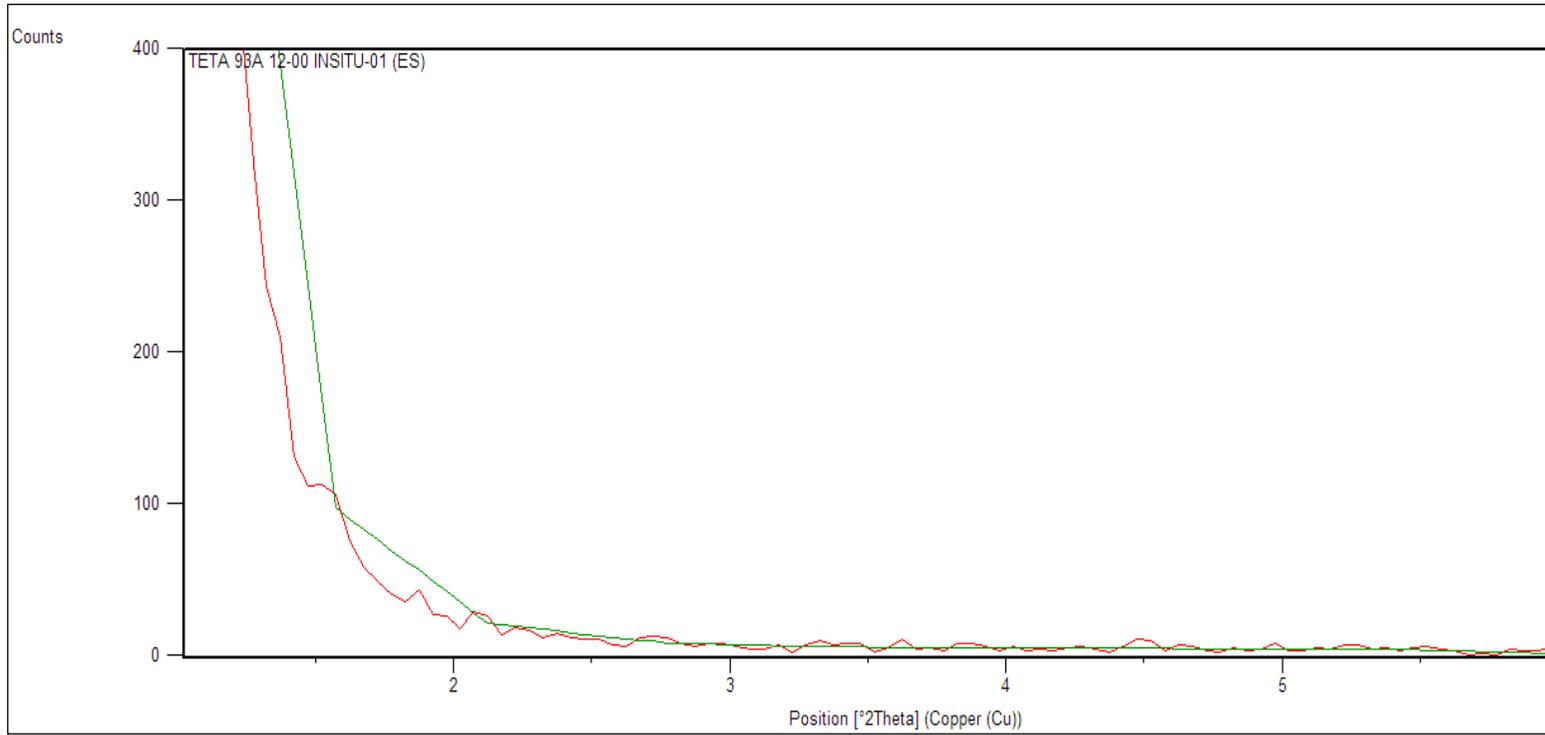


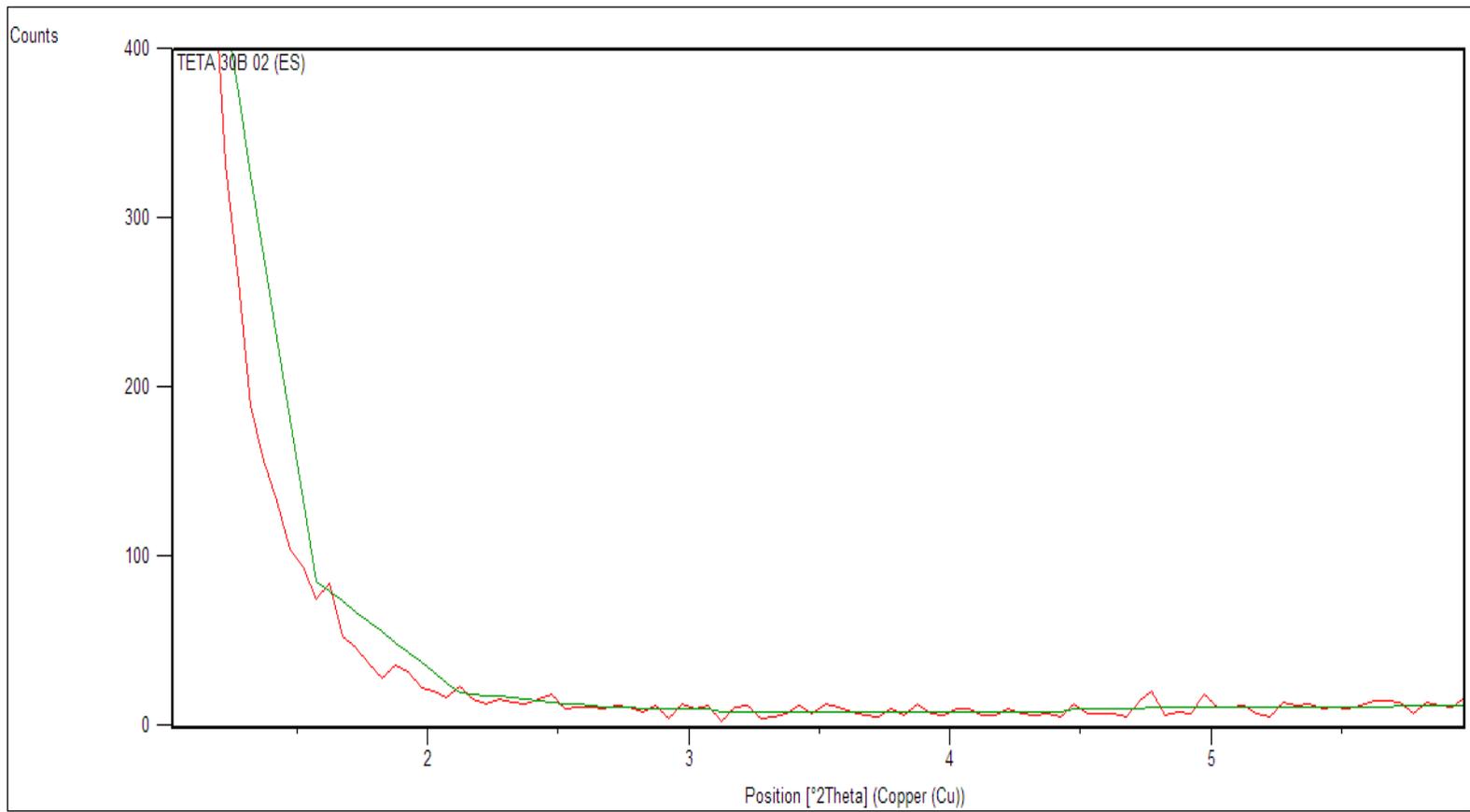


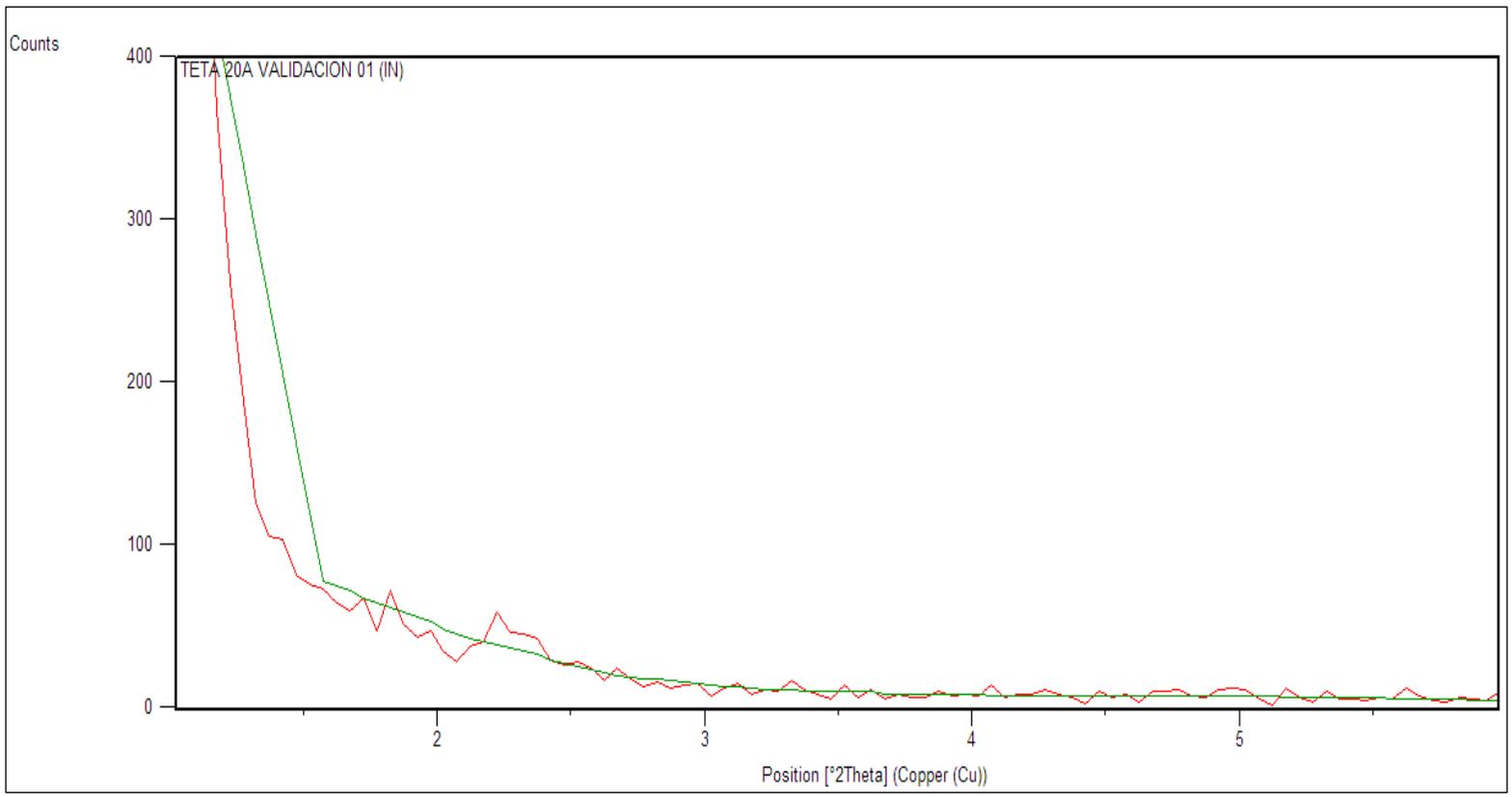


APÉNDICE T

ENSAYO 4 XRD TETA/ 93A, TETA/30B Y TETA/20A

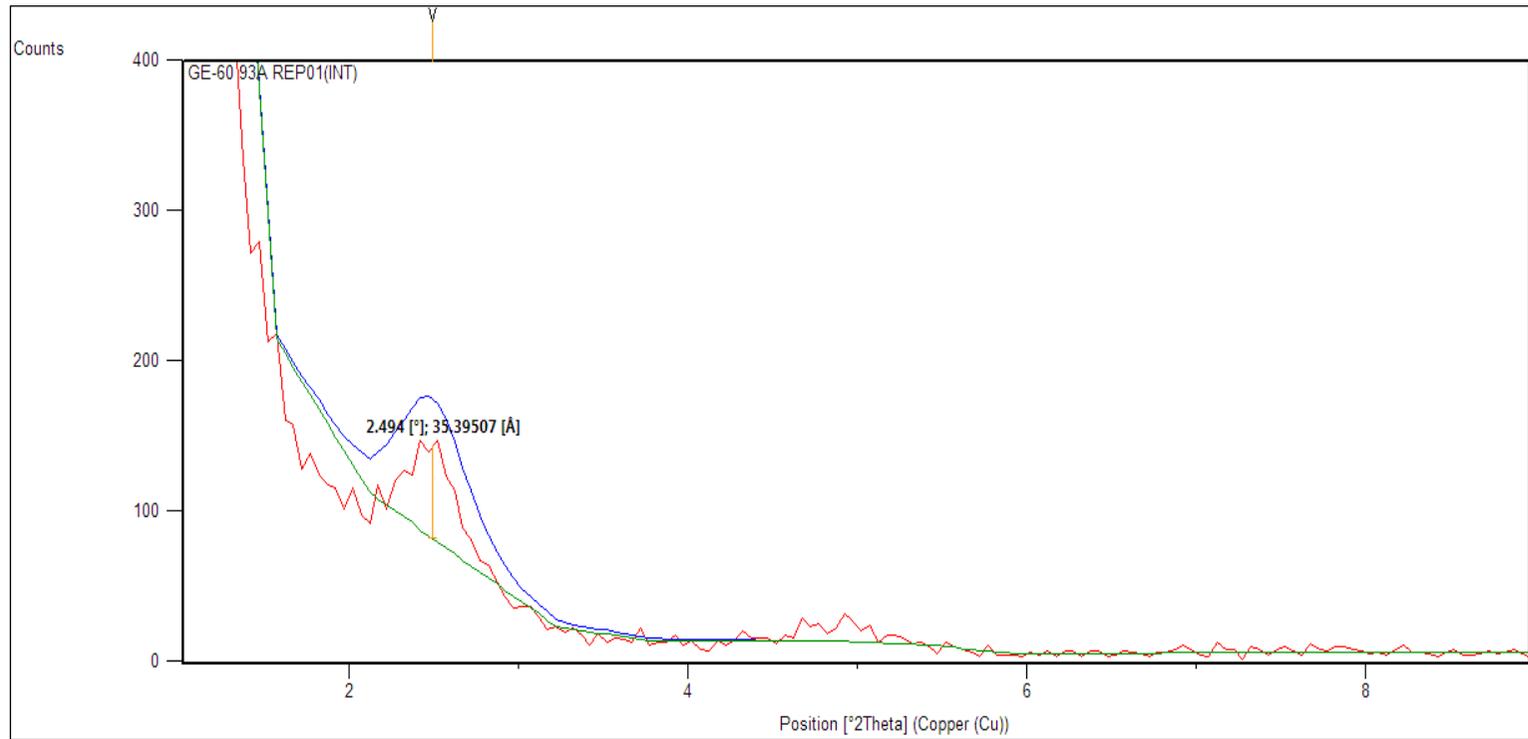


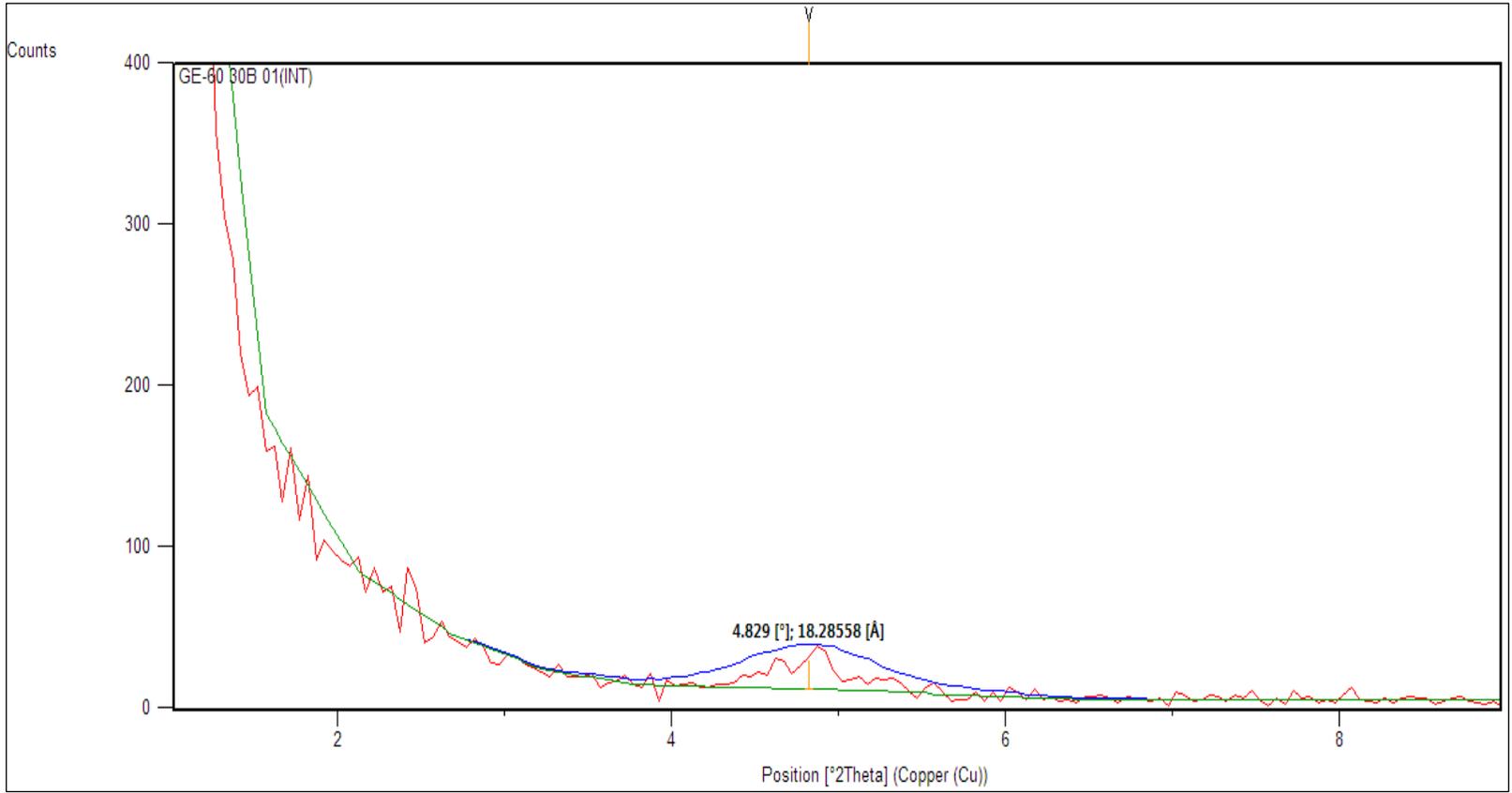


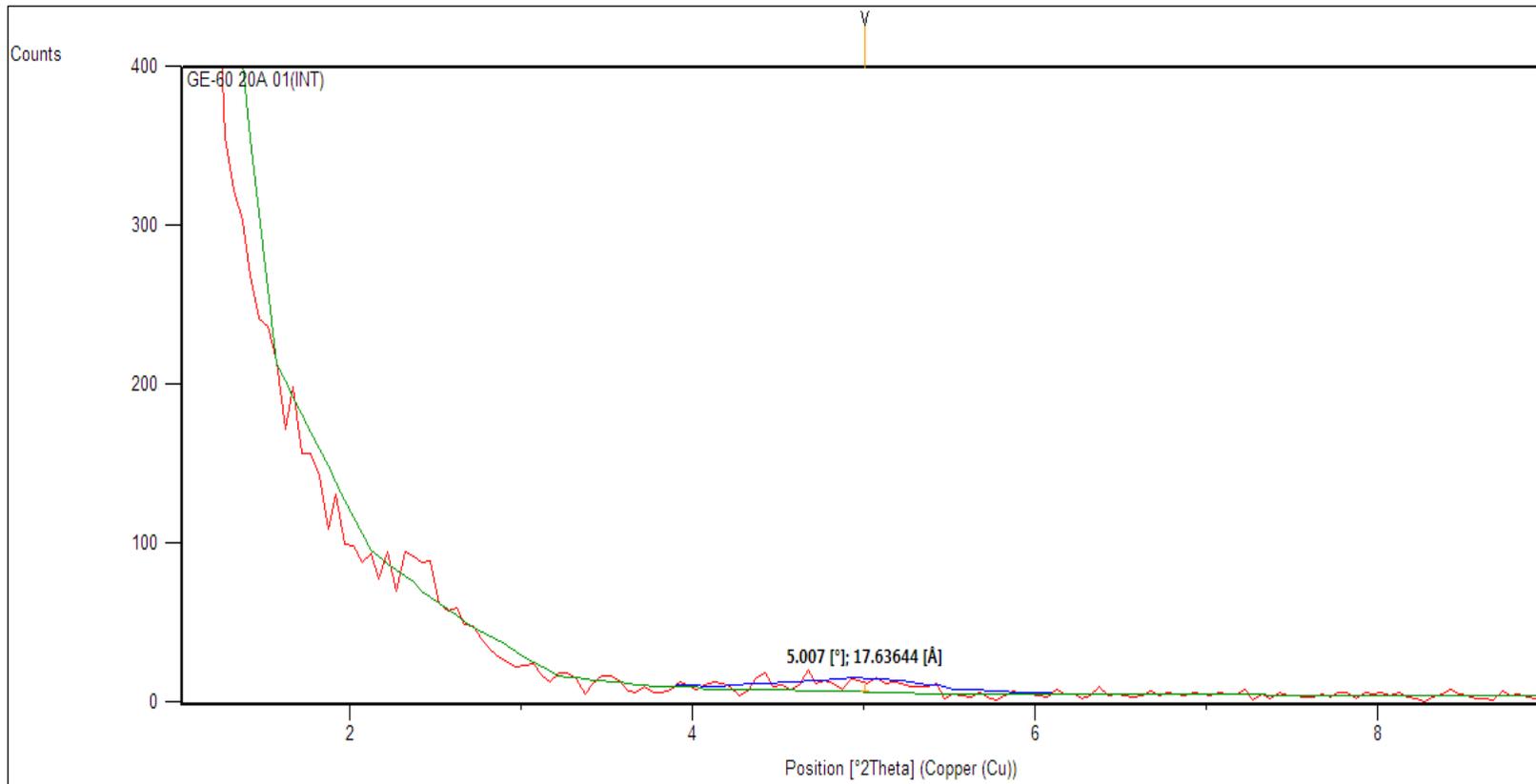


APÉNDICE U

ENSAYO 3 XRD OPTIMIZADO GE-60/ 93A, GE-60/30B Y GE-60/20A

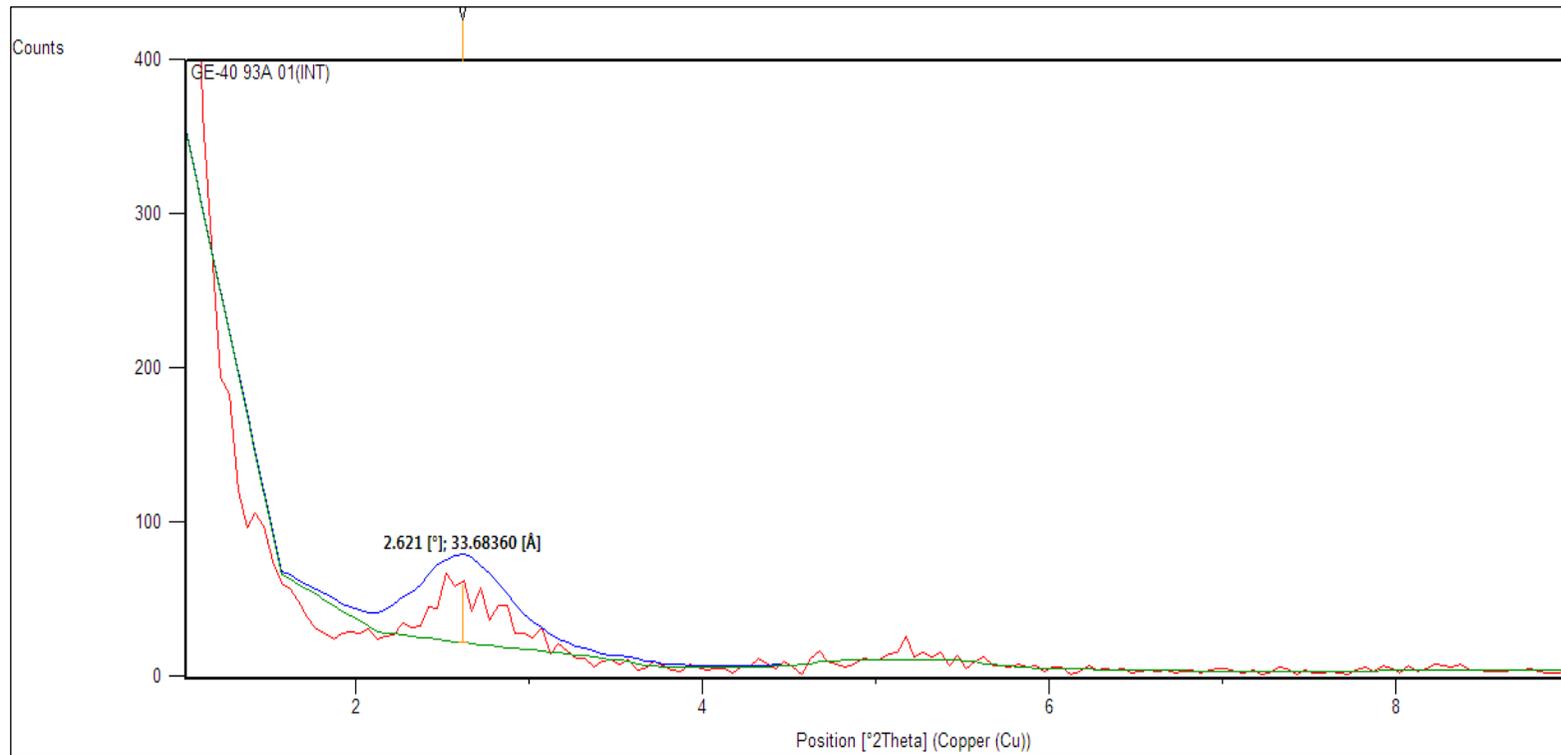


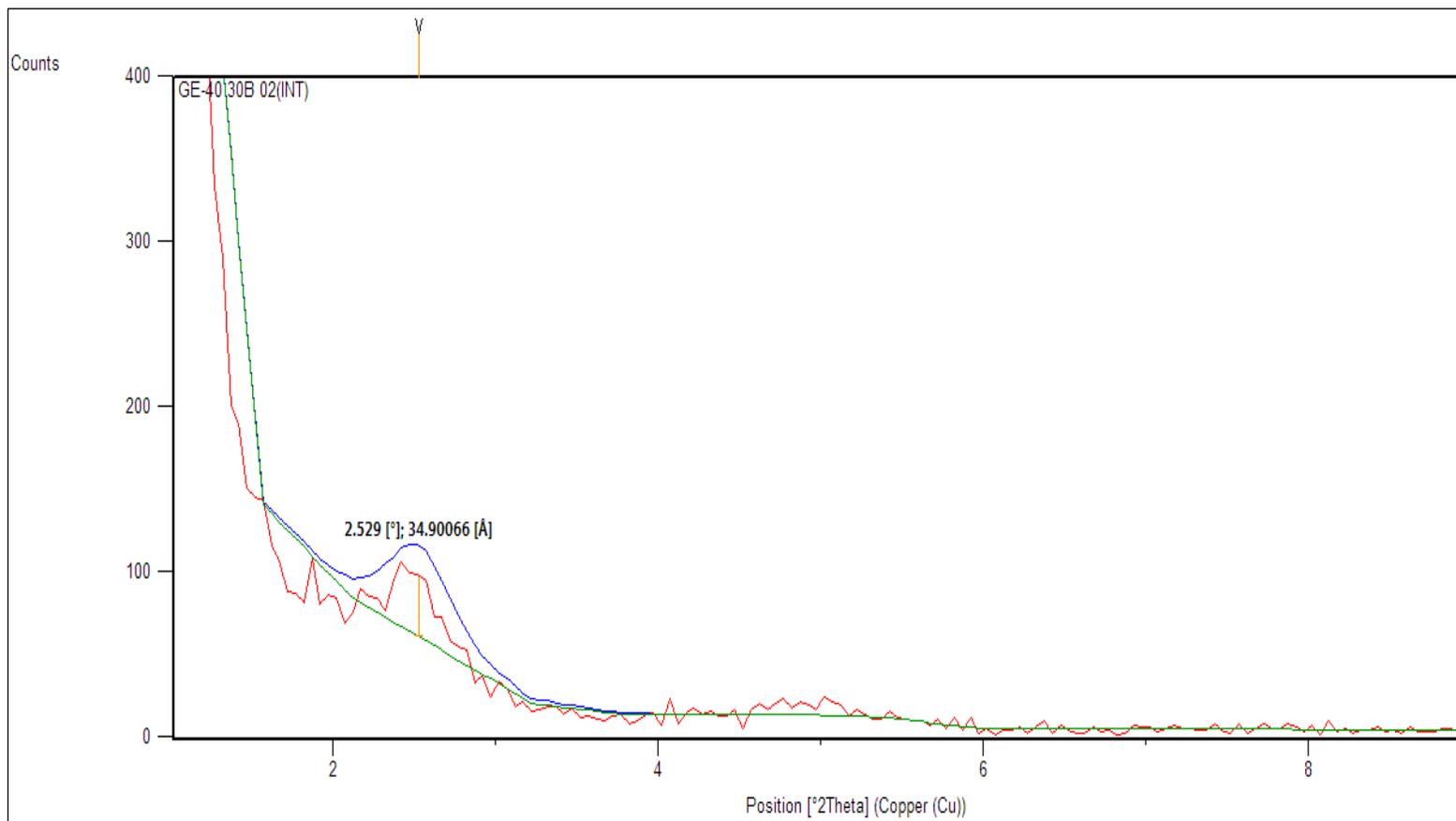


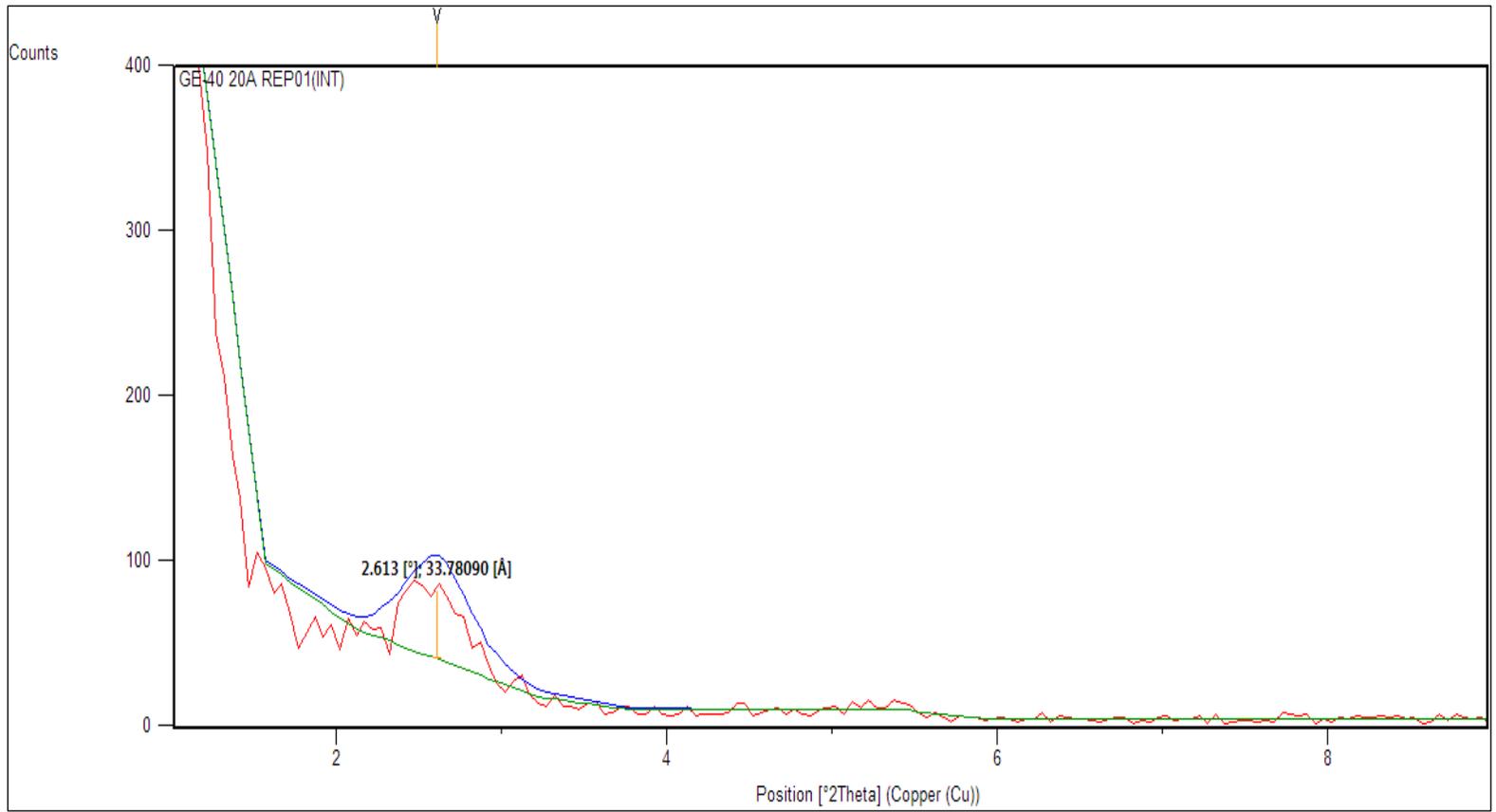


APÉNDICE V

ENSAYO 3 XRD OPTIMIZADO GE-40/ 93A, GE-40/30B Y GE-40/20A

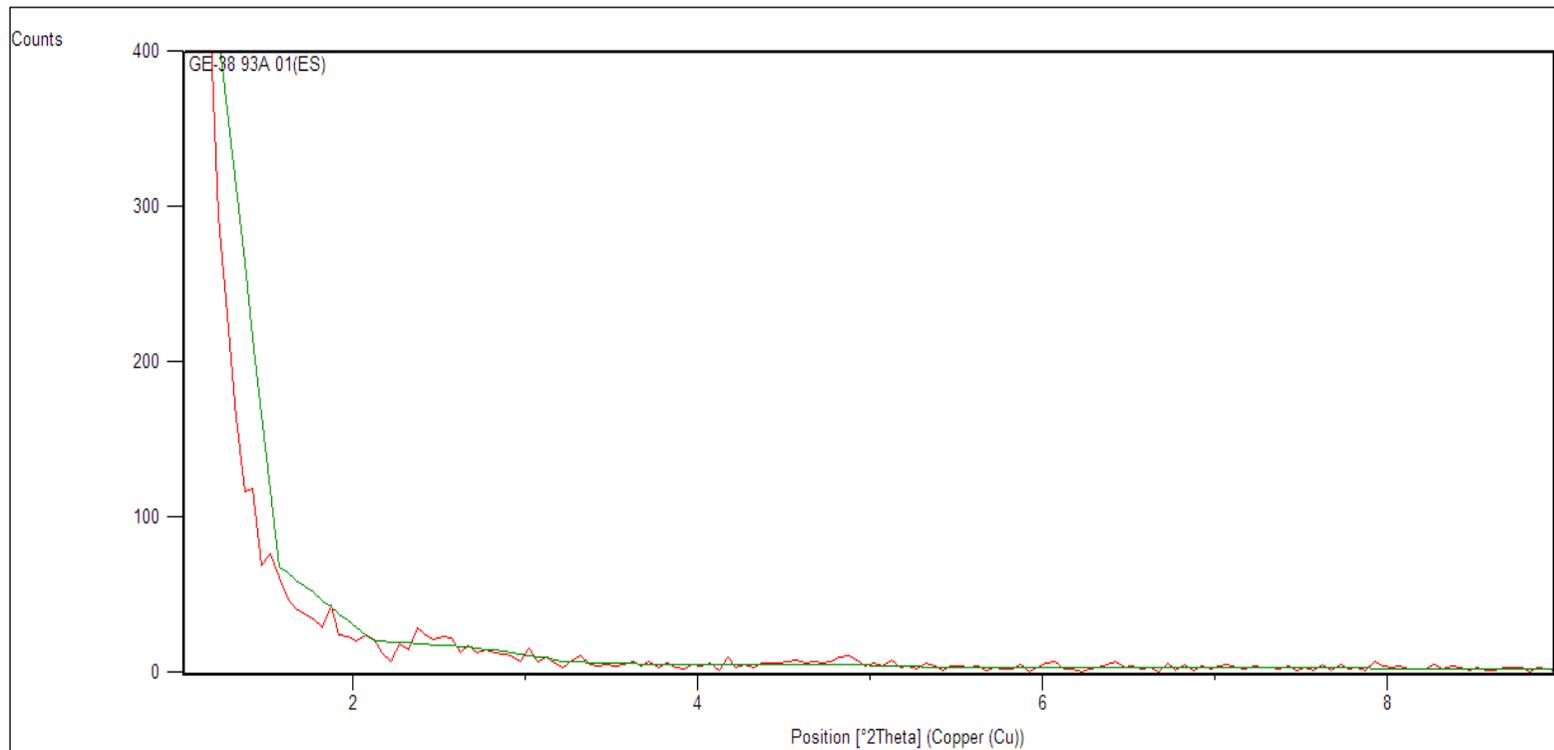


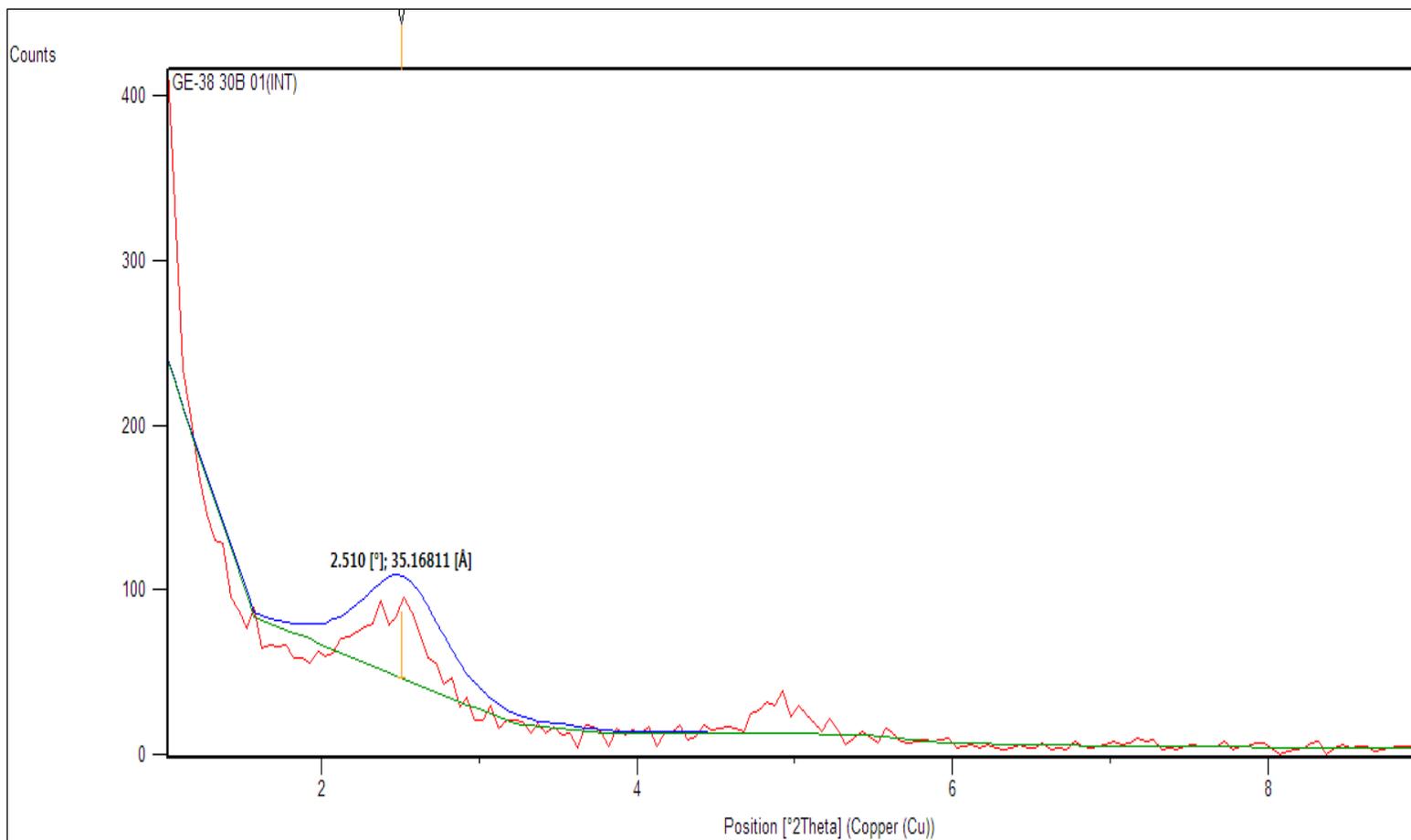


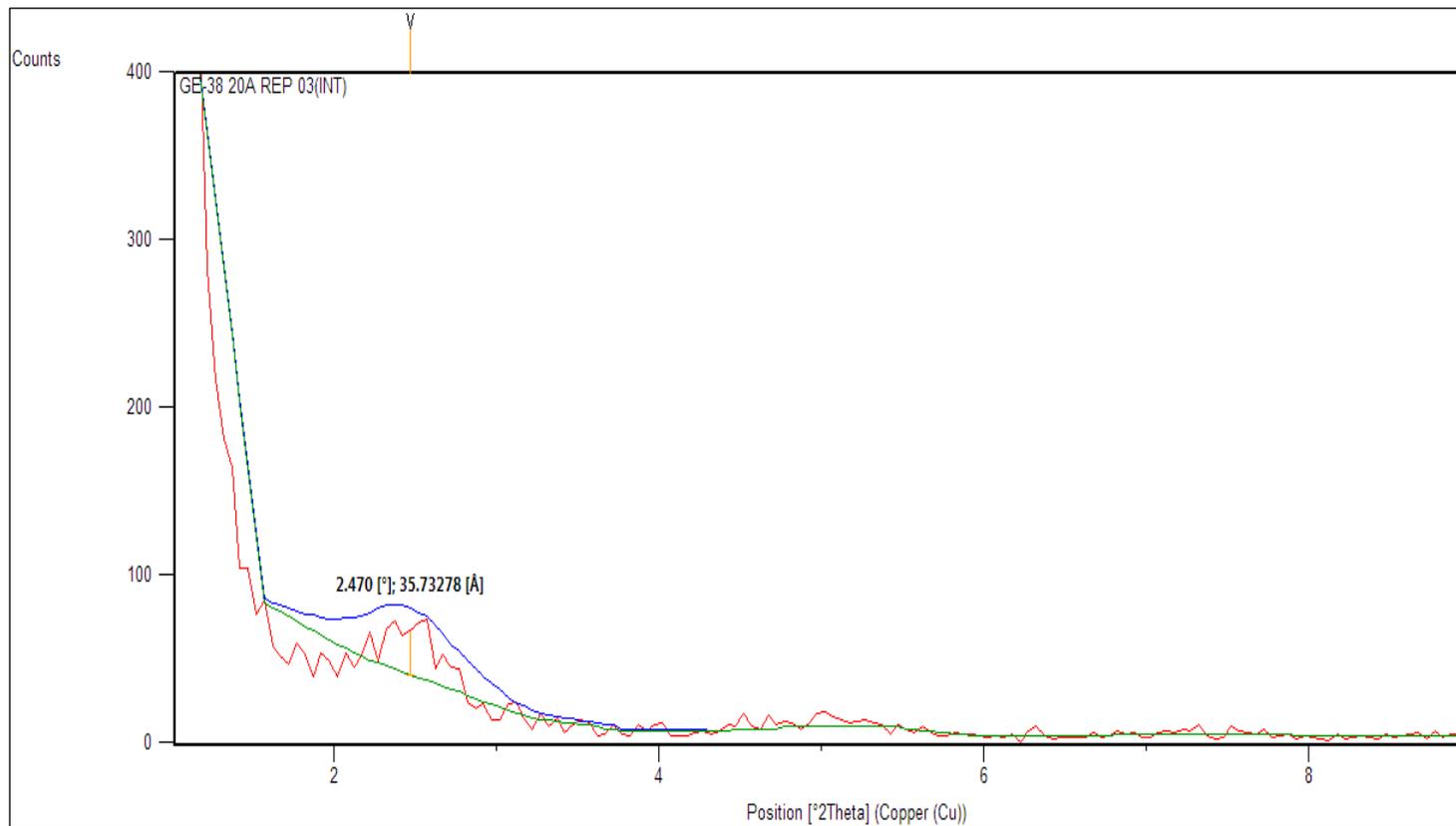


APÉNDICE W

ENSAYO 3 XRD OPTIMIZADO GE-38/ 93A, GE-38/30B Y GE-38/20A

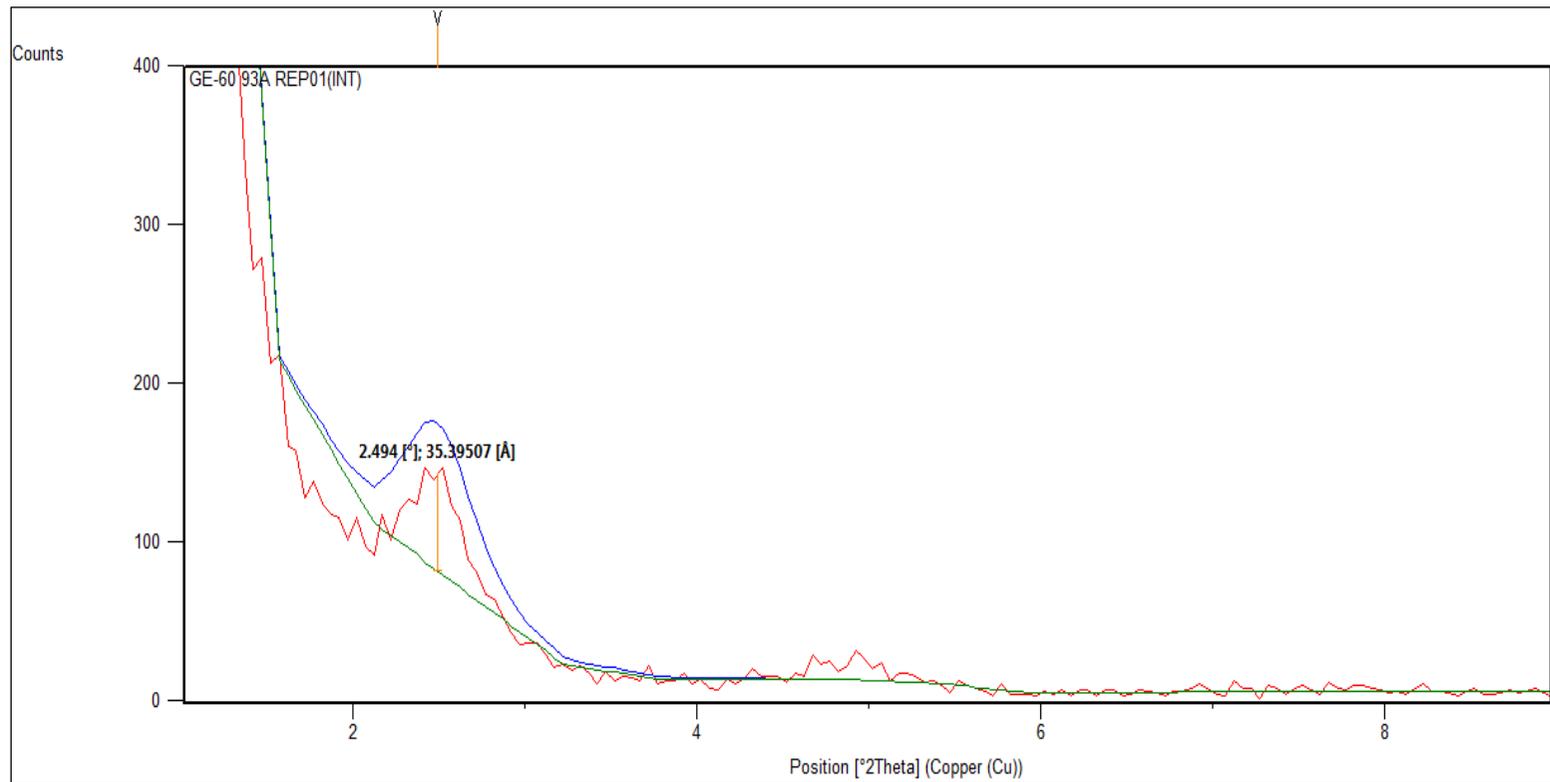


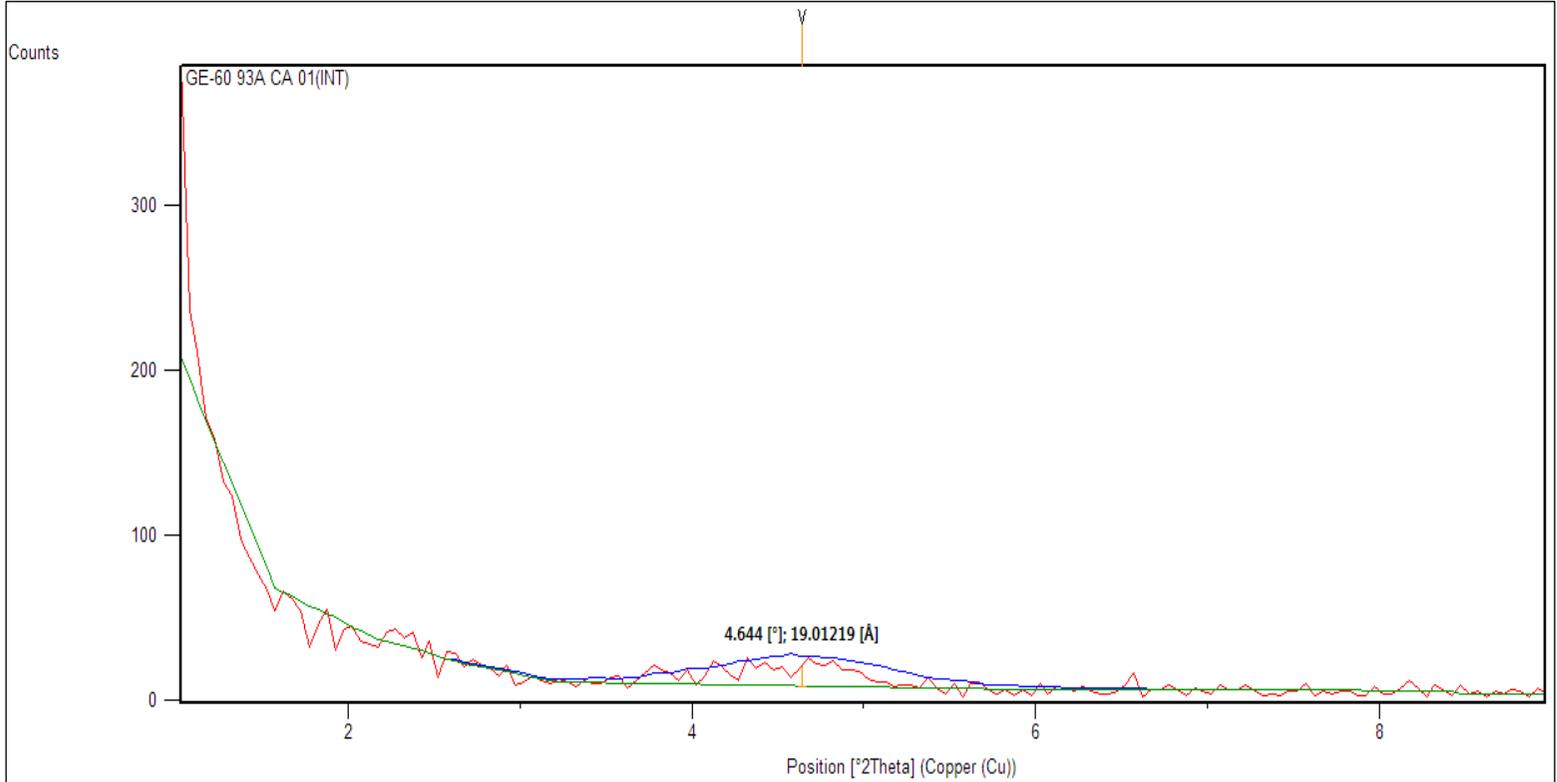




APÉNDICE X

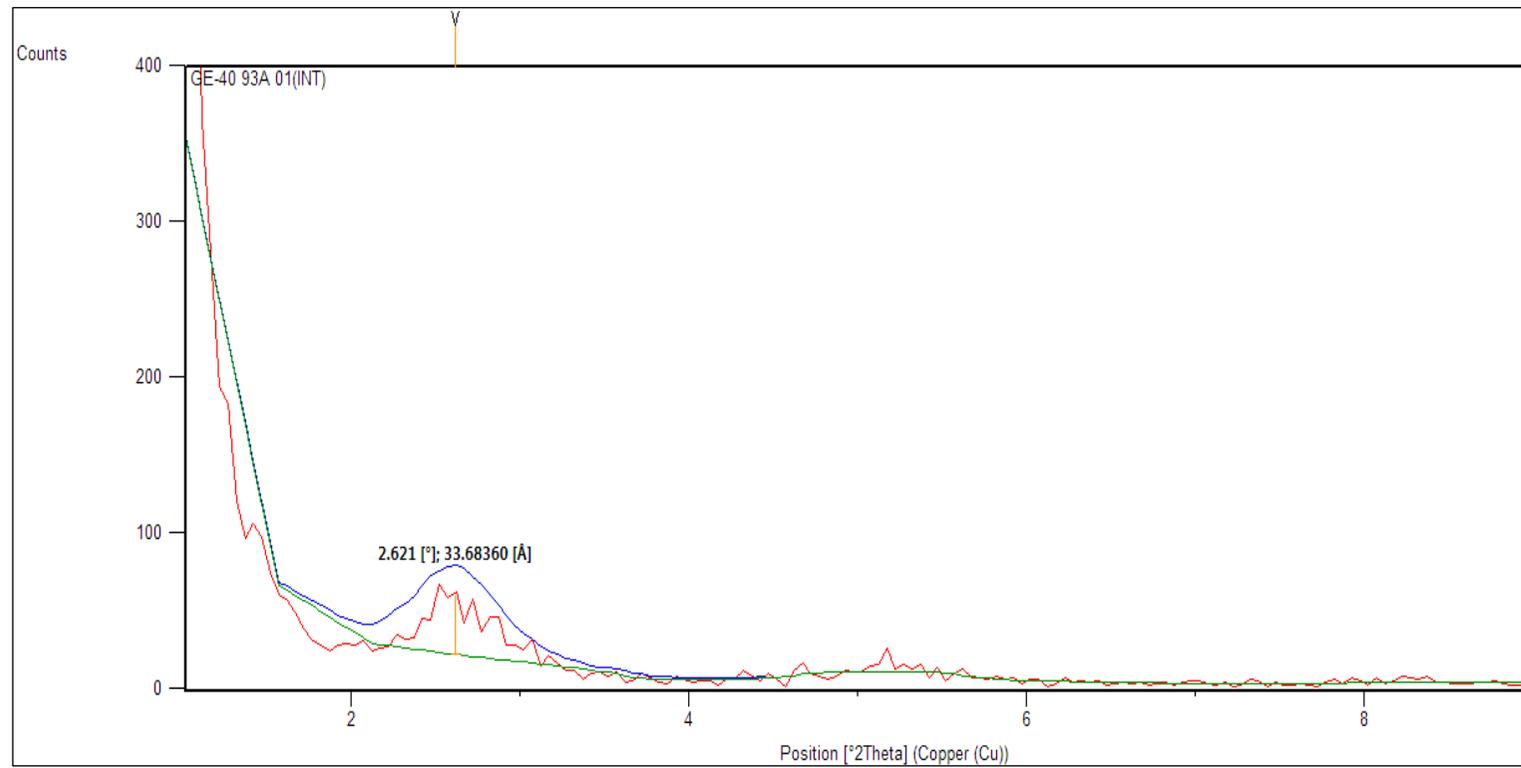
ENSAYO 4 XRD OPTIMIZADO GE-60/ 93A Y GE-60/93A/CA

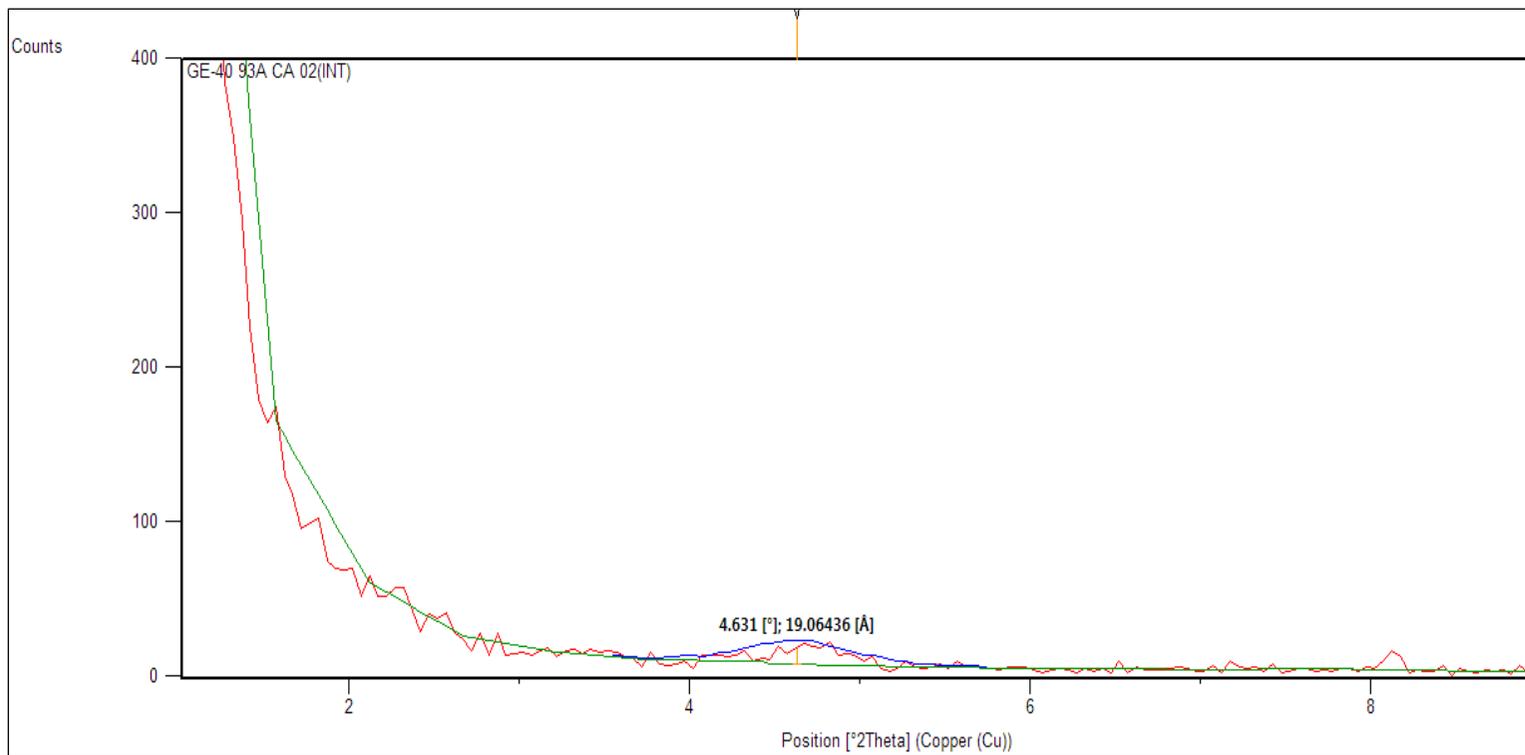




APÉNDICE Y

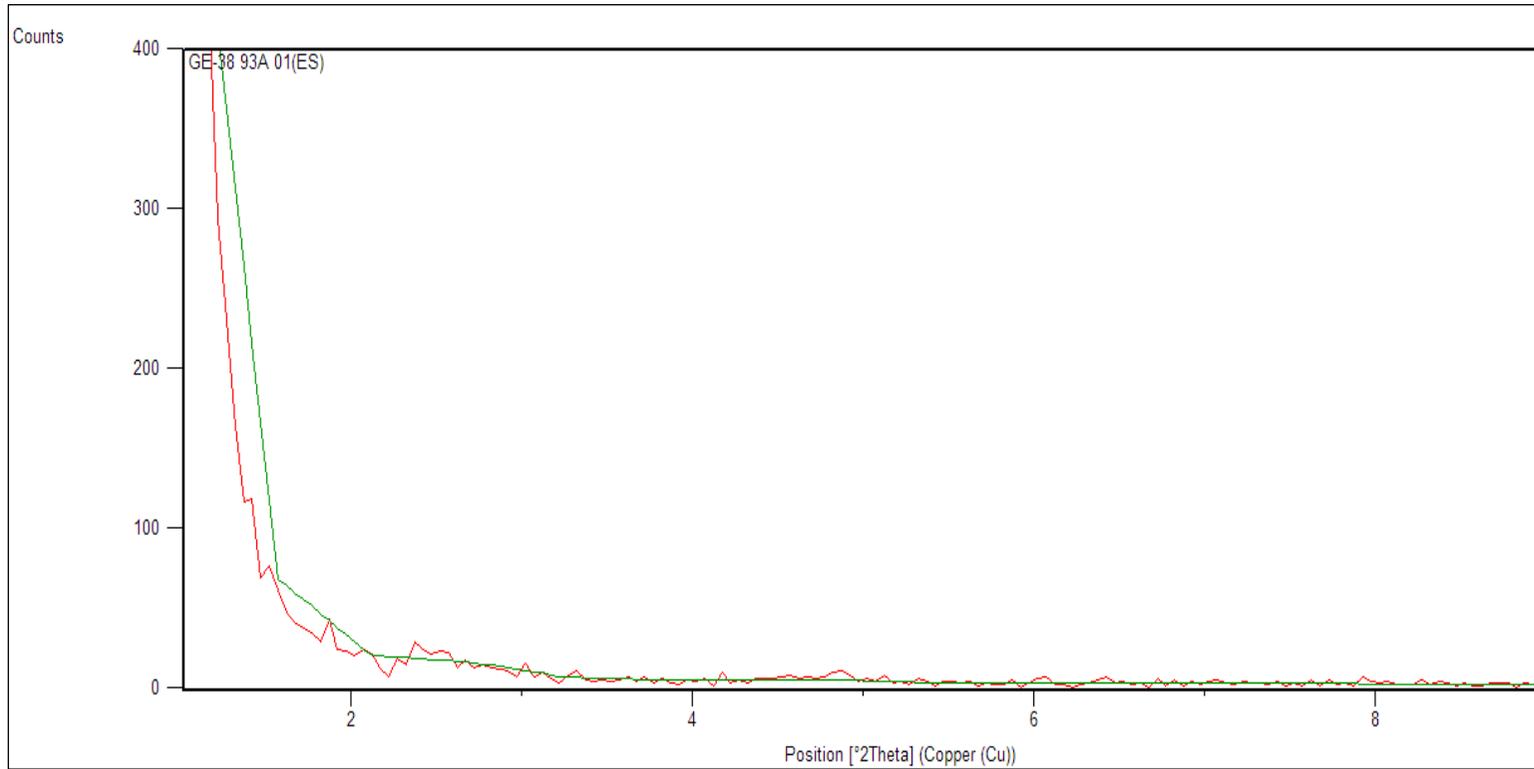
ENSAYO 4 XRD OPTIMIZADO GE-40 /93A Y GE-40/93A/CA

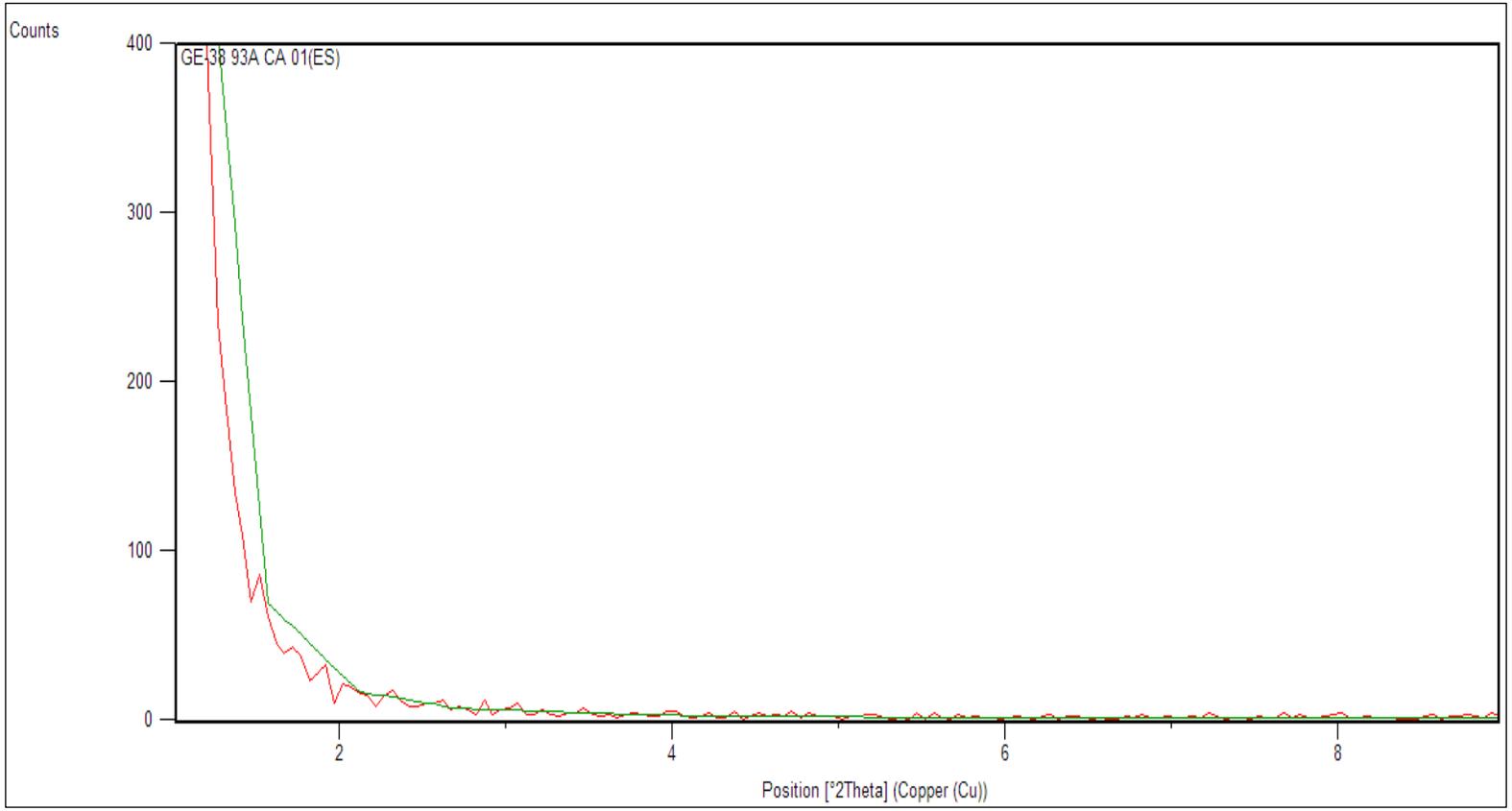




APÉNDICE Z

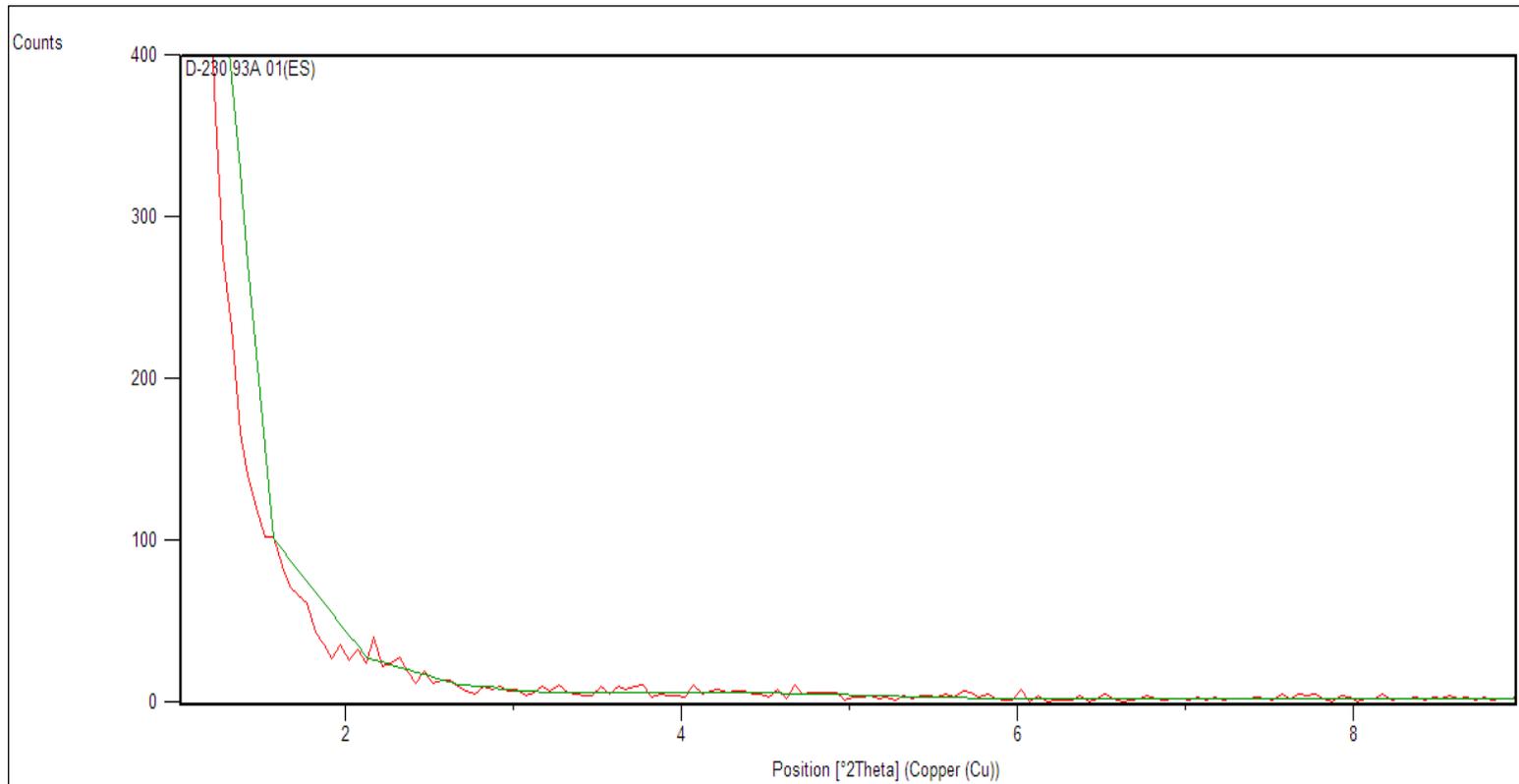
ENSAYO 4 XRD OPTIMIZADO GE-38 / 93A Y GE-38/93A/CA

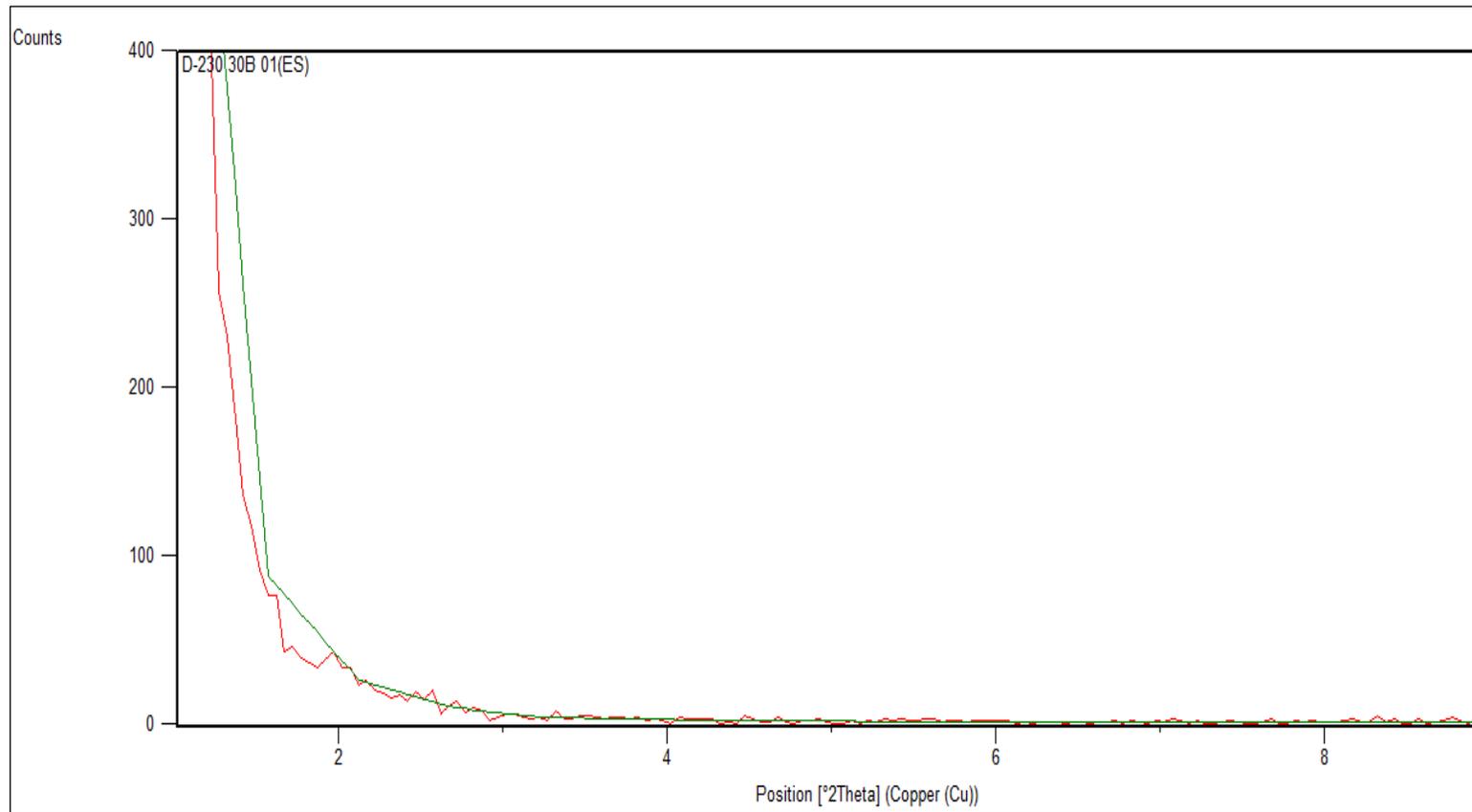


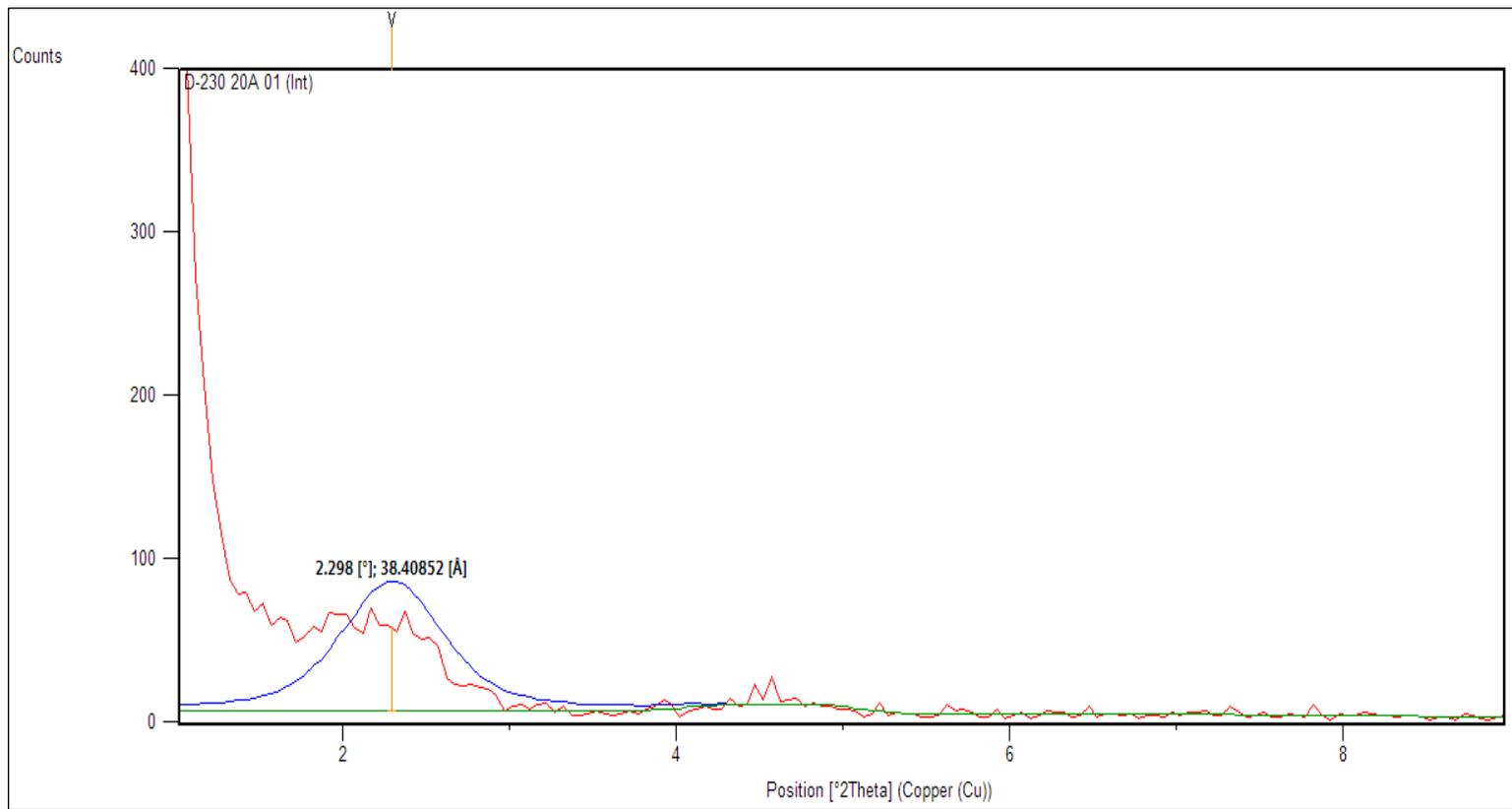


APÉNDICE Z-01

ENSAYO 5 XRD OPTIMIZADO D-230 / 93A , D-230/ 30B Y D-230/ 20A

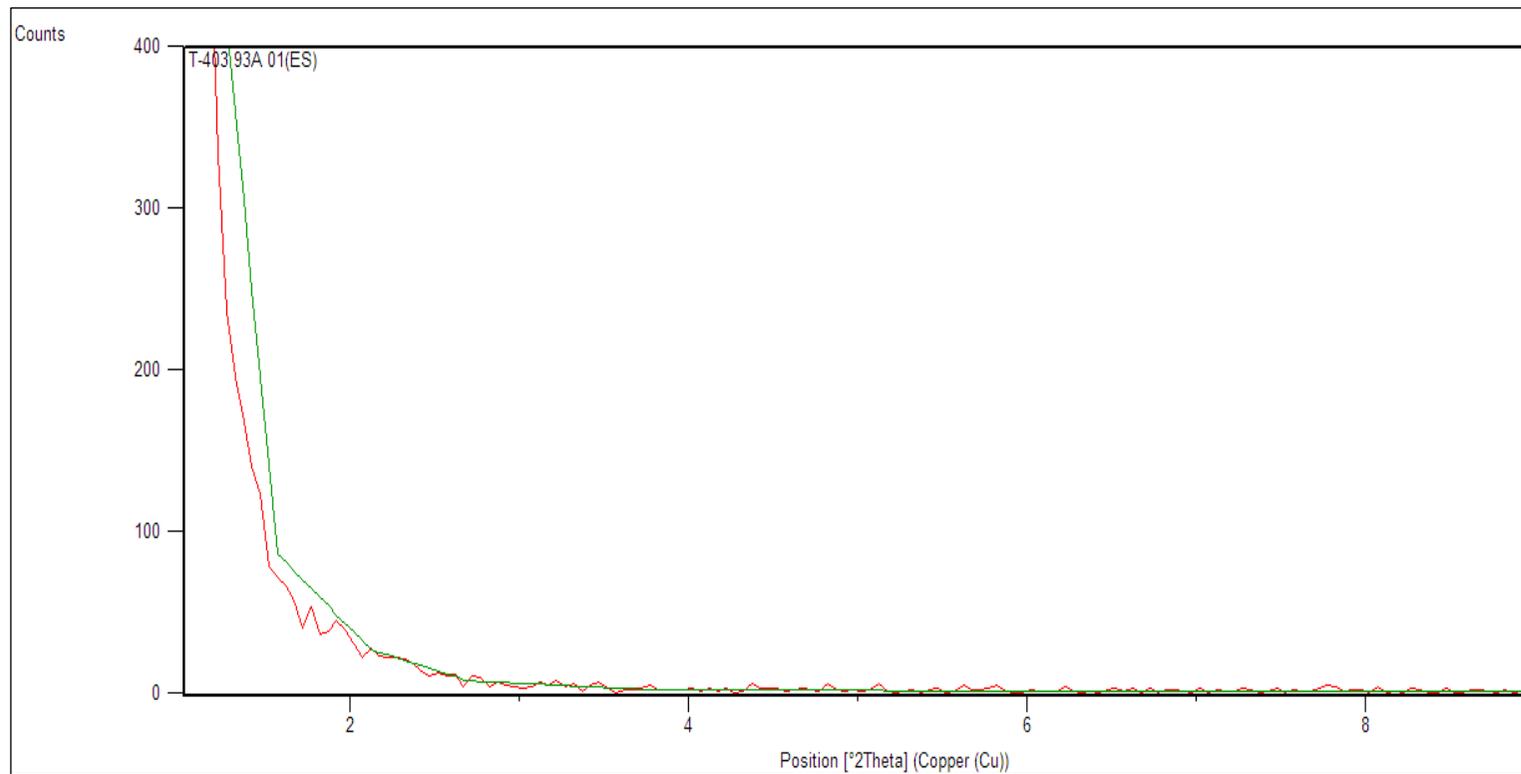


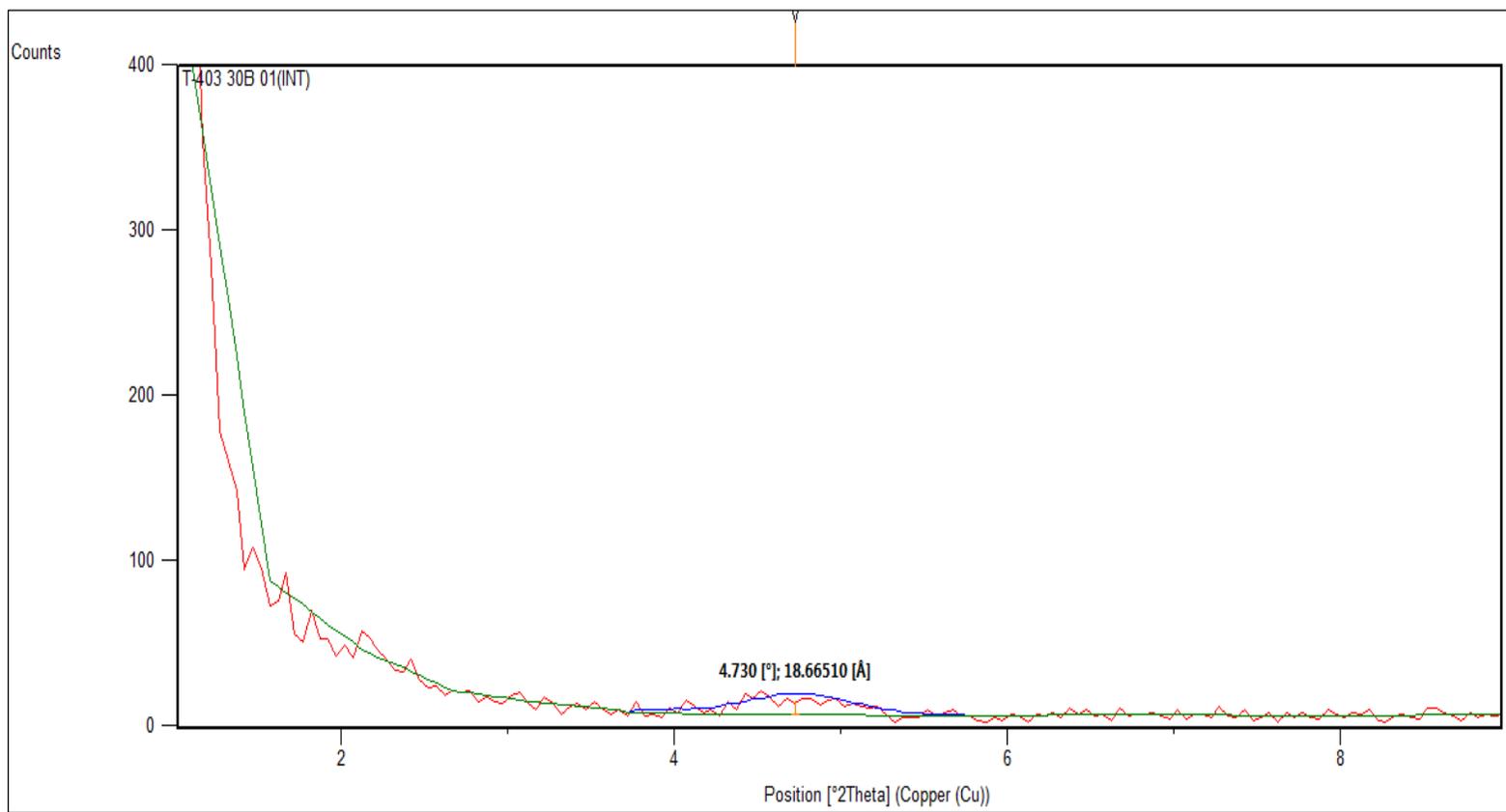


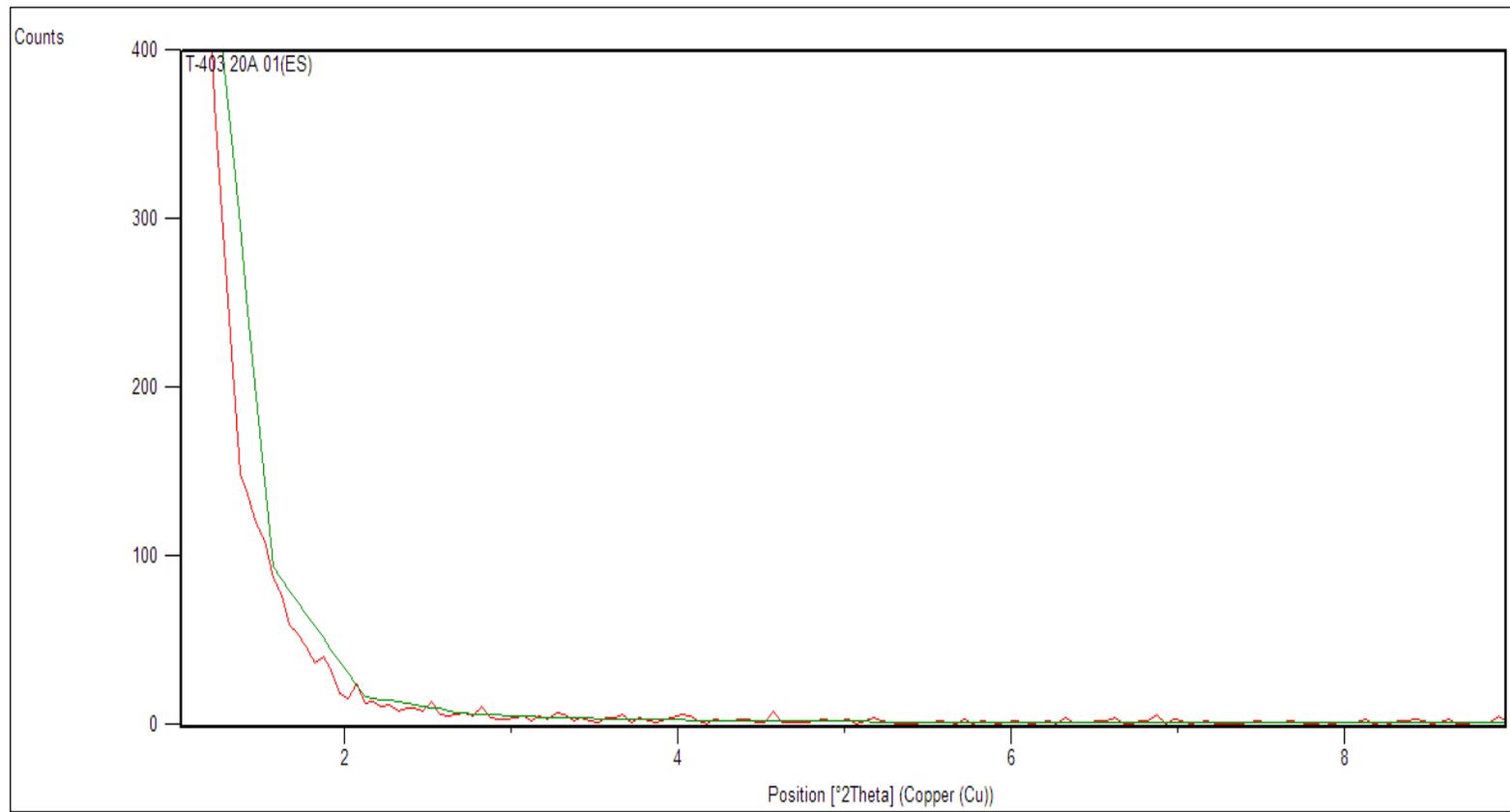


APÉNDICE Z-02

ENSAYO 5 XRD OPTIMIZADO T-403 / 93A , T-403/ 30B Y T-403/ 20A

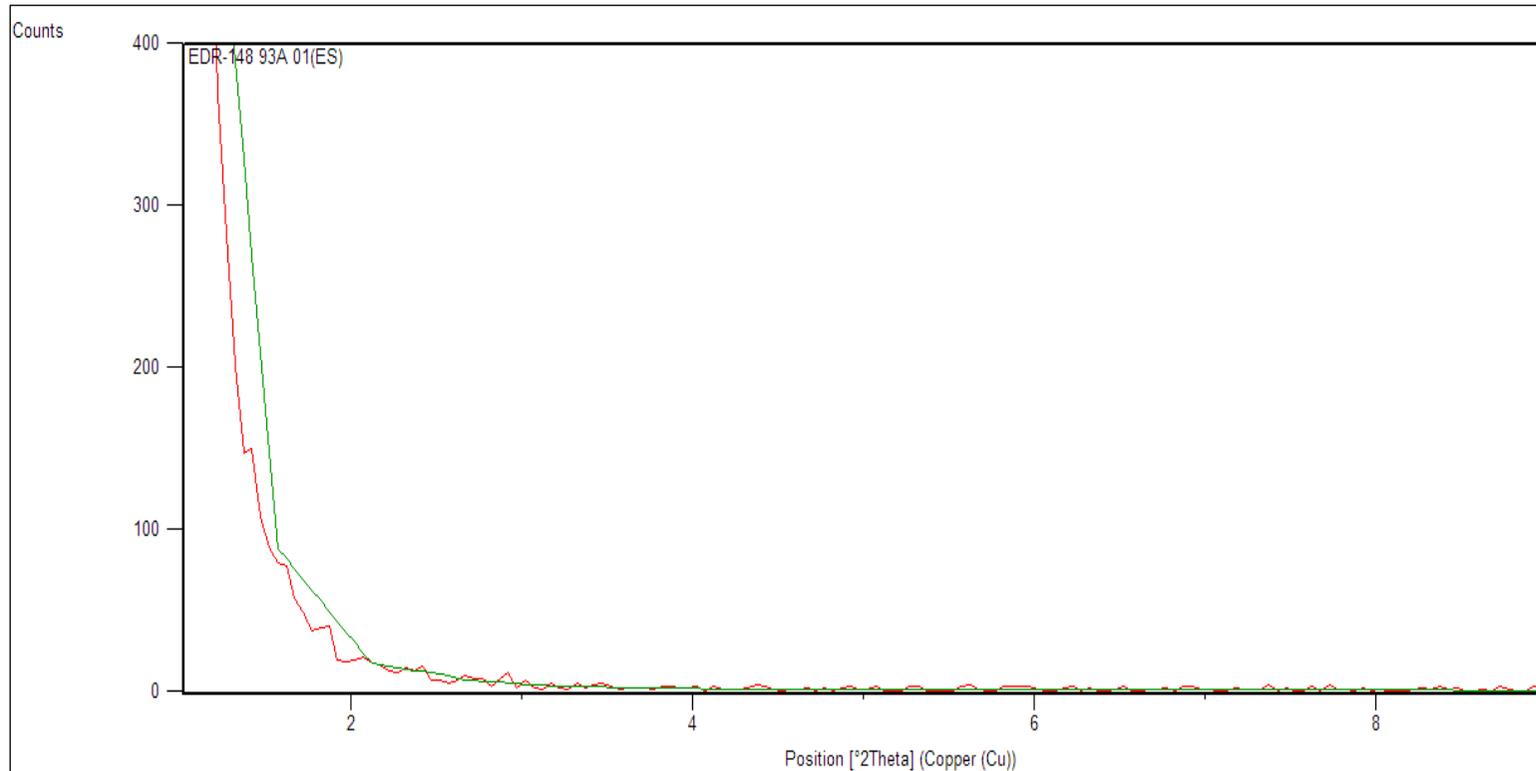


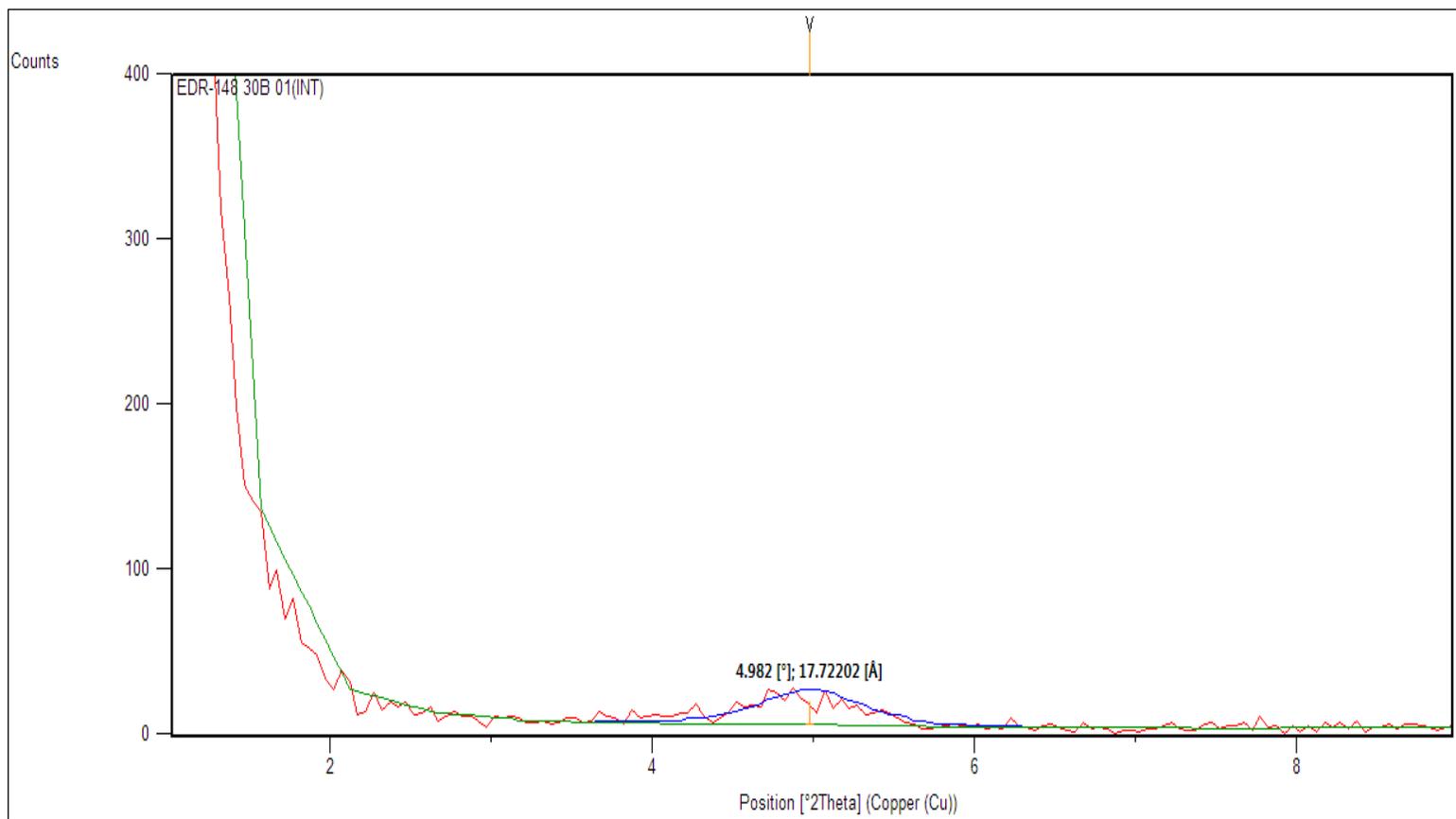


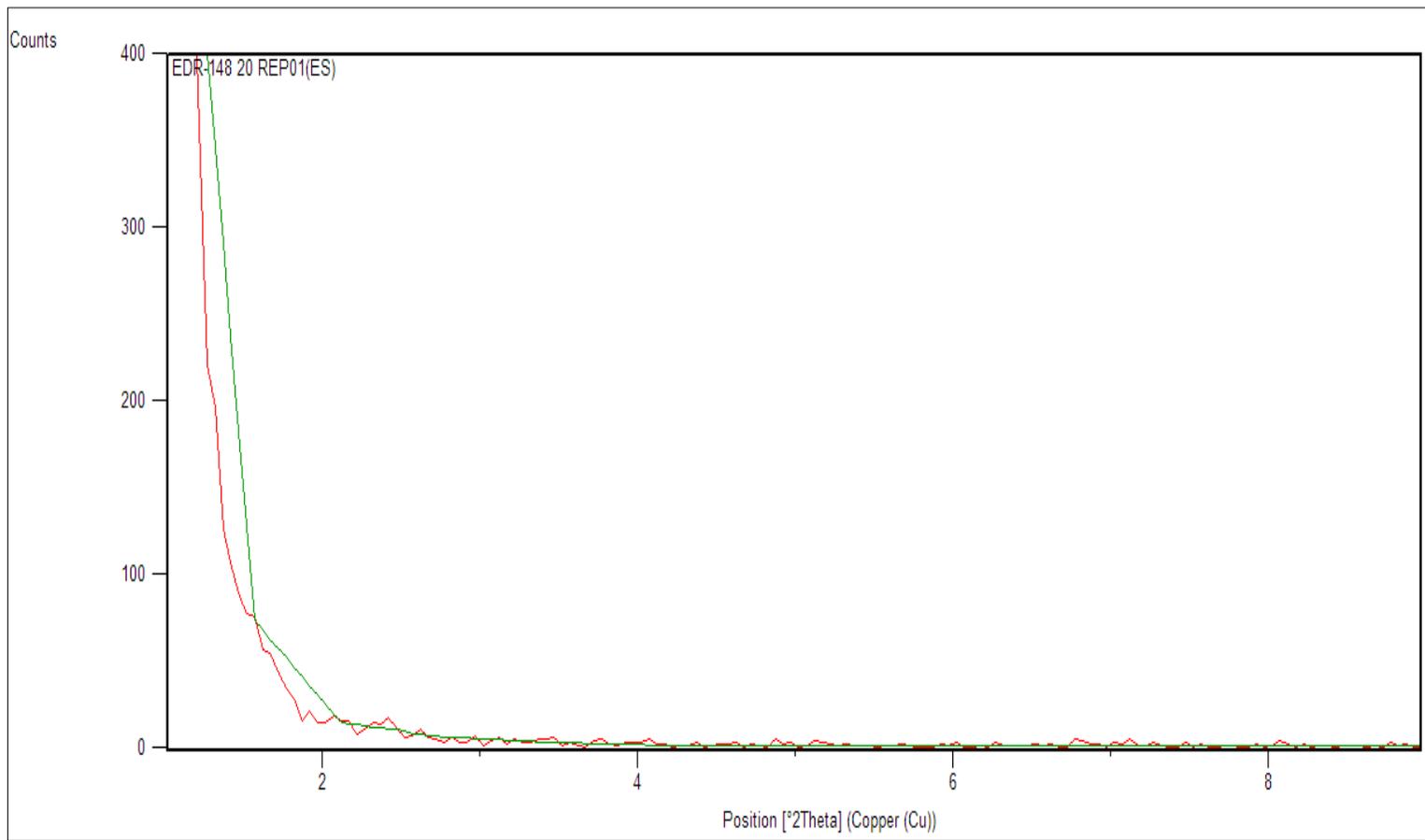


APÉNDICE Z-03

ENSAYO 5 XRD OPTIMIZADO EDR-148 / 93A , EDR-148/ 30B Y EDR-148/ 20A

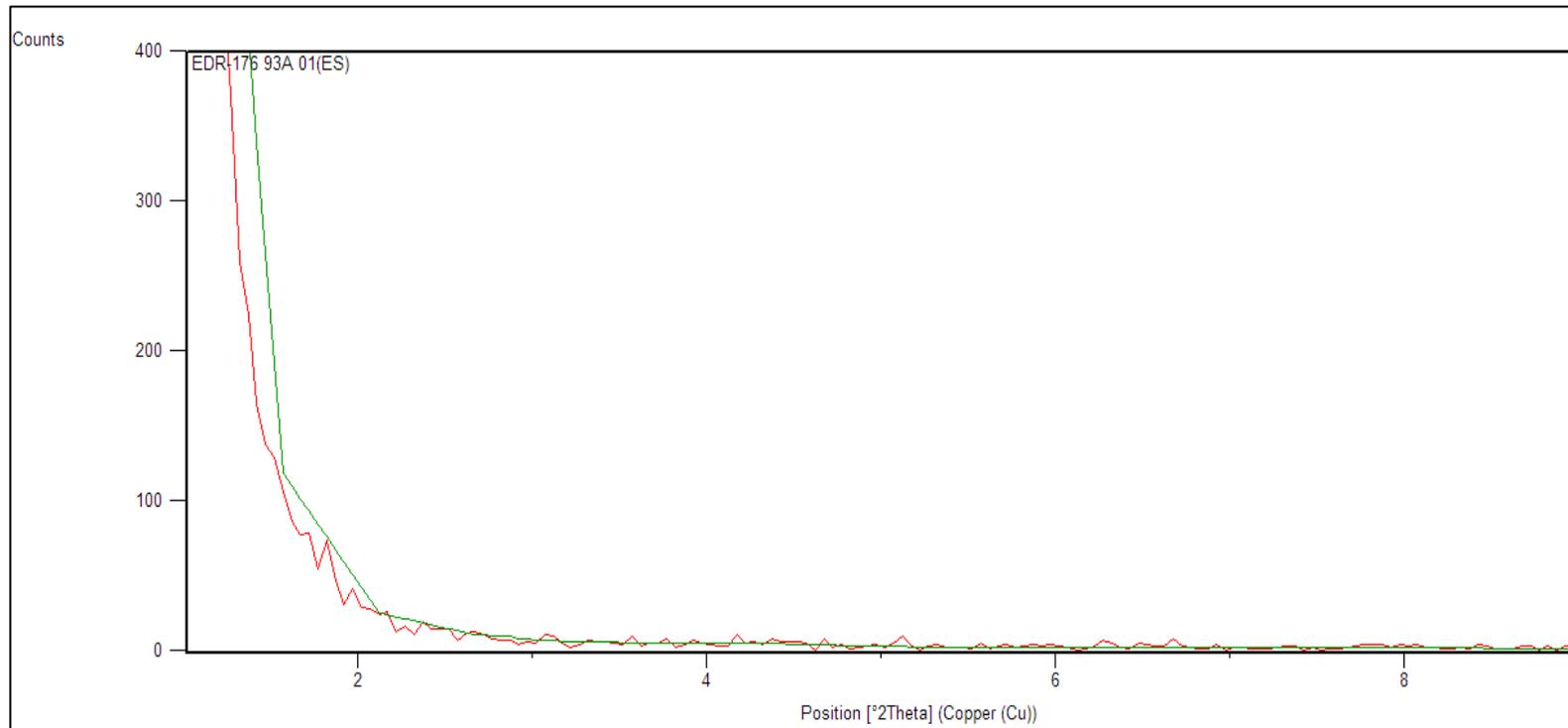


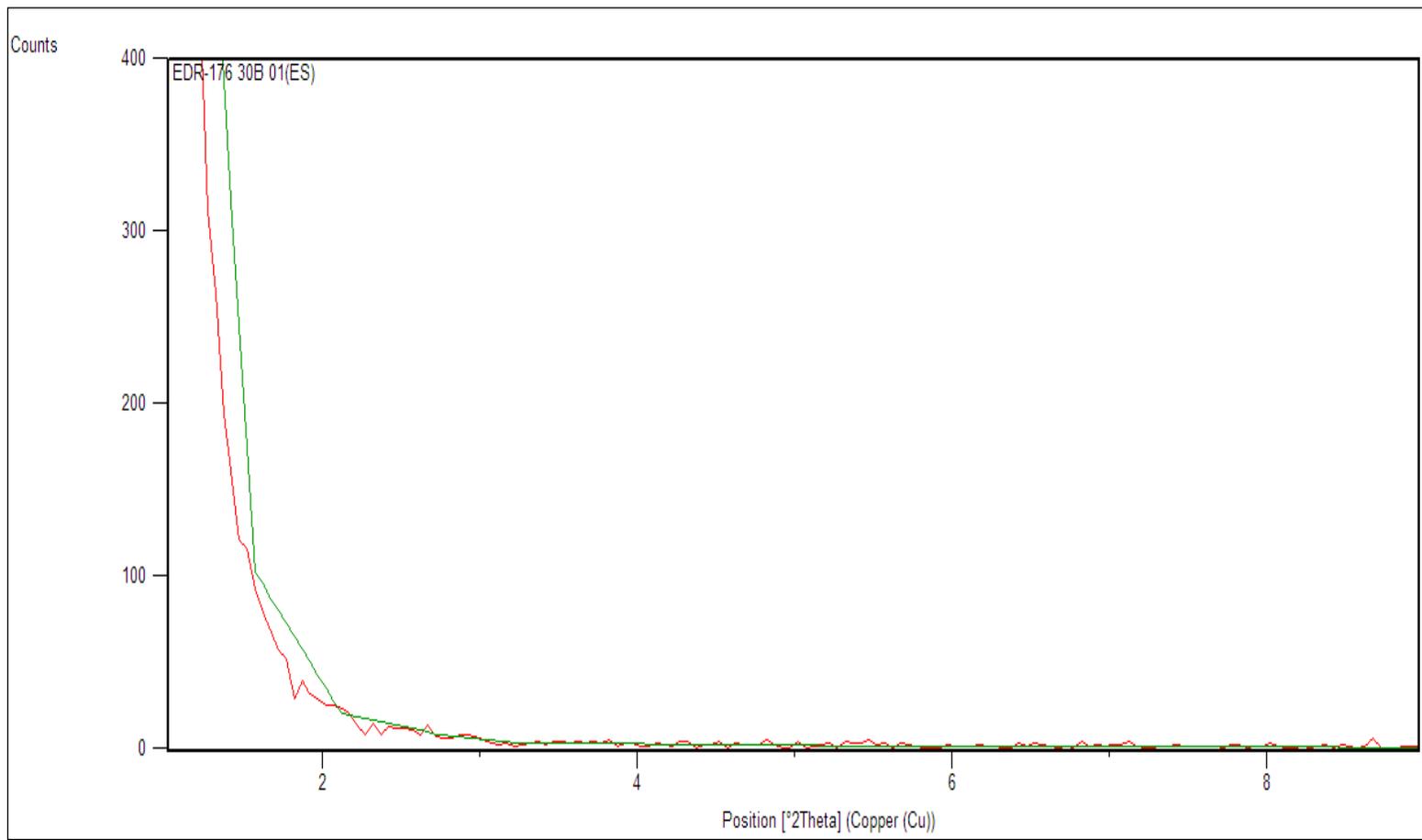


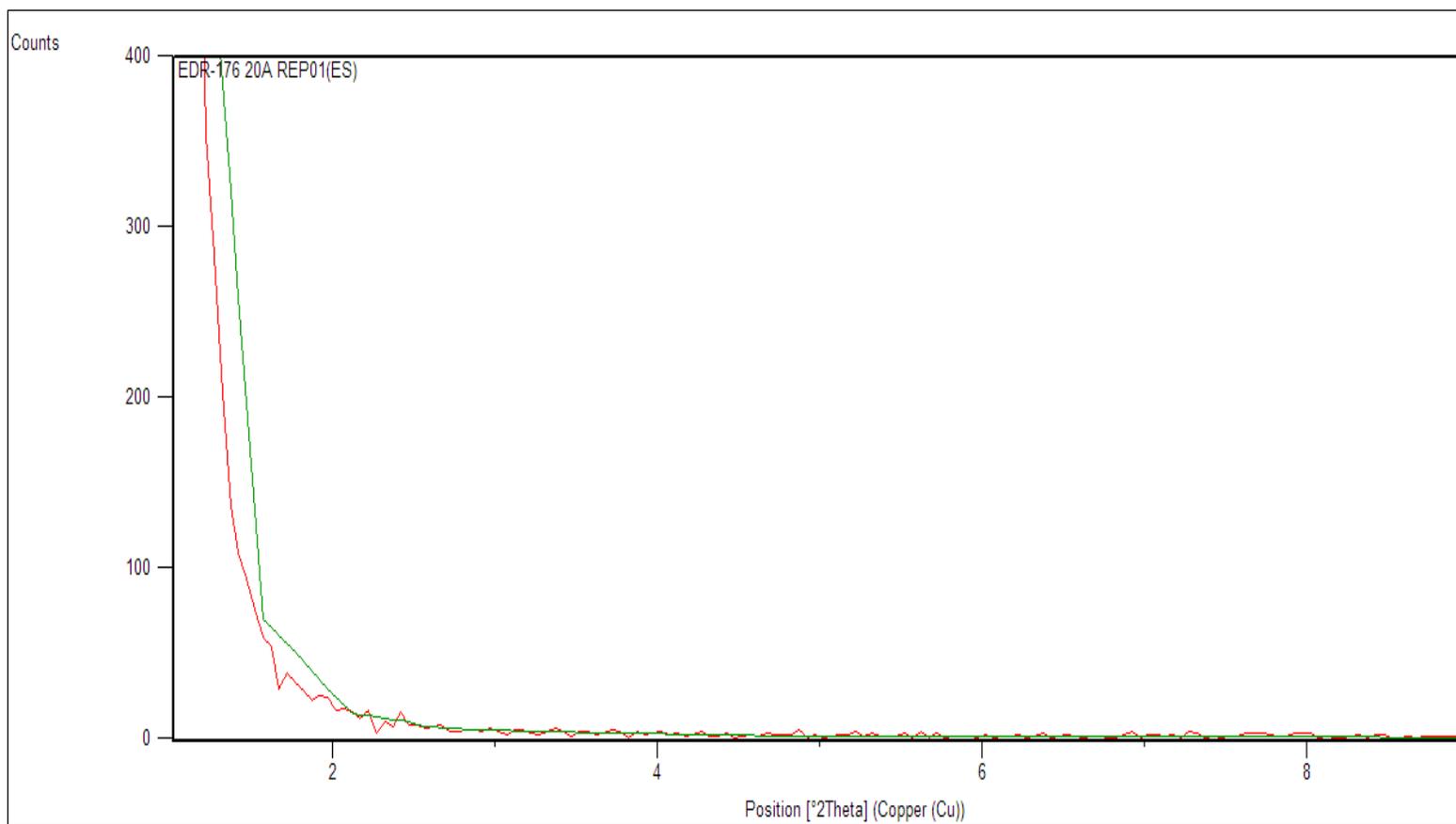


APÉNDICE Z-04

ENSAYO 5 XRD OPTIMIZADO EDR-176 / 93A , EDR-176/ 30B Y EDR-176/ 20A

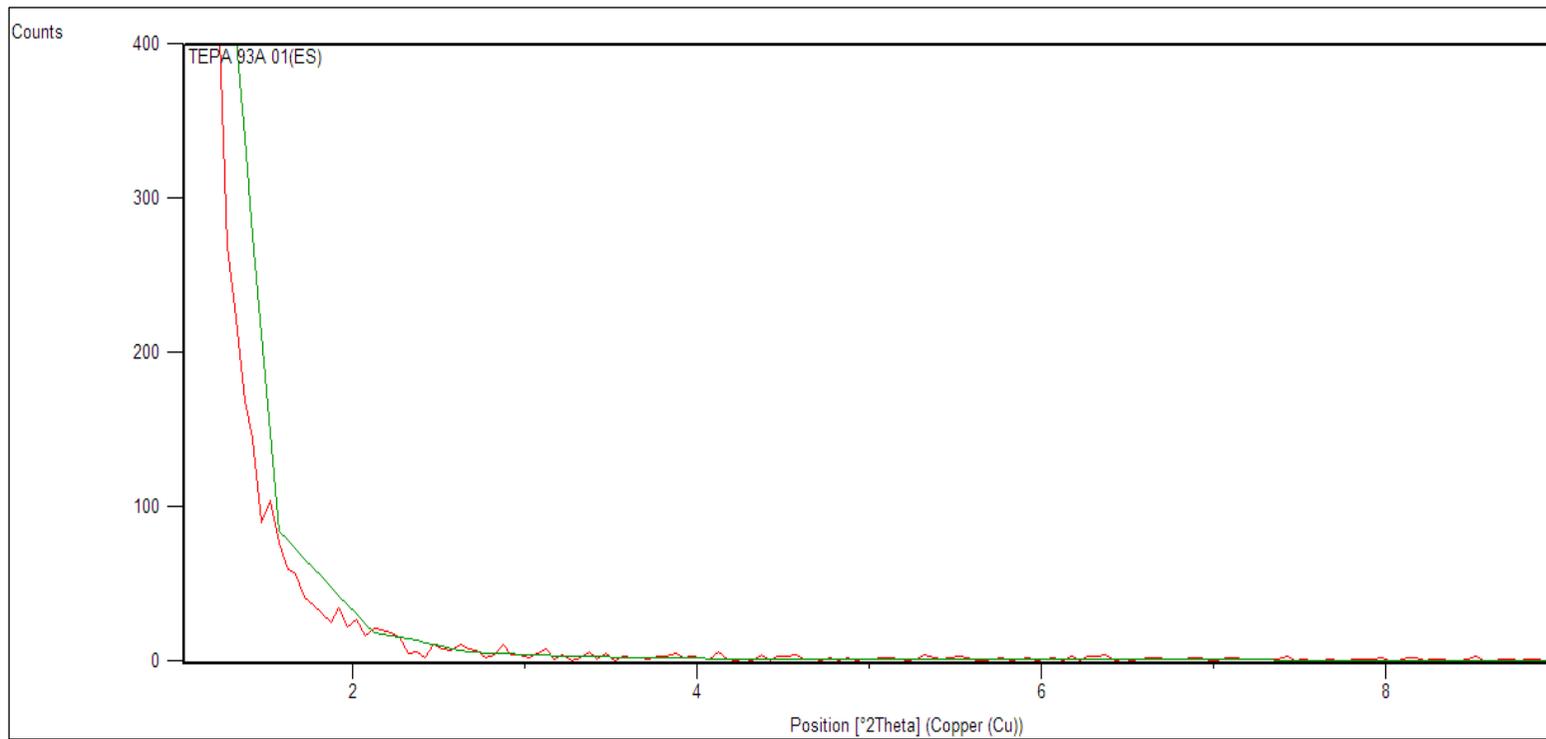


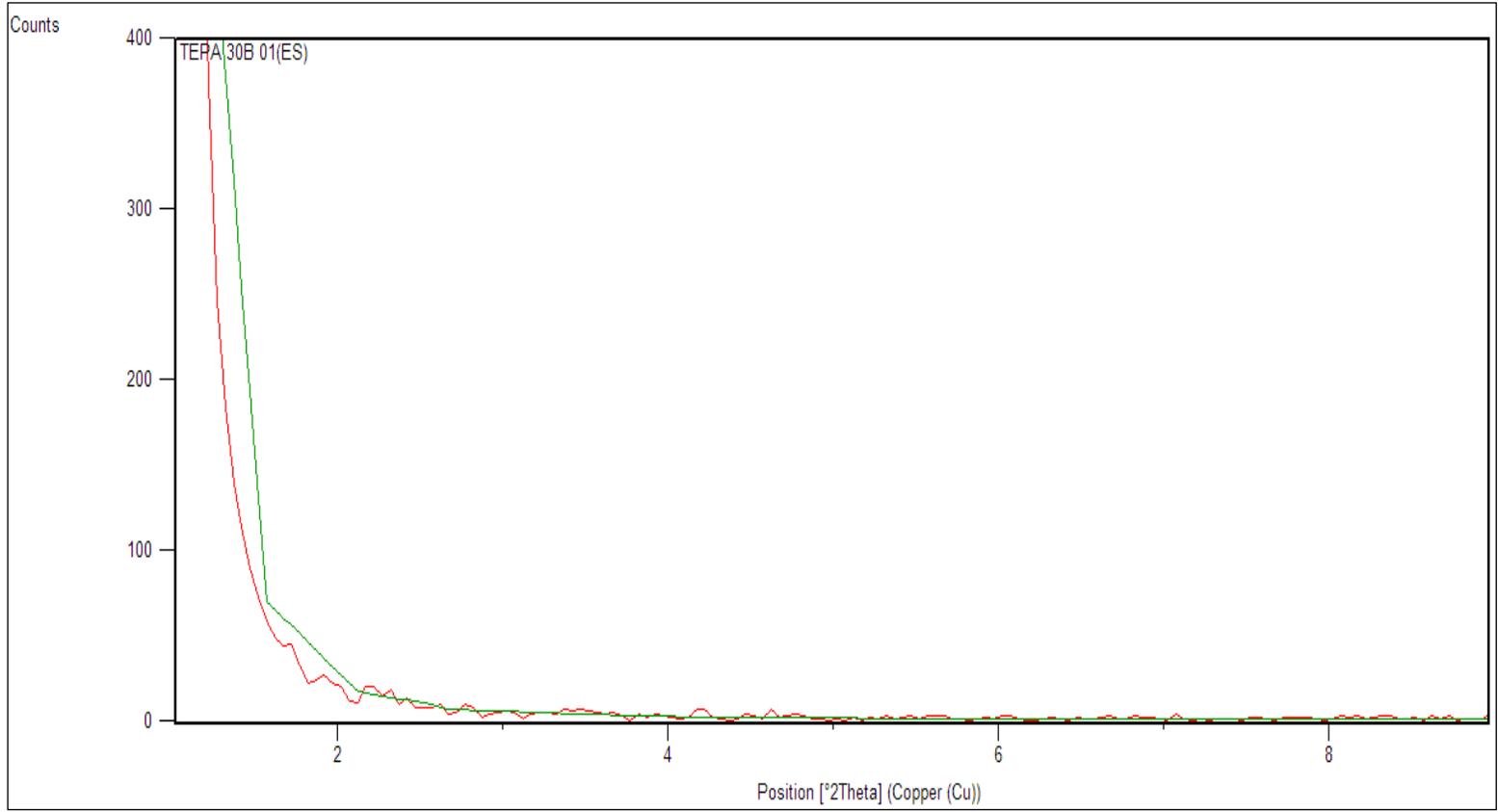


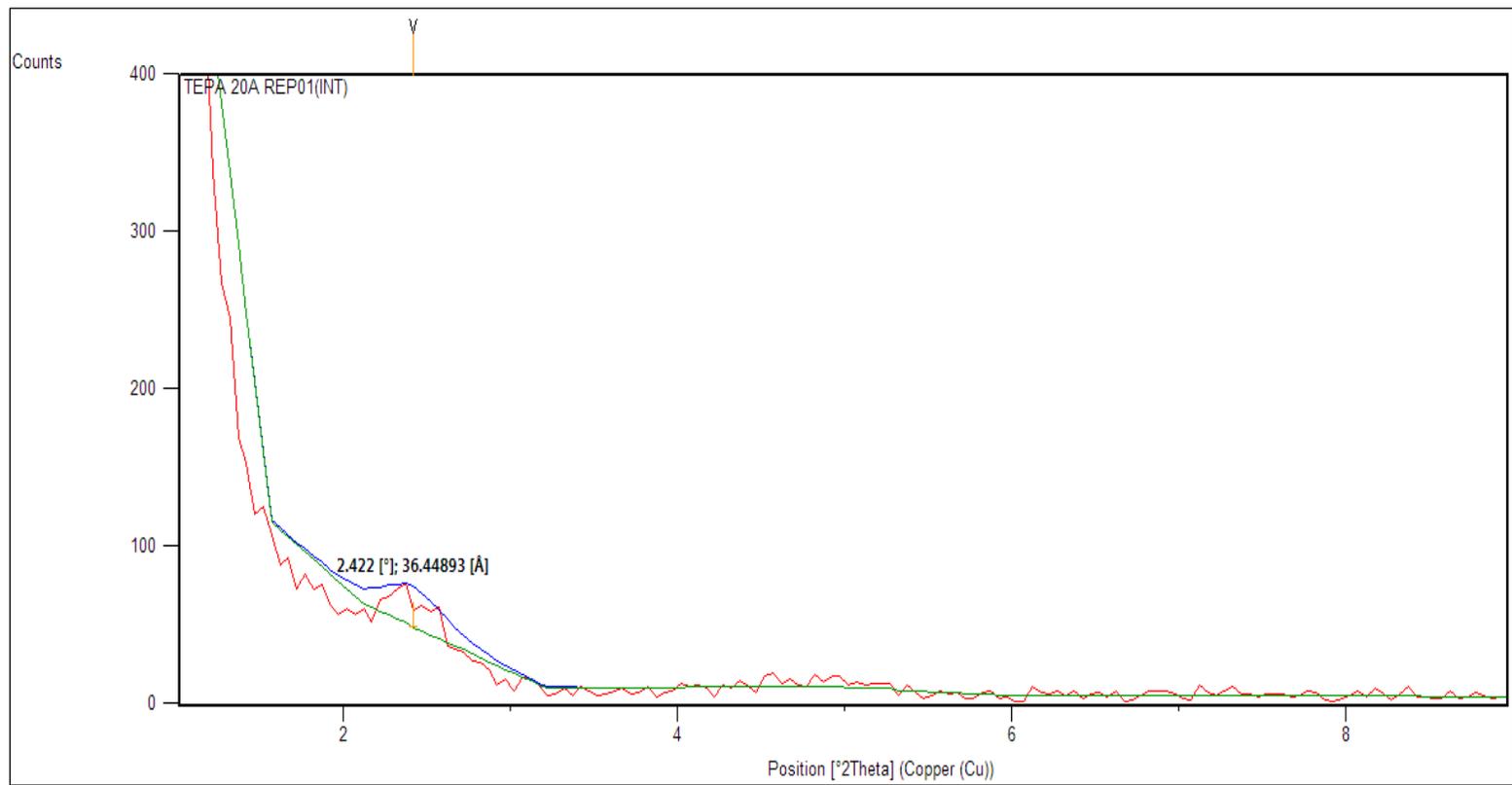


APÉNDICE Z-05

ENSAYO 5 XRD OPTIMIZADO TEPA / 93A , TEPA/ 30B Y TEPA/ 20A

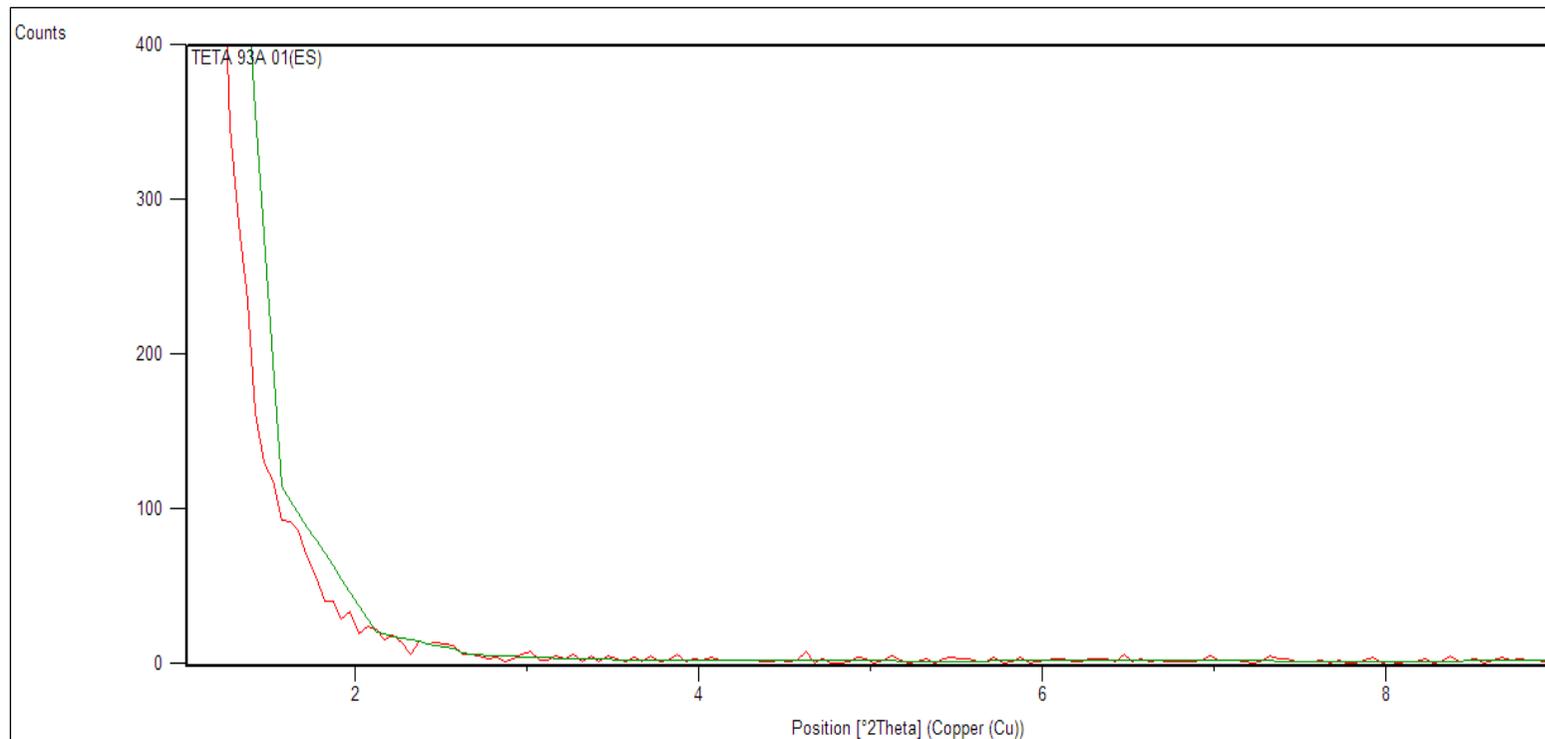


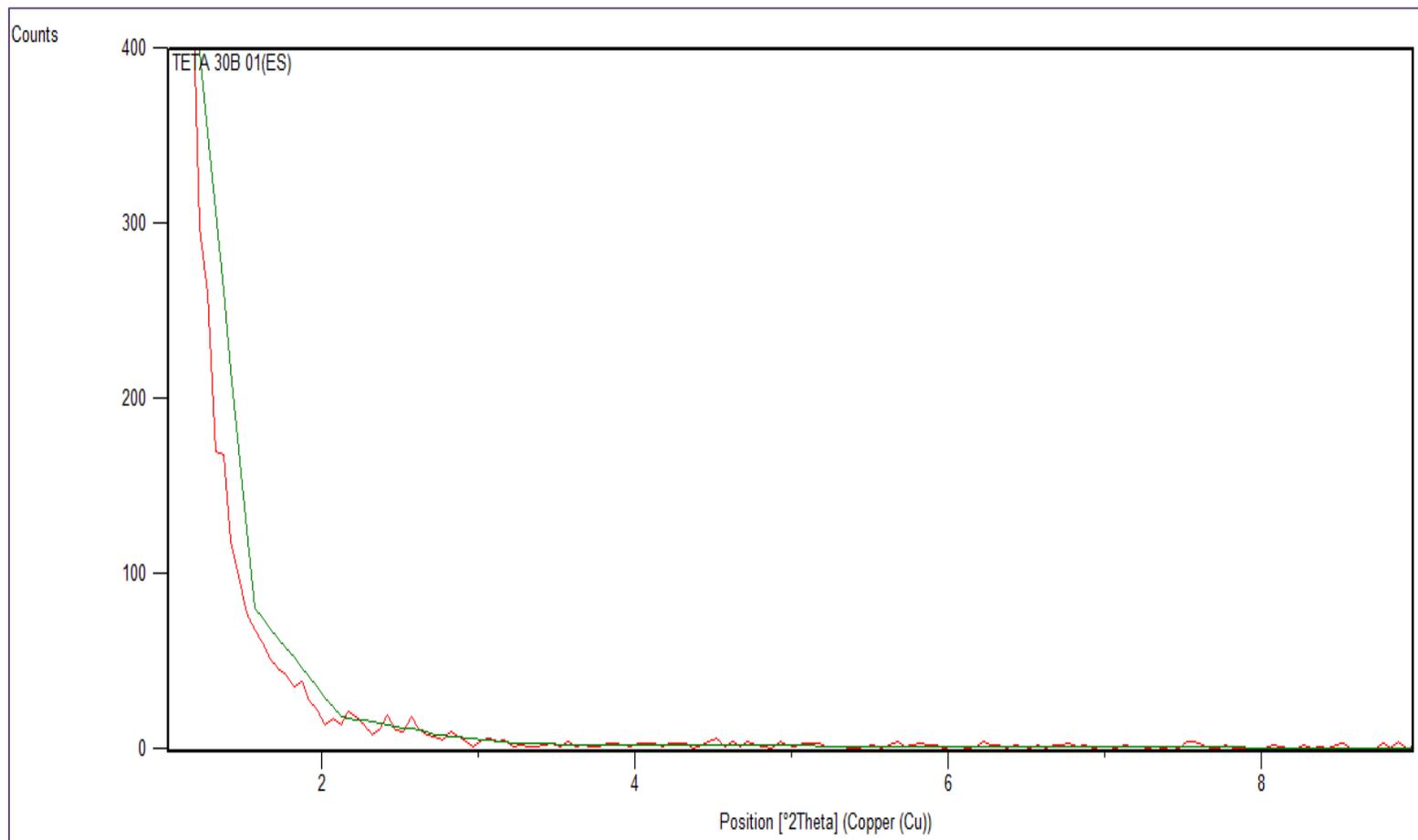


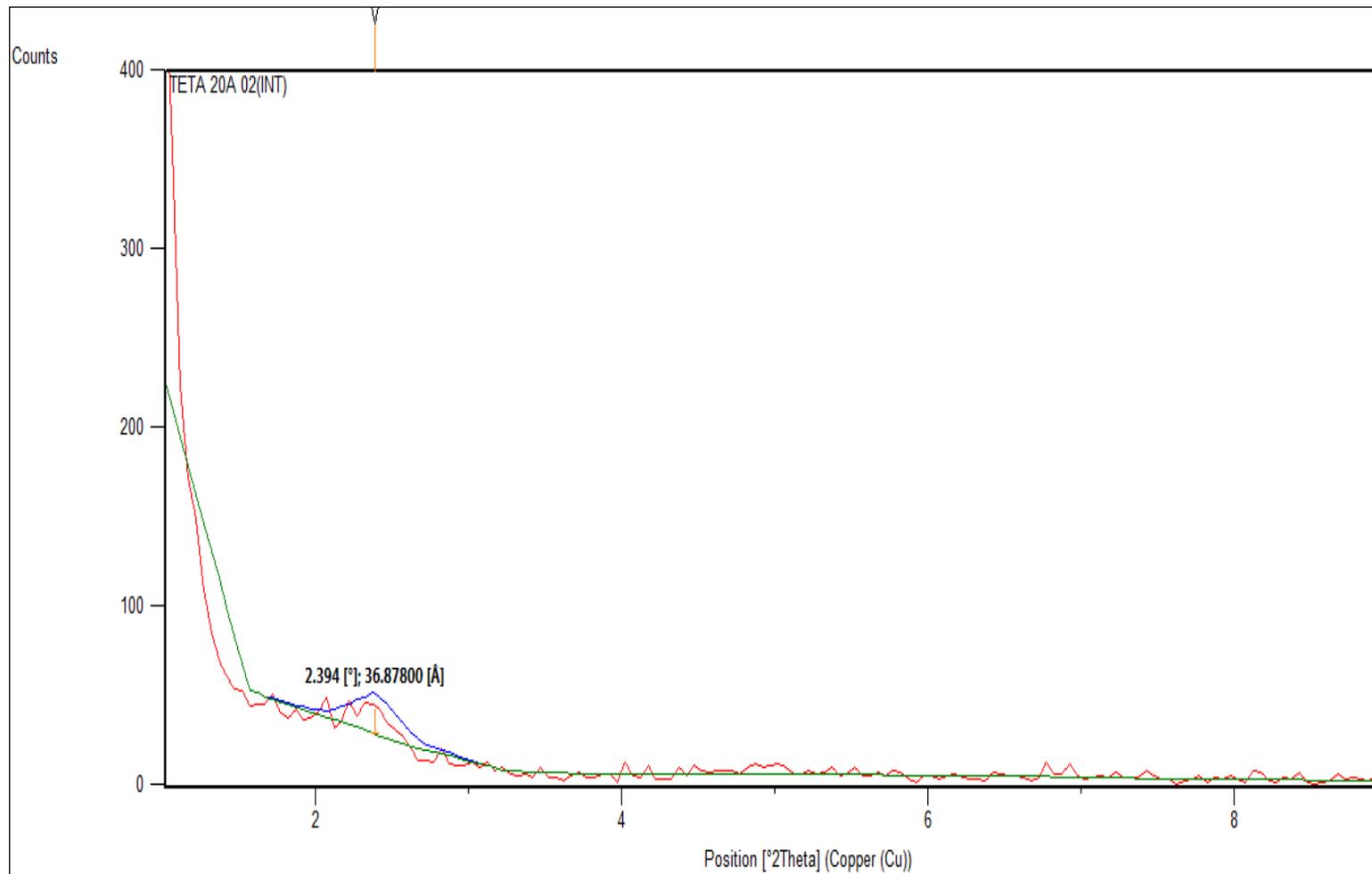


APÉNDICE Z-06

ENSAYO 5 XRD OPTIMIZADO TETA / 93A , TETA/ 30B Y TETA/ 20A.

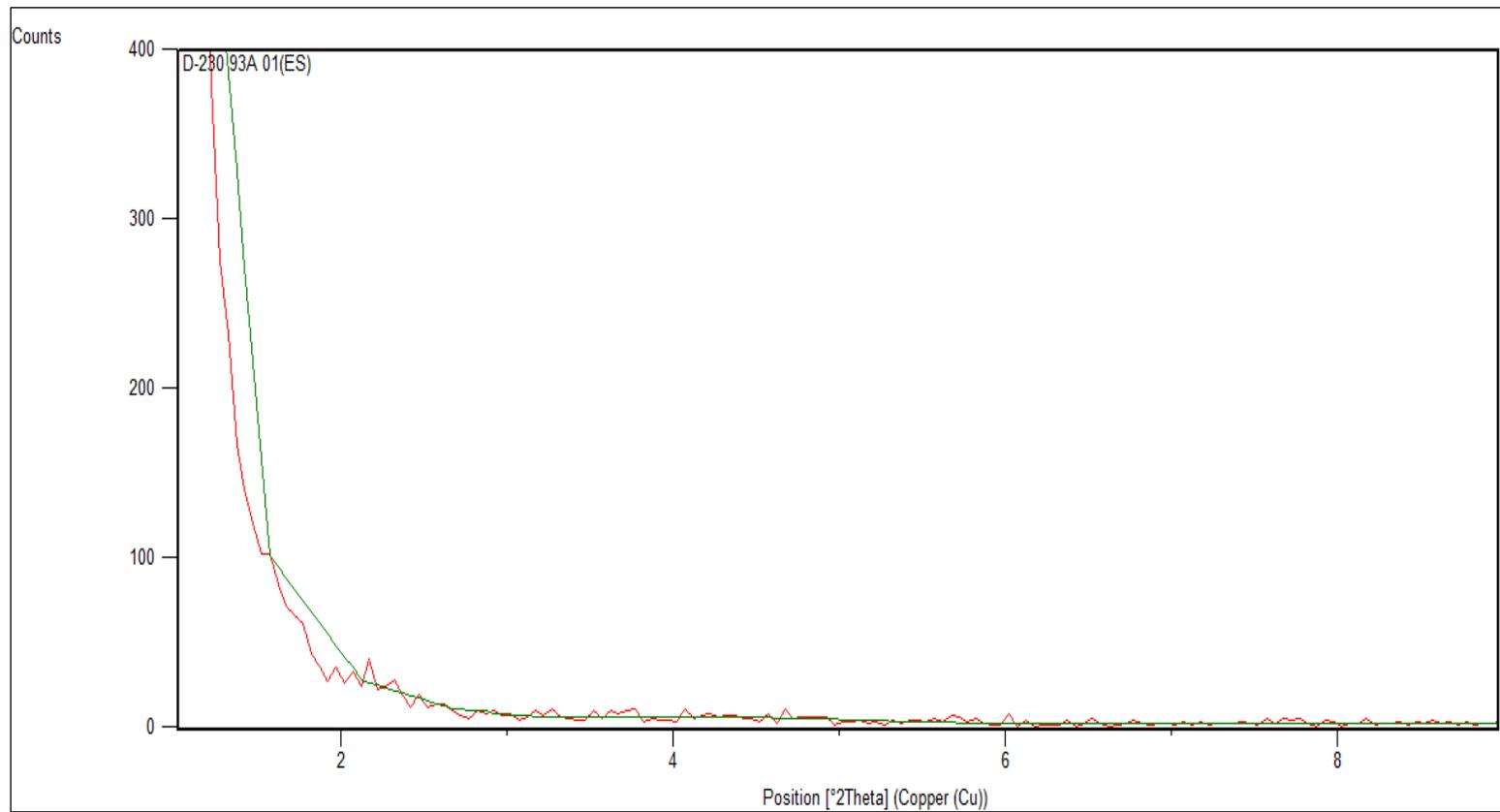


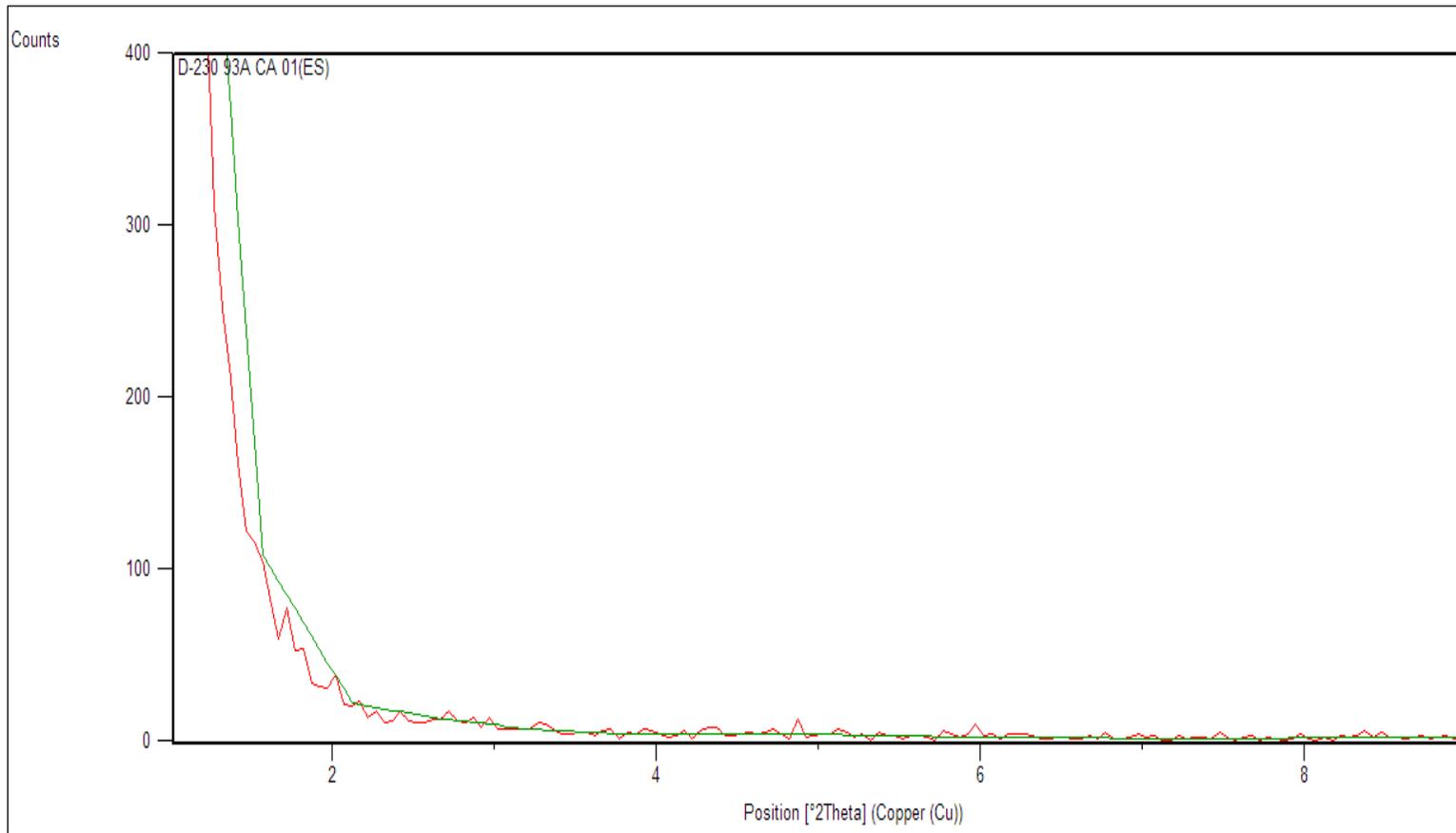




APÉNDICE Z-07

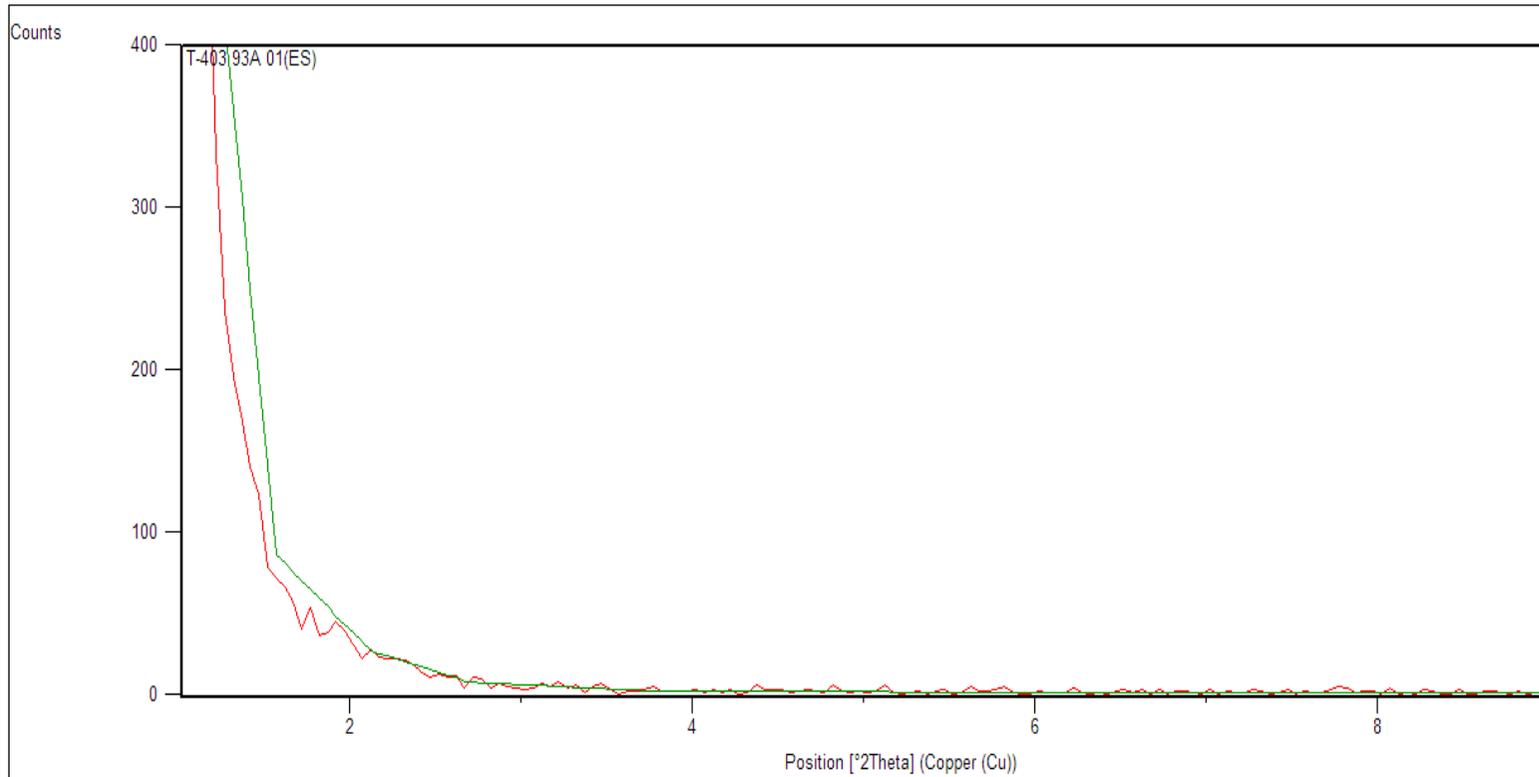
ENSAYO 6 XRD OPTIMIZADO D-230 / 93A Y D-230/ 93A/CA

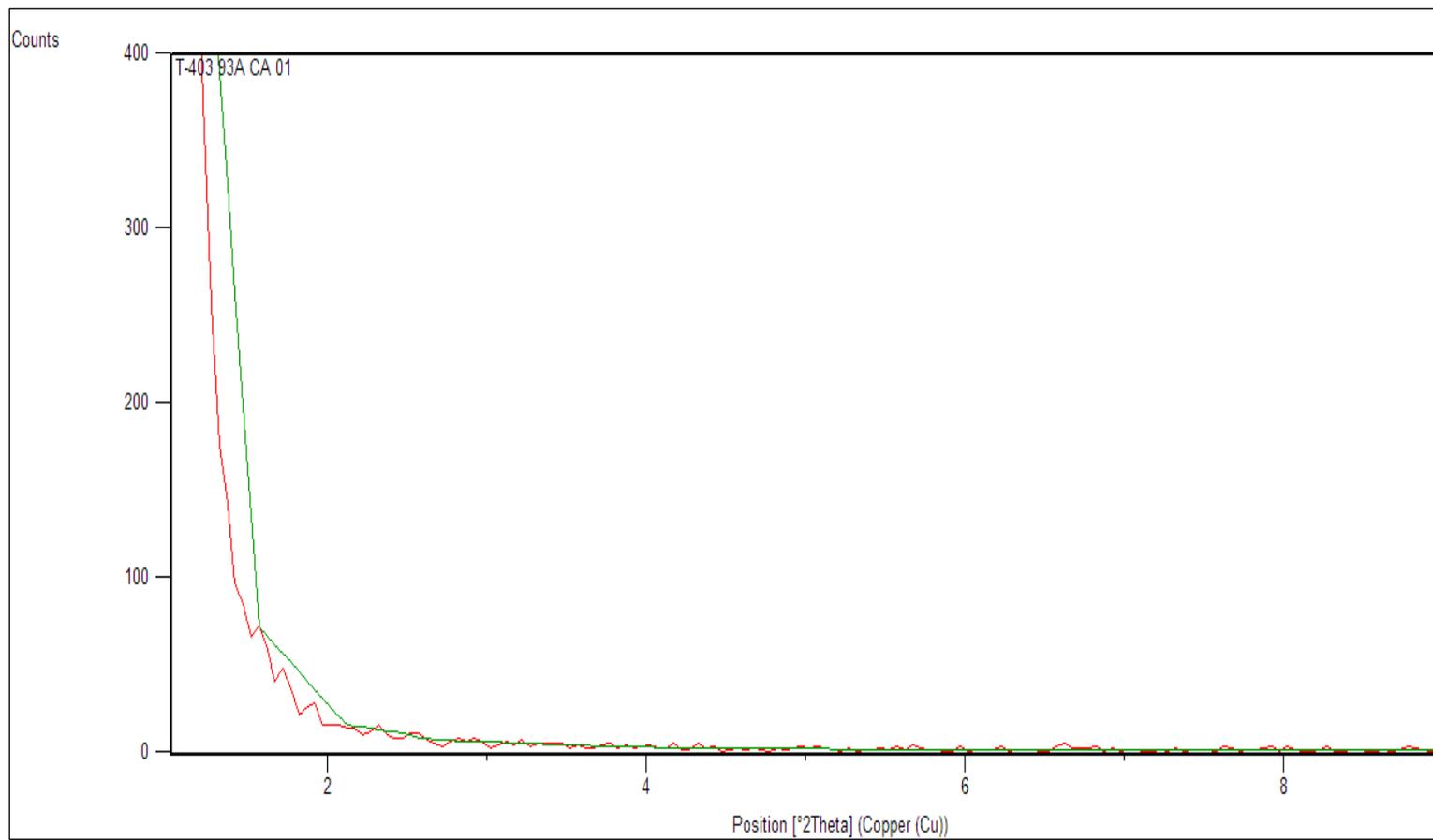




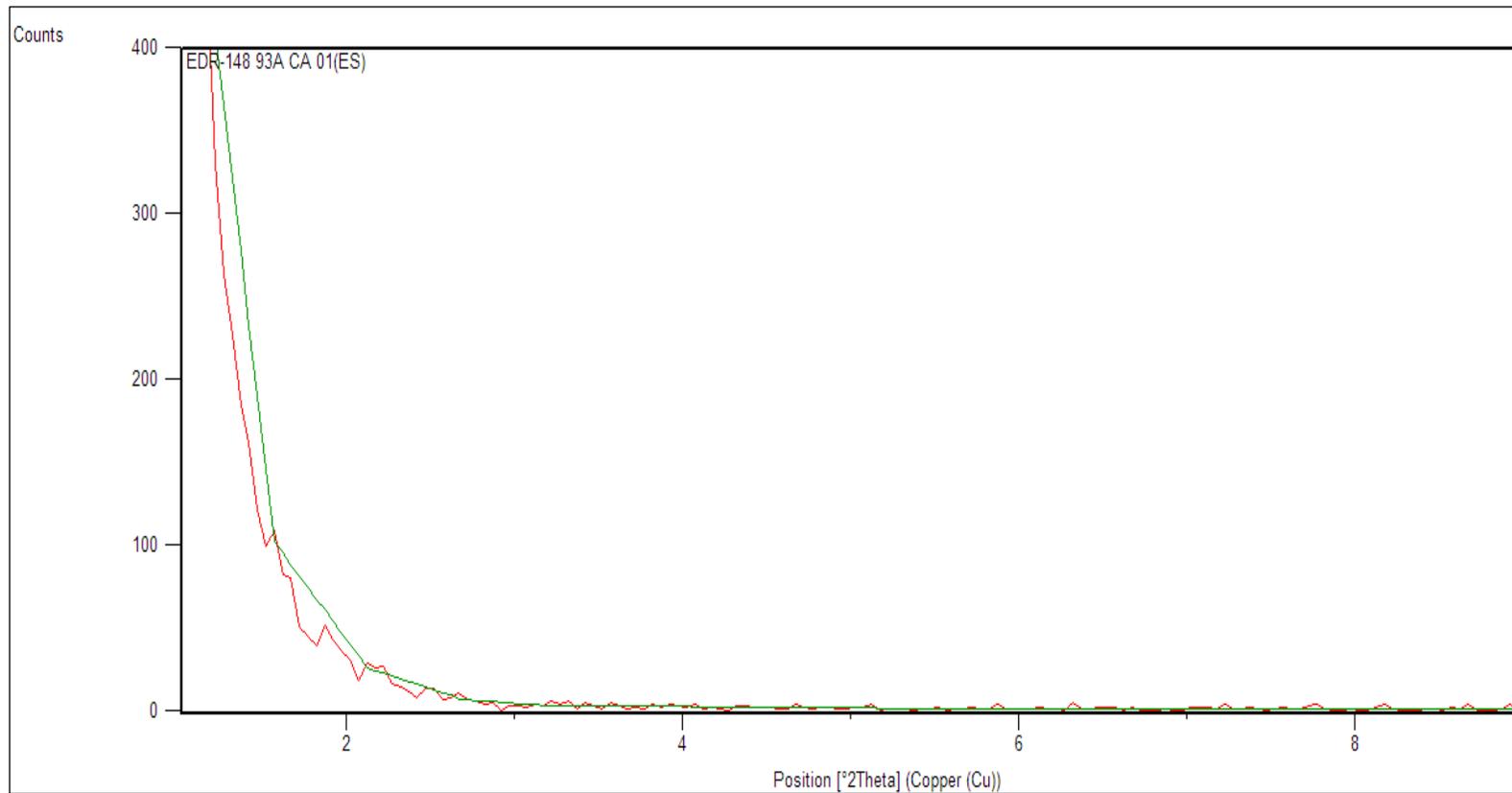
APÉNDICE Z-08

ENSAYO 6 XRD OPTIMIZADO T-403 / 93A Y T-403/ 93A/CA



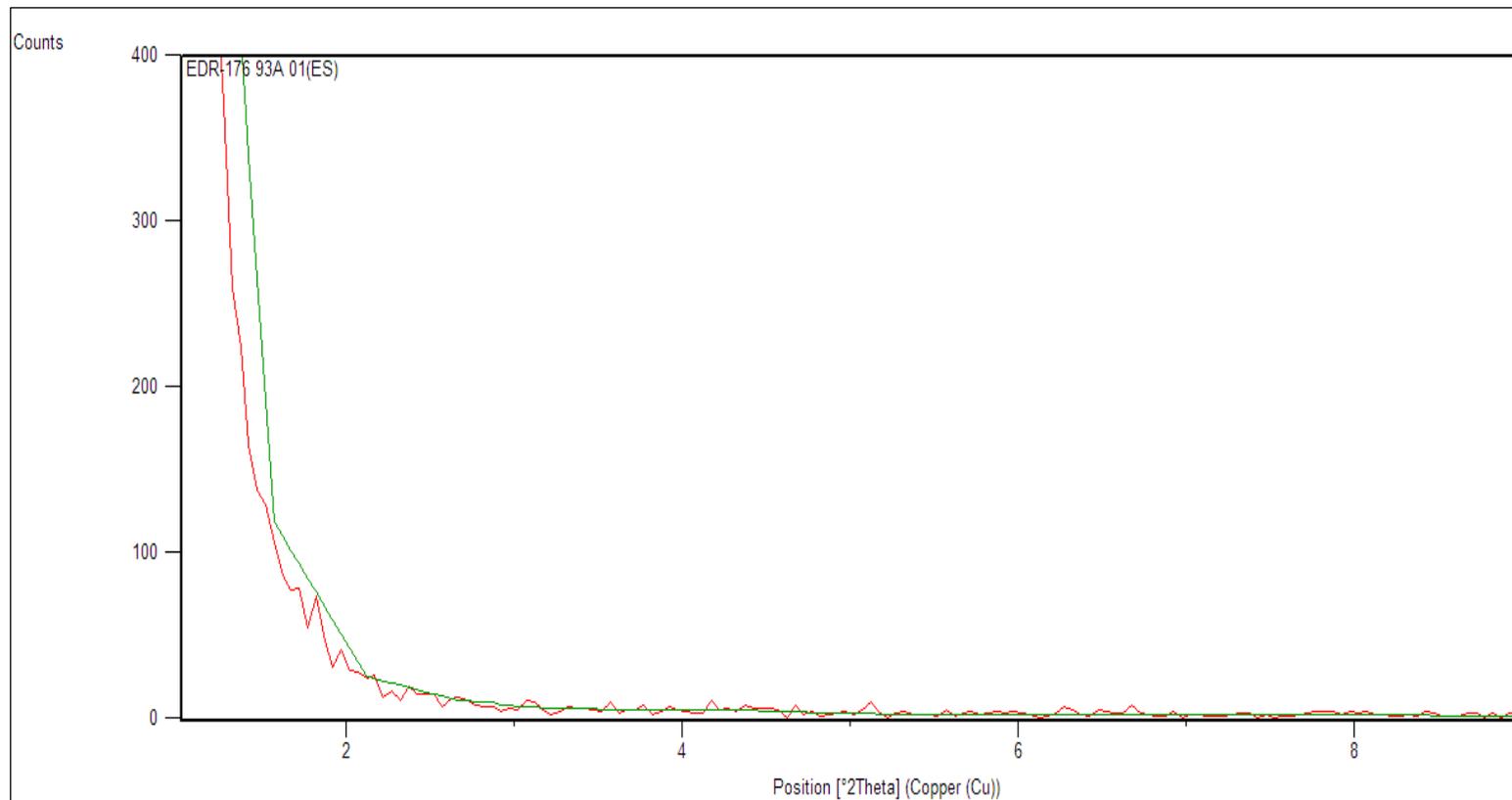


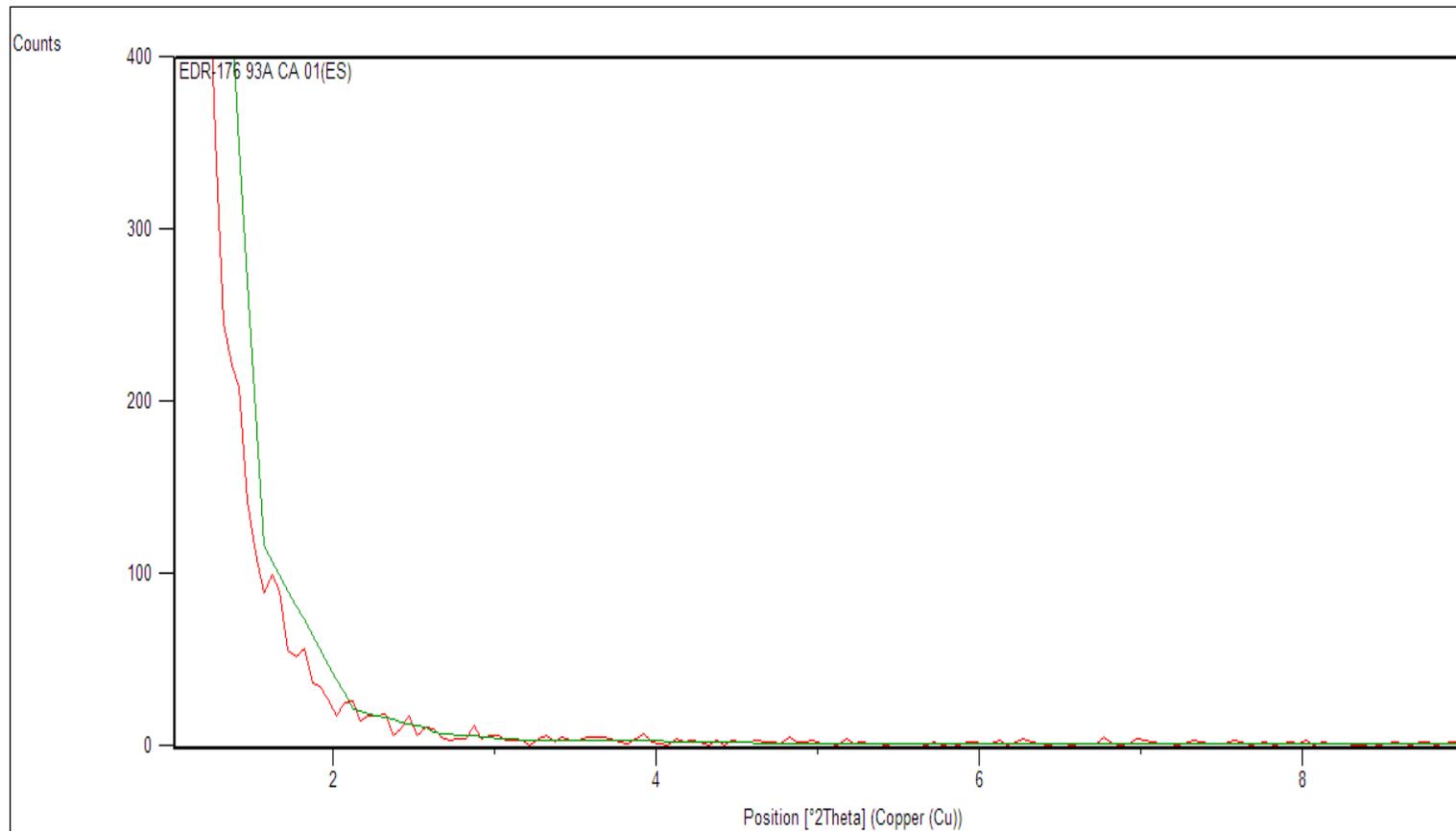
APÉNDICE Z-09
ENSAYO 6 XRD OPTIMIZADO EDR-148 / 93A Y EDR-148/ 93A/CA



APÉNDICE Z-10

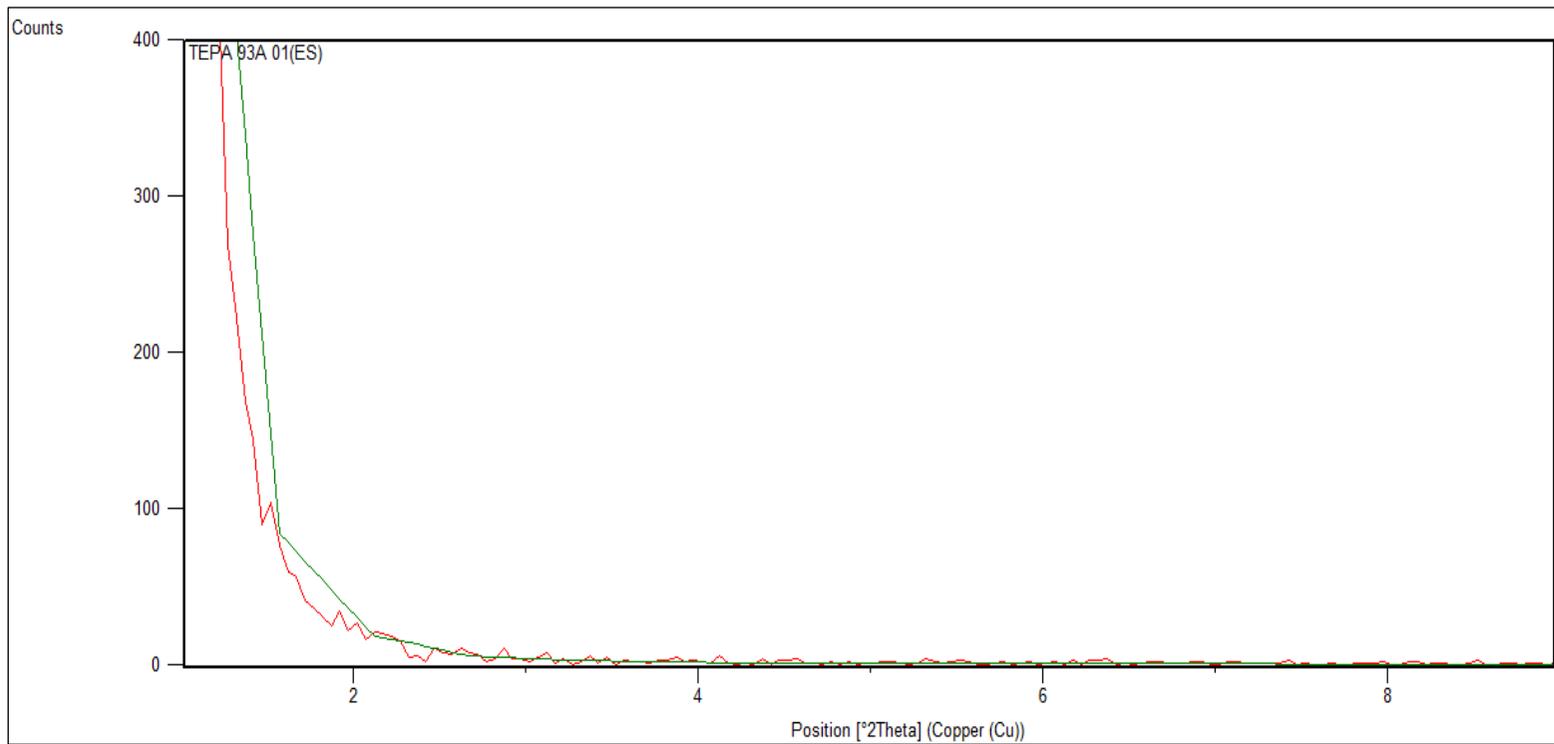
ENSAYO 6 XRD OPTIMIZADO EDR-176 / 93A Y EDR-176/93A/CA

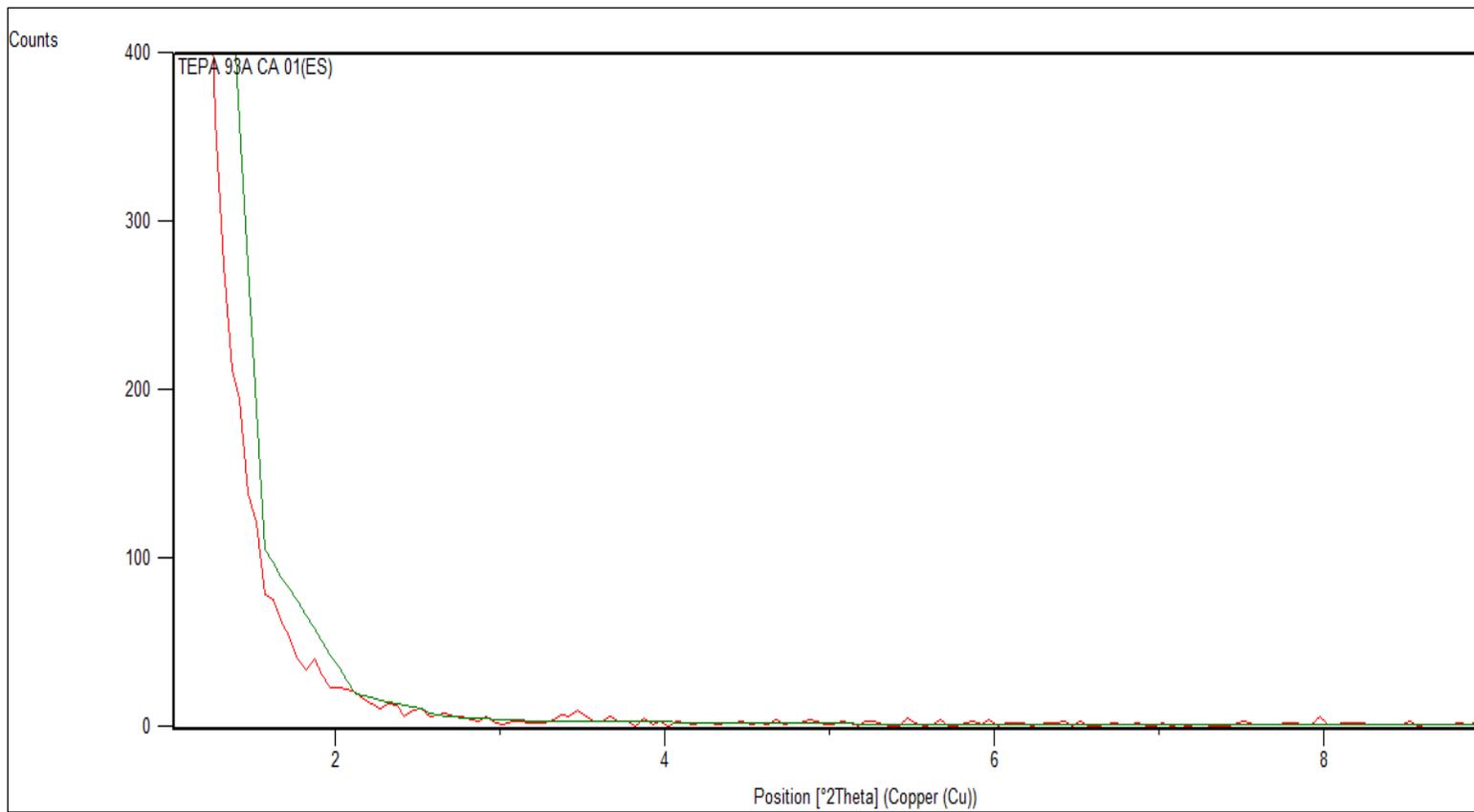




APÉNDICE Z-11

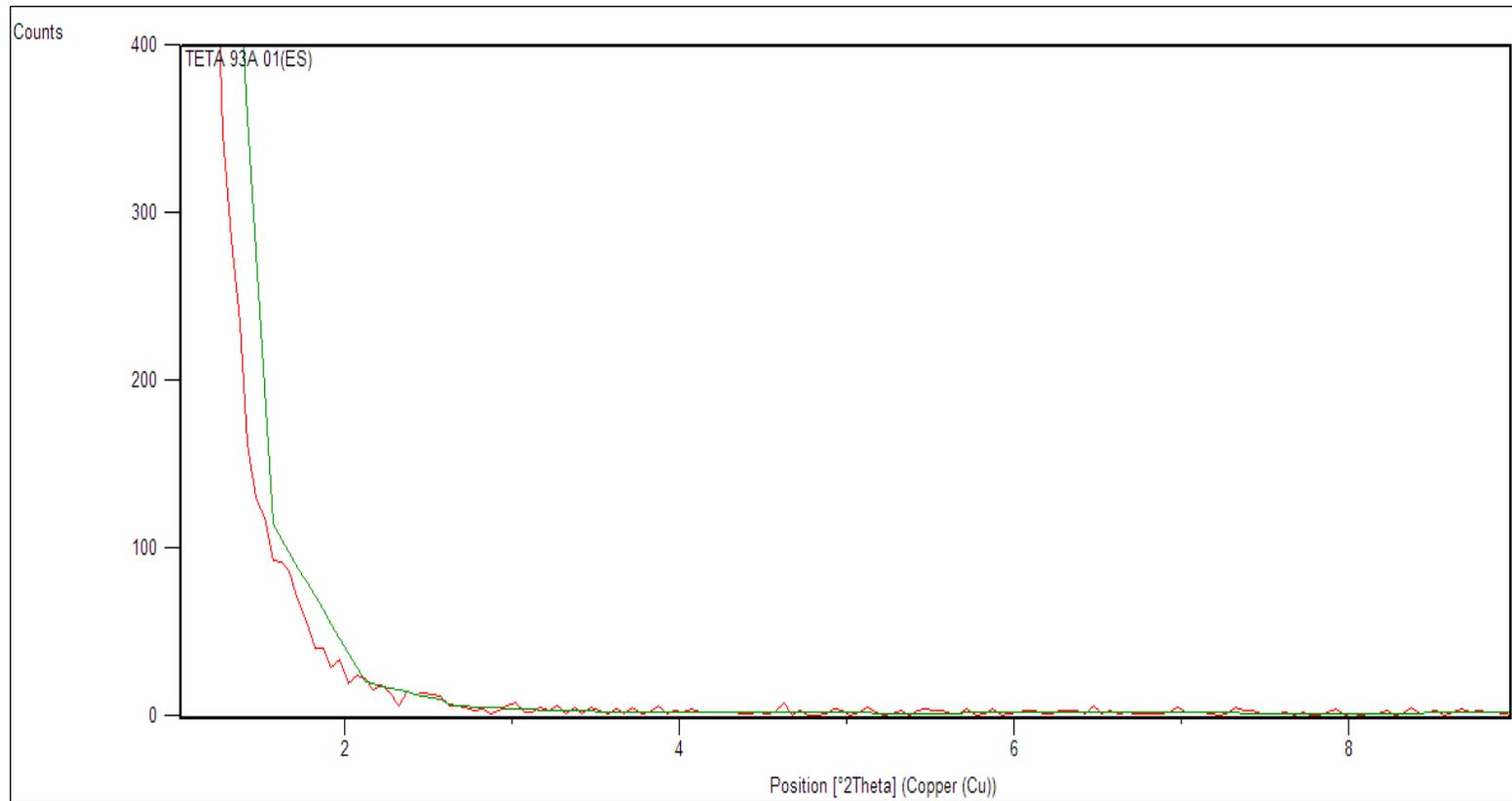
ENSAYO 6 XRD OPTIMIZADO TEPA / 93A Y TEPA/93A/CA

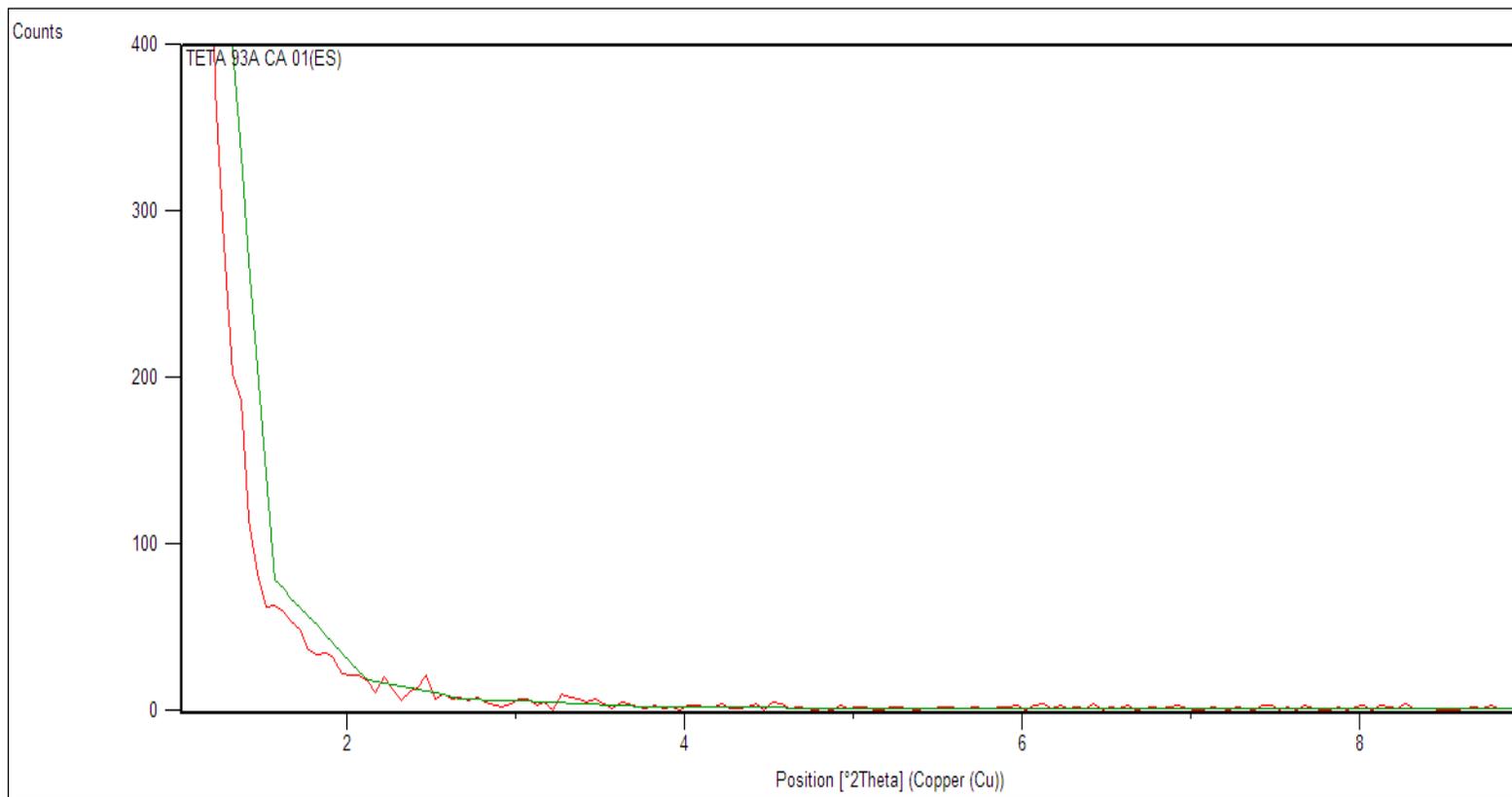




APÉNDICE Z-12

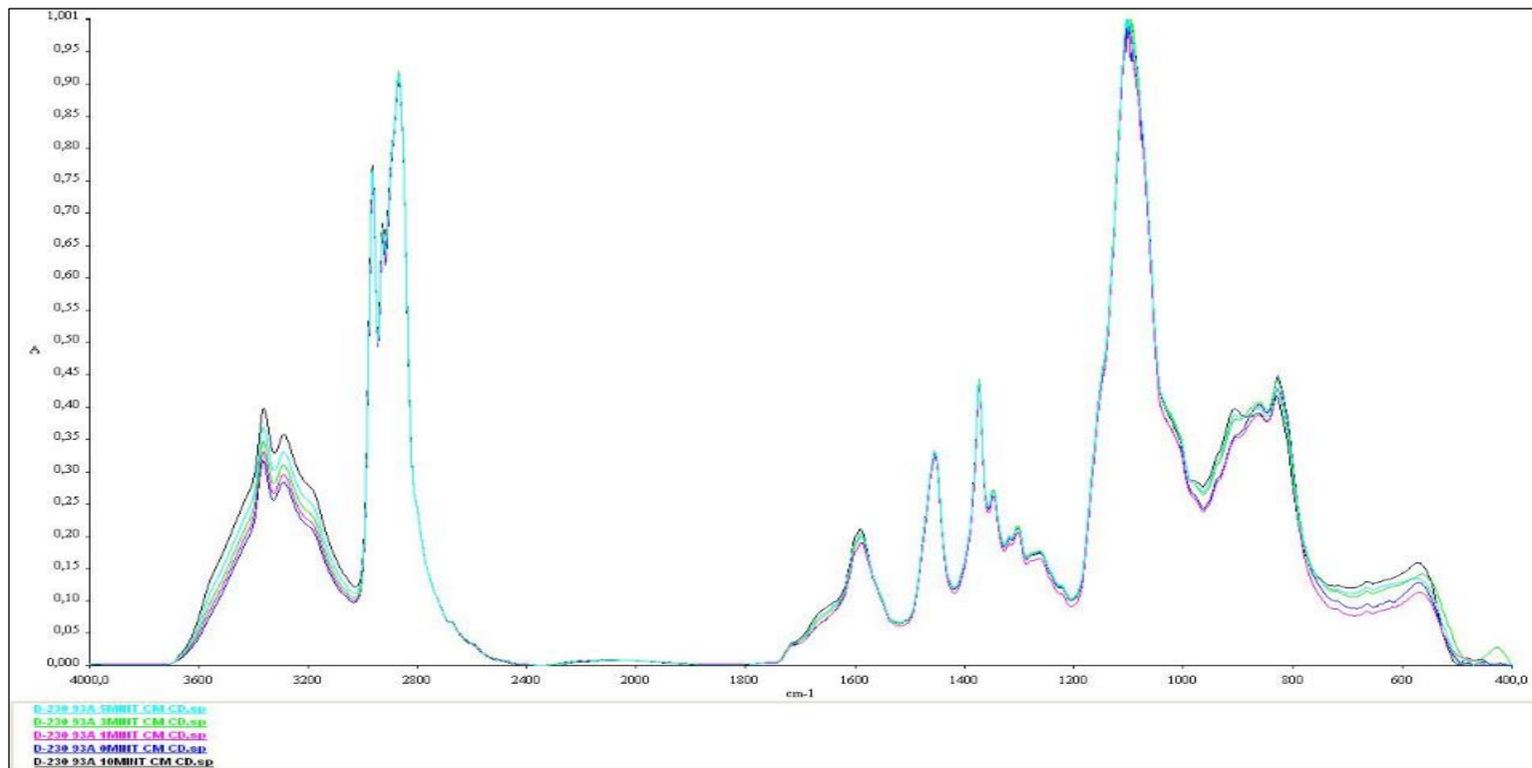
ENSAYO 6 XRD OPTIMIZADO TETA / 93A Y TETA/ 93A/CA





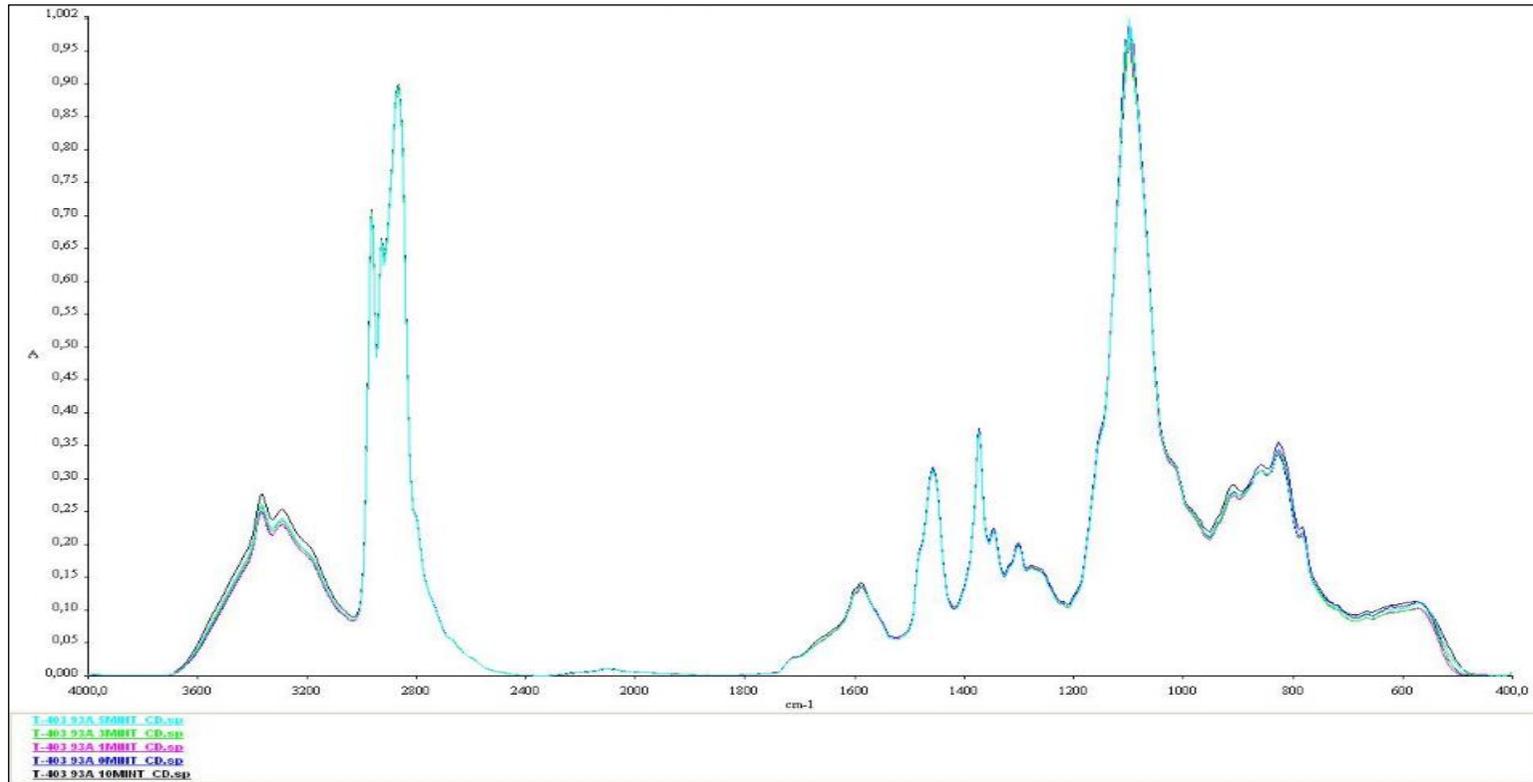
APÉNDICE Z-13

ENSAYO 2 FTIR RANGO GENERAL D-230/93A



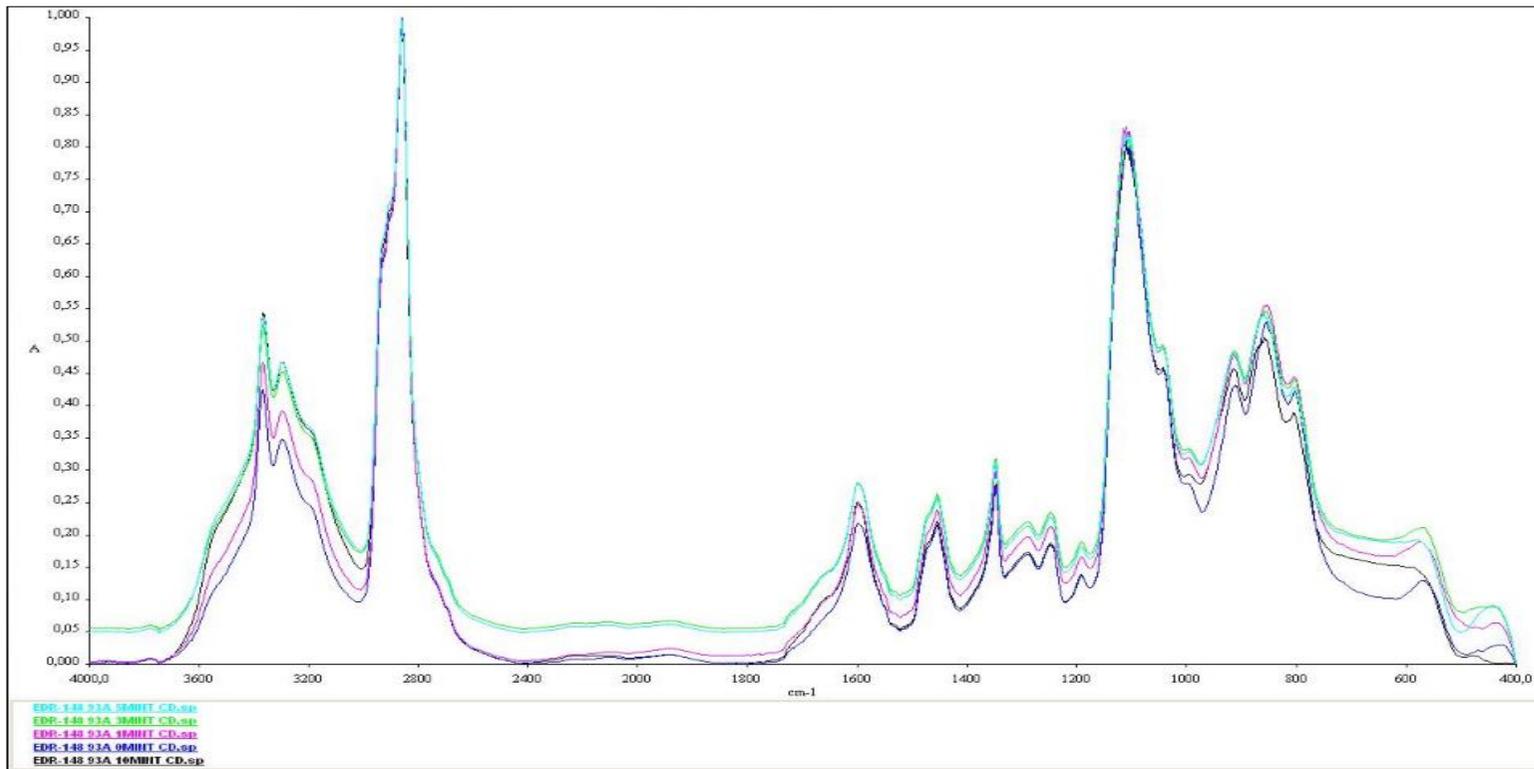
APÉNDICE Z-14

ENSAYO 2 FTIR RANGO GENERAL T-403/93A



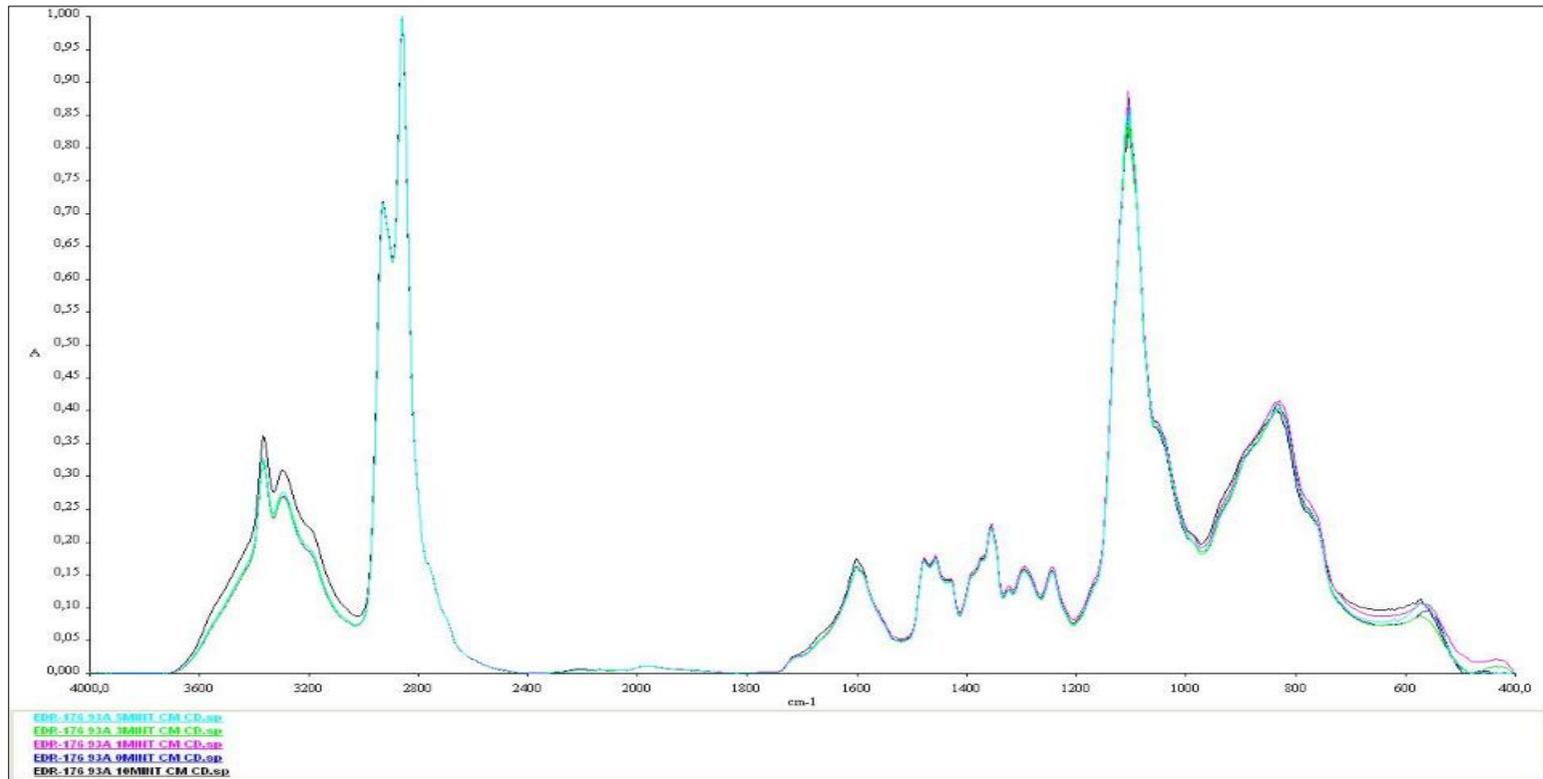
APÉNDICE Z-15

ENSAYO 2 FTIR RANGO GENERAL EDR-148/93A



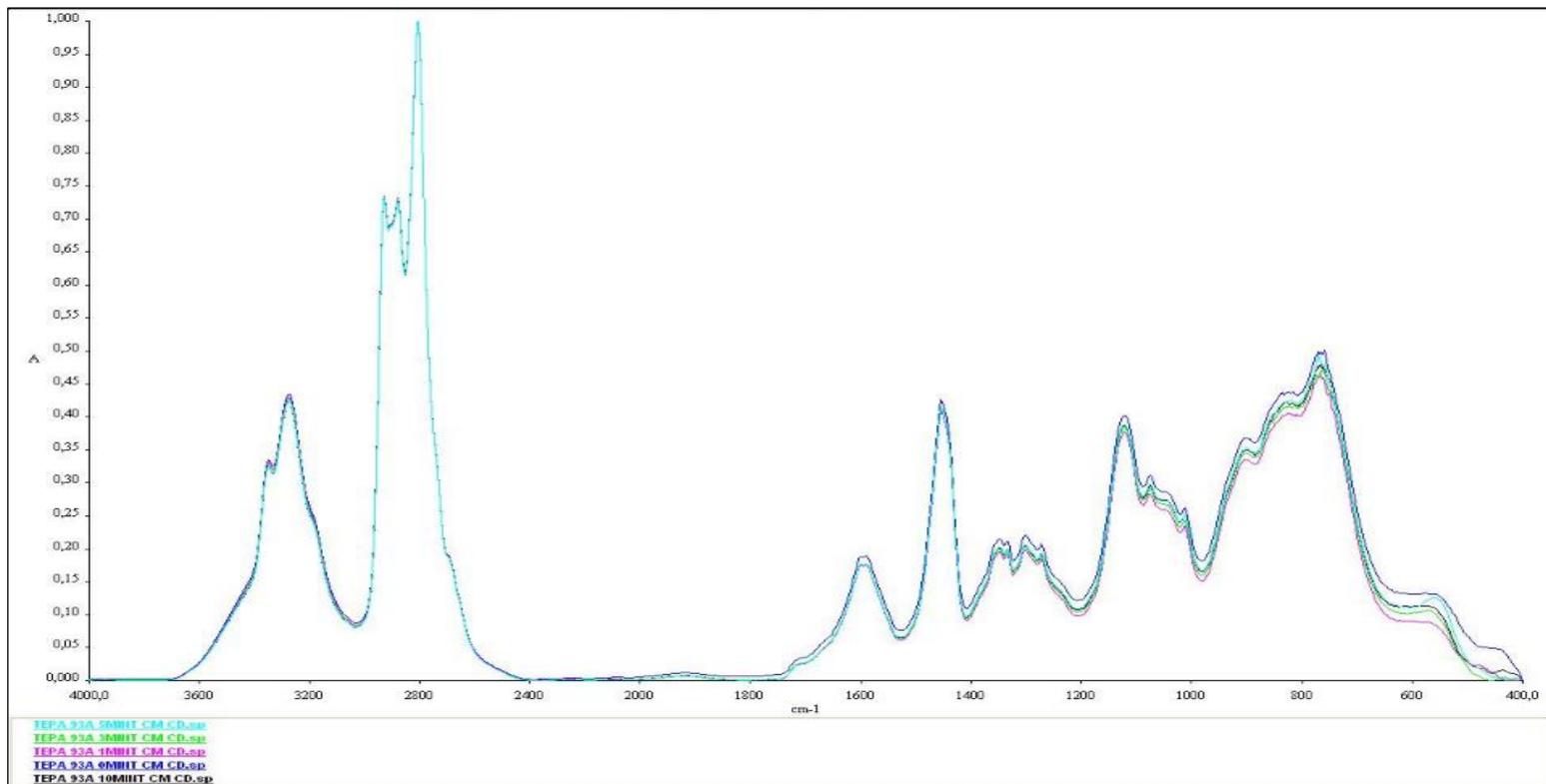
APÉNDICE Z-16

ENSAYO 2 FTIR RANGO GENERAL EDR-176/93A



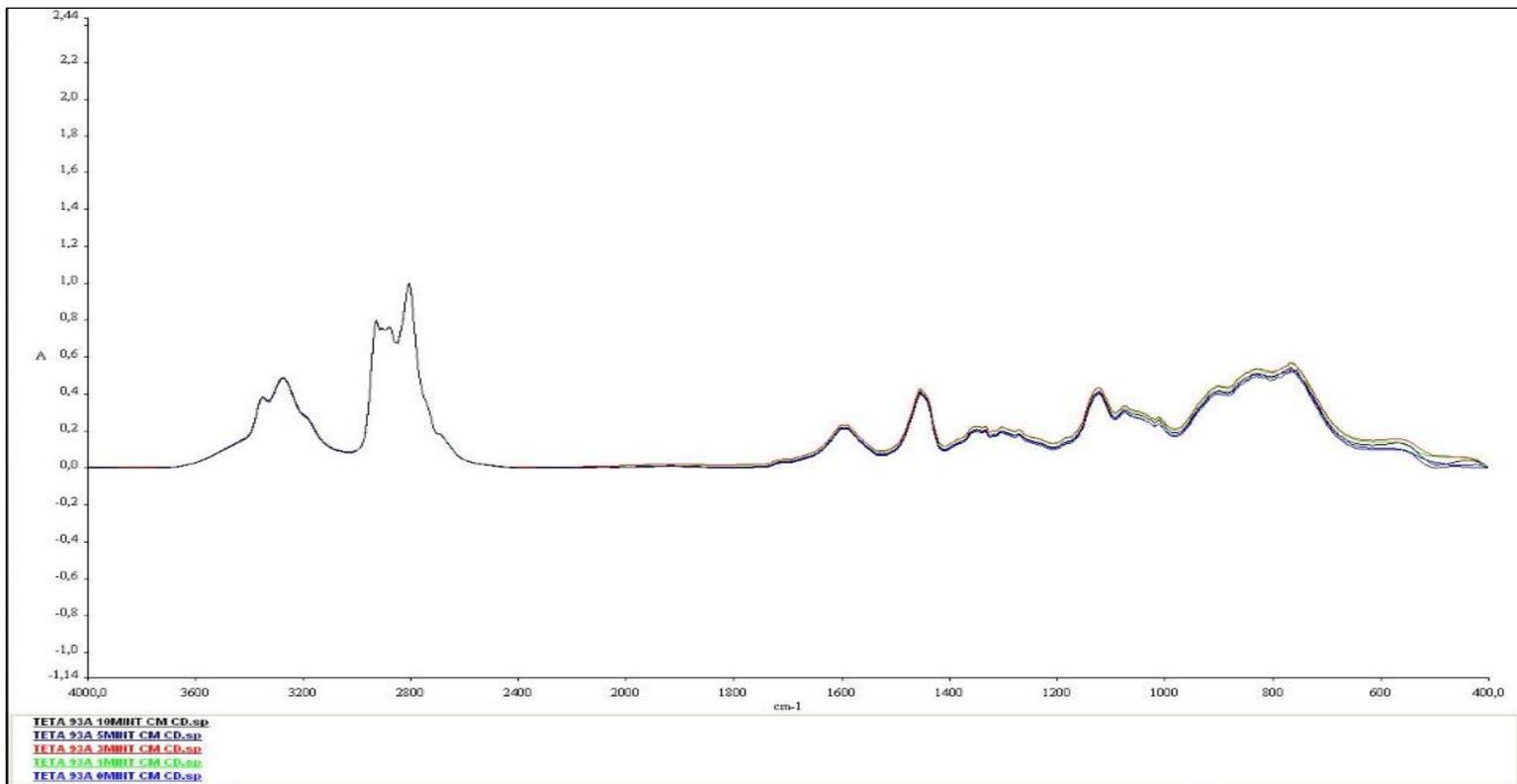
APÉNDICE Z-17

ENSAYO 2 FTIR RANGO GENERAL TEPA/93A



APÉNDICE Z-18

ENSAYO 2 FTIR RANGO GENERAL TETA/93A



BIBLIOGRAFÍA

- [1] H. Condori, Agosto 2012, "Estructuras y tipos de arcillas", disponible en: "<http://www.slideshare.net/herlicondoriflores/estructuras-y-tipos-de-arcillas-herli>".
- [2] E. Escamilla, Noviembre 2005, "Investigación Mecano-cuántica de las estructuras cristalinas, propiedades espectroscópicas y reactividad de filosilicatos 2:1 dioctaedricos", disponible en: "<http://hera.ugr.es/tesisugr/15831978.pdf>".
- [3] Nanocor Products, 2011, disponible en: "<http://www.nanocor.com>".
- [4] A. Franco, María Lluïsa MasPOCH Rulduà, Julio-Septiembre 2009, "Estructura general de las arcillas utilizadas en la preparación de nanocompuestos poliméricos", Vol. XII, disponible en: "www.ingenierias.uanl.mx".
- [5] Y. KOJIMA, A. USUKI, M. KAWASUMI, J. APPL. Polym. Sci. 49, 1259, (1993)

- [6] Southern Clay Products – Nanoclay; disponible en: <http://www.nanoclay.com>.
- [7] Publicación Química orgánica, disponible en: <http://www.sinorg.uji.es/Docencia/QO/tema5QO.pdf>, pág1
- [8] Southern Clay Products, 2011, disponible en:[<http://www.huntsman.com>]
- [9] Hormisol pinturas epoxi, disponible en: www.hormisol.com/pdf/epoxi.pdf
, pág. 83
- [10] Copolimeración de una resina, disponible en:
epoxiupcommons.upc.edu/pfc/bitstream/...1/.../41353-1.pdf
- [11] Abeiga V. Priscila, Pérez C. Jonathan, Tapia T. Ana, Investigación de Organoarcillas a Base de Mezcla de Aminas.
- [12] Barceinas Sanchez y A. Juarez Hernandez ; Ciencia en Ingenieria de los Materiales , disponible en <http://prof.usb.ve/hreveren/capitulo3.pdf>
- [13] Douglas A.Skoog, F.James Holler, Stanley R.Crouch; Principios de Análisis Instrumental, pág 431-440

[14] Amparo Villar; división de electroscopia; "Sistemas FTIR para la caracterización de polímeros: control de calidad y análisis estructural"; disponible en:

<http://www.chem.agilent.com/Library/slidepresentation/Public/2->

[Sistemas FTIR para la caracterización de polímeros - control de calidad y análisis estructural.pdf](#)

[15] Perkin Elmer; Technical note; disponible en:

http://www.utsc.utoronto.ca/~traceslab/ATR_FTIR.pdf

[16] Fundamentos de difracción; UPCT; disponible en:

http://www.upct.es/~minaees/difraccion_rayosx.pdf