

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL**

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

“Propiedades de la Estructura Reticular de un Nanocompuesto de  
Epóxico Curado con Diferentes Porcentajes de Amina”

**TESIS DE GRADO**

Previo a la obtención del Título de:

**INGENIEROS MECÁNICOS**

Presentada por:

María Gabriela Saglimbeni Jarrín  
Jorge Francisco Silva León

GUAYAQUIL - ECUADOR

AÑO: 2011

## AGRADECIMIENTO

Al personal del LEMAT por su valiosa ayuda. A las empresas: PINTURAS UNIDAS S.A. y PLASTIGÓMEZ S.A. las cuales nos ofrecieron facilidades de provisión de materiales y sus instalaciones para realizar ensayos.

Al M.Sc. Andrés Rigail, a quien agradecemos especialmente por su valiosa colaboración, paciencia, y confianza depositada para realizar este trabajo.

## DEDICATORIA

A DIOS

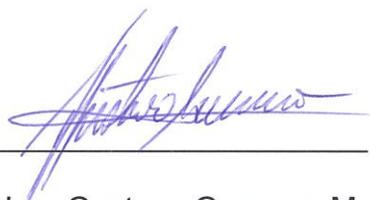
A NUESTROS PADRES

A NUESTROS HERMANOS

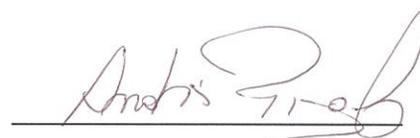
A NUESTROS PROFESORES

A NUESTROS AMIGOS

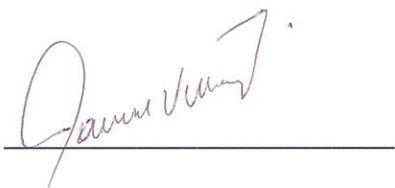
## TRIBUNAL DE GRADUACIÓN



Ing. Gustavo Guerrero M.  
DECANO DE LA FIMCP  
PRESIDENTE



M.Sc. Andrés Rigail C.  
DIRECTOR DE TESIS



Ing. Xavier Villacís G.  
VOCAL

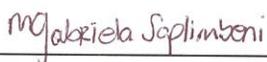


Ing. Fernando Santos T.  
VOCAL

## DECLARACIÓN EXPRESA

"La responsabilidad del contenido de esta Tesis de Grado, nos corresponden exclusivamente; y el patrimonio intelectual de la misma a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL"

(Reglamento de Graduación de la ESPOL)

  
\_\_\_\_\_

María Gabriela Saglimbeni Jarrín

  
\_\_\_\_\_

Jorge Francisco Silva León

## RESUMEN

En la actualidad la industria busca mejorar las propiedades de las pinturas y recubrimientos anticorrosivos para lo cual se realizan investigaciones incorporando la nanotecnología en este campo. La tendencia en los estudios indica que una forma de mejorar las propiedades de los materiales es la adición de organoarcillas para desarrollar nanocompuestos de polímeros.

Estudios indican que una forma de mejorar las propiedades de los materiales es la adición de organoarcillas para desarrollar nanocompuestos de polímeros. La presente investigación tiene como objetivo encontrar la estructura óptima de la red formada por la combinación de epóxico a diferentes rangos de los curados de aminas, incorporando una cantidad fija de inhibidores de corrosión de carboxilato de amina en organoarcillas (Cloisite Na o Cloisite 20A).

Mediante la evaluación de propiedades de hinchamiento, módulo de elasticidad y temperatura de transición vítrea se analizó el punto óptimo para su futura implementación en la composición de pinturas anticorrosivas.

La metodología consistió en preparar probetas con cloisite Na y 20A, mezclando la resina epóxica con la arcilla previamente intercalada con un inhibidor de corrosión. Estos especímenes fueron curados con diferentes porcentajes de amina (phr= 22, 32, 42 y 52) por 7 días a 30°C. Se utilizaron diferentes porcentajes de amina para determinar si el inhibidor de corrosión basado en aminas incidía en el curado y en las propiedades finales de la red del nanocompuesto.

Las probetas se sometieron a ensayos de tensión mecánica para determinar los módulos de Young, deformación mecánica y densidad reticular; ensayos térmicos para determinar la temperatura de transición vítrea de los films curados; ensayos físicos de hinchamiento sumergiendo las probetas en alcohol (sustancia polar) y xileno (sustancia no polar) para obtener la relación de hinchamiento entre la muestra saturada y la seca después de extraído el solvente.

Los resultados mostraron que existe una correlación entre el hinchamiento y el módulo de Young. Para phr mayores que el óptimo (phr 29) se encuentra que hay un aumento en la absorción y una disminución del módulo de Young. Además la relación de hinchamiento, Q, en un medio polar (etanol) y no polar (xileno), se mostró menor para la cloisite 20A, lo cual es deseable en los recubrimientos anticorrosivos ya que es un indicio de que provee mejores

propiedades de barrera. La cloisite 20A, en general mostró una mejora en las propiedades del nanocompuesto, mientras que la cloisite Na, al no ser tan compatible con la red epóxico–amina no mostró mejoras en todas las propiedades e incluso mostró desmejoras para el caso de la resistencia mecánica.

## ÍNDICE GENERAL

	Pág.
RESUMEN .....	II
ÍNDICE GENERAL .....	V
ABREVIATURAS .....	VIII
SIMBOLOGÍA .....	IX
ÍNDICE DE FIGURAS .....	XI
ÍNDICE DE TABLAS .....	XVII
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPITULO 1	
1. ANTECEDENTES.....	3
1.1. Resultados de Otros Estudios.....	3
1.2. Formulación de Hipótesis.....	5
CAPITULO 2	
2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS.....	7
2.1 Teoría de Arcillas y Nanoarcillas.....	7

2.1.1 Cloisite Na.....	11
2.1.2 Cloisite 20A.....	12
2.2 Teoría de Grupo Amino y Resina Epóxica.....	14
2.2.1. Formación del Film .....	16
2.3 Inhibidores .....	17
2.4 Propiedades Mecánicas.....	20
2.5 Propiedades Térmicas .....	22
2.6 Propiedades Físicas (Difusión e Hinchamiento).....	24

### CAPITULO 3

#### 3. EXPERIMENTACIÓN

.....	28
3.1 Materiales, Equipos y Accesorios .....	28
3.2 Preparación de Arcillas .....	45
3.2.1 Cloisite Na.....	46
3.2.2 Cloisite 20A.....	51
3.3 Preparación de Probetas .....	52
3.4 Ensayos .....	64
3.4.1 Ensayo de Tensión.....	64
3.4.1 Prueba de Hinchamiento .....	67
3.4.2 Ensayo TGA y DSC .....	71

## CAPITULO 4

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS .....	74
4.1 Ensayo de Tensión.....	74
4.1.1 Determinación del Módulo de Young, Deformación de Rotura.....	74
4.1.2 Cálculo de Densidad Reticular.....	79
4.2 Prueba de Hinchamiento.....	80
4.2.1 Cálculo de la Relación de Hinchamiento.....	81
4.2.2 Cálculo de Difusión.....	91
4.3 Ensayo TGA.....	98
4.3.1 Determinación de la Pérdida de Masa.....	98
4.4 Ensayo DSC.....	117
4.4.1 Determinación de la Temperatura de Transición Vítrea.....	117
4.5 Análisis de Propiedades.....	133

## CAPITULO 5

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	141
--	-----

## APÉNDICES

## BIBLIOGRAFÍA

## ABREVIATURAS

XRD	Difractometría de Rayos X
TGA	Análisis Termogravimétrico
DSC	Calorimetría de Barrido Diferencial
FTIR	Espectroscopia Infrarroja de Transformación de Fourier
SEM	Microscopia Electrónica de Barrido
D-230	Jeffamine® diamina con peso molecular 230 g/mol
phr	Partes por ciento de resina
CA	Carboxilato de amino
CNa	Cloisite Na
C20A	Cloisite 20A
HDT	Temperatura de Deflexión de Calor
CLTE	Coefficiente Lineal de Expansión térmica
ASTM	American Society of Testing Materials
PVC	Policloruro de Vinilo
CEC	Capacidad de intercambio Catiónico
Ep-A	Sistema Epóxico-Amina

## SIMBOLOGÍA

Å°	Armstrong
°C	Grados centígrados
g	Gramos
m	
HCl	Ácido Clorhídrico
ml	Mililitros
Na	Sodio
%	Porcentaje
MPa	Megapascales
cm	Centímetros
s	Segundos
mm	Milímetros
mg	Miligramo
µg	Microgramo
µL	Microlitro
kN	Kilonewton
min	Minuto
kW	Kilowatts
rpm	Revoluciones por minuto
mPas	Milipascal
W	Watts
in	Pulgadas
$\sigma$	Esfuerzo
F	Fuerza
A	Área
E	Modulo de Young
$\varepsilon$	Deformacion Unitaria
$\Delta x$	Elongacion
$\nu$	Densidad Reticular
cm <sup>3</sup>	Centímetro al cubo
Q	Relación de hinchamiento
$m_{eq}$	Masa de la probeta hinchada
$m_s$	Masa de la probeta seca
$m_{eq\ prom}$	Masa de la probeta hinchada promedio

$m_s$ <i>prom</i>	Masa de la probeta seca promedio
W	Aumento de masa
$M_t$	Porcentaje de masa en un tiempo t
$M_s$	Porcentaje de contenido de humedad en equilibrio
$W_t$	Masa en un tiempo t
$W_o$	Masa inicial de la muestra
D	Coefficiente de difusión
t	Tiempo
h	Espesor de la muestra
cm <sup>2</sup>	Centímetro cuadrado
s	Segundo
$D_{prom}$	Coefficiente de Difusión promedio
wl	Perdida de masa
$T_d$	Temperatura de descomposición
$T_g$	Temperatura de transición vítrea

## ÍNDICE DE FIGURAS

		Pág.
Figura 2.1	Proceso de Intercambio de Cationes Inorgánicos por Cationes Orgánicos.....	8
Figura 2.2	Afinidad de las Arcillas con Sustancias Polares...	10
Figura 2.3	Estructura de la Nanoarcilla Sódica.....	11
Figura 2.4	Estructura Química de la Nanoarcilla Cloisite 20A.....	13
Figura 2.5	Expansión del Espacio entre Capas en la Nanoarcilla Sódica tratada.....	13
Figura 2.6	Mecanismos de Mezclado de Arcilla en Matriz Epóxica, Fase Separada, Intercalada y Exfoliada...	14
Figura 2.7	Estructura Química de la Resina EPON 828.....	15
Figura 2.8	Estructura Química de la Amina Jeffamine D-230.....	15
Figura 2.9	Representación Esquemática de la Topología de las Redes Epóxico- Amina a) Estequiométrica y b) No Estequiométrica.....	16
Figura 2.10	Formación del Film.....	16
Figura 2.11	Camino Tortuoso de las Moléculas a través del Nanocompuestos.....	18
Figura 2.12	Módulo de Elasticidad.....	21
Figura 2.13	Límite Proporcional.....	22
Figura 2.14	Geometría del Especimen de Prueba para Prueba de Hinchamiento.....	25
Figura 2.15	Ilustración del Cambio de Contenido de Humedad con la Raíz Cuadrada del Tiempo.....	26
Figura 3.1	Resina Epóxica – EPON 828.....	29
Figura 3.2	Surfactante Carboxilato de Amino (RM-210).....	30
Figura 3.3	Amina Jeffamine D-230.....	31
Figura 3.4	Etanol .....	31
Figura 3.5	Xileno.....	32
Figura 3.6	Agua Desionizada.....	32
Figura 3.7	Analizador Térmico SDT Q600.....	33

Figura 3.8	Máquina Universal TMI LTL2,5 kN.....	34
Figura 3.9	Plastógrafo – Brabender.....	35
Figura 3.10	Horno Universal Memmert UNE 550.....	36
Figura 3.11	Balanza Analítica Electrónica Labnics 100A.....	37
Figura 3.12	Higrómetro Digital.....	38
Figura 3.13	Agitador Mecánico RW20-IKA.....	39
Figura 3.14	Base Calentadora.....	40
Figura 3.15	Troquel.....	41
Figura 3.16	Calibrador Vernier.....	42
Figura 3.17	Agitador de Vidrio.....	42
Figura 3.18	Mortero.....	43
Figura 3.19	Plancha de Teflón.....	44
Figura 3.20	Guantes.....	44
Figura 3.21	Waipe.....	45
Figura 3.22	Pesar la Mezcla Arcilla-Inhibidor .....	48
Figura 3.23	Encender el Plastógrafo.....	48
Figura 3.24	Retirar la Parte Frontal del Equipo.....	49
Figura 3.25	Setear el Equipo.....	49
Figura 3.26	Ranura para Colocar la Mezcla.....	50
Figura 3.27	Uso de la Brocha para Retirar la Mezcla.....	50
Figura 3.28	Arcilla en Proceso de Lavado – Decantación .....	52
Figura 3.29	Molde de Plástico de Probeta para Ensayo de Tensión (ASTM D-882) .....	53
Figura 3.30	Moldes Pegados con Cinta Adhesiva al Teflón.....	54
Figura 3.31	Pesar el Vaso y Encerar la Balanza.....	56
Figura 3.32	Mezcla Arcilla-Inhibidor Almacenada en el Desecador.....	56
Figura 3.33	Uso de la Espátula para Añadir Mezcla Arcilla- Inhibidor.....	57
Figura 3.34	Colocar Cuidadosamente la Cantidad Precisa de la Mezcla Arcilla-Inhibidor.....	57
Figura 3.35	Agregar el Epóxico.....	58
Figura 3.36	Agitar Manualmente Durante 10 Minutos.....	58
Figura 3.37	Vaso con Agua sobre la Base Calentadora.....	59
Figura 3.38	Colocar Vaso con la Mezcla Epóxico-Arcilla- Inhibidor Dentro del Otro Vaso.....	59
Figura 3.39	Ajustar la Posición del Agitador para que Haga Contacto con la Mezcla.....	60
Figura 3.40	Asegurarse que la Hélice no Toque el fondo del Vaso.....	60
Figura 3.41	Mezcla en Reposo durante 1 hora.....	61
Figura 3.42	Agregar la Amina Utilizando la Pipeta.....	61
Figura 3.43	Agitar Lentamente Durante 10 Minutos.....	62
Figura 3.44	Rellenar los Moldes con la Mezcla.....	62

Figura 3.45	Nivelar el Contenido de la Mezcla en los Moldes...	63
Figura 3.46	Abrir las mordazas.....	65
Figura 3.47	Ajustar la Probeta entre las Mordazas.....	66
Figura 3.48	Ajustar la Configuración del Equipo.....	66
Figura 3.49	Colocar la Muestra en un Recipiente con el Líquido Correspondiente (Alcohol o Xileno) .....	67
Figura 3.50	Uso de la Pinza para Retirar la Muestra.....	69
Figura 3.51	Colocar sobre el Waipe y Secar la Muestra.....	69
Figura 3.52	Pesar la Muestra en la Balanza.....	70
Figura 3.53	Muestras Hinchadas Colocadas sobre el Teflón Para Secar en el Horno.....	70
Figura 3.54	Crisoles para Ensayo TGA/DSC.....	72
Figura 3.55	Crisol Portamuestra y Crisol Referencia.....	72
Figura 3.56	Configuración del Programa que seguirá el Ensayo.....	73
Figura 4.1	Módulo de Young, Ep-A CNa 0,5 CEC CA.....	76
Figura 4.2	Módulo de Young, Ep-A C20A 0,5 CEC CA.....	77
Figura 4.3	Módulo de Young, Muestras Phr 32.....	79
Figura 4.4	Relación de Hinchamiento, Ep-A CNa 0,5 CEC CA.....	83
Figura 4.5	Aumento de Masa, Ep-A CNa 0,5 CEC CA.....	84
Figura 4.6	Relación de Hinchamiento Ep-A C20A 0,5 CEC CA.....	86
Figura 4.7	Aumento de Masa, Ep-A C20A 0,5 CEC CA.....	87
Figura 4.8	Relación de Hinchamiento, Muestras Phr 32.....	90
Figura 4.9	Aumento de Masa, Muestras Phr 32.....	90
Figura 4.10	Coefficiente de Difusión Promedio, Ep-A CNa 0,5 CEC CA. Aproximación Polinómica.....	92
Figura 4.11	Coefficiente de Difusión Promedio, Ep-A C20A 0,5 CEC CA. Aproximación Polinómica.....	94
Figura 4.12	Coefficiente de Difusión Promedio, Muestra Phr 32.....	96
Figura 4.13	Temperatura de Descomposición, Ep-A CNa 0,5 CEC CA.....	99
Figura 4.14	Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A CNa 0,5 CEC CA.....	100
Figura 4.15	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A CNa 0,5 CEC CA Phr 52. Muestra I.....	101
Figura 4.16	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A CNa 0,5 CEC CA Phr 52. Muestra II.....	101

Figura 4.17	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A CNa 0,5 CEC CA Phr 42. Muestra I.....	102
Figura 4.18	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A CNa 0,5 CEC CA Phr 42. Muestra II.....	102
Figura 4.19	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A CNa 0,5 CEC CA Phr 32. Muestra I.....	103
Figura 4.20	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A CNa 0,5 CEC CA Phr 32. Muestra II.....	103
Figura 4.21	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A CNa 0,5 CEC CA Phr 22. Muestra I.....	104
Figura 4.22	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A CNa 0,5 CEC CA Phr 22. Muestra II.....	104
Figura 4.23	Temperatura de Descomposición, Ep-A C20A 0,5 CEC CA.....	105
Figura 4.24	Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A C20A 0,5 CEC CA.....	106
Figura 4.25	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A C20A 0,5 CEC CA Phr 52. Muestra I.....	107
Figura 4.26	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A C20A 0,5 CEC CA Phr 52. Muestra II.....	107
Figura 4.27	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A C20A 0,5 CEC CA Phr 42. Muestra I.....	108
Figura 4.28	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A C20A 0,5 CEC CA Phr 42. Muestra II.....	108
Figura 4.29	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A C20A 0,5 CEC CA Phr 32. Muestra I.....	109
Figura 4.30	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A C20A 0,5 CEC CA Phr 32. Muestra II.....	109
Figura 4.31	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A C20A 0,5 CEC CA Phr 22. Muestra I.....	110

Figura 4.32	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A C20A 0,5 CEC CA Phr 22. Muestra II.....	110
Figura 4.33	Temperatura de Descomposición, Muestras Phr 32.....	112
Figura 4.34	Porcentaje de Pérdida de Peso, Muestras Phr 32.....	112
Figura 4.35	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A. Muestra I.....	113
Figura 4.36	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A. Muestra II.....	113
Figura 4.37	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A 0,5 CEC CA. Muestra I...	114
Figura 4.38	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A 0,5 CEC CA. Muestra II...	114
Figura 4.39	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A CNa 0,5 CEC CA. Muestra I.....	115
Figura 4.40	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A CNa 0,5 CEC CA. Muestra II.....	115
Figura 4.41	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A C20A 0,5 CEC CA. Muestra I.....	116
Figura 4.42	Temperatura de Descomposición Y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A C20A 0,5 CEC CA. Muestra II.....	116
Figura 4.43	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A CNa 0,5 CEC CA.....	118
Figura 4.44	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A CNa 0,5 CEC CA Phr 52. Muestra I.....	119
Figura 4.45	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A CNa 0,5 CEC CA Phr 52. Muestra II.....	119
Figura 4.46	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A CNa 0,5 CEC CA Phr 42. Muestra I.....	120
Figura 4.47	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A CNa 0,5 CEC CA Phr 42. Muestra II.....	120
Figura 4.48	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A CNa 0,5 CEC CA Phr 32. Muestra I.....	121
Figura 4.49	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A CNa 0,5 CEC CA Phr 32. Muestra II.....	121

Figura 4.50	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A CNa 0,5 CEC CA Phr 22. Muestra I.....	122
Figura 4.51	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A CNa 0,5 CEC CA Phr 22. Muestra II.....	122
Figura 4.52	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A C20A 0,5 CEC CA.....	123
Figura 4.53	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A C20A 0,5 CEC CA Phr 52. Muestra I.....	124
Figura 4.54	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A C20A 0,5 CEC CA Phr 52. Muestra II.....	124
Figura 4.55	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A C20A 0,5 CEC CA Phr 42. Muestra I.....	125
Figura 4.56	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A C20A 0,5 CEC CA Phr 42. Muestra II.....	125
Figura 4.57	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A C20A 0,5 CEC CA Phr 32. Muestra I.....	126
Figura 4.58	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A C20A 0,5 CEC CA Phr 32. Muestra II.....	126
Figura 4.59	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A C20A 0,5 CEC CA Phr 22. Muestra I.....	127
Figura 4.60	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A C20A 0,5 CEC CA Phr 22. Muestra II.....	127
Figura 4.61	Temperatura de Transición Vítrea, Muestras Phr 32.....	128
Figura 4.62	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A. Muestra I.....	129
Figura 4.63	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A. Muestra II.....	129
Figura 4.64	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A 0,5 CEC CA. Muestra I.....	130
Figura 4.65	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A 0,5 CEC CA. Muestra II.....	130
Figura 4.66	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A CNa 0,5 CEC CA. Muestra I.....	131
Figura 4.67	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A CNa 0,5 CEC CA. Muestra II.....	131
Figura 4.68	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A C20A 0,5 CEC CA. Muestra I.....	132
Figura 4.69	Temperatura de Transición Vítrea, Ep-A C20A 0,5 CEC CA. Muestra II.....	132
Figura 4.70	Probeta de Tensión Antes y después del Ensayo.....	135

## ÍNDICE DE TABLAS

		Pág.
Tabla 1	Propiedades Mecánicas, Ep-A CNa 0,5 CEC CA.....	76
Tabla 2	Propiedades Mecánicas, Ep-A C20A 0,5 CEC CA.....	77
Tabla 3	Propiedades Mecánicas, muestras phr 32.....	78
Tabla 4	Relación de Hinchamiento y Porcentaje de Aumento de Masa, Ep-A CNa 0,5 CEC CA. Medio: alcohol.....	82
Tabla 5	Relación de Hinchamiento y Porcentaje de Aumento de Masa, Ep-A CNa 0,5 CEC CA. Medio: xileno.....	83
Tabla 6	Phr y Q Óptimo, Ep-A CNa 0,5 CEC CA.....	84
Tabla 7	Relación de Hinchamiento y Porcentaje de Aumento de Masa, Ep-A C20A 0,5 CEC CA. Medio: alcohol.....	85
Tabla 8	Relación de Hinchamiento y Porcentaje de Aumento de Masa, Ep-A C20A 0,5 CEC CA. Medio: xileno.....	85
Tabla 9	Phr y Q Óptimo, Ep-A CNa 0,5 CEC CA.....	86
Tabla 10	Relación de Hinchamiento y Porcentaje de Aumento de Masa, muestras phr 32. Medio: alcohol.....	88
Tabla 11	Relación de Hinchamiento y Porcentaje de Aumento de Masa, muestras phr 32. Medio: xileno.....	89
Tabla 12	Coeficiente de Difusión Promedio, Ep-A CNa 0,5 CEC CA. Medio: alcohol.....	91
Tabla 13	Coeficiente de Difusión Promedio, Ep-A CNa 0,5 CEC CA. Medio: xileno.....	92
Tabla 14	Phr y Coeficiente de Difusión Promedio Óptimo, Ep-A CNa 0,5 CEC CA.....	93
Tabla 15	Coeficiente de Difusión Promedio, Ep-A C20A 0,5 CEC CA. Medio: alcohol.....	93
Tabla 16	Coeficiente de Difusión Promedio, Ep-A C20A 0,5 CEC CA. Medio: xileno.....	94
Tabla 17	Phr y Coeficiente de Difusión Promedio Óptimo, Ep-A C20A 0,5 CEC CA.....	95
Tabla 18	Coeficiente de Difusión Promedio, muestras phr 32. Medio: alcohol.....	95

Tabla 19	Coeficiente de Difusión Promedio, muestras phr 32. Medio: xileno.....	96
Tabla 20	Phr Óptimo, Ep-A CNa 0,5 CEC CA.....	97
Tabla 21	Phr Óptimo, Ep-A C20A 0,5 CEC CA.....	97
Tabla 22	Temperatura de Descomposición y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A CNa 0,5 CEC CA.....	99
Tabla 23	Temperatura de Descomposición y Porcentaje de Pérdida de Peso, Ep-A C20A 0,5 CEC CA.....	105
Tabla 24	Temperatura de Descomposición y Porcentaje de Pérdida de Peso, muestras phr 32.....	111
Tabla 25	Temperatura de Transición Vítreá, Ep-A CNa 0,5 CEC CA.....	117
Tabla 26	Temperatura de Transición Vítreá, Ep-A C20A 0,5 CEC CA.. ..	123
Tabla 27	Temperatura de Transición Vítreá, muestras phr 32.....	128
Tabla 28	Comparación de la Relación de Hinchamiento para C20A y CNa en alcohol y xileno.....	137

# INTRODUCCIÓN

La presente tesis es el resultado de una investigación llevada a cabo en las instalaciones del laboratorio de ensayos metrológicos y materiales (LEMAT) de la Escuela Superior Politécnica del Litoral (ESPOL).

Esta consistió en evaluar las propiedades de interés en un film nanocompuesto para determinar los beneficios de incluir organoarcillas (CNa, C20A) en la composición de pinturas anticorrosivas para mejorar e incrementar su vida útil.

Para ello se determinaron los experimentos pertinentes que nos permitan encontrar la proporción de epóxico-amina de un film nanocompuesto que dé como resultado una estructura óptima de la red en función de las propiedades deseadas, analizando la relación entre la variación de porcentajes de los grupos amino respecto a la resina.

La hipótesis que se planteó es que para una relación de 32 % en peso de amina se obtiene la mejor combinación de propiedades de interés, módulo de Young más alto, menor relación de hinchamiento, temperatura de transición vítrea y descomposición mayor.

Las propiedades mecánicas de red, entre las cuales está el módulo de elasticidad, las analizamos mediante un ensayo de tensión.

# CAPÍTULO 1

## 1. ANTECEDENTES

### 1.1 Resultados de Otros Estudios

Existe evidencia de que al modificar matrices de resina epóxica con la adición de arcillas se mejoran las propiedades mecánicas.

Se ha logrado aumentar el módulo de Young en estado vítreo en diferentes combinaciones de resina epóxica y agente de curado.

En dos casos que demuestran este efecto se usó una resina epóxica tipo bisfenol A, lo que varió fue el agente de curado; que para un caso fue anhídrido hexahidroftálico, combinación que mostró un aumento del 58%, y para el otro se usó una polieteramina de la serie Jeffamine®, que mostró un aumento de

más de 10 veces añadiendo un 15% del volumen de arcilla tratada con sales de alquilamonio. [1], [2], [3], [4], [5], [6]

En general el incremento en las propiedades mecánicas de nanocompuestos ha sido atribuido al grado de exfoliación de las láminas de silicato. [7]

En otro estudio, Balakrishnan y sus colegas concluyeron que la temperatura de transición vítrea varía ligeramente. [8]

Diaminas de poliéter con pesos moleculares muy bajos tales como D-230, D-400 y D-418 han sido utilizadas como agentes curadores para resinas epóxicas de diglicidil éter de bisfenol A (DGEBA) [9], [10], [11], [12].

Preliminares investigaciones indicaron que los inhibidores de corrosión se pudieron intercalar entre la capas en las arcillas comerciales Cloisite Na y Cloisite 20A logrando un aumento en el espacio basal de sus capas interlaminares, lo cual mejora la compatibilidad y distribución de las arcillas con los epóxicos. [13] Los resultados obtenidos con el surfactante carboxilato de amino mediante los análisis realizados demostraron que la Cloisite 20A obtuvo los mejores resultados; el análisis de XRD mostró un

aumento de 12 A° en el espacio interlaminar; los análisis de TGA demostraron un incremento en la temperatura de degradación de la cloisite 20A; en los datos de FTIR se aprecian ligeros cambios en la estructura de la cloisite, que junto a un análisis de composición de SEM, corroboran la presencia del inhibidor dentro de las capas de la arcilla. [13]

La proporción de 32 phr otorgará las mejores propiedades ya que ésta es la relación estequiométrica, es decir, a la cual la temperatura de transición vítrea es mayor. En tal relación óptima, la formulación es tal que no existe sobrante de grupos amino o epóxico. Esto es bueno ya que minimiza cambios que puedan ser causados por futuras reacciones, en especial debido al exceso de amina. (Ver ÁPENDICE D).

## **1.2 Formulación de Hipótesis**

La presencia del inhibidor de corrosión provocó un aumento en el espacio interlaminar, lo cual provee una mejor distribución de las arcillas dentro de la red epóxica. También mejora la compatibilidad lo que hace presuponer que habrá una red mejor formada.

El hecho de tener una mejor distribución (dispersión) de las arcillas debería evidenciarse en propiedades térmicas tales como la temperatura de transición vítrea y la temperatura de

descomposición. A su vez la calidad de la red formada se la puede investigar mediante propiedades mecánicas y físicas como el módulo de elasticidad y la capacidad de hinchamiento ya que con una red mejor distribuida y una composición óptima no se permitirá reacciones adicionales con el ambiente, dándole más estabilidad y permeabilidad contra agentes corrosivos. Por lo tanto, basándose en los estudios realizados anteriormente, existirá una cantidad de amina a temperatura ambiente la cual proveerá las mejores propiedades mecánicas [9], la cual en base a estudios del fabricante de la amina es el 32.

En base a esta evidencia la hipótesis es que la adición de un inhibidor de corrosión (carboxilato de amino), y nanoarcillas (arcillas 20A y Na) mejorará las propiedades de barrera del film de epóxico-amina, es decir, se obtendrá un mayor módulo de elasticidad, mayor temperatura de transición vítrea y una menor relación de hinchamiento para la composición óptima.

Los resultados de estudios anteriores permitieron determinar cuáles serían los ensayos que se realizarían para comprobar éstas propiedades de red y barrera de interés para las aplicaciones en pinturas.

# CAPÍTULO 2

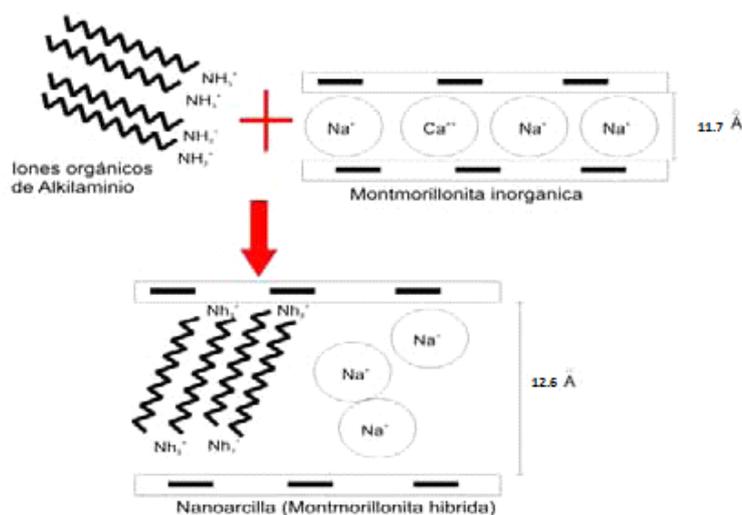
## 2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

### 2.1 Teoría de Arcillas y Nanoarcillas

Nanoarcilla es el término que se refiere a la nueva generación de arcillas procesadas, en forma de discos con espesor nanométrico, que pueden ser químicamente modificadas para hacerlas compatibles con los monómeros orgánicos y con los polímeros. Se suelen denominar “organoclays”. [14]

Las nanoarcillas son arcillas modificadas mediante manipulación controlada a nivel nanométrico, con un diseño específico de su estructura para cada aplicación. “Nanoarcillas” es un nombre dado exclusivamente por empresas comercializadoras. El nombre reconocido científicamente es organoarcilla. La nanoarcilla es un material híbrido (orgánico e inorgánico) donde los cationes inorgánicos entre las capas de arcillas como  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{K}^+$ , etc., son

reemplazados por cationes orgánicos, lo que conlleva a un incremento entre las capas tetraédricas de silicio promovido por la penetración de modificaciones orgánicas entre las capas.



**FIGURA 2.1. PROCESO DE INTERCAMBIO DE CATIONES INORGÁNICOS POR CATIONES ORGÁNICOS. [14]**

#### Características de las Organoarcillas

- Su extremadamente pequeño tamaño de partícula (inferior a 5 nm).
- Su morfología laminar (filosilicatos).

Las sustituciones isomórficas, dan lugar a la aparición de cargas en las láminas y a la presencia de cationes débilmente ligados en el espacio interlaminar.

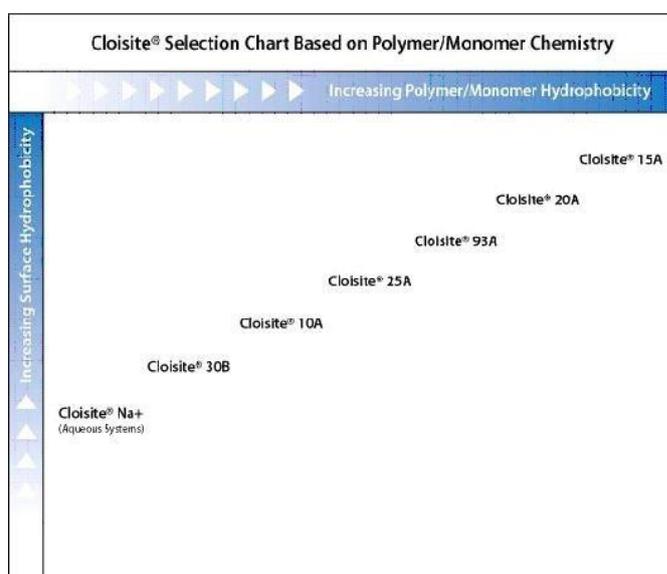
Entre las propiedades físicas de la montmorilonita cuando es tratada con los iones alquilamonio, está su alta capacidad de hinchamiento en fluidos orgánicos tales como pinturas, debido a su alta capacidad de intercambio catiónico. La capacidad de intercambio catiónico es la suma de todos los cationes de cambio que un mineral puede absorber a un determinado pH. Es equivalente a la medida total de cargas negativas del mineral. El valor de capacidad de intercambio catiónico de las organoarcillas se encuentra alrededor de los 80 meq/100 g.

Esta gran capacidad de intercambio catiónico implica que son capaces de cambiar fácilmente los iones fijados en la superficie exterior de sus cristales, en los espacios interlaminares, o en otros espacios interiores de las estructuras, por otros cationes existentes en las soluciones.

La hidratación e hinchamiento y la deshidratación del espacio interlaminar son propiedades características de las nanoarcillas, y de ahí radica su importancia en el campo industrial. Aunque estos efectos ocurren independientemente del tipo de catión de cambio que esté presente, en lo que respecta al grado de hidratación sí afecta el tipo de catión interlaminar y la carga de las láminas.

La absorción de un solvente en el espacio interlaminar conlleva a la separación de las láminas, y consecuentemente al hinchamiento. Este proceso depende del balance de fuerzas de atracción entre catión-lámina. A medida que la separación entre las láminas aumenta, las fuerzas de repulsión electrostática entre láminas aumentan, contribuyendo al proceso de hinchamiento llegando a separar completamente unas láminas de otras.

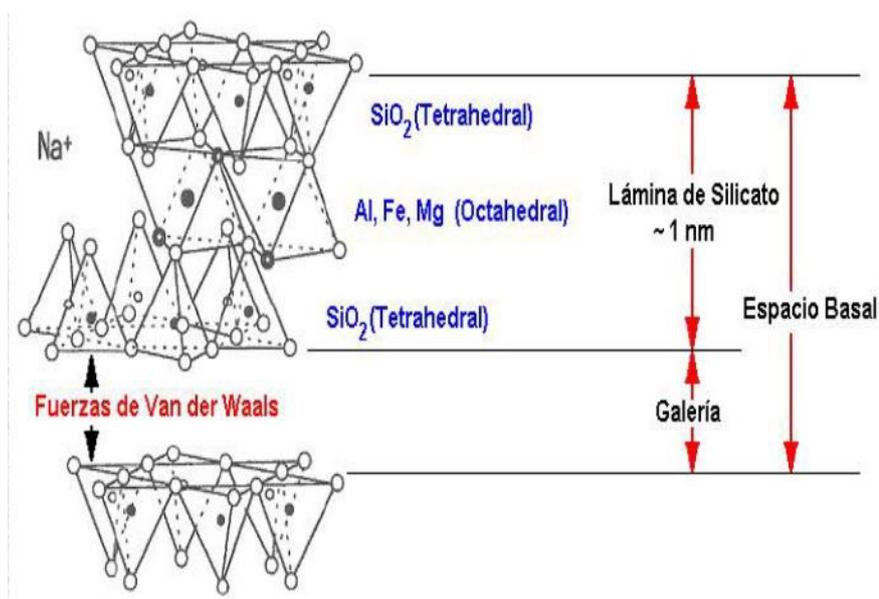
A continuación se muestra en la figura 2.2 el grado de afinidad de las organoarcillas con sustancias polares.



**FIGURA 2.2 AFINIDAD DE LAS ORGANOARCILLAS CON SUSTANCIAS POLARES (FUENTE: WWW.NANOCCLAY.COM)**

### 2.1.1 Cloisite Na

La Cloisite Na es una arcilla que pertenece al grupo de las montmorilonitas y es completamente natural. Las montmorilonitas se caracterizan por tener en su estructura dos capas tetraédricas de silicio en los extremos y una capa octaédrica generalmente de aluminio o magnesio en el centro como se observa en la Figura 2.3. [15]



**FIGURA 2.3 ESTRUCTURA DE LA NANOARCILLA SÓDICA**

Es comercializada como aditivo para plásticos para mejorar diversas propiedades físicas, como refuerzo y efecto barrera.

Entre sus características principales está la capacidad de intercalarse con facilidad en caso de existir compatibilidad.

La cloisite Na es un compuesto inorgánico, por lo que es incompatible con agentes orgánicos por lo que requiere un proceso de transformación de arcilla sódica a organoarcilla (nanoarcilla) mediante tratamiento superficial con un surfactante.

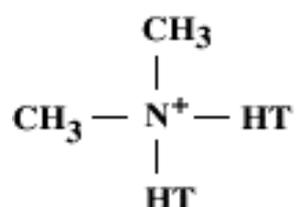
En este proceso se mezcla el surfactante con la arcilla sódica, de manera que se realice un intercambio catiónico entre éstos y finalmente se modifique la arcilla orgánicamente.

Este procedimiento aparte de crear compatibilidad entre la arcilla sódica inorgánica con moléculas orgánicas, al permitir la intercalación del surfactante orgánico, expande la galería, es decir el espacio basal en el que se encuentran los iones sódicos, para el caso de la arcilla sódica.

### **2.1.2 Cloisite 20A**

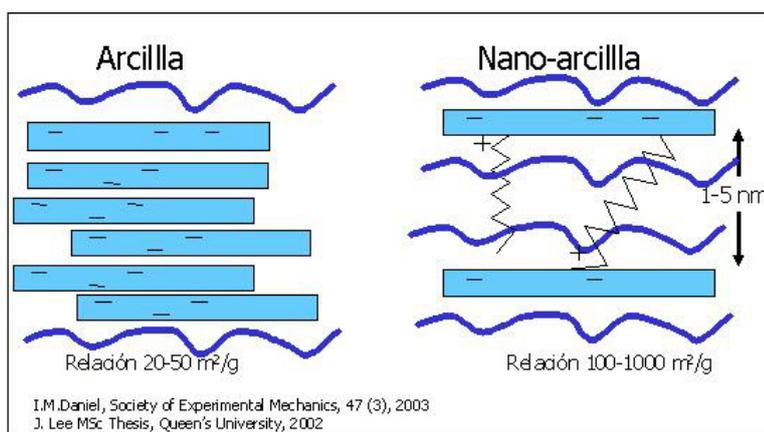
La nanoarcilla Cloisite 20A, es una arcilla natural tipo montmorilonita modificada con una sal de amonio cuaternario (2M2HT, dimethyl, dihydrogenated tallow, quaternary

ammonium). Donde HT es Tallow hidrogenado y T es Tallow: ~65% C18, ~30% C16, ~%5 C14. Anión: cloruro.



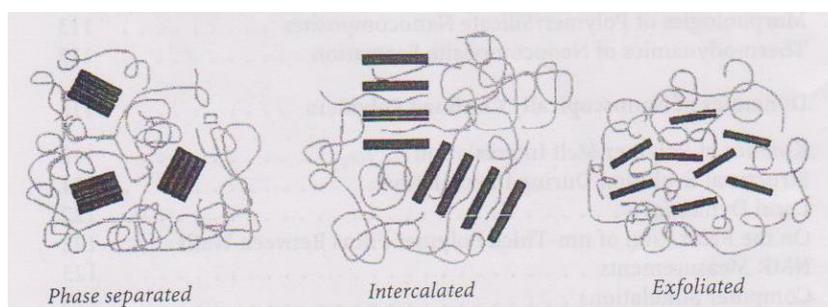
**FIGURA 2.4 ESTRUCTURA QUÍMICA DE LA NANOARCILLA CLOISITE 20A**

La Cloisite 20A es originalmente una arcilla sódica. La cual fue modificada mediante un tratamiento superficial con sal de alquilamonio. En la Figura 2.5 se observa la expansión en la galería debido al tratamiento.



**FIGURA 2.5 EXPANSIÓN DEL ESPACIO ENTRE CAPAS EN LA NANOARCILLA SÓDICA TRATADA**

A este comportamiento de expansión se lo conoce como intercalación cuando se ordenan y separan las capas de silicatos de forma paralela, mientras que cuando se separan una mayor distancia e incluso se dispersan estas capas de silicatos se lo conoce como exfoliación. Esto se puede observar en la Figura 2.6.

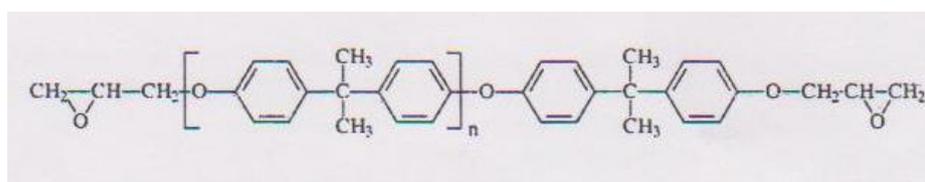


**FIGURA 2.6 MECANISMOS DE MEZCLADO DE ARCILLA EN MATRIZ EPÓXICA, FASE SEPARADA, INTERCALADA Y EXFOLIADA [7]**

## 2.2 Teoría de Grupo Amino y Resina Epóxica

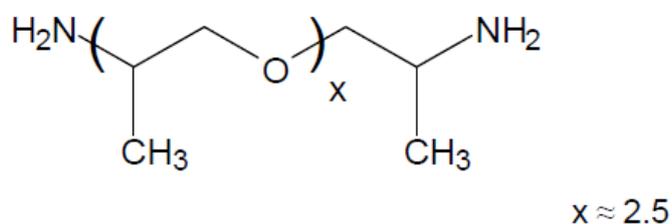
La resina EPON<sup>TM</sup> 828, es una resina epóxica líquida transparente no diluida que contiene bisfenol A /epiclorohidrin. Mejora las propiedades mecánicas, adherentes, dieléctricas y da resistencia química si es curada con el agente apropiado. Esta resina epóxica es utilizada en la industria para fabricar tuberías de fibra reforzada, tanques, herramientas, moldes, adhesivos para la construcción,

aplicaciones eléctricas y aeroespaciales, recubrimientos para mantenimiento en aplicaciones marinas, láminas y encapsulados eléctricos.



**FIGURA 2.7 ESTRUCTURA QUÍMICA DE LA RESINA EPON 828**

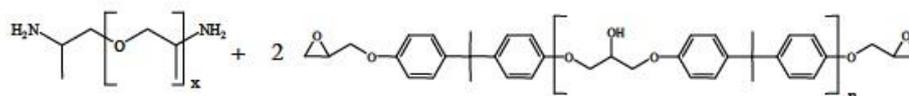
Jeffamine® D-230, es una polieteramina caracterizada por cadenas repetidas de oxipropileno. Es un amina bifuncional primaria cuyo peso molecular promedio es 230. Funciona como un agente curador epóxico. Entre las aplicaciones de esta amina está su uso como agente de curado para epóxico y forma sales para su uso con surfactantes. Algunos de los beneficios de la amina D-230 son tener una viscosidad baja, es completamente miscible en una gran variedad de solventes, incluyendo al agua. Provee recubrimientos y adhesivos transparentes, tenaces y resistentes a impactos.



**FIGURA 2.8 ESTRUCTURA QUÍMICA DE LA AMINA JEFFAMINE**

**D-230**

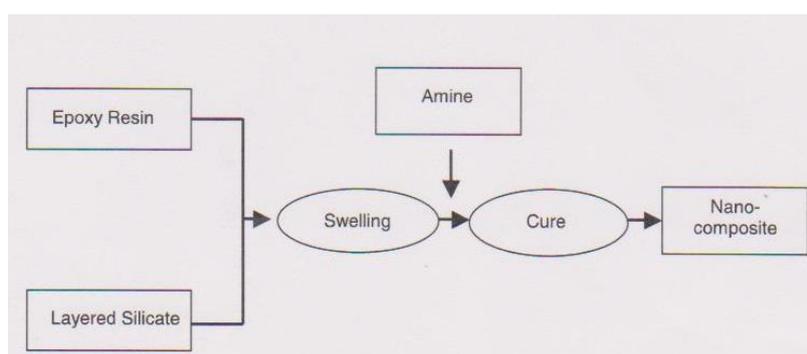
Hay una relación estequiométrica entre la resina epóxica y la amina para la que no hay aminas libres. En un film sólo de epóxico-diamina esta relación es 4:1, como se observa en la figura 2.9.



**FIGURA 2.9 REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DE LA TOPOLOGÍA DE LAS REDES EPÓXICO-AMINA**  
**A) ESTEQUIOMÉTRICA Y B) NO ESTEQUIOMÉTRICA. [16]**

### 2.2.1 Formación del Film

A continuación se muestra el proceso de formación de un nanocompuesto formado por epóxico-amina



**FIGURA 2.10 FORMACIÓN DEL FILM**

## 2.3 Inhibidores

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

Existen surfactantes catiónicos, que son moléculas con carga positiva en los grupos de cabeza, los surfactantes anódicos que son moléculas con carga negativa en los grupos de cabeza y los surfactantes mixtos que contienen grupos de cabeza con ambas cargas; grupo positivo (amina) y grupo negativo (carboxilato).

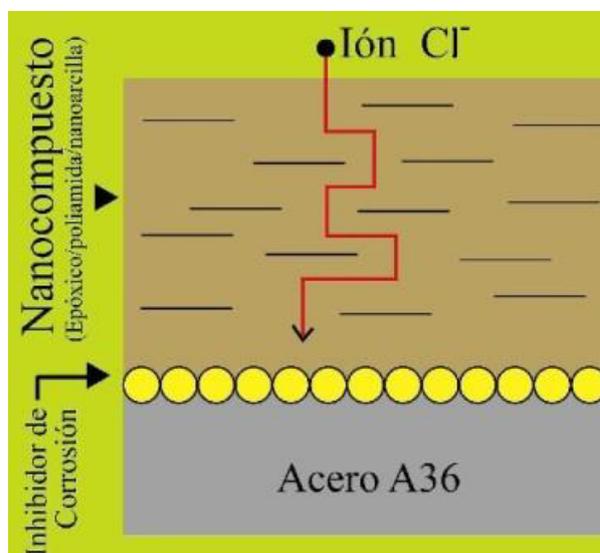
Las aminas proveen protección catódica creando una barrera e inhibiendo la formación de  $H_2$  en ambientes ácidos.

El surfactante carboxilato de amino (RM-210) es un inhibidor de corrosión orgánico que ha sido utilizado en pinturas, desengrasantes, fundas plásticas y limpiadores para metales. Tiene un aspecto sólido cristalino y se trata de un surfactante tipo mixto, ya que posee un grupo carboxilo y un grupo amino.

## Mejoramiento de las Propiedades

Específicamente, la incorporación de organoarcillas dentro de polímeros ha sido demostrada que mejora las propiedades físicas y de barrera de los últimos [17], [18].

Este mejoramiento en las propiedades de barrera se da como resultado de una estructura exfoliada dentro de la matriz epóxica, lo cual significa que las láminas individuales de nanoarcilla separadas y bien dispersas dentro de la matriz polimérica generan un camino tortuoso de traspasar para las moléculas penetrantes, ver Figura 2.11.



**FIGURA 2.11 CAMINO TORTUOSO DE LAS MOLÉCULAS A TRAVÉS DEL NANOCOMPUESTO. [15]**

Básicamente el trabajo de las nanoarcillas es mejorar la durabilidad de la pintura epóxica y aumentar sus propiedades de barrera al impedir la difusión del agua a través de la capa de material epóxico.

Sin embargo, aparte de la estructura exfoliada, es posible que se dé otro tipo de estructura que es mucho más frecuente en este tipo de nanocompuestos, esta es la estructura intercalada. Obviamente el mejoramiento de las propiedades de barrera será menos pronunciado por su estructura intercalada, debido a la dispersión no uniforme de la nanoarcilla en la matriz polimérica y por ende la falta del camino tortuoso que se encuentra presente en los compuestos exfoliados.

El uso de nanoarcillas dentro de matrices poliméricas epóxicas conlleva una gran variedad de mejoras, tales como:

- Incremento del esfuerzo de tensión y del módulo de Young.
- Incremento de la rigidez dinámica.
- Mejoramiento de la retardancia a la flama.
- Incremento de la barrera a los gases (oxígeno y dióxido de carbón), permeación al agua e hidrocarburos (gasolina, metanol y solventes orgánicos).
- Baja densidad del compuesto.
- Buenas propiedades estéticas como claridad y brillo.

- Mayor resistencia al rayado aún con cargas bajas (1-5 % peso).
- Gran incremento en la rigidez y la HDT con una baja pérdida de resistencia al impacto.

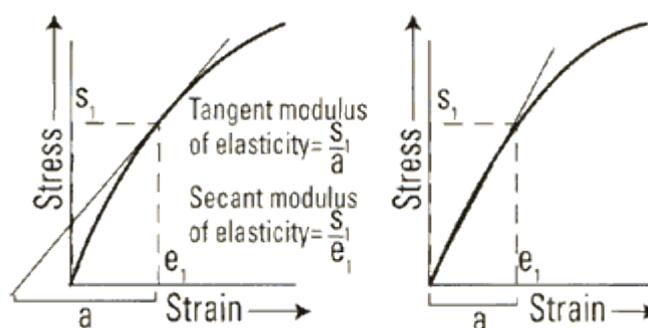
Con nanocompuestos en su estructura, los polímeros presentan un incremento en las propiedades de barrera a la humedad, solventes. Los usos potenciales de nanocompuestos basados en matrices poliméricas son el resultado del mejoramiento de las propiedades mecánicas (módulo de Young) y estabilidad a la temperatura.

## **2.4 Propiedades Mecánicas**

Un ensayo de tensión es un método para determinar el comportamiento de materiales bajo cargas de estiramiento axial. Los datos del ensayo se usan para determinar el límite elástico, el alargamiento, el módulo elástico, el límite proporcional, la reducción del área, la resistencia a la tracción, el punto de fluencia, el esfuerzo de fluencia y otras propiedades de tracción. Los ensayos de tensión a temperaturas elevadas proporcionan los datos de fluencia. En ASTM E-8 se proporcionan los procedimientos para los ensayos de tracción de metales. Los métodos para los ensayos de tracción de los plásticos se describen en ASTM D-638, ASTM D-2289 (velocidades de deformación altas) y ASTM D-882 (láminas finas). En ASTM D-

2343 se describe el método para los ensayos de tracción de las fibras de vidrio; ASTM D-897, adhesivos; ASTM D-412, caucho vulcanizado. [19]

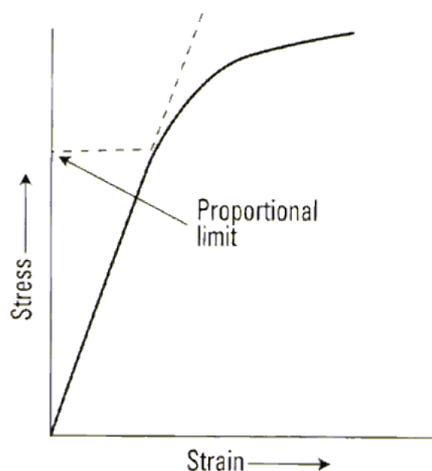
El módulo de elasticidad es una medida de la velocidad del cambio de deformación como función del esfuerzo, la cual también es representada por medio de la pendiente de la sección en línea recta de un diagrama carga-deformación. El módulo elástico tangente es la pendiente del diagrama esfuerzo-deformación en cualquier punto. El módulo elástico secante es el esfuerzo dividido por la deformación en cualquier valor determinado de esfuerzo o deformación. También se conoce como módulo secante de elasticidad.



**FIGURA 2.12 MÓDULO DE ELASTICIDAD [19]**

Límite proporcional: El mayor esfuerzo en el que éste es directamente proporcional a la deformación. Es el mayor esfuerzo en el cual la curva en un diagrama esfuerzo-deformación es una línea

recta. El límite proporcional es igual al límite elástico para muchos metales.



**FIGURA 2.13 LÍMITE PROPORCIONAL [19]**

## 2.5 Propiedades Térmicas

La calorimetría diferencial de barrido (DSC, Differential Scanning Calorimetry) permite el estudio de aquellos procesos en los que se produce una variación entálpica, por ejemplo determinación de calores específicos, puntos de ebullición y fusión, pureza de compuestos cristalinos, entalpías de reacción y determinación de otras transiciones de primer y segundo orden.

En general, el DSC puede trabajar en un intervalo de temperaturas que va desde la temperatura del nitrógeno líquido hasta unos 600 °C. Por esta razón esta técnica de análisis se emplea para caracterizar aquellos materiales que sufren transiciones térmicas en dicho

intervalo de temperaturas. La familia de materiales que precisamente presenta todas sus transiciones térmicas en ese intervalo es la de los polímeros. Por esta razón, el DSC se emplea fundamentalmente para la caracterización de estos materiales y es por lo que, de aquí en adelante, nos centraremos fundamentalmente en transiciones térmicas en polímeros estudiadas por DSC.

En el campo de polímeros pueden determinarse transiciones térmicas como la temperatura de transición vítrea  $T_g$ , temperatura de fusión  $T_m$ ; se pueden hacer estudios de compatibilidad de polímeros, reacciones de polimerización y procesos de curado. [20]

El análisis termogravimétrico (TGA) es una técnica analítica utilizada para determinar la estabilidad térmica de un material, su fracción de componentes volátiles, el comportamiento de la desorción, de moléculas líquidas o gaseosas en un material sólido, para estimar la energía de activación de la desorción (descomposición) vía reacciones químicas durante el proceso de calentamiento en una atmósfera controlada hasta altas temperaturas (típicamente hasta  $1000^{\circ}\text{C}$ ). El análisis se lleva a cabo con un alto grado de precisión, Esto se lleva a cabo por medio de la medición del cambio en peso de un material en función de la temperatura cuando este es calentado, se puede calentar a temperatura constante, lineal o variable. Dichas

mediciones se llevan a cabo en una atmósfera de aire, nitrógeno u otros gases de arrastre inertes como el helio o argón. En algunas ocasiones la prueba se desarrolla en una atmósfera combinada de 1 a 5 % de O<sub>2</sub> en N<sub>2</sub> o He para retrasar la oxidación. [21]

## 2.6 Propiedades Físicas (Difusión e Hinchamiento)

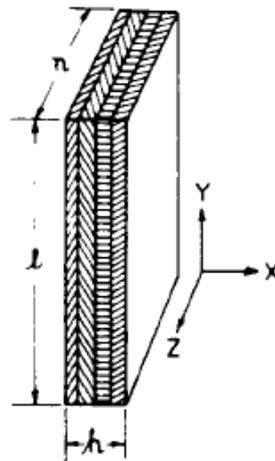
Difusión: Se investigó un problema de la difusión en el cual un material es expuesto a un ambiente húmedo. Dependiendo de las condiciones ambientales y del material, el material absorbe o pierde humedad, manifestándose como aumento o pérdida de masa. El objetivo es determinar el porcentaje de humedad del material como función del tiempo.

$$M(t) = \frac{\text{Peso del material húmedo} - \text{Peso del material seco}}{\text{Peso del material seco}} \times 100$$

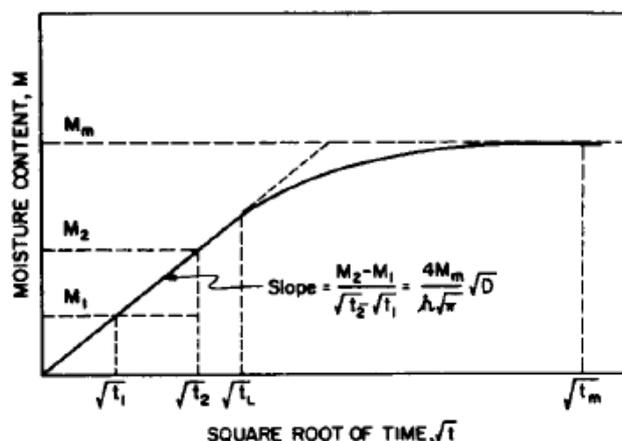
$$\frac{M_t}{M_s} = 1 - e^{\left[-7,3\left(\frac{Dt}{h^2}\right)^{0,75}\right]}$$

Para predecir el contenido de humedad del material, el máximo contenido de humedad, M<sub>s</sub> y la difusividad “D” deben ser conocidas. El siguiente método se utiliza para determinar estos parámetros:

- 1.- El espécimen de prueba debe ser elaborado en forma de una placa delgada  $h \ll L$  y  $h \ll n$ , de tal manera que la humedad entre predominantemente a través de las áreas más grandes.
- 2.- El espécimen se seca completamente en un desecador para obtener la masa seca ( $M_d$ )
- 3.- Se sumerge el espécimen en un medio con temperatura y humedad constante, y su peso es registrado en función del tiempo ( $M$ ).
- 4.- El contenido de humedad (porcentaje de aumento de peso) se grafica contra la raíz cuadrada del tiempo. [22]



**FIGURA 2.14 GEOMETRÍA DEL ESPECIMEN DE PRUEBA PARA PRUEBA DE HINCHAMIENTO**



**FIGURA 2.15 ILUSTRACIÓN DEL CAMBIO DE CONTENIDO DE HUMEDAD CON LA RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO.**

Hinchamiento: Las matrices poliméricas hinchadas con agua o hidrogeles son sistemas que incrementan su volumen hasta alcanzar el equilibrio fisicoquímico, en respuesta a diferentes tipos de estímulos como la luz, fuerza iónica, temperatura, pH, campo eléctrico o concentración de disolvente. Este comportamiento característico sumado a su biocompatibilidad, biodegradabilidad, naturaleza inerte, propiedades mecánicas, resistencia química y térmica, permiten que sean utilizados en diversas aplicaciones científicas e industriales. De particular importancia es su utilización para la liberación controlada de medicamentos farmacéuticos y fertilizantes agrícolas.

Un gel es una estructura polimérica entrecruzada, que por acción de un líquido experimenta hinchamiento permaneciendo insoluble sin perder su forma original. La conservación de la forma es el resultado de un balance entre las fuerzas intermoleculares: dispersivas y cohesivas, (dentro de las cuales se incluye la absorción del disolvente). Cuando el gel se somete a sequedad se obtiene una estructura cristalina denominada xerogel. Si el hinchamiento se produce por acción del agua se obtienen los denominados hidrogeles. Estos poseen un carácter hidrófilo debido a la presencia en su estructura molecular de grupos afines al agua (-OH, -COOH, -CONH<sub>2</sub>, -CONH, -SO<sub>3</sub>H), la existencia de una red polimérica los hace insolubles en agua, y su suavidad y elasticidad se asocian con la hidrofiliidad de los monómeros y la densidad de entrecruzamiento.

Modelo de equilibrio de hinchamiento. En el proceso de hinchamiento de un hidrogel, la condición de equilibrio se logra cuando se tiene el mismo el potencial químico para el disolvente en el baño circundante y en el gel, es decir, cuando se alcanza la condición termodinámica  $\Delta u = 0$  [23].

# CAPÍTULO 3

## 3. EXPERIMENTACIÓN

### 3.1 Materiales, Equipos y Accesorios

A continuación se describen los materiales utilizados en los diferentes ensayos.

Cloisite® Na<sup>+</sup>, es una arcilla natural tipo montmorilonita, se la usa frecuentemente como aditivo para los plásticos mejorando varias propiedades físicas como la resistencia mecánica, temperatura de deflexión de calor (HDT), coeficiente lineal de expansión térmica (CLTE) y las propiedades de barrera. Esta arcilla fue importada de las industrias Southern Clay Products Inc. (ver APÉNDICE A)

Cloisite® 20A, es una arcilla natural tipo montmorilonita tratada con un modificador orgánico, sal de amonio cuaternaria. (ver APÉNDICE B)

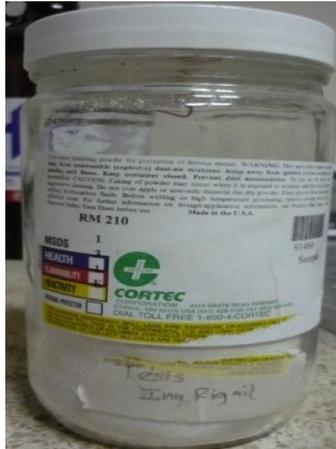
Resina EPON™ 828, es una resina epóxica líquida transparente no diluida que contiene bisfenol A /epiclorohidrin. Mejora las propiedades mecánicas, adherentes, dieléctricas y da resistencia química si es curada con el agente apropiado. (ver APÉNDICE C)



**FIGURA 3.1 RESINA EPÓXICA - EPON 828**

Surfactante carboxilato de amino (RM-210), es un inhibidor de corrosión orgánico, que ha sido utilizado en pinturas, desengrasantes, fundas plásticas y limpiadores para metales. Tiene un aspecto sólido

cristalino y se trata de un surfactante tipo mixto, ya que posee un grupo carboxilo y un grupo amino.



**FIGURA 3.2 SURFACTANTE CARBOXILATO DE AMINO (RM-210)**

Jeffamine® D-230, es una polieteramina caracterizada por cadenas repetidas de oxipropileno. Es un amina bifuncional primaria cuyo peso molecular promedio es 230. Funciona como un agente curador epóxico. (ver APÉNDICE D)



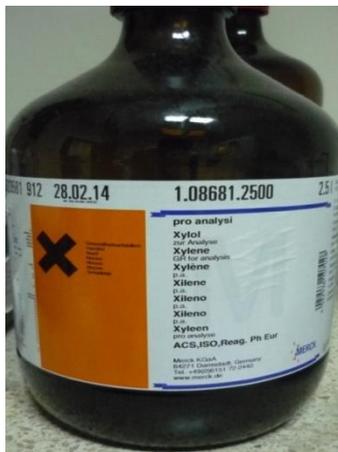
**FIGURA 3.3 AMINA - JEFFAMINE D-230**

Etanol al 98%, es un compuesto polar cuya fórmula química es  $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$ .



**FIGURA 3.4 ETANOL**

Xileno, es un compuesto no polar, fórmula química:  $C_6H_4(CH_3)_2$ .



**FIGURA 3.5 XILENO**

Agua desionizada o desmineralizada, libre de sales.



**FIGURA 3.6 AGUA DESIONIZADA**

Equipos utilizados fueron:

- Analizador térmico SDT Q600



**FIGURA 3.7 ANALIZADOR TÉRMICO SDT Q600**

Especificaciones técnicas:

Capacidad de muestra: 200mg

Sensibilidad de la balanza: 0,1 $\mu$ g

Rango de temperatura: Ambiente hasta 1500°C

Sensibilidad DTA: 0,001°C

Portamuestra: Alumina 40 $\mu$ L/90 $\mu$ L

- Máquina Universal TMI LTL2,5kN



**FIGURA 3.8 MÁQUINA UNIVERSAL TMI LTL2,5KN**

Especificaciones técnicas:

Rango (kN): 0 hasta 2,50

Número de columnas: 1

Espacio vertical (mm): 1170

Rango de velocidad (mm/min): 0,001 hasta 1000

Potencia (kW): 0,3

Temperatura de operación (°C): -10 hasta + 40

- Plastógrafo Brabender



**FIGURA 3.9 PLASTÓGRAFO - BRABENDER**

- Horno Universal Memmert UNE 550



**FIGURA 3.10 HORNO UNIVERSAL MEMMERT UNE 550**

Especificaciones técnicas:

Rango de temperatura (°C): 30 (5°C sobre la ambiental) hasta 250

Dimensiones, w x h x d: 630 x 920 x 650 mm

Interior: Acero inoxidable

- Balanza Analítica electrónica LabNics 100A



**FIGURA 3.11 BALANZA ANALÍTICA ELECTRÓNICA LABNICS**

**100A**

Especificaciones técnicas:

Capacidad: 205g

Resolución: 0,0001g

- Higrómetro (Control Company)



**FIGURA 3.12 HIGRÓMETRO**

Especificaciones técnicas:

Resolución temperatura (°C): 0,1

Resolución humedad (%): 0,1

- Agitador mecánico RW20-IKA



**FIGURA 3.13 AGITADOR MECÁNICO RW20-IKA**

Especificaciones Técnicas:

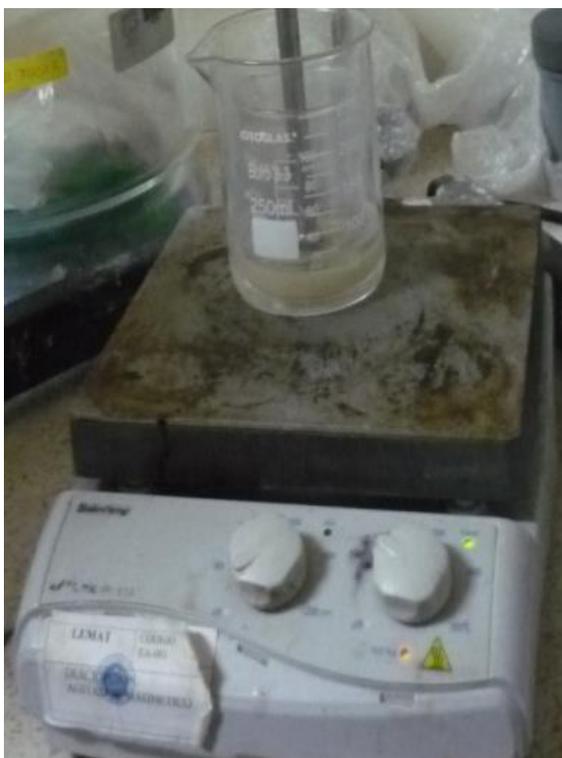
Agitador de hélice con indicador digital

Velocidad: 60-2000rpm

Apropiado para viscosidades: hasta 10.000 mPas

Potencia del motor consumo: 70 W

- Base magnética calentadora:



**FIGURA 3.14 BASE CALENTADORA**

Especificaciones técnicas:

Rango de temperatura (°C): 0 hasta 300

- Troquel (marca RAY RAN)



**FIGURA 3.15 TROQUEL**

Especificaciones técnicas:

Punzón normalizado para ensayo de tensión ASTM D882

Los accesorios se detallan a continuación:

- Desecador
- Calibrador Vernier, Mitutoyo 0,001in



**FIGURA 3.16 CALIBRADOR VERNIER**

- Vasos de precipitación: 50ml, 250ml, 500ml, 1000ml
- Agitador de vidrio



**FIGURA 3.17 AGITADOR DE VIDRIO**

- Pipeta, 10ml
- Espátula de acero inoxidable
- Vidrio reloj
- Mortero



**FIGURA 3.18 MORTERO**

- Pinzas
- Envases plásticos polietileno, 50ml
- Envases de PVC, 150ml
- Plancha de teflón, 290x210mm



**FIGURA 3.19 PLANCHA DE TEFLÓN**

- Lámina de plástico, 1mm de espesor
- Guantes



**FIGURA 3.20 GUANTES**

- Waipe



**FIGURA 3.21 WAIBE**

- Cinta adhesiva de papel

### **3.2 Preparación de Arcillas**

Una vez obtenidos todos los materiales, reactivos, equipos y accesorios antes nombrados se procede a fabricar los nanocompuestos basados en la resina epóxica y las nanoarcillas siguiendo los procedimientos descritos en la literatura obtenida.

Se procedió a fabricar dos tipos de films nanocompuestos conteniendo nanoarcillas tipo Cloisite Na y Cloisite 20A con el agente de curado (amina) en diferentes porcentajes, a lo que se denomina “phr” (phr =

partes de amina/partes de epóxico). Para este estudio se realizaron cuatro proporciones: 22, 32, 42 y 52 phr. (ver APÉNDICE E)

Adicionalmente se elaboraron probetas de referencia de cada arcilla sin inhibidor, sin arcilla y con inhibidor, finalmente sólo resina epóxica con amina con las proporciones que mostraron los mejores resultados permitiendo comparar el efecto de la adición de las arcillas e inhibidor.

### **3.2.1 Cloisite Na**

Proceso de mezclado con el inhibidor de corrosión

Para preparar la arcilla Na, primeramente se debió pesar la cantidad de inhibidor de corrosión correspondiente con la cantidad de arcilla para obtener 0,5 CEC. Las mezclas debían ser a lo mucho de 10 gramos para así asegurar un buen mezclado. Luego, tanto la arcilla como el inhibidor en las proporciones adecuadas se las coloca en un vaso de precipitación para en primera instancia mezclar manualmente con la ayuda del agitador de vidrio. Cuando la mezcla esté homogénea, es decir cuando no se pueda observar los cristales del inhibidor, se procede a llevarla al plastógrafo Brabender™ para un realizar un mezclado utilizando calor. A continuación se

explican los pasos seguidos para usar el equipo: Se debe encender el plastógrafo y establecer las revoluciones a las cuales girarán los tornillos donde se realizará el mezclado. Se establecieron 30 rpm para que el proceso sea lento y asegure un buen mezclado. Luego se programó al equipo para que alcance una temperatura de 100°C en la zona donde se colocará la mezcla. Se debe esperar alrededor de 5 minutos hasta que el equipo llegue a la temperatura deseada. Una vez listo el equipo se vacía el contenido del vaso de precipitación directo a la tolva de carga, teniendo cuidado de hacerlo lentamente para que no haya pérdidas de mezcla. Verificando que el botón "LOC" esté encendido, presionar "START" para que los tornillos empiecen a girar y realicen el mezclado. Luego de 5 minutos apagar el equipo y desmontar la parte frontal del mezclador, con precaución para evitar que la mezcla se pierda. Con la ayuda de una brocha, recolectar la mezcla y colocarla en el vaso de precipitación. Finalmente apagar el equipo y mantener el vaso tapado para que la humedad o algún agente externo se introduzca en la mezcla.



**FIGURA 3.22 PESAR LA MEZCLA ARCILLA-INHIBIDOR**



**FIGURA 3.23 ENCENDER EL PLASTÓGRAFO**



**FIGURA 3.24 RETIRAR LA PARTE FRONTAL DEL EQUIPO**



**FIGURA 3.25 SETEAR EL EQUIPO**



**FIGURA 3.26 RANURA PARA COLOCAR LA MEZCLA**



**FIGURA 3.27 USO DE LA BROCHA PARA RETIRAR LA  
MEZCLA**

### 3.2.2 Cloisite 20A

Lavado de arcillas: A diferencia de la arcilla Na, la arcilla 20A necesita ser lavada para remover iones cloruro de su composición. A continuación se describe el procedimiento para el lavado de esta arcilla. En un vaso de 500 ml se colocan 20 g. de arcilla 20A y luego 100 ml de agua desionizada y 100 ml de alcohol. Luego agitar durante 10 minutos aproximadamente utilizando el agitador de vidrio. Dejar reposar la mezcla para que decante durante unos 30 minutos, luego de lo cual con una jeringa extraer el agua sobrenadante. Volver a colocar 100 ml de agua desionizada y 100 ml de alcohol y repetir el procedimiento por lo menos unas 10 veces para asegurar que la cantidad de iones cloruro es mínima. Luego colocar el vaso en el horno universal a 60°C, durante unos 4 a 5 días para secar la arcilla y moler en el mortero durante 30 minutos. Tener cuidado de después de 2 o 3 días de haber sido colocado en el horno verificar que no se solidifique, caso contrario el proceso de molienda se complica. En tal caso, sacar las partes completamente secas, molerlas y volverlas a colocar en el vaso para que continúe el secado.



**FIGURA 3.28 ARCILLA EN PROCESO DE LAVADO -  
DECANTACIÓN**

Proceso de mezclado con el inhibidor de corrosión

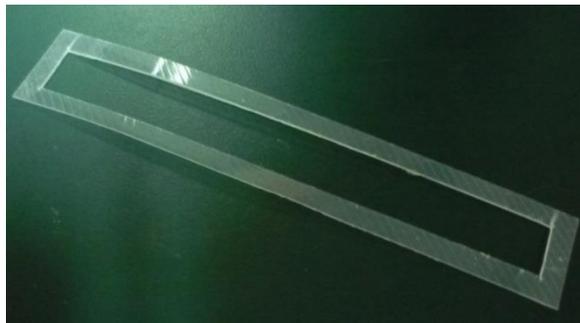
Una vez que se tiene la arcilla completamente seca y bien molida se sigue el mismo procedimiento que la arcilla Na para el mezclado con el inhibidor de corrosión.

### **3.3 Preparación de probetas**

Para fabricar las probetas necesarias para los ensayos, se elaboraron moldes utilizando láminas de plástico de 1 mm de espesor. Se necesitaban probetas para el ensayo de tensión y de hinchamiento, mientras que para el ensayo en el equipo TGA/DSC la muestra

requerida era tan pequeña que se le podía tomar de las probetas de tensión una vez utilizadas.

Para las probetas de tensión, se troqueló la lámina de plástico mediante el uso del punzón normalizado para obtener los moldes de las probetas; posteriormente se pegó con cinta adhesiva estos moldes a las planchas de teflón para fijarlas



**FIGURA 3.29 MOLDE DE PLÁSTICO DE PROBETA PARA  
ENSAYO DE TENSIÓN (ASTM D-882)**



**FIGURA 3.30 MOLDES PEGADOS CON CINTA ADHESIVA AL  
TEFLÓN**

Para las probetas de hinchamiento se elaboraron moldes de 10x10mm a partir de la lámina de plástico. Primero, utilizando la espátula para agregar y pesar la resina epóxica EPON 828 en un vaso de precipitación de 50ml. Seguidamente, se debe agregar la mezcla arcilla (Na y 20A) con inhibidor a la resina y mezclar lentamente con el agitador de vidrio durante 5 minutos. Se debe encender la base magnética calentadora y fijarla en 30 °C. En un vaso de 250 ml colocar un poco de agua y dentro de este recipiente colocar el vaso de 50 ml que contiene a la mezcla. Colocar estos vasos sobre la base calentadora y ajustar el cabezal del agitador mecánico para que las hélices no hagan contacto con el vaso. Encender el agitador y dejar mezclar durante 4 horas a bajas

revoluciones (60rpm). Una vez finalizado el tiempo de mezcla, apagar tanto el agitador como la base calentadora, y retirar los vasos. Luego dejar reposar y enfriar durante una hora. Se procede a agregar la amina Jeffamine D-230 en la proporción correspondiente para obtener ya sea el phr 22, 32, 42 ó 52. Para esto, colocar el vaso en la balanza, encerrarla y agregar la amina utilizando una pipeta. Luego se mezcla manualmente por 10 minutos usando el agitador de vidrio. Cuando se tenga una mezcla homogénea, verterla en los moldes que previamente se habían preparado. Mediante el uso de la espátula esparcir la mezcla en los moldes y tratar de nivelarla usando una lámina de plástico para remover el exceso. Una vez llenos los moldes, llevar las planchas de teflón al horno por 7 días a 30 °C.



**FIGURA 3.31 PESAR EL VASO Y ENCERAR LA BALANZA**



**FIGURA 3.32 MEZCLA ARCILLA-INHIBIDOR ALMACENADA  
EN EL DESECADOR**



**FIGURA 3.33 USO DE LA ESPÁTULA PARA AÑADIR MEZCLA  
ARCILLA-INHIBIDOR**



**FIGURA 3.34 COLOCAR CUIDADOSAMENTE LA CANTIDAD  
PRECISA DE LA MEZCLA ARCILLA-INHIBIDOR**



**FIGURA 3.35 AGREGAR EL EPÓXICO**



**FIGURA 3.36 AGITAR MANUALMENTE DURANTE 10  
MINUTOS**



**FIGURA 3.37 VASO CON AGUA SOBRE LA BASE  
CALENTADORA**



**FIGURA 3.38 COLOCAR VASO CON LA MEZCLA EPÓXICO-  
ARCILLA-INHIBIDOR DENTRO DEL OTRO VASO**



**FIGURA 3.39 AJUSTAR LA POSICIÓN DEL AGITADOR PARA QUE HAGA CONTACTO CON LA MEZCLA**



**FIGURA 3.40 ASEGURARSE QUE LA HÉLICE NO TOQUE EL FONDO DEL VASO**



**FIGURA 3.41 MEZCLA EN REPOSO DURANTE 1 HORA**



**FIGURA 3.42 AGREGAR LA AMINA UTILIZANDO LA PIPETA**



**FIGURA 3.43 AGITAR LENTAMENTE DURANTE 10 MINUTOS**



**FIGURA 3.44 RELLENAR LOS MOLDES CON LA MEZCLA**



**FIGURA 3.45 NIVELAR EL CONTENIDO DE LA MEZCLA EN  
LOS MOLDES**

Cuando hayan pasado los 7 días de curado en el horno, se procede a remover las probetas de las planchas de teflón, teniendo cuidado de que no se fracturen ya que son relativamente frágiles. Se recortaron las rebabas de las probetas utilizando tijeras y se las almacenó en fundas herméticas dentro del horno hasta que se realicen los ensayos respectivos.

### **3.4 Ensayos**

#### **3.4.1 Ensayo de tensión**

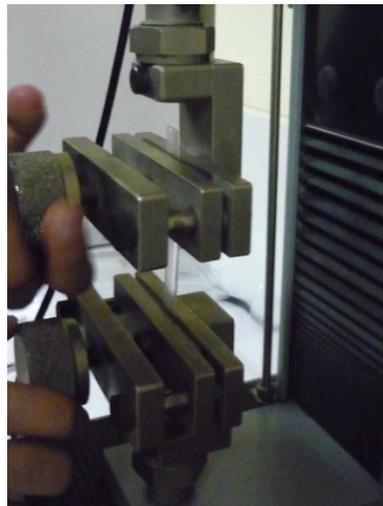
Se realizó el ensayo de tensión en un máquina de ensayo universal TMI LTL2,5kN, perteneciente a la empresa PLASTIGOMEZ S.A. Los ensayos se realizaron a temperatura ambiente, la cual en las instalaciones de la empresa fue de aproximadamente 35°C.

Para realizar este ensayo se consultó la norma ASTM D882 (ver APÉNDICE F), la cual aplica para probetas de espesores de 1 mm o menos. Para un plástico la norma sugiere que para un porcentaje de elongación de 20 a 100, una velocidad de ensayo de 50 mm/min.

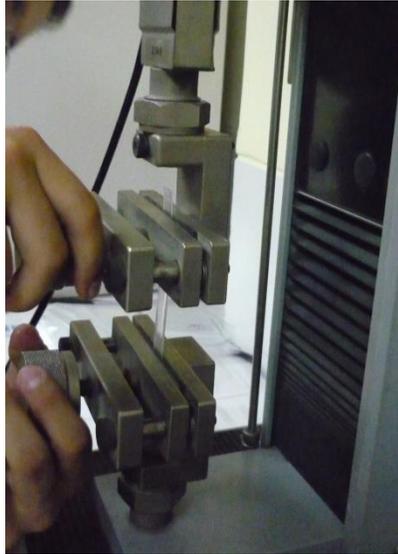
Antes de realizar las pruebas se establecieron dos parámetros en la máquina, la velocidad de ensayo y la distancia de separación entre mordazas, también referida en la norma.

Primero se midió el espesor y el ancho de la probeta a ensayar utilizando el calibrador vernier. Luego se procedió a colocar la

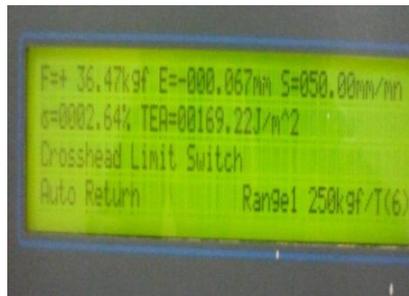
probeta entre las mordazas y seguido de esto, se taró el equipo para dar inicio al ensayo. Una vez que la probeta fallaba se tomaban los datos mostrados en la pantalla del equipo, los cuales incluían la fuerza máxima aplicada, porcentaje de deformación, elongación y energía absorbida por tensión (TEA). Este procedimiento se repitió para todas las clases de muestras que se prepararon, 60 muestras en total.



**FIGURA 3.46 ABRIR LAS MORDAZAS**



**FIGURA 3.47 AJUSTAR LA PROBETA ENTRE LAS  
MORDAZAS**



**FIGURA 3.48 AJUSTAR LA CONFIGURACIÓN DEL  
EQUIPO**

### 3.4.2 Prueba de hinchamiento

Con las probetas anteriormente obtenidas se realizó un ensayo que consistió en sumergirlas en dos medios distintos, los cuales fueron alcohol y xileno. Para llevar a cabo este ensayo se registró los pesos iniciales de las 48 probetas y se los dispuso en 24 recipientes que contenían 10ml de alcohol y 24 recipientes que contenían 10 ml de xileno respectivamente.

Se esperó un día, con la ayuda de una pinza se retiraban las probetas del recipiente cuidadosamente y se colocaban sobre un pedazo de waípe para remover el exceso solvente que observaba superficialmente. Inmediatamente después se pesaban. Para evitar cambios en las lecturas sólo se tomaba una vez. Y se volvían a colocar dentro del recipiente después de registrada la lectura.

Este procedimiento se lo realizó por algunos días seguidos hasta que se observó un equilibrio alcanzado en los pesos. Esto tardó entre 4 y 7 días dependiendo del solvente y del tipo de mezcla.

Después de alcanzado el equilibrio se retiraba la probeta y se la colocaba sobre una plancha de teflón para introducirla en el horno por unos 4 días a 30°C.

Finalmente cuando la muestra esté totalmente seca, se pesó nuevamente.



**FIGURA 3.49 COLOCAR LA MUESTRA EN UN  
RECIPIENTE CON EL LÍQUIDO CORRESPONDIENTE  
(ALCOHOL O XILENO)**



**FIGURA 3.50 USO DE LA PINZA PARA RETIRAR LA MUESTRA**



**FIGURA 3.51 COLOCAR SOBRE EL WAIPÉ Y SECAR LA MUESTRA**



**FIGURA 3.52 PESAR LA MUESTRA EN LA BALANZA**



**FIGURA 3.53 MUESTRAS HINCHADAS COLOCADAS  
SOBRE EL TEFLÓN PARA SECAR EN EL HORNO**

### 3.4.3 Ensayo TGA y DSC

El equipo SDT Q600 realiza los ensayos TGA y DSC simultáneamente utilizando un crisol que contenga la muestra y otro que sirva de referencia.

Lo primero que se debió hacer para este ensayo es obtener dos pequeñas muestras de cada mezcla realizada que pesen entre 6 y 10 mg.

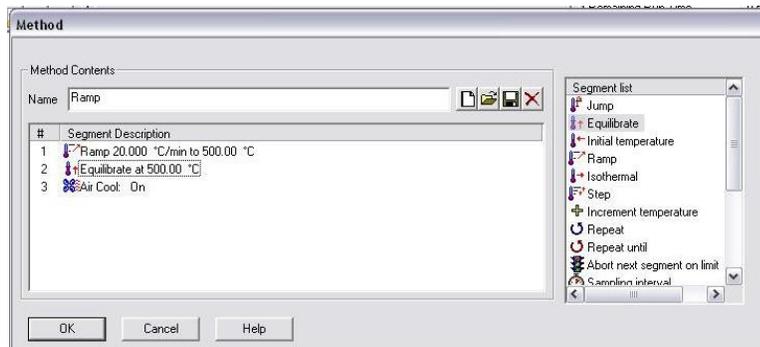
Este equipo requiere la formulación de un programa que establezca el proceso al cual se va a someter la muestra. La configuración del programa tiene básicamente 3 etapas; la primera, en la cual asciende desde la temperatura inicial a una tasa de 20°C/min hasta llegar a 500°C donde se equilibra culminando la segunda etapa. Finalmente se enciende el ventilador para iniciar la última etapa que es el enfriamiento.



**FIGURA 3.54 CRISOLES PARA ENSAYO TGA/DSC**



**FIGURA 3.55 CRISOL PORTAMUESTRA Y CRISOL DE REFERENCIA**



**FIGURA 3.56 CONFIGURACIÓN DEL PROGRAMA QUE  
SEGUIRÁ EL ENSAYO**

# CAPÍTULO 4

## 4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

### 4.1 Ensayo de Tensión

#### 4.1.1 Determinación del Módulo de Young, Deformación de Rotura

El módulo de Young es el parámetro más utilizado para comprender la resistencia de un material en un contexto ingenieril, por lo que es el parámetro que se ha escogido analizar para ver el efecto causado por la inclusión de nanoarcillas y variación de porcentajes de amina en los films epóxicos en cuanto a propiedades mecánicas.

El módulo de Young se determina a partir de la expresión que relaciona la fuerza aplicada sobre un área determinada y la deformación causada por esta fuerza, como se ve en la siguiente ecuación:

$$\sigma = \frac{F}{A} = E \times \varepsilon,$$

Donde  $\sigma$  es el esfuerzo,  $\varepsilon$  es la deformación y E es el módulo de Young.

Si se tuvieran muchos puntos pudiera usarse la pendiente de una línea paralela a la primera sección de la curva (parte lineal)  $\sigma = E\varepsilon$  en 0,2% de la deformación para determinar el módulo de Young. Este procedimiento es necesario en materiales dúctiles para conocer el esfuerzo fluencia (con el cual se obtiene el módulo de Young) que difiere del esfuerzo de ruptura y del máximo.

Para este caso, el equipo sólo nos da el esfuerzo de ruptura, que para materiales frágiles, como los que considera este ensayo, no es muy diferente del esfuerzo de fluencia debido a que el comportamiento de la gráfica esfuerzo-deformación para materiales frágiles sometidos a tensión se puede aproximar como lineal. De esta forma se obtiene el módulo de Young.

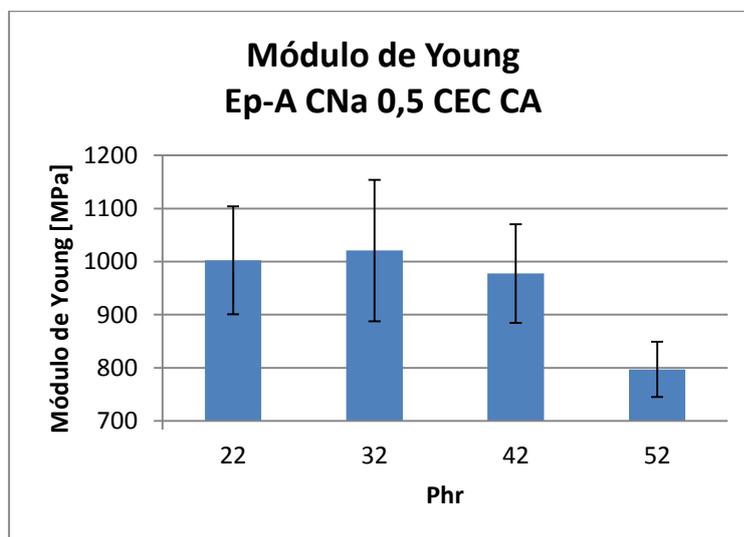
Por sugerencia de la norma se realizaron 5 probetas por cada muestra.

Para las muestras realizadas en base de epóxico- amina con cloisite Na y 0,5 CEC de carboxilato de amino (**Ep-A CNa 0,5**

**CEC CA)** y diferente phr se obtuvieron los siguientes resultados promedio:

**TABLA 1**  
**PROPIEDADES MECÁNICAS, EP-A CNA 0,5 CEC CA**

Phr	$\epsilon$ [%]	$\Delta x$ [mm]	$\sigma$ [Mpa]	E [Mpa]
52	4,26	0,10	34,11	797,19
42	4,18	0,13	41,29	977,57
32	3,63	0,14	37,03	1020,84
22	3,01	0,18	30,11	1002,35

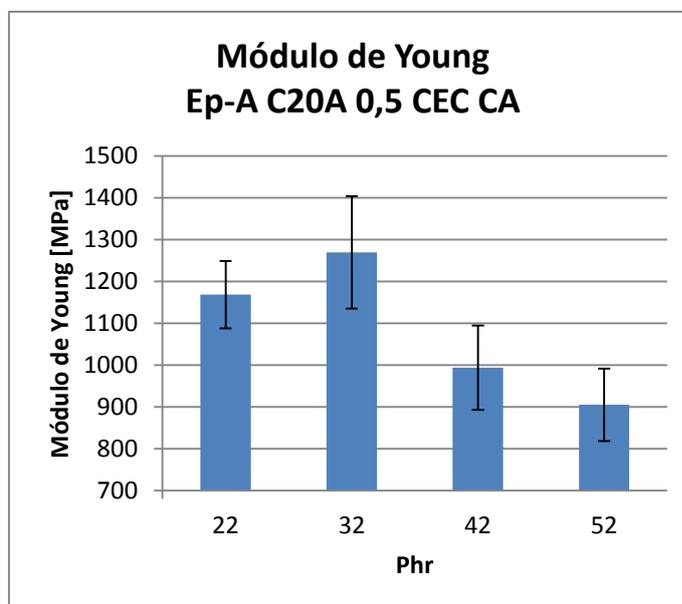


**FIGURA 4.1 MÓDULO DE YOUNG, EP-A CNA 0,5 CEC CA**

Para las muestras que tenían de base epóxico- amina con cloisite 20A y 0,5 CEC de carboxilato de amino (**Ep-A C20A 0,5 CEC CA**) y fueron curados con diferentes porcentajes de amina se obtuvieron los siguientes resultados promedio:

**TABLA 2**  
**PROPIEDADES MECÁNICAS, EP-A C20A 0,5 CEC CA**

Phr	$\epsilon$ [%]	$\Delta x$ [mm]	$\sigma$ [Mpa]	E [Mpa]
52	3,59	0,120	32,03	904,98
42	4,83	0,125	47,55	993,80
32	4,64	0,152	58,05	1269,61
22	3,25	0,108	37,86	1168,56

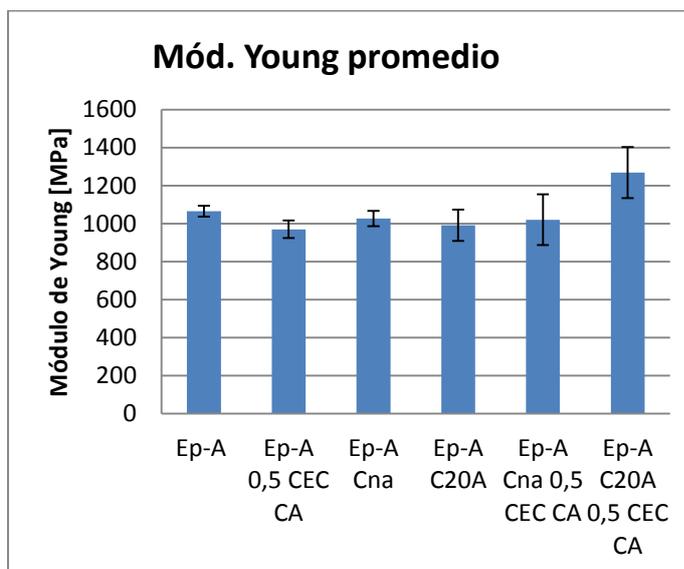


**FIGURA 4.2 MÓDULO DE YOUNG, EP-A C20A 0,5 CEC CA**

Las muestras de **referencia** se seleccionaron por los resultados que se habían obtenido hasta el momento. Se seleccionaron las probetas en base a la proporción de 32 phr. Y para estas referencias se obtuvieron los siguientes resultados:

**TABLA 3**  
**PROPIEDADES MECÁNICAS, MUESTRAS PHR 32**

<b>Muestra</b>	<b><math>\epsilon</math> [%]</b>	<b><math>\Delta x</math> [mm]</b>	<b><math>\sigma</math> [Mpa]</b>	<b>E [Mpa]</b>
Ep-A	3,88	0,17	41,77	1065,80
Ep-A 0,5 CEC CA	5,05	0,06	49,29	970,29
Ep-A CNa	4,95	0,16	50,95	1027,06
Ep-A C20A	2,40	0,26	23,91	991,89
Ep-A CNa 0,5 CEC CA	3,63	0,14	37,03	1020,84
Ep-A C20A 0,5 CEC CA	4,64	0,15	58,05	1269,61



**FIGURA 4.3 MÓDULO DE YOUNG, MUESTRAS PHR 32**

#### 4.1.2 Cálculo de Densidad Reticular ( $M_c$ )

La densidad reticular es un parámetro que se calcula en función del módulo de Young por lo que están altamente relacionados.

La ecuación que define la densidad reticular es:

$$M_c = \frac{E}{3RT}$$

Donde E es el módulo de Young, R la constante universal de los gases, T la temperatura en Kelvin a 40°C por encima de la temperatura de transición vítrea.

Este parámetro indica el número de moles de cadenas que hay por centímetro cúbico. Lo que tiene relevancia cuando se

analiza las características de la mezcla respecto a la formación de enlaces y estabilidad de la estructura.

Para obtener un valor de densidad de reticulado se utilizó un factor de corrección de temperatura, debido a que el ensayo de tensión se realizó a 35°C, aproximadamente 40°C debajo de la temperatura de transición. Es decir se obtuvo el módulo de Young en estado vítreo y no elástico.

Del estudio [24] se obtuvo valores de módulo de Young en estado vítreo y en estado elástico. De los que se aproximó un factor para corregir la temperatura. Este factor viene dado por la siguiente relación:

$$f = \frac{\text{Glass Modulus}}{\text{Rubber Modulus}}$$

El factor obtenido empíricamente fue de: 244,1

Con esto, se procedió a calcular la densidad de reticulado para Ep-A 32 phr:

$$M_c = \frac{(1065,80)(244,1)}{3(35 + 273)(8,314472)} = 33,86 \text{ moles/cm}^3$$

## 4.2 Prueba de Hinchamiento

La prueba de hinchamiento es un ensayo práctico que se realiza para analizar la capacidad de crear espacios en la red. Las probetas tienen una masa y un volumen determinado que se ven afectados al ser sumergidas en las sustancias representativas. Para este caso, alcohol como grupo polar y xileno como grupo no polar, representando sustancias que se encuentran en los medios en los que se van a implementar.

Se escogieron estas sustancias debido a que posteriormente se incluirán estos films en la composición de pinturas anticorrosivas, las mismas que tienen la posibilidad de estar en contacto con sustancias como hidrocarburos y/o alcoholes que son sustancias no polares y polares.

Indirectamente esta prueba permite corroborar que el inhibidor de corrosión tiene un efecto en la barrera.

#### **4.2.1 Cálculo de la Relación de Hinchamiento (Q)**

La relación de hinchamiento está relacionada al espacio que hay en la red debido a la absorción y extracción de un líquido, al sumergir la probeta primero y luego secarla.

Este procedimiento vería el volumen inicial, esta relación de hinchamiento que se expresa en este parámetro.

La relación de hinchamiento está definida como:

$$Q = \frac{m_{eq}}{m_s}$$

Donde  $m_{eq}$  es la masa de la probeta hinchada y  $m_s$  es la masa de la probeta seca.

Los resultados de la relación de hinchamiento para la mezcla **Ep-A CNa 0,5 CEC CA** en alcohol y en xileno

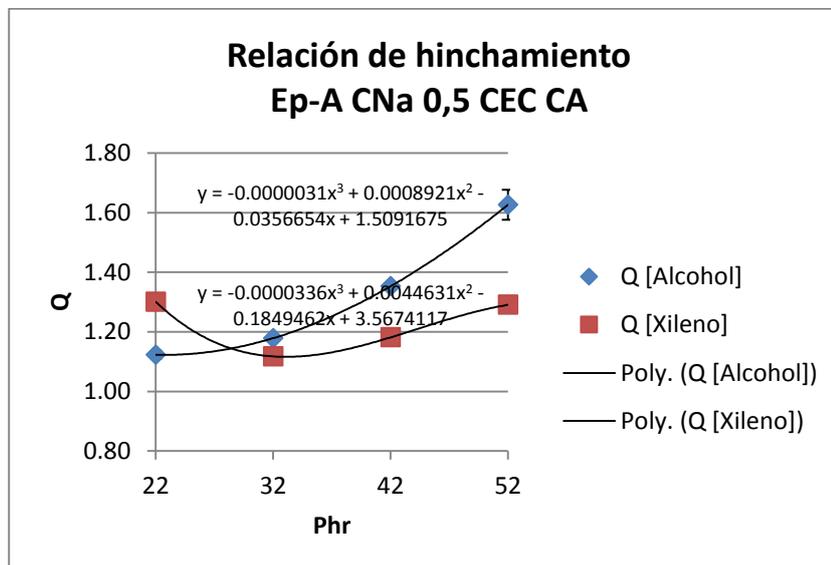
**TABLA 4**

**RELACIÓN DE HINCHAMIENTO Y PORCENTAJE DE AUMENTO DE MASA, EP-A CNA 0,5 CEC CA. MEDIO: ALCOHOL**

<b>Phr</b>	<b><math>m_{eq}</math> prom [g]</b>	<b><math>m_s</math> prom [g]</b>	<b>Q</b>	<b>% de aumento de masa</b>
52	0,1463	0,0899	1,63	<b>-7,49%</b>
42	0,0996	0,0737	1,35	<b>0,43%</b>
32	0,1175	0,0997	1,18	<b>4,17%</b>
22	0,1675	0,1494	1,12	<b>3,01%</b>

**TABLA 5**  
**RELACIÓN DE HINCHAMIENTO Y PORCENTAJE DE**  
**AUMENTO DE MASA, EP-A CNA 0,5 CEC CA. MEDIO:**  
**XILENO**

Phr	m <sub>eq</sub> prom [g]	m <sub>s</sub> prom [g]	Q	% de aumento de masa
52	0,1255	0,0973	1,29	0,90%
42	0,1130	0,0957	1,18	7,62%
32	0,1385	0,1245	1,12	10,12%
22	0,1978	0,1521	1,30	2,42%



**FIGURA 4.4 RELACIÓN DE HINCHAMIENTO,**  
**EP-A CNA 0,5 CEC CA**

TABLA 6

PHR Y Q ÓPTIMO, EP-A CNA 0,5 CEC CA

PHR	Q
28,41	1,14

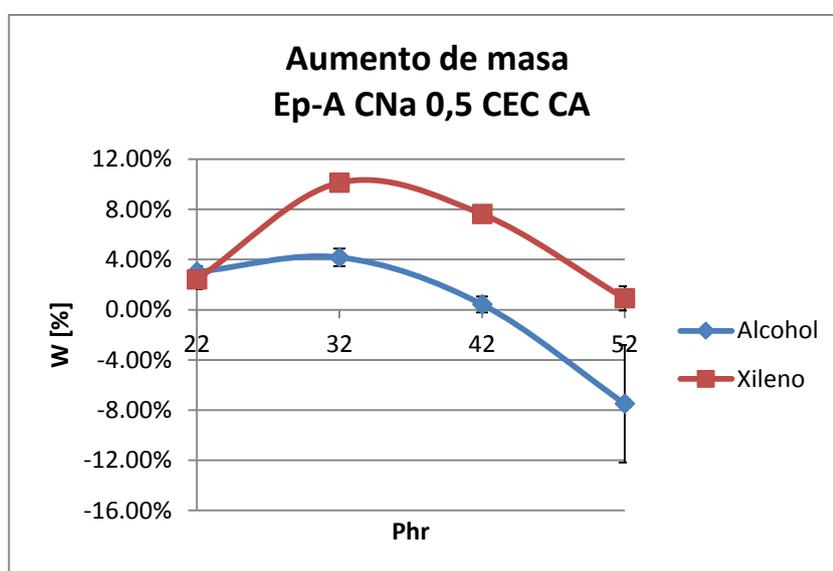


FIGURA 4.5 AUMENTO DE MASA, EP-A CNA 0,5 CEC CA

Los resultados de la relación de hinchamiento para la mezcla

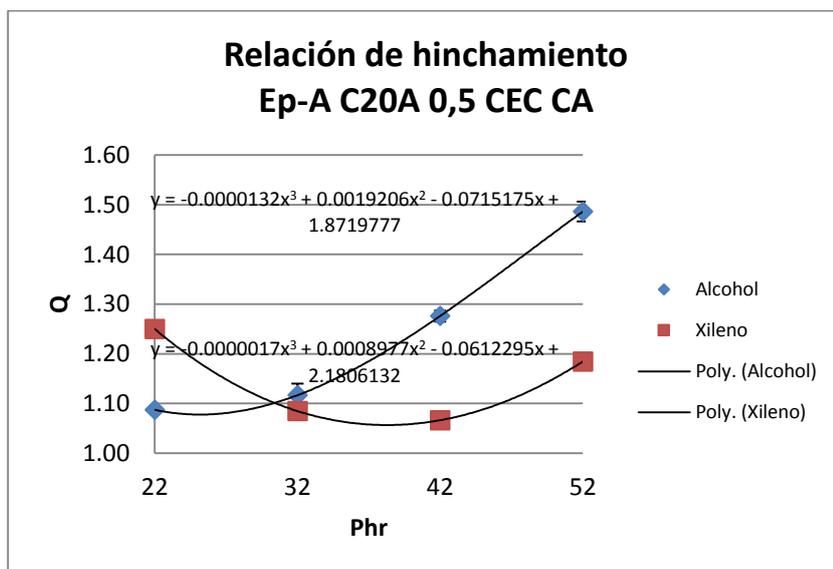
**Ep-A C20A 0,5 CEC CA** en alcohol y en xileno:

**TABLA 7**  
**RELACIÓN DE HINCHAMIENTO Y PORCENTAJE DE**  
**AUMENTO DE MASA, EP-A C20A 0,5 CEC CA. MEDIO:**  
**ALCOHOL**

Phr	meq prom [g]	ms prom [g]	Q	% de aumento de masa
52	0,1783	0,1201	1,49	1,87%
42	0,1204	0,0945	1,28	5,56%
32	0,1328	0,1196	1,12	8,81%
22	0,1296	0,1192	1,09	6,11%

**TABLA 8**  
**RELACIÓN DE HINCHAMIENTO Y PORCENTAJE DE**  
**AUMENTO DE MASA, EP-A C20A 0,5 CEC CA. MEDIO:**  
**XILENO**

Phr	meq prom [g]	ms prom [g]	Q	% de aumento de masa
52	0,1963	0,1657	1,18	12,18%
42	0,2118	0,1986	1,07	10,82%
32	0,1887	0,1741	1,08	14,98%
22	0,1558	0,1246	1,25	6,35%

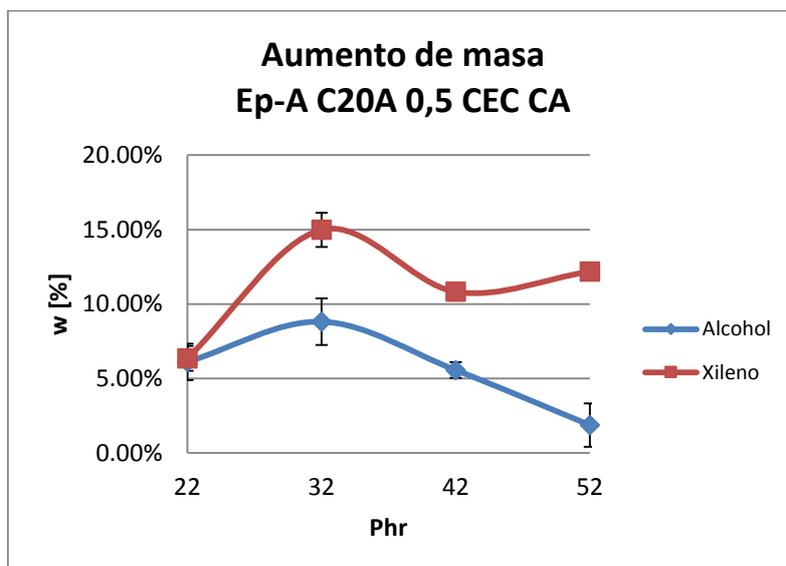


**FIGURA 4.6 RELACIÓN DE HINCHAMIENTO,  
EP-A C20A 0,5 CEC CA**

**TABLA 9**

**PHR Y Q ÓPTIMO, EP-A CNA 0,5 CEC CA**

PHR	Q
30,36	1,10



**FIGURA 4.7 AUMENTO DE MASA,**  
**EP-A C20A 0,5 CEC CA**

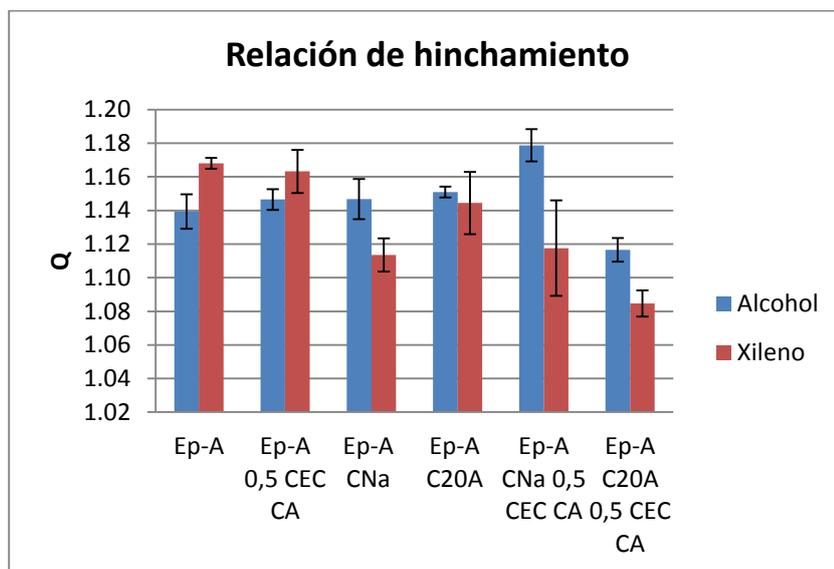
Los resultados para la mezcla de **referencia** fueron:

**TABLA 10**  
**RELACIÓN DE HINCHAMIENTO Y PORCENTAJE DE**  
**AUMENTO DE MASA, MUESTRAS PHR 32. MEDIO:**  
**ALCOHOL**

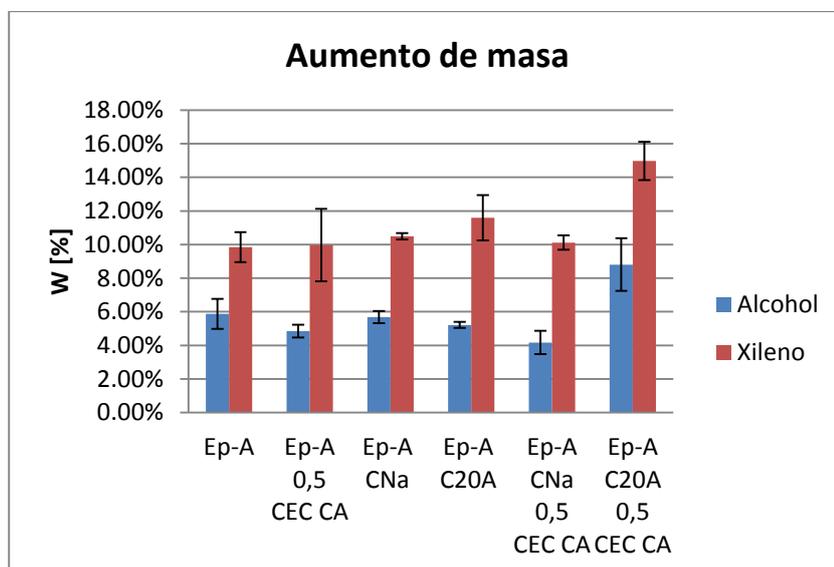
Film	m <sub>eq prom</sub> [g]	m <sub>s prom</sub> [g]	Q	% de aumento de masa
Ep-A	0,1903	0,1670	1,14	5,88%
Ep-A 0,5 CEC CA	0,2114	0,1845	1,15	4,85%
Ep-A CNa	0,1439	0,1255	1,15	5,69%
Ep-A C20A	0,1485	0,1290	1,15	5,21%
Ep-A CNa 0,5 CEC CA	0,1175	0,0997	1,18	4,17%
Ep-A C20A 0,5 CEC CA	0,1328	0,1196	1,12	8,81%

**TABLA 11**  
**RELACIÓN DE HINCHAMIENTO Y PORCENTAJE DE**  
**AUMENTO DE MASA, MUESTRAS PHR 32. MEDIO:**  
**XILENO**

<b>Film</b>	<b>m<sub>eq</sub> prom</b>	<b>m<sub>s</sub> prom</b>	<b>Q</b>	<b>% de aumento</b>
	<b>[g]</b>	<b>[g]</b>		<b>de masa</b>
Ep-A	0,1836	0,1572	1,17	9,85%
Ep-A	0,2124	0,1828	1,16	9,97%
0,5 CEC CA				
Ep-A CNa	0,1483	0,1332	1,11	10,48%
Ep-A C20A	0,2636	0,2307	1,14	11,59%
Ep-A CNa	0,1385	0,1245	1,12	10,12%
0,5 CEC CA				
Ep-A C20A	0,1887	0,1741	1,08	14,98%
0,5 CEC CA				



**FIGURA 4.8 RELACIÓN DE HINCHAMIENTO,  
MUESTRAS PHR 32**



**FIGURA 4.9 AUMENTO DE MASA,  
MUESTRAS PHR 32**

#### 4.2.2 Cálculo de Difusión

El coeficiente de difusión se obtuvo para cada mezcla según la aproximación deducida por Shen y Springer [19]:

$$\frac{M_t}{M_s} = 1 - \exp \left[ -7,3 \left( \frac{Dt}{h^2} \right)^{0,75} \right]$$

Donde

$$M_t[\%] = \frac{W_t - W_0}{W_0} \times 100$$

Y  $M_s$ ,  $D$  y  $h$  son el porcentaje de contenido de humedad en el equilibrio, el coeficiente de difusión y el espesor de la muestra.

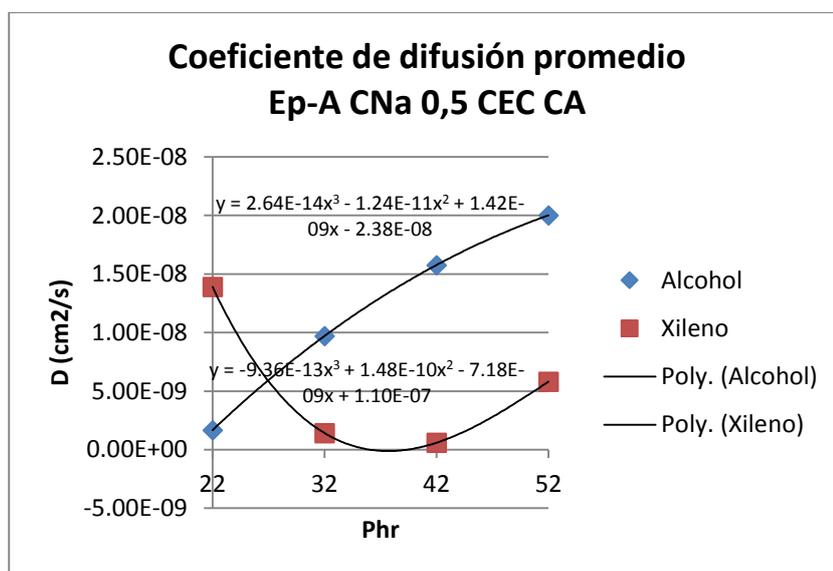
Los resultados para **Ep-A CNa 0,5 CEC CA** fueron los siguientes:

**TABLA 12**  
**COEFICIENTE DE DIFUSIÓN PROMEDIO,**  
**EP-A CNA 0,5 CEC CA. MEDIO: ALCOHOL**

PHR	Dprom [cm <sup>2</sup> /s]
52	2,00E-08
42	1,58E-08
32	9,70E-09
22	1,66E-09

**TABLA 13**  
**COEFICIENTE DE DIFUSIÓN PROMEDIO, EP-A CNA 0,5**  
**CEC CA. MEDIO: XILENO**

PHR	Dprom [cm <sup>2</sup> /s]
52	5,81E-09
42	5,96E-10
32	1,42E-09
22	1,39E-08



**FIGURA 4.10 COEFICIENTE DE DIFUSIÓN PROMEDIO, EP-A CNA 0,5 CEC CA. APROXIMACIÓN POLINÓMICA**

**TABLA 14**  
**PHR Y COEFICIENTE DE DIFUSIÓN PROMEDIO ÓPTIMO,**  
**EP-A CNA 0,5 CEC CA**

PHR	D [cm <sup>2</sup> /s]
26,96	5,90E-09

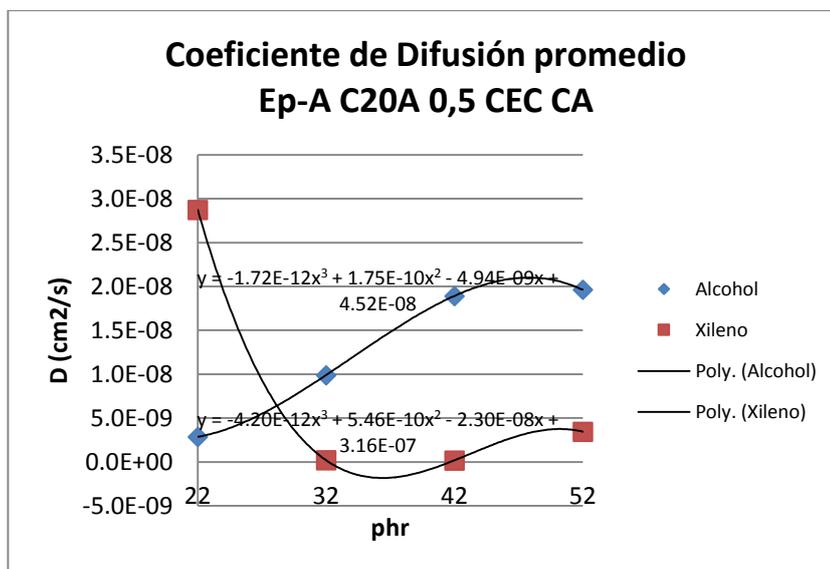
Los resultados para la mezcla **Ep-A C20A 0,5 CEC CA** son:

**TABLA 15**  
**COEFICIENTE DE DIFUSIÓN PROMEDIO,**  
**EP-A C20A 0,5 CEC CA. MEDIO: ALCOHOL**

PHR	Dprom [cm <sup>2</sup> /s]
52	1,96E-08
42	1,89E-08
32	9,90E-09
22	2,87E-09

**TABLA 16**  
**COEFICIENTE DE DIFUSIÓN PROMEDIO,**  
**EP-A C20A 0,5 CEC CA. MEDIO: XILENO**

PHR	Dprom [cm <sup>2</sup> /s]
52	3,46E-09
42	1,86E-10
32	2,03E-10
22	2,87E-08



**FIGURA 4.11 COEFICIENTE DE DIFUSIÓN PROMEDIO,**  
**EP-A C20A 0,5 CEC CA. APROXIMACIÓN POLINÓMICA**

**TABLA 17**  
**PHR Y COEFICIENTE DE DIFUSIÓN PROMEDIO ÓPTIMO,**  
**EP-A C20A 0,5 CEC CA**

PHR	D [cm <sup>2</sup> /s]
28,16	6,41E-09

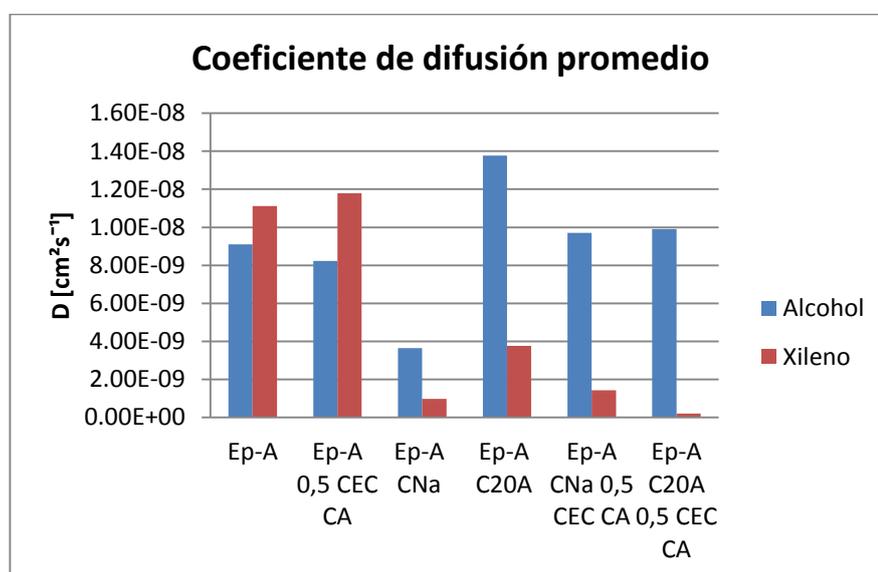
Los resultados de las probetas de **referencia** son los que siguen:

**TABLA 18**  
**COEFICIENTE DE DIFUSIÓN PROMEDIO,**  
**MUESTRAS PHR 32. MEDIO: ALCOHOL**

Film	Dprom [cm <sup>2</sup> /s]
Ep-A	9,10E-09
Ep-A 0,5 CEC CA	8,22E-09
Ep-A CNa	3,64E-09
Ep-A C20A	1,38E-08
Ep-A Cna 0,5 CEC CA	9,70E-09
Ep-A C20A 0,5 CEC CA	9,90E-09

**TABLA 19**  
**COEFICIENTE DE DIFUSIÓN PROMEDIO,**  
**MUESTRAS PHR 32. MEDIO: XILENO**

Film	Dprom [cm <sup>2</sup> /s]
Ep-A	1,11E-08
Ep-A 0,5 CEC CA	1,18E-08
Ep-A Cna	9,74E-10
Ep-A C20A	3,77E-09
Ep-A Cna 0,5 CEC CA	1,42E-09
Ep-A C20A 0,5 CEC CA	2,03E-10



**FIGURA 4.12 COEFICIENTE DE DIFUSIÓN PROMEDIO,**  
**MUESTRA PHR 32.**

De las curvas de la relación de hinchamiento y coeficiente de difusión promedio se obtuvo los puntos óptimos respectivos a cada nanoarcilla.

Siendo los puntos óptimos para la CNa y C20A:

**TABLA 20**

**PHR ÓPTIMO, EP-A CNA 0,5 CEC CA**

<b>CNa</b>	<b>Phr</b>
Punto óptimo	27,68

**TABLA 21**

**PHR ÓPTIMO, EP-A C20A 0,5 CEC CA**

<b>C20A</b>	<b>Phr</b>
Punto óptimo	29,26

### 4.3 Ensayo TGA

#### 4.3.1 Determinación de la Pérdida de Masa (%wl)

Para determinar la pérdida de masa utilizamos el equipo SDT Q600, que tiene la capacidad de realizar un ensayo termogravimétrico.

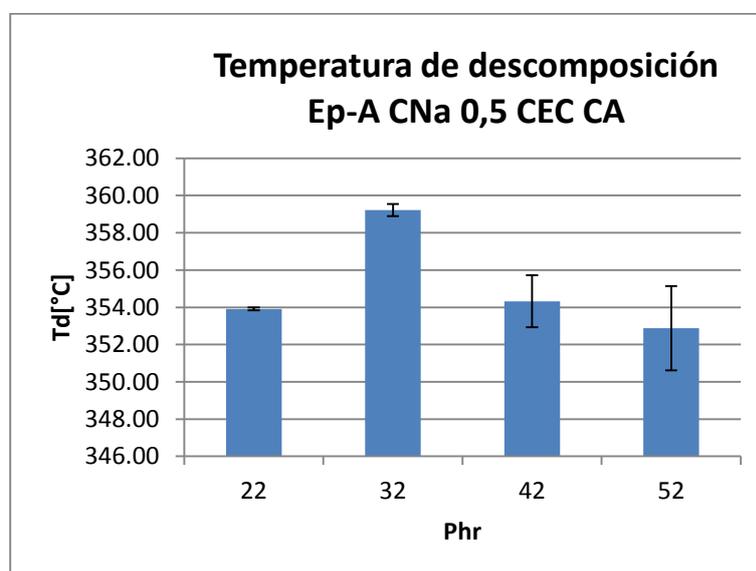
Se realizaron 8 ensayos por cada grupo, es decir se realizaron 2 muestras por cada mezcla para la Ep-A CNa 0,5 CEC CA (phr= 22, 32, 42, 52), para Ep-A C20A 0,5 CEC CA (phr=22, 32, 42, 52) y para las referencias en phr=32, Ep-A, Ep-A 0,5 CEC CA, Ep-A Cna, Ep-A C20A.

Los resultados de este ensayo muestran la pérdida de masa al aumentar la temperatura desde aproximadamente 40°C hasta 500°C. También se incluye la temperatura de descomposición ( $T_d$ ) que es la temperatura a la que se pierde el 5% de la masa inicial, dato relevante en cuanto a estabilidad de la probeta. La descomposición rápida, que requiere menor temperatura implica una mezcla no estable cuyos enlaces no están formando una red rígida e impenetrable.

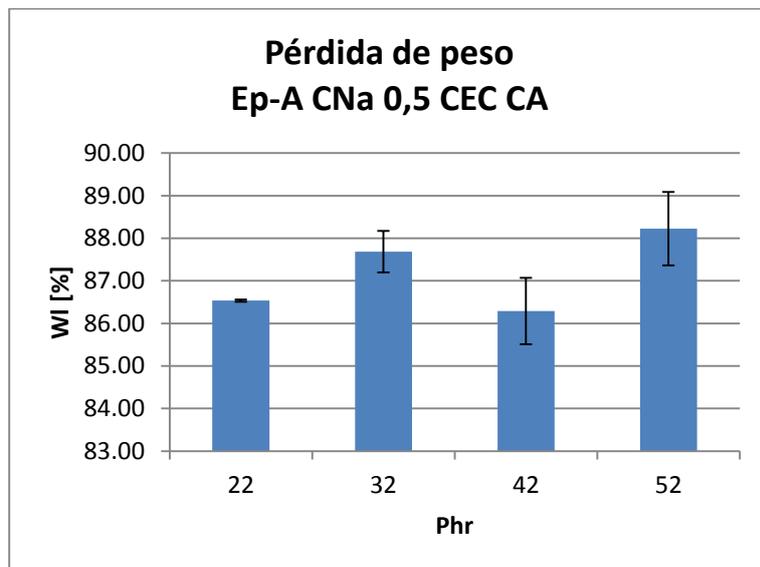
Para las probetas **Ep-A CNa 0,5 CEC** (phr= 22, 32, 42, 52) los resultados son:

**TABLA 22**  
**TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y**  
**PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO,**  
**EP-A CNA 0,5 CEC CA**

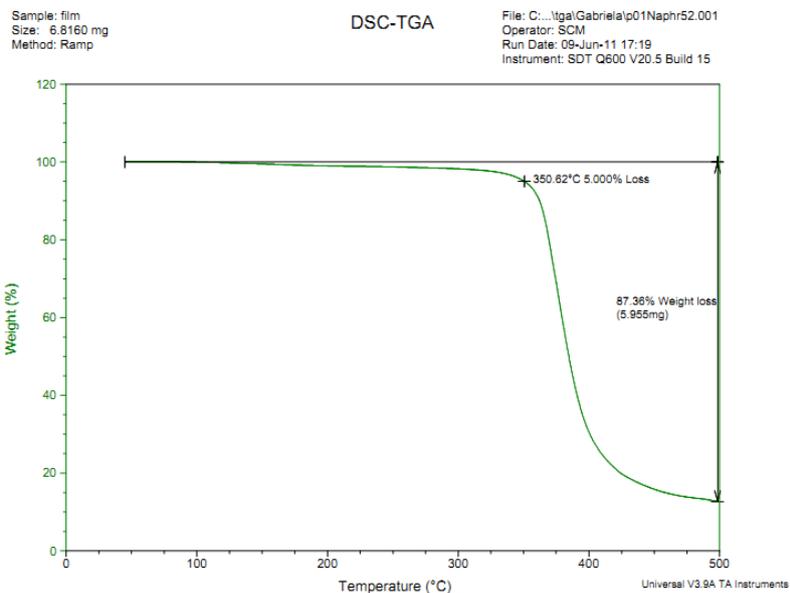
Phr	Td[°C]	% pérdida de peso, WI [%]
52	352,88	88,23
42	354,33	86,29
32	359,22	87,69
22	353,91	86,54



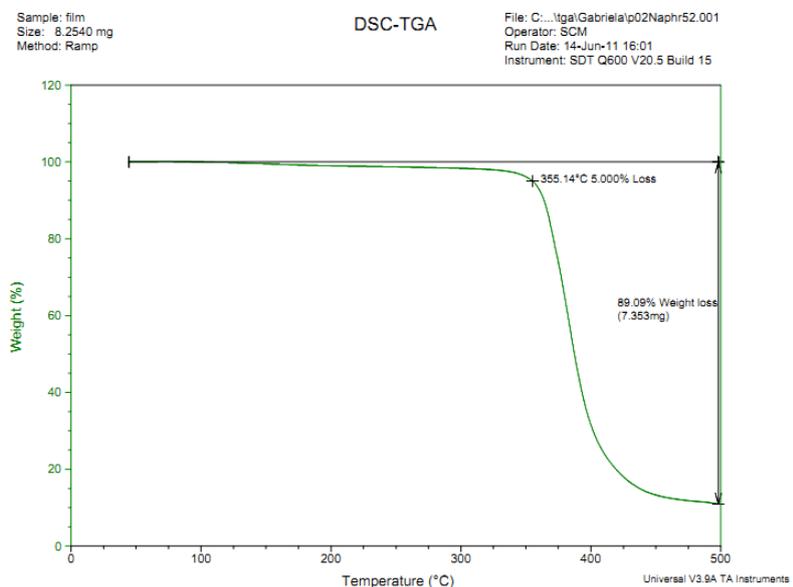
**FIGURA 4.13 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN,**  
**EP-A CNA 0,5 CEC CA**



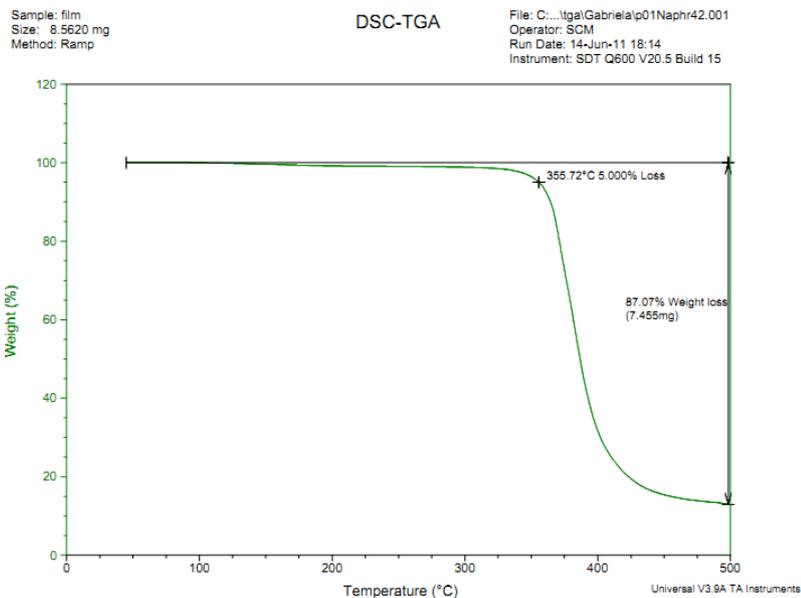
**FIGURA 4.14 PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO,  
EP-A CNA 0,5 CEC CA**



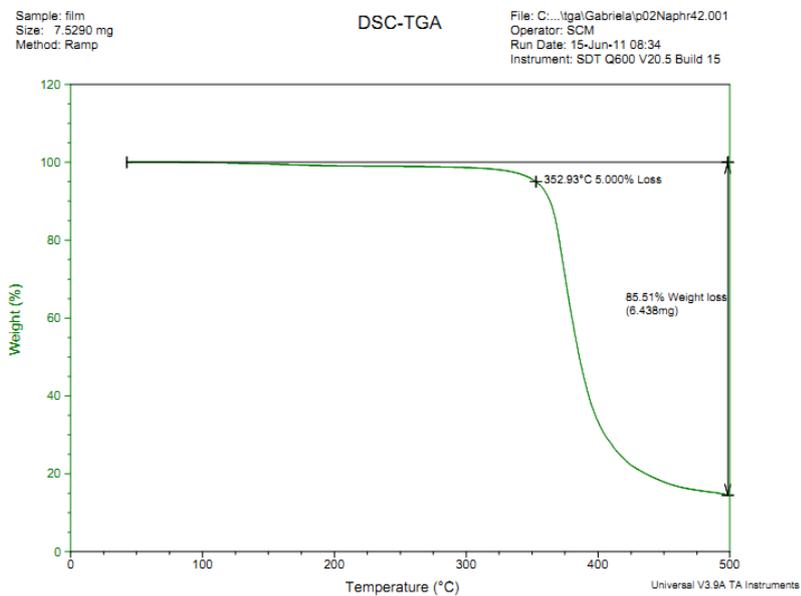
**FIGURA 4.15 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A CNA 0,5 CEC CA PHR 52. MUESTRA I**



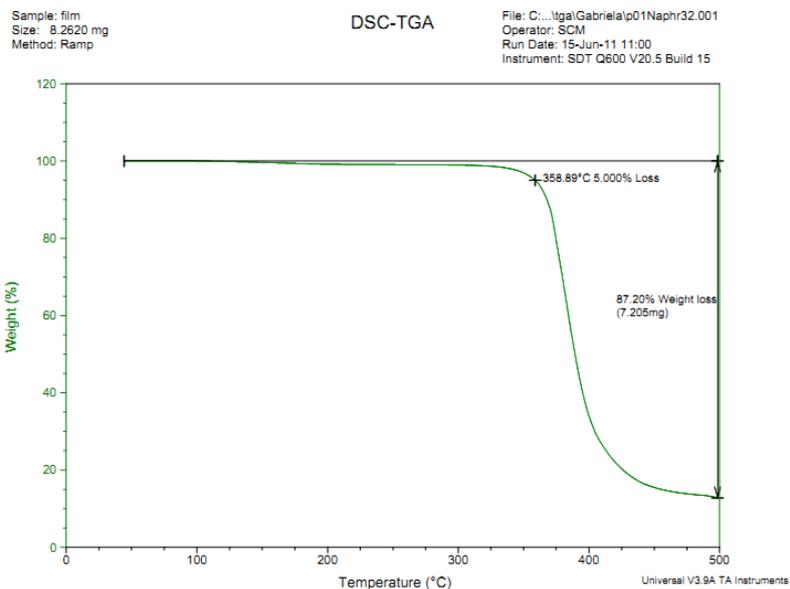
**FIGURA 4.16 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A CNA 0,5 CEC CA PHR 52. MUESTRA II**



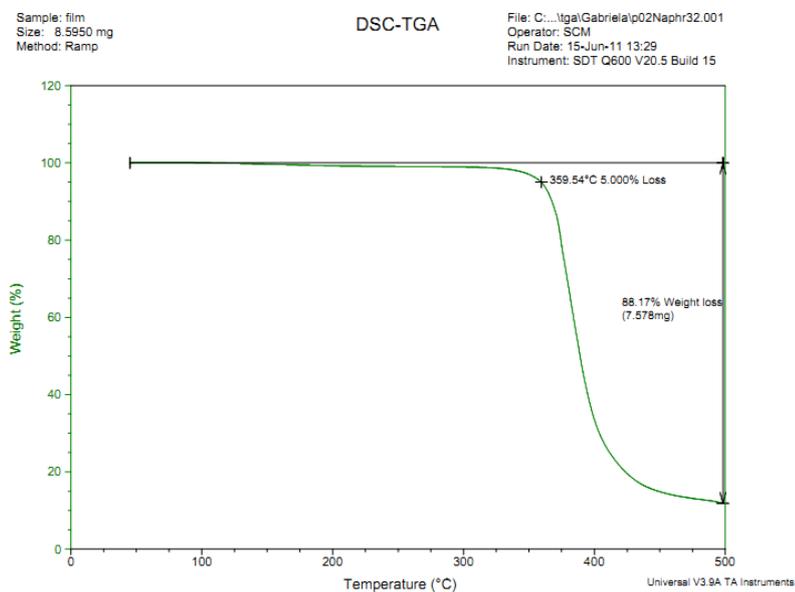
**FIGURA 4.17 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A CNA 0,5 CEC CA PHR 42. MUESTRA I**



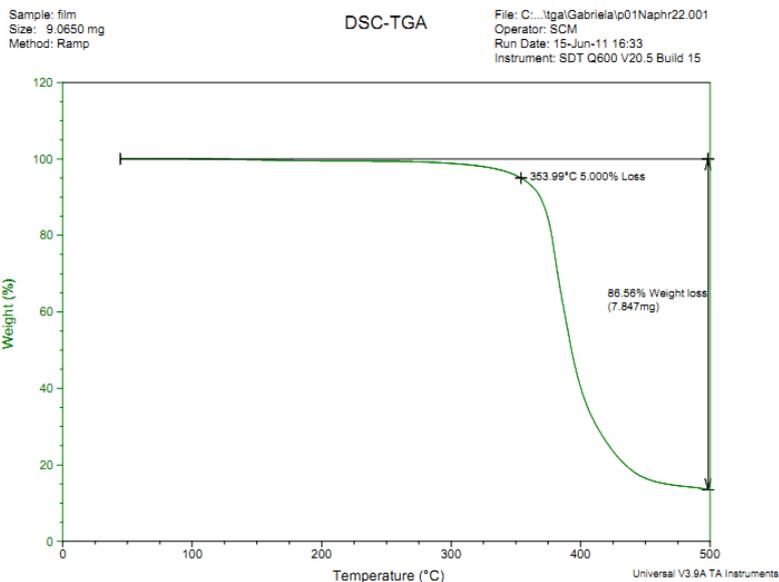
**FIGURA 4.18 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A CNA 0,5 CEC CA PHR 42. MUESTRA II**



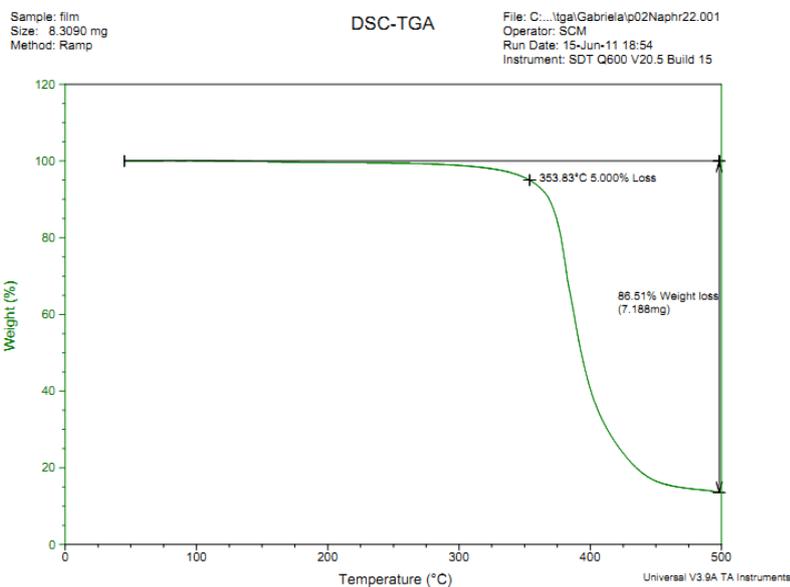
**FIGURA 4.19 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A CNA 0,5 CEC CA PHR 32. MUESTRA I**



**FIGURA 4.20 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A CNA 0,5 CEC CA PHR 32. MUESTRA II**



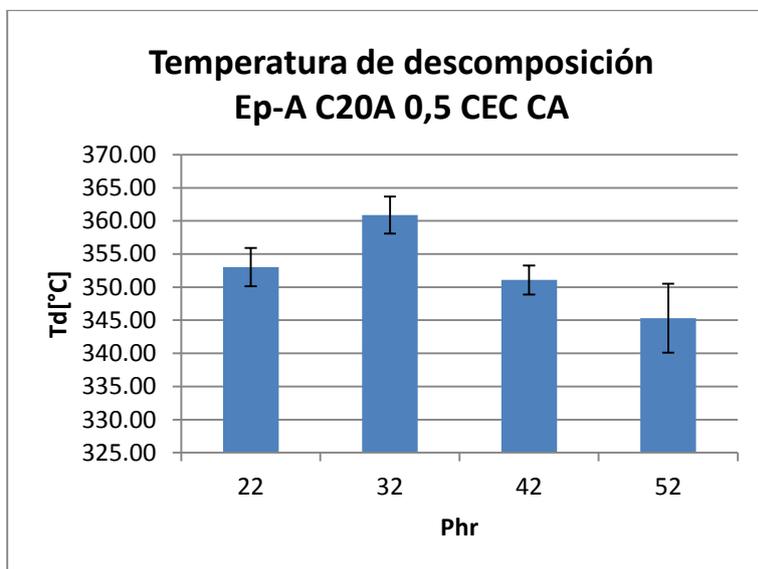
**FIGURA 4.21 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A CNA 0,5 CEC CA PHR 22. MUESTRA I**



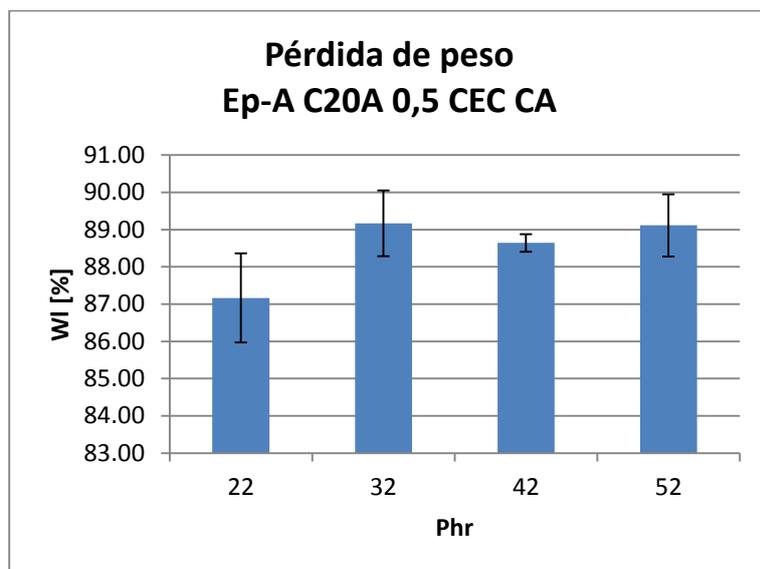
**FIGURA 4.22 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A CNA 0,5 CEC CA PHR 22. MUESTRA II**

**TABLA 23**  
**TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y**  
**PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO,**  
**EP-A C20A 0,5 CEC CA**

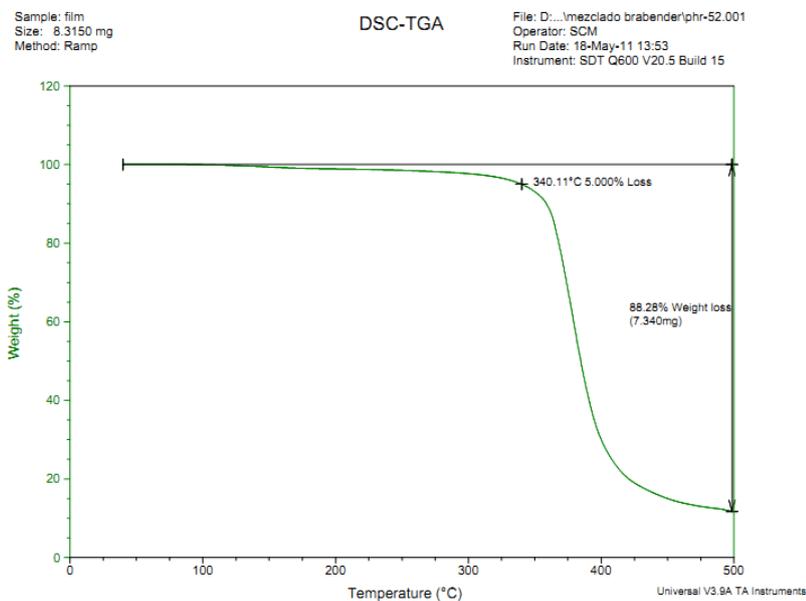
Phr	Td[°C]	% pérdida de peso, WI[%]
52	345,31	89,12
42	351,07	88,65
32	360,89	89,17
22	353,02	87,17



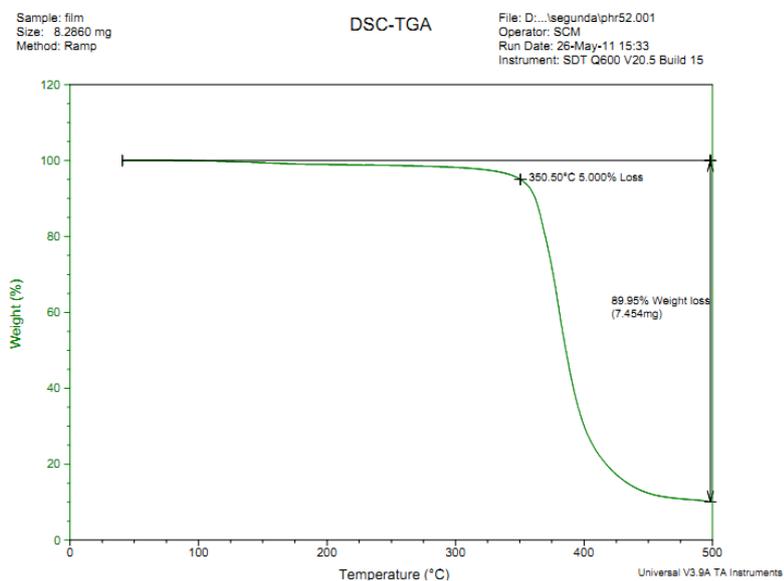
**FIGURA 4.23 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN,**  
**EP-A C20A 0,5 CEC CA**



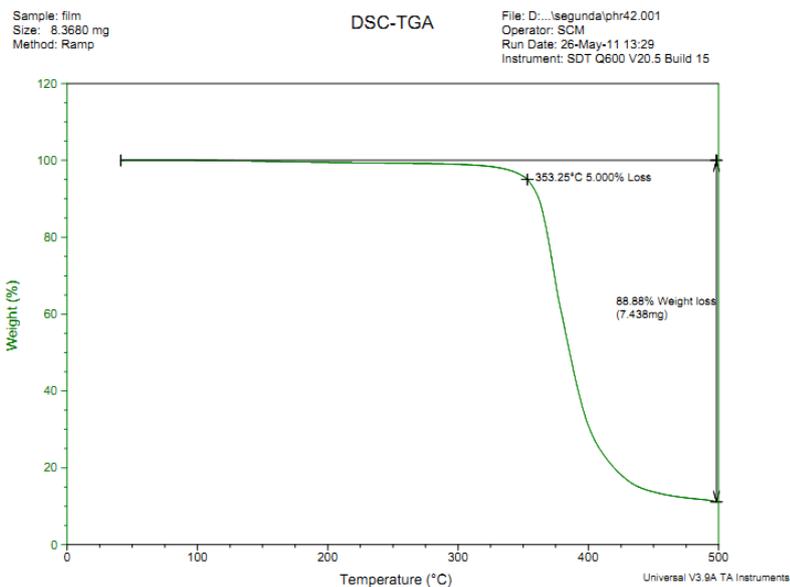
**FIGURA 4.24 PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO,  
EP-A C20A 0,5 CEC CA**



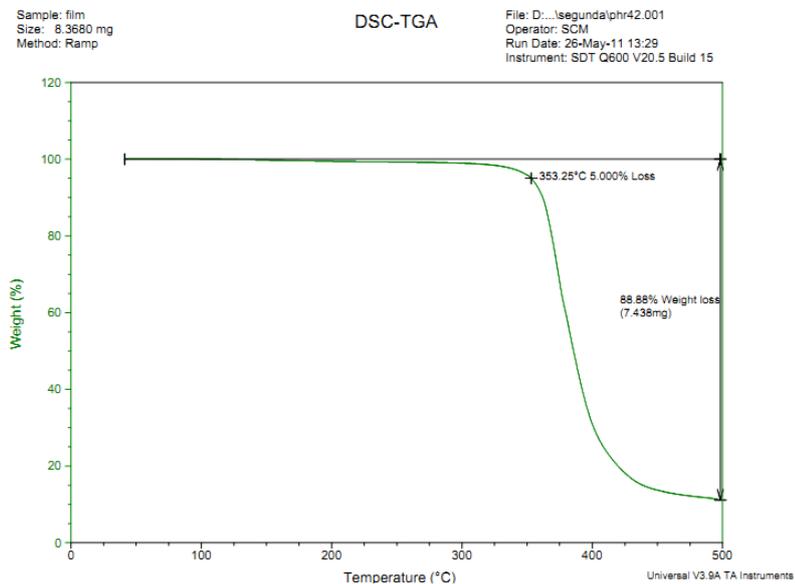
**FIGURA 4.25 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A C20A 0,5 CEC CA PHR 52. MUESTRA I**



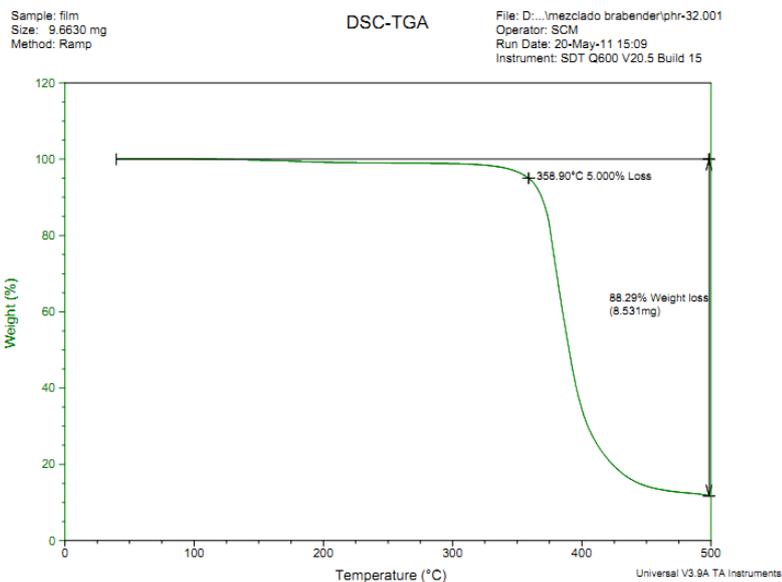
**FIGURA 4.26 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A C20A 0,5 CEC CA PHR 52. MUESTRA II**



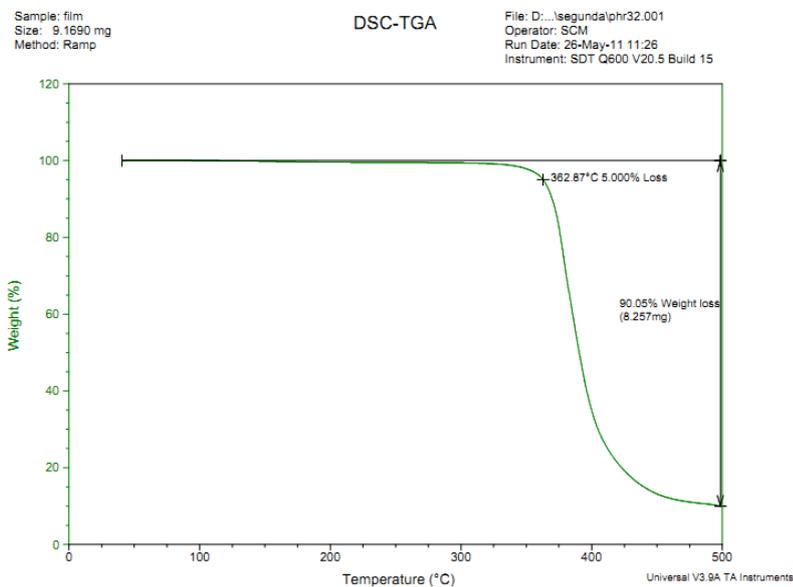
**FIGURA 4.27 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A C20A 0,5 CEC CA PHR 42. MUESTRA I**



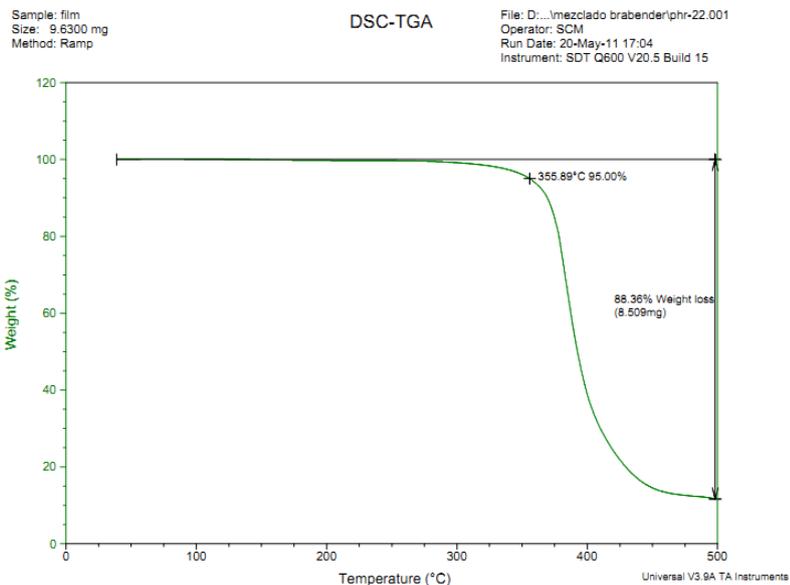
**FIGURA 4.28 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A C20A 0,5 CEC CA PHR 42. MUESTRA II**



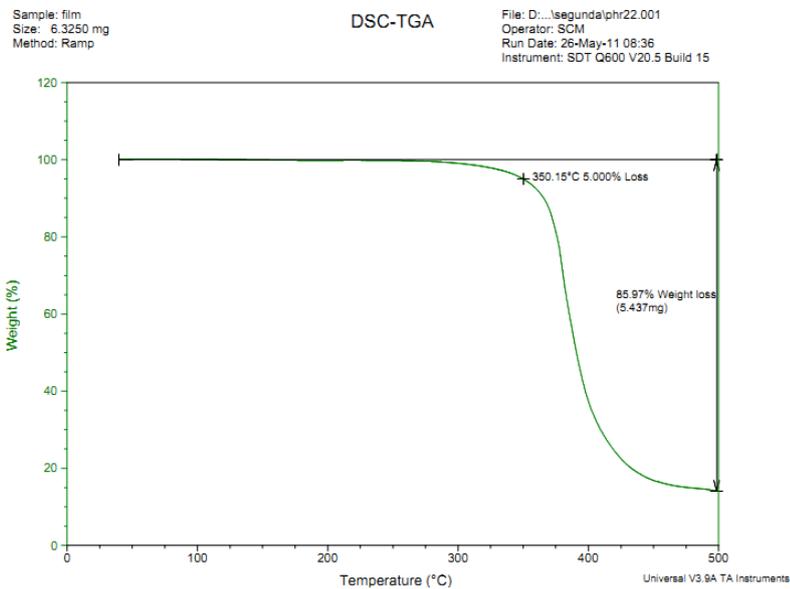
**FIGURA 4.29 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A C20A 0,5 CEC CA PHR 32. MUESTRA I**



**FIGURA 4.30 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A C20A 0,5 CEC CA PHR 32. MUESTRA II**



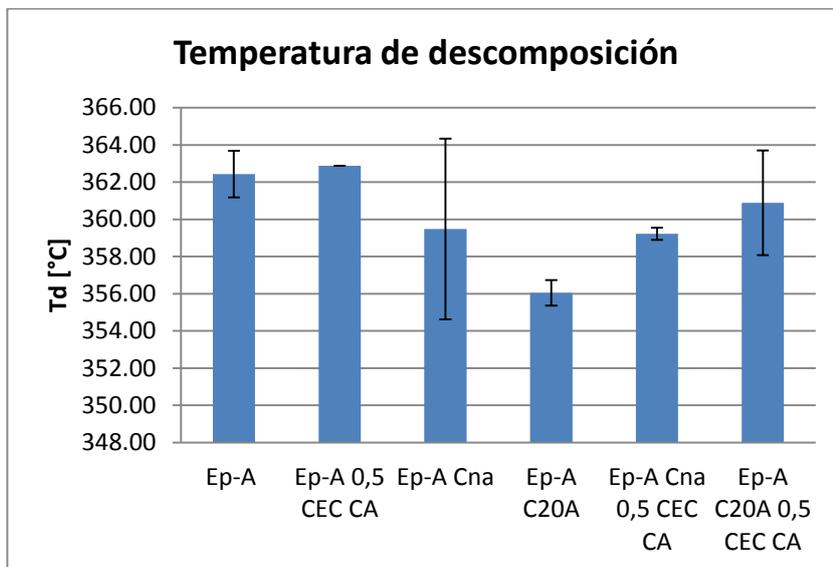
**FIGURA 4.31 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A C20A 0,5 CEC CA PHR 22. MUESTRA I**



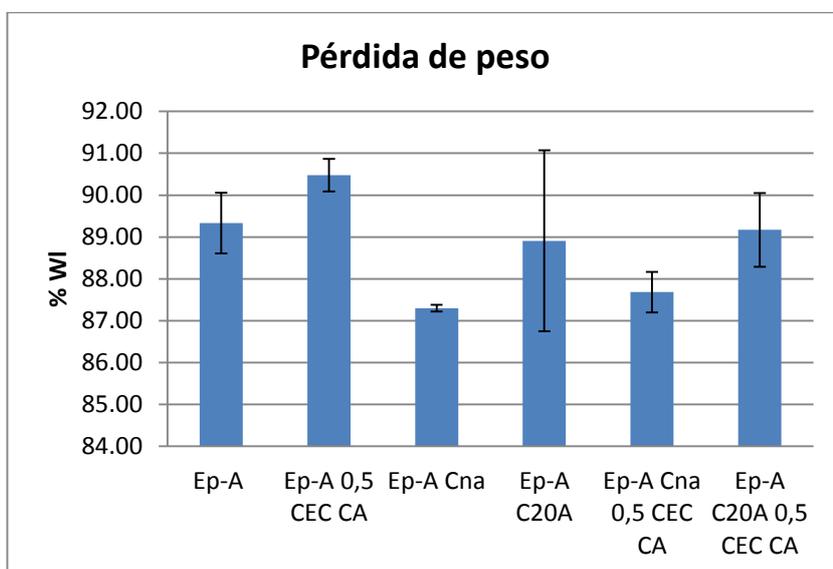
**FIGURA 4.32 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A C20A 0,5 CEC CA PHR 22. MUESTRA II**

**TABLA 24**  
**TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y**  
**PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO,**  
**MUESTRAS PHR 32**

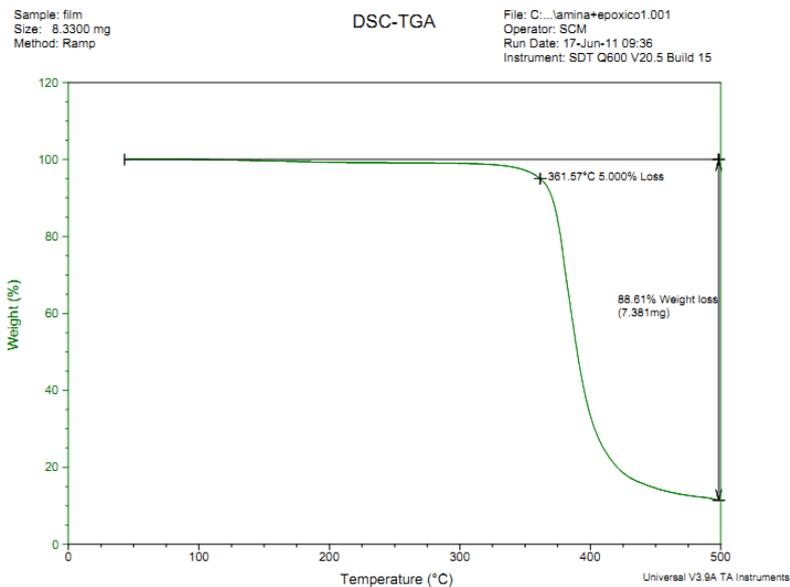
<b>Muestra</b>	<b>T<sub>d</sub>[°C]</b>	<b>% pérdida de peso, WI [%]</b>
Ep-A	362,43	89,34
Ep-A 0,5 CEC CA	362,87	90,48
Ep-A Cna	359,48	87,30
Ep-A C20A	356,06	88,91
Ep-A Cna 0,5 CEC CA	359,22	87,69
Ep-A C20A 0,5 CEC CA	360,89	89,17



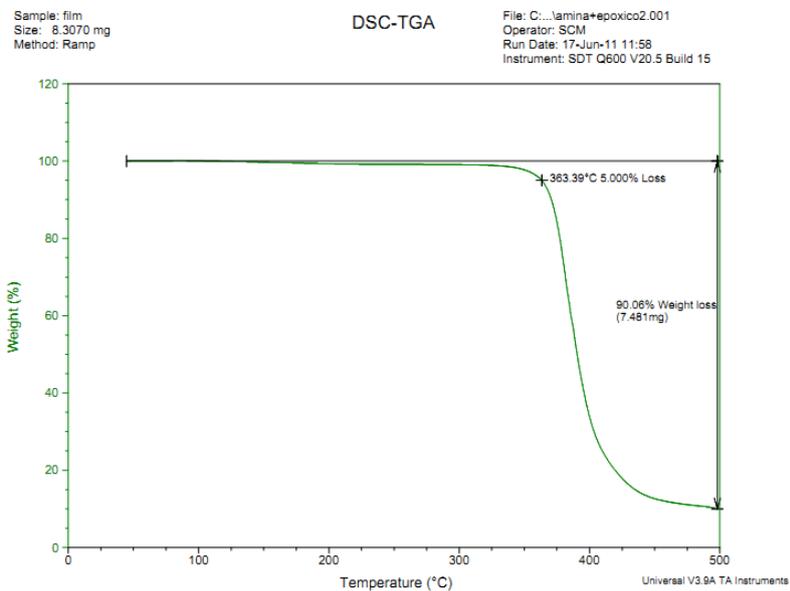
**FIGURA 4.33 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN,  
MUESTRAS PHR 32**



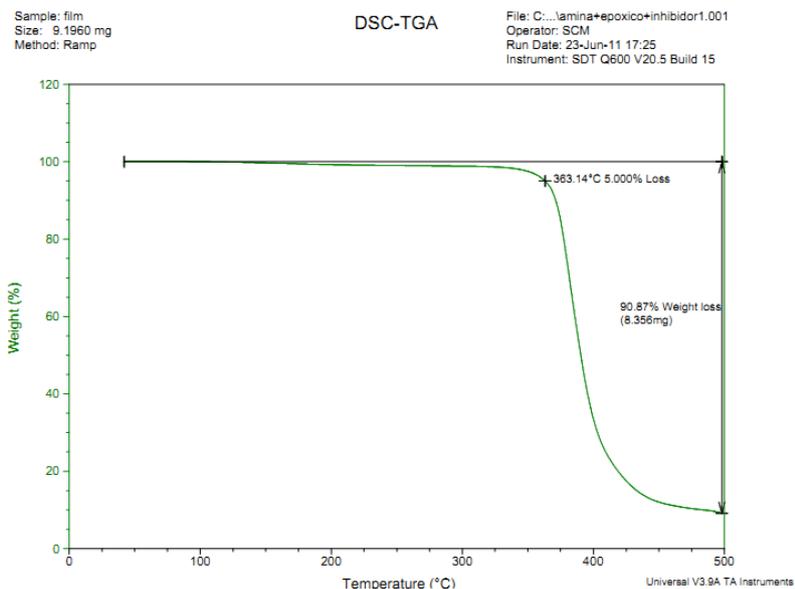
**FIGURA 4.34 PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO,  
MUESTRAS PHR 32**



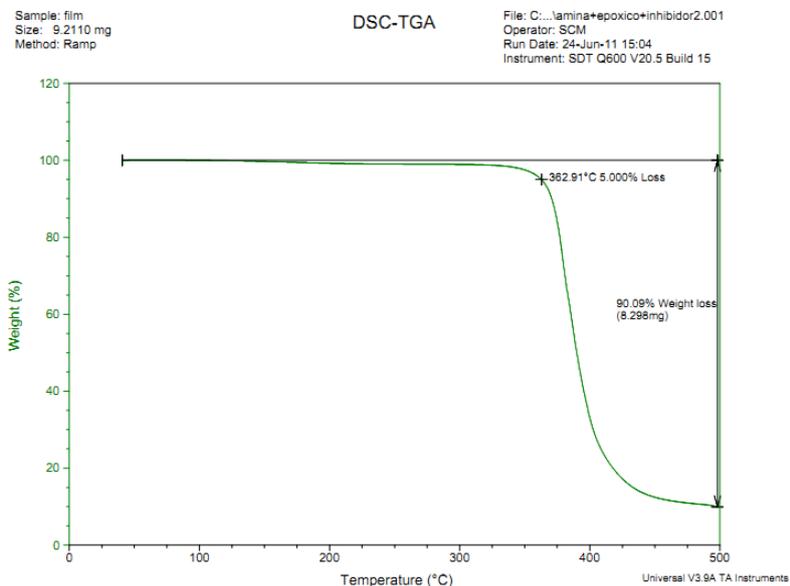
**FIGURA 4.35 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A. MUESTRA I**



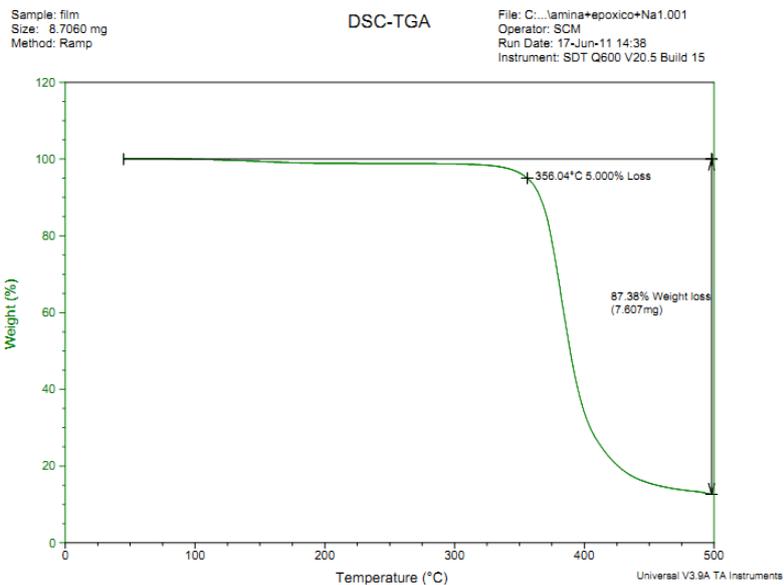
**FIGURA 4.36 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A. MUESTRA II**



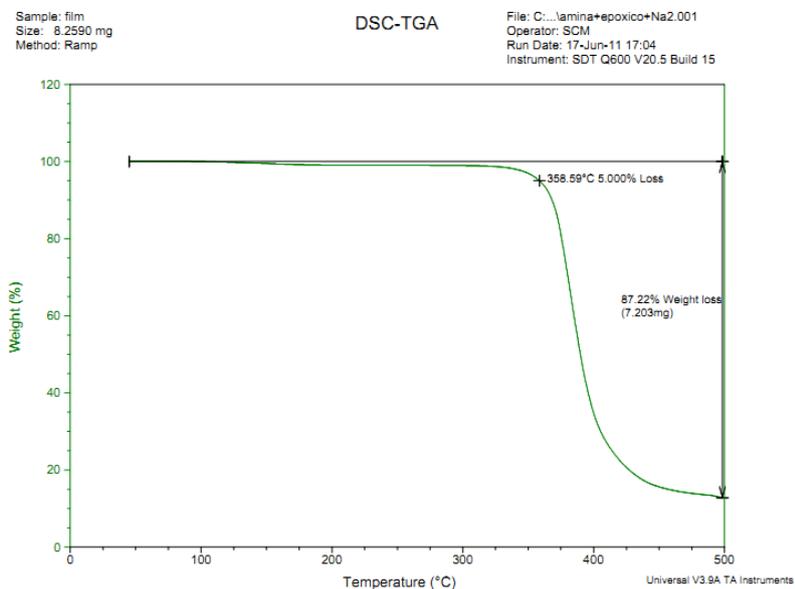
**FIGURA 4.37 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y  
PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO,  
EP-A 0,5 CEC CA. MUESTRA I**



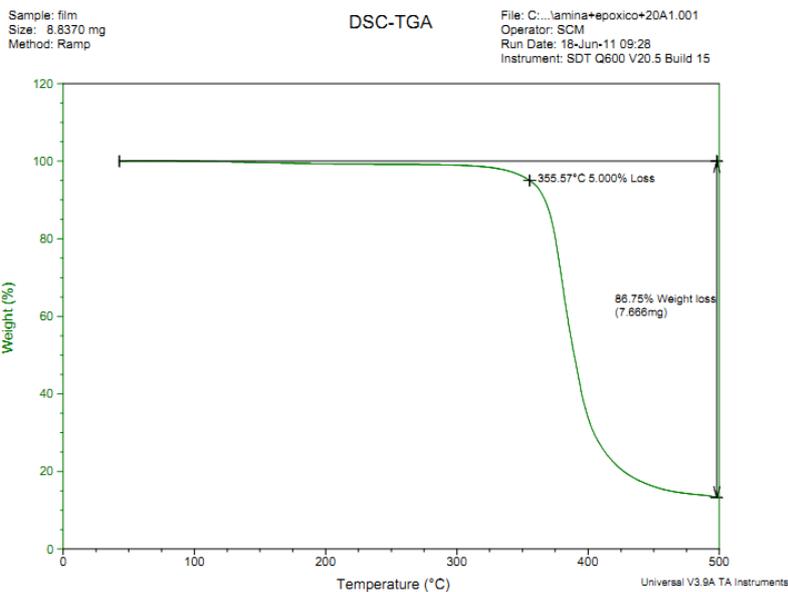
**FIGURA 4.38 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y  
PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO,  
EP-A 0,5 CEC CA. MUESTRA II**



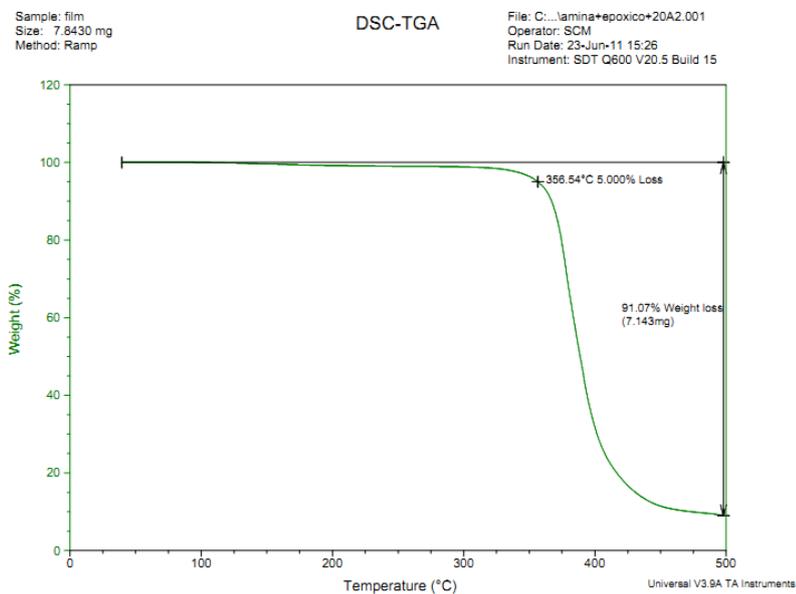
**FIGURA 4.39 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A CNA 0,5 CEC CA. MUESTRA I**



**FIGURA 4.40 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A CNA 0,5 CEC CA. MUESTRA II**



**FIGURA 4.41 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A C20A 0,5 CEC CA. MUESTRA I**



**FIGURA 4.42 TEMPERATURA DE DESCOMPOSICIÓN Y PORCENTAJE DE PÉRDIDA DE PESO, EP-A C20A 0,5 CEC CA. MUESTRA II**

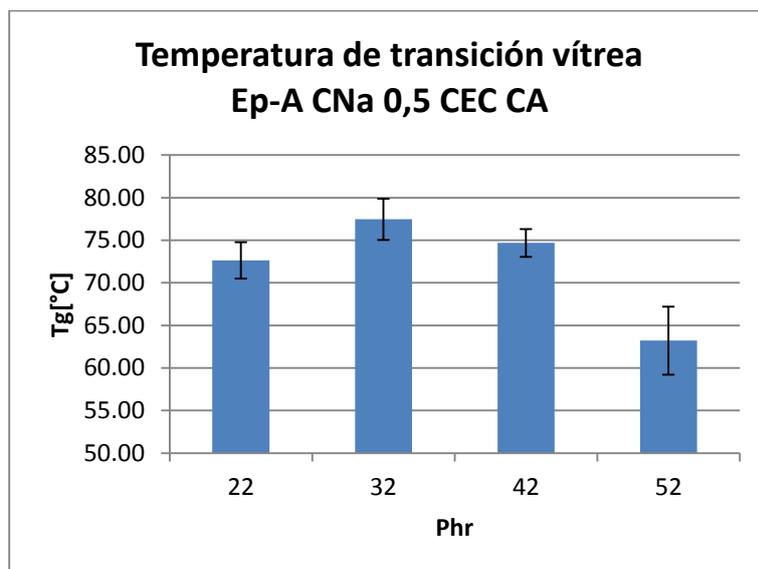
## 4.4 Ensayo DSC

### 4.4.1 Determinación de la Temperatura de Transición Vítrea ( $T_g$ )

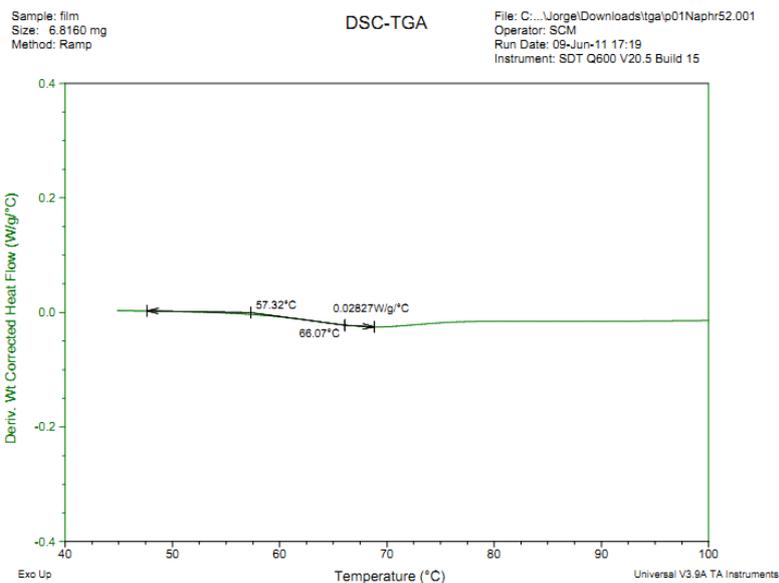
La temperatura de transición ( $T_g$ ) se determina utilizando el equipo SDT Q600 en su función de calorímetro de escaneo diferencial.

**TABLA 25**  
**TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,**  
**EP-A CNA 0,5 CEC CA**

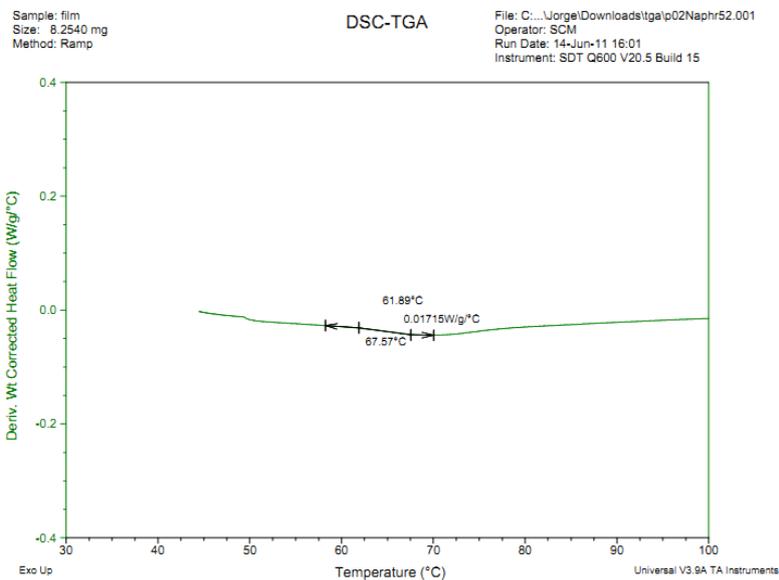
<b>Phr</b>	<b><math>T_g</math> [°C]</b>
52	63,21
42	74,69
32	77,46
22	72,65



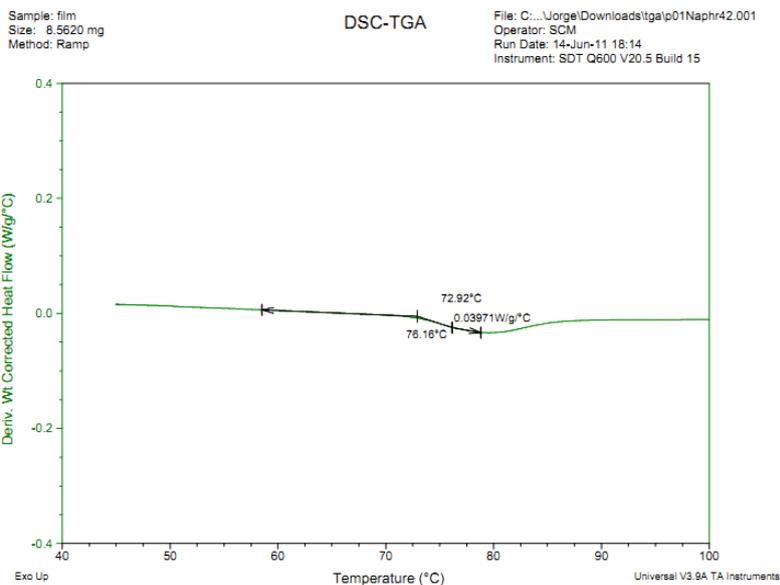
**FIGURA 4.43 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A CNA 0,5 CEC CA**



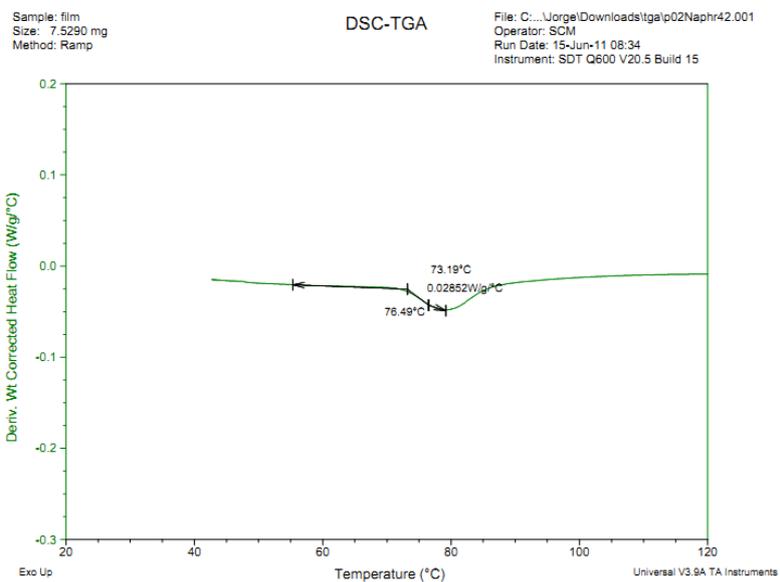
**FIGURA 4.44 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA, EP-A CNA 0,5 CEC CA PHR 52. MUESTRA I**



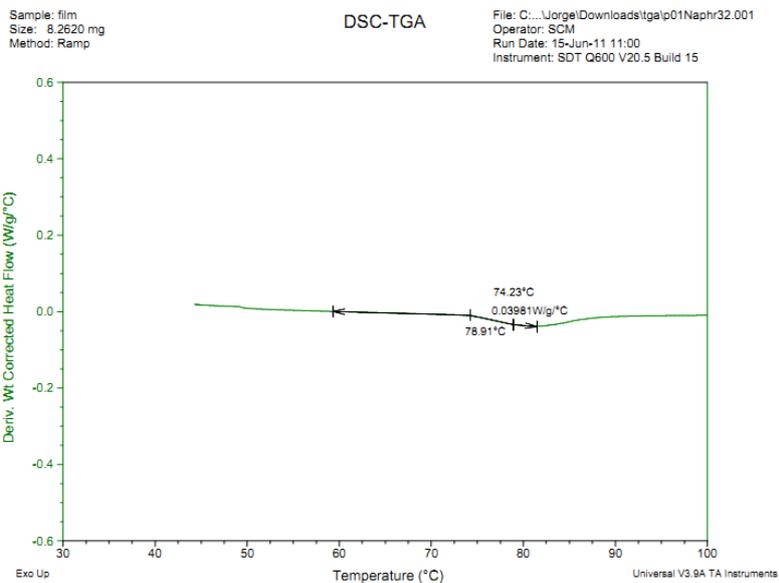
**FIGURA 4.45 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA, EP-A CNA 0,5 CEC CA PHR 52. MUESTRA II**



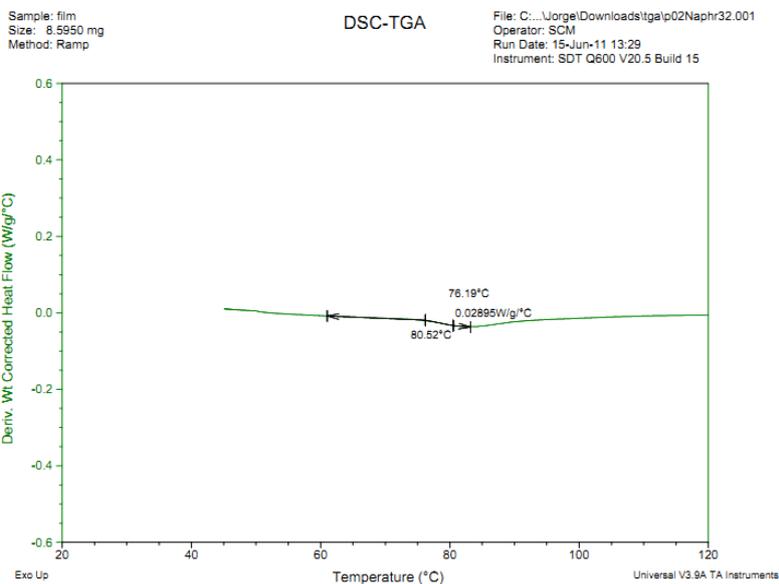
**FIGURA 4.46 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A CNA 0,5 CEC CA PHR 42. MUESTRA I**



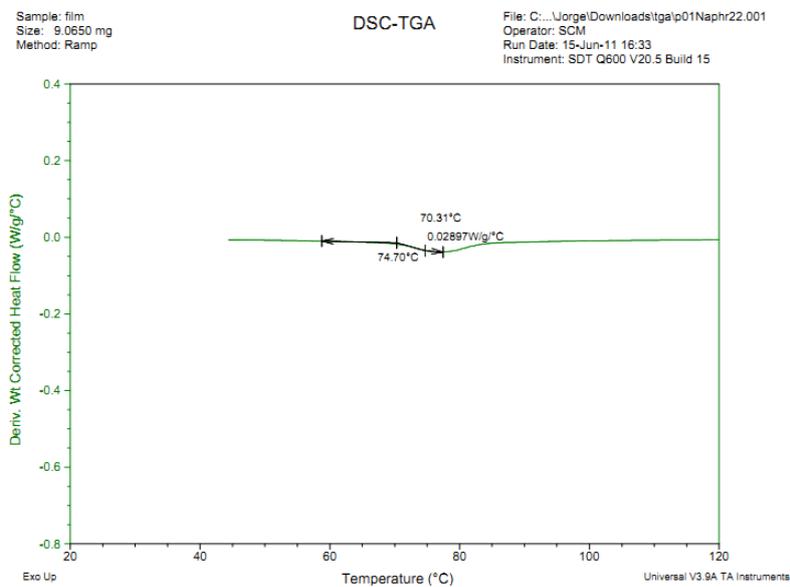
**FIGURA 4.47 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A CNA 0,5 CEC CA PHR 42. MUESTRA II**



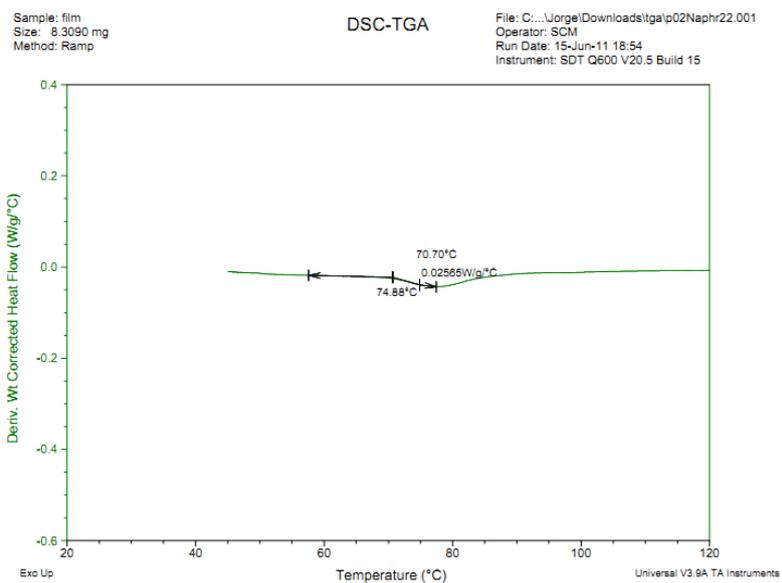
**FIGURA 4.48 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A CNA 0,5 CEC CA PHR 32. MUESTRA I**



**FIGURA 4.49 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A CNA 0,5 CEC CA PHR 32. MUESTRA II**



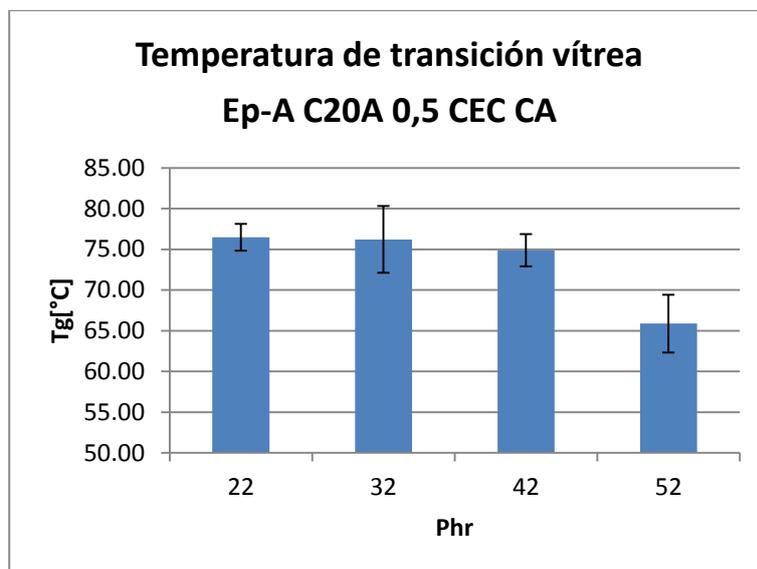
**FIGURA 4.50 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A CNA 0,5 CEC CA PHR 22. MUESTRA I**



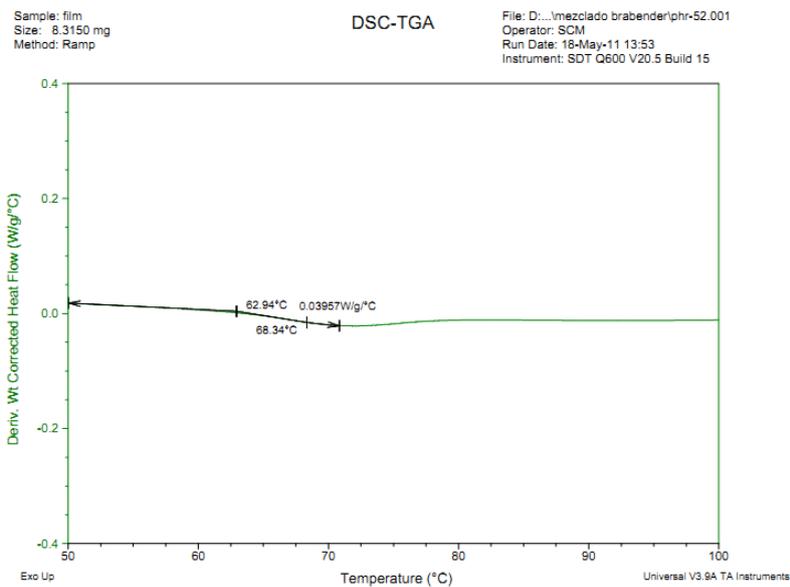
**FIGURA 4.51 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A CNA 0,5 CEC CA PHR 22. MUESTRA II**

**TABLA 26**  
**TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,**  
**EP-A C20A 0,5 CEC CA**

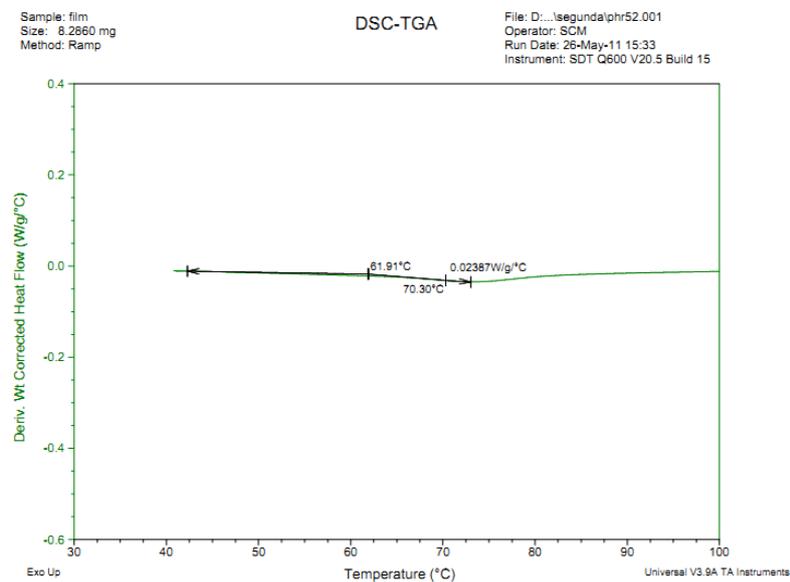
Phr	T <sub>g</sub> [°C]
52	65,87
42	74,88
32	76,22
22	76,47



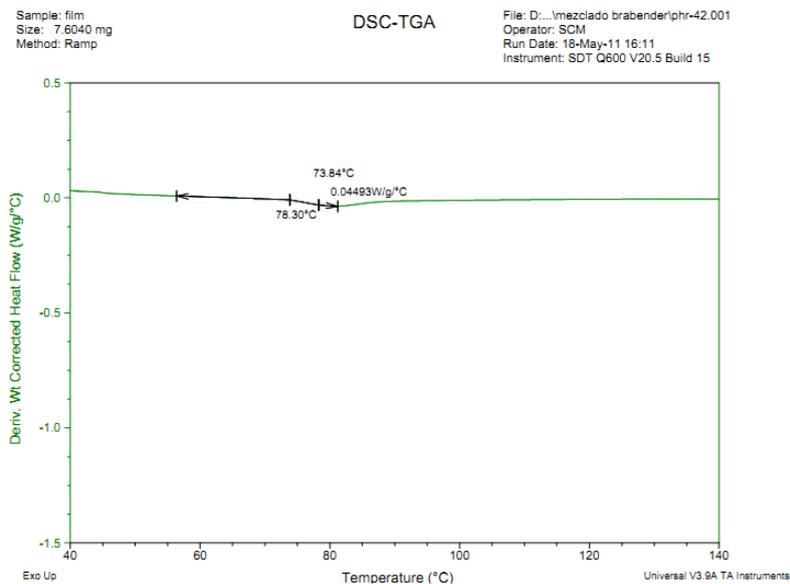
**FIGURA 4.52 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,**  
**EP-A C20A 0,5 CEC CA**



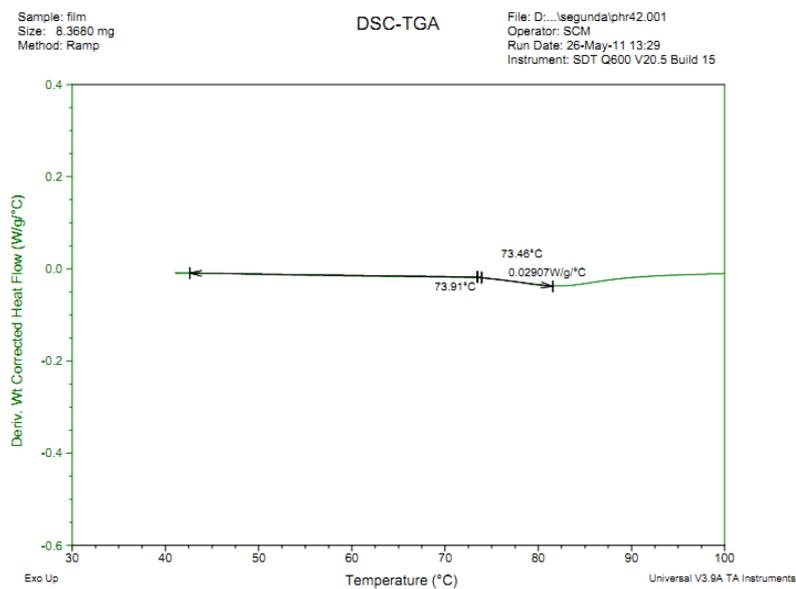
**FIGURA 4.53 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A C20A 0,5 CEC CA PHR 52. MUESTRA I**



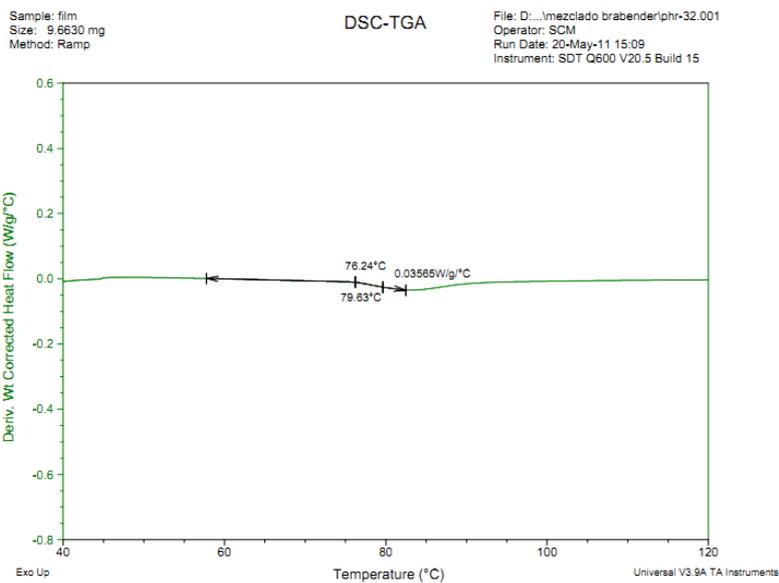
**FIGURA 4.54 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A C20A 0,5 CEC CA PHR 52. MUESTRA II**



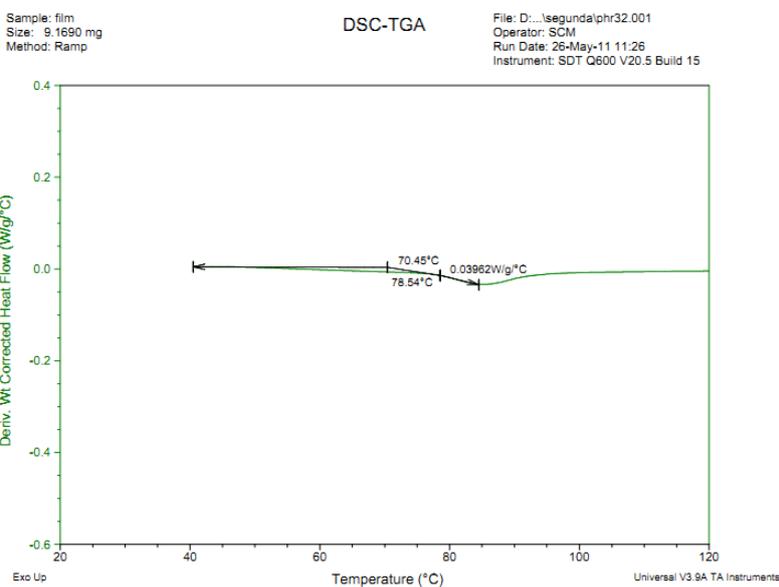
**FIGURA 4.55 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A C20A 0,5 CEC CA PHR 42. MUESTRA I**



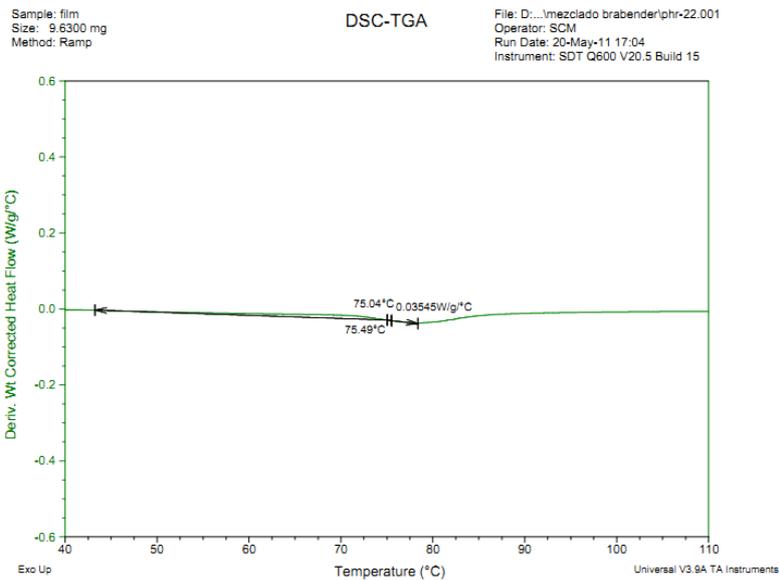
**FIGURA 4.56 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A C20A 0,5 CEC CA PHR 42. MUESTRA II**



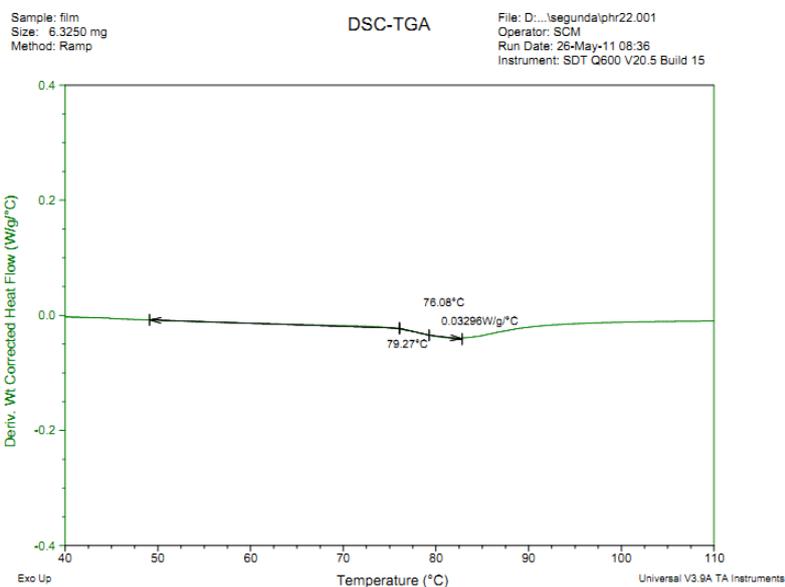
**FIGURA 4.57 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A C20A 0,5 CEC CA PHR 32. MUESTRA I**



**FIGURA 4.58 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A C20A 0,5 CEC CA PHR 32. MUESTRA II**



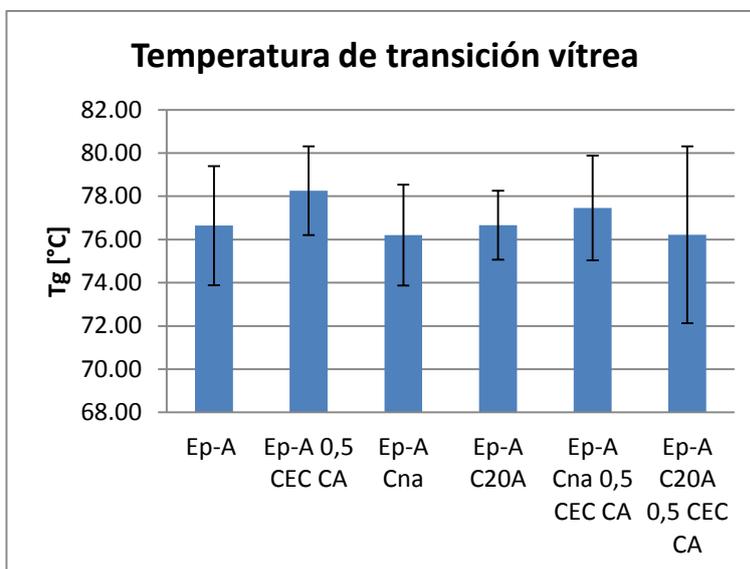
**FIGURA 4.59 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A C20A 0,5 CEC CA PHR 22. MUESTRA I**



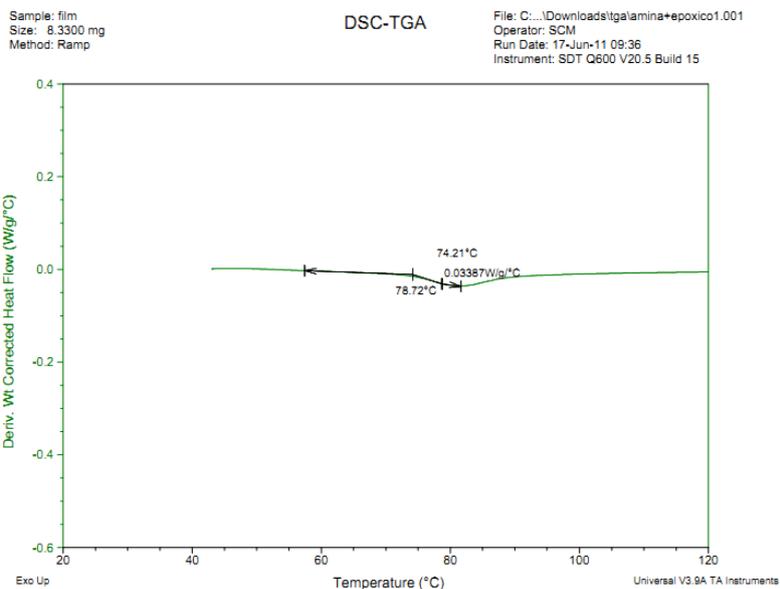
**FIGURA 4.60 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A C20A 0,5 CEC CA PHR 22. MUESTRA II**

**TABLA 27**  
**TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,**  
**MUESTRAS PHR 32**

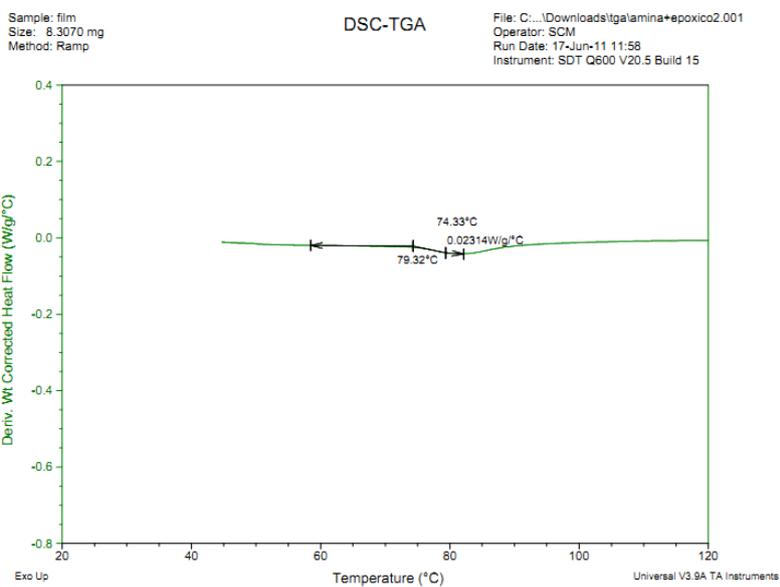
Muestra	Tg [°C]
Ep-A	76,65
Ep-A 0,5 CEC CA	78,26
Ep-A Cna	76,21
Ep-A C20A	76,66
Ep-A Cna 0,5 CEC CA	77,46
Ep-A C20A 0,5 CEC CA	76,22



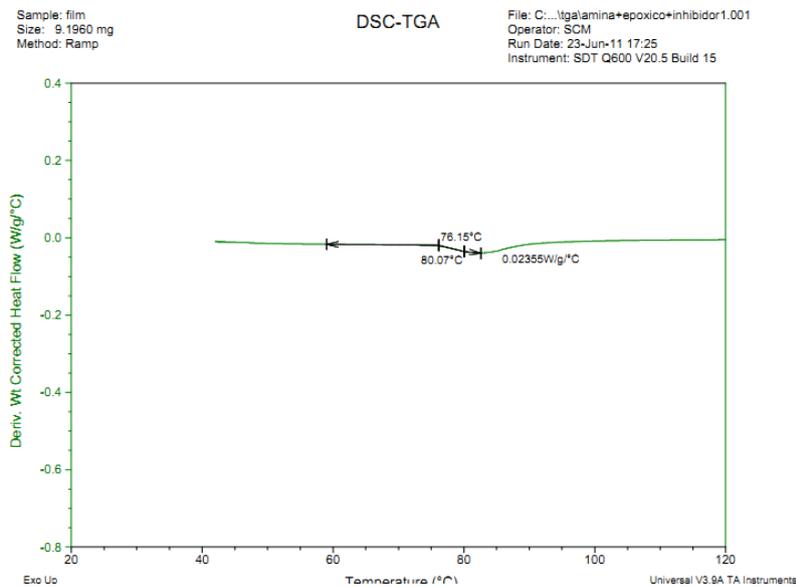
**FIGURA 4.61 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,**  
**MUESTRAS PHR 32**



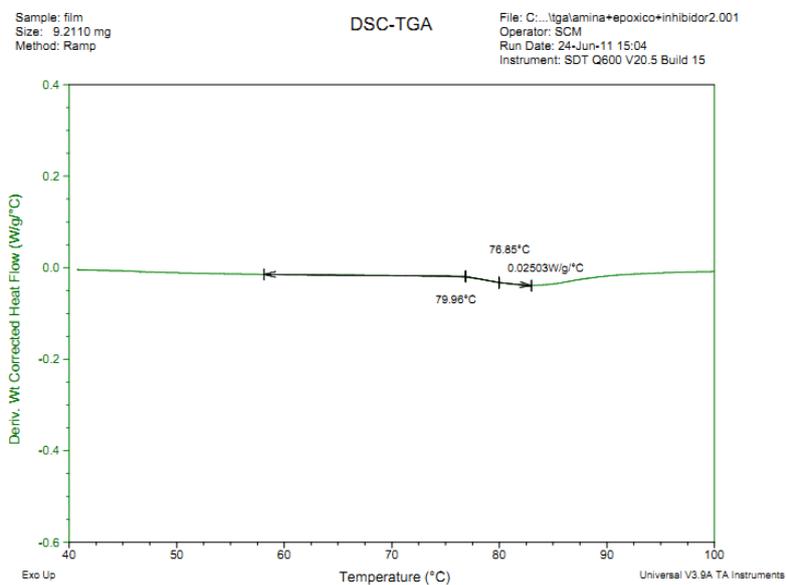
**FIGURA 4.62 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A. MUESTRA I**



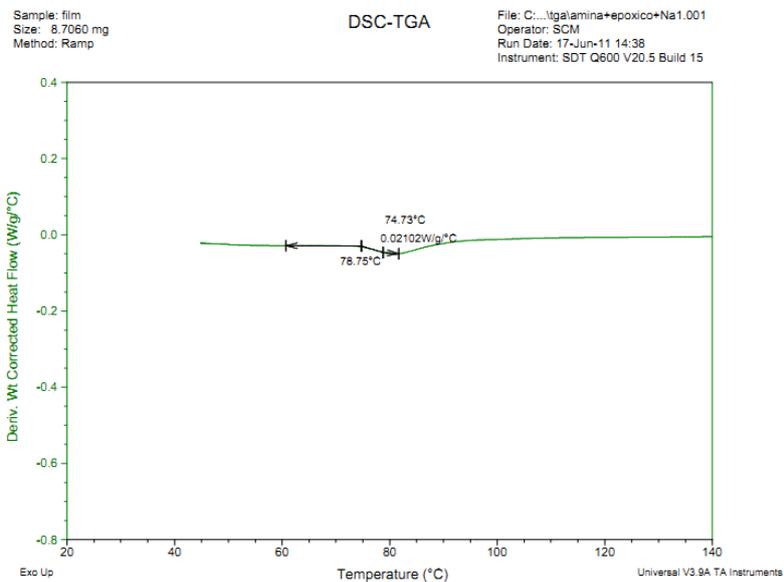
**FIGURA 4.63 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A. MUESTRA II**



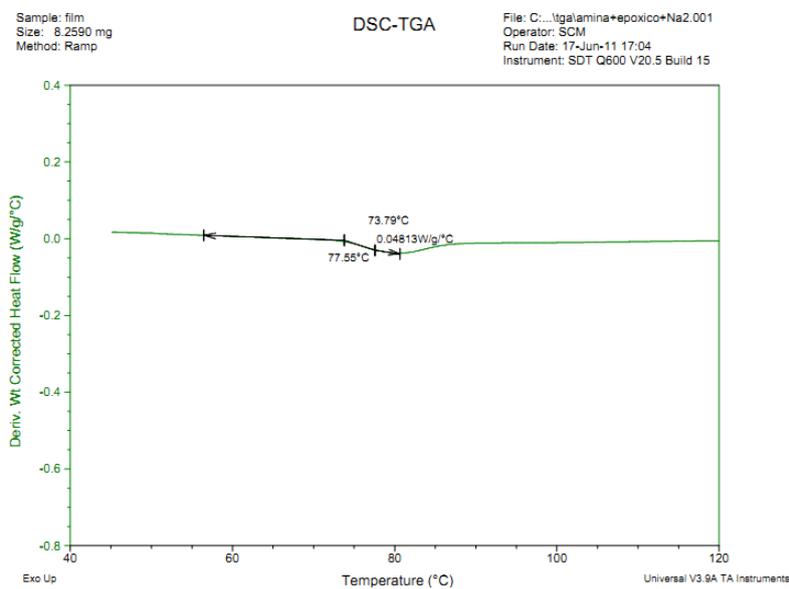
**FIGURA 4.64 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A 0,5 CEC CA. MUESTRA I**



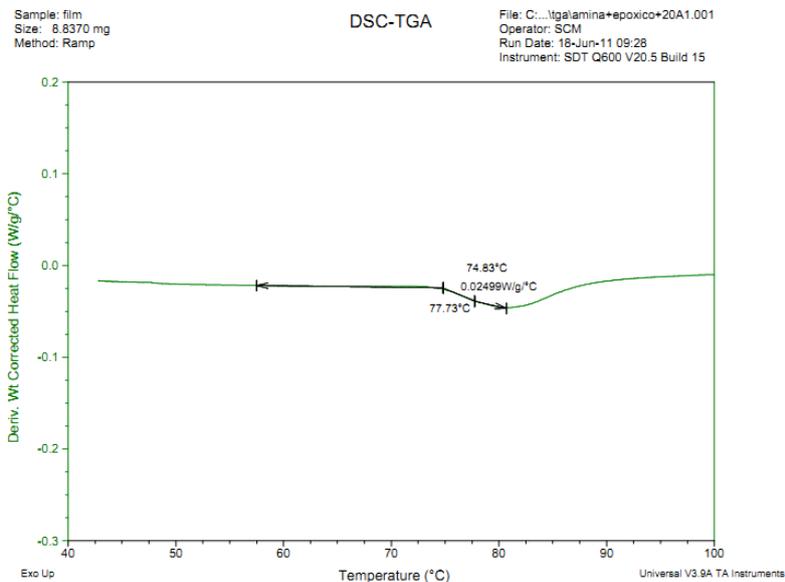
**FIGURA 4.65 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A 0,5 CEC CA. MUESTRA II**



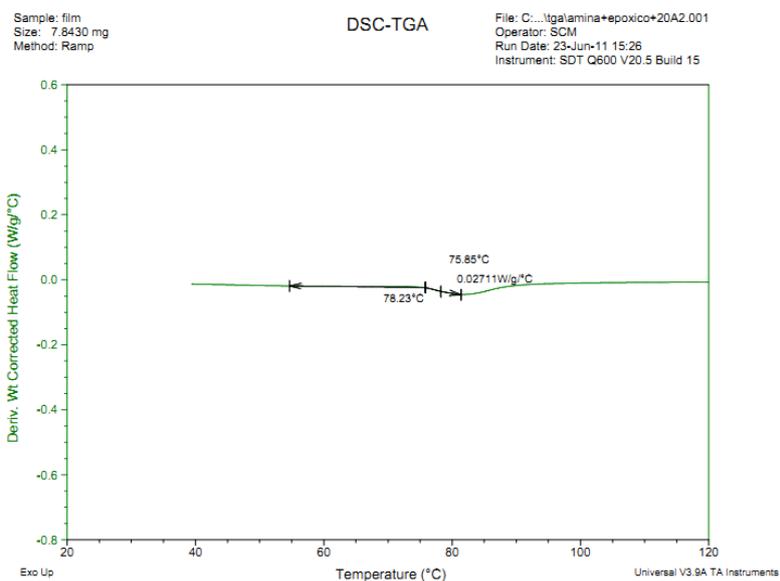
**FIGURA 4.66 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A CNA 0,5 CEC CA. MUESTRA I**



**FIGURA 4.67 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A CNA 0,5 CEC CA. MUESTRA II**



**FIGURA 4.68 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A C20A 0,5 CEC CA. MUESTRA I**



**FIGURA 4.69 TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA,  
EP-A C20A 0,5 CEC CA. MUESTRA II**

#### 4.5 Análisis de Propiedades

Evaluación de propiedades mecánicas de los nanocompuestos

En los resultados del ensayo de tensión se puede realizar varios análisis.

El primero será comparar los valores del módulo de Young de la Ep-A CNa 0,5 CEC CA con la Ep-A CNa, y de la Ep-A C20A 0,5 CEC CA con la correspondiente sin inhibidor.

Para el primer par se aprecia que no difieren mucho, para Ep-A CNa 0,5 CEC CA es  $1020,84 \pm 133,11$  MPa mientras que para Ep-A CNa es  $1027,06 \pm 44,99$  MPa, por lo que una posible explicación sería que no hubo una buena intercalación del inhibidor y la matriz de resina en la arcilla, que se esperaba exista en una baja tasa según el análisis de compatibilidad del inhibidor de corrosión y la arcilla.

Se ve que al estar en la matriz de resina EPON-828 y ser curado con la amina D-230 tampoco logró un efecto notable.

Pudo haber formación de compuestos de inhibidor y resina fuera de la galería debido a que la compatibilidad del inhibidor con la arcilla es baja.

Como última opción pudo ocurrir que el inhibidor de corrosión se volatilizó durante el proceso de mezclado, esta posibilidad se corroborará o se eliminará al analizar el efecto del inhibidor en las otras propiedades.

La diferencia es tan poca que, incluso pudo deberse a la variabilidad del experimento.

Si se analizan los resultados de la Ep-A C20A 0,5 CEC CA,  $1269,61 \pm 134,47$  MPa y Ep-A C20A,  $991,89 \pm 82,94$  MPa, se encontrará que sí hay una mejora en las propiedades cuando se incluye el inhibidor de corrosión en la mezcla, efecto que refleja que la arcilla estaba exfoliada y el inhibidor logró ingresar en la galería formando una red más estable y densa. Se debe considerar también que el inhibidor tiene mayor compatibilidad con la cloisite 20A debido a su origen orgánico.

Al comparar los resultados de la mezcla Ep-A CNa 0,5 CEC CA para los diferentes porcentajes de curado podemos observar que el módulo es ligeramente superior para una relación de phr 32.

Mientras que para Ep-A C20A 0,5 CEC CA phr 32 el módulo de Young es notoriamente superior respecto a las demás relaciones de curado. Siendo la variabilidad de los datos de un 13%.

De entre todos los tipos de mezcla probados la Ep-C20A 0,5 CEC CA phr 32 es la que obtuvo mejor resultado en las propiedades evaluadas con el ensayo de tensión. Esto demuestra el efecto de la arcilla C20A y el inhibidor de corrosión utilizado.

Por otro lado las probetas se comportaban frágilmente como se muestra a continuación en la Figura 4.70



**FIGURA 4.70 PROBETA DE TENSION ANTES Y  
DESPUÉS DEL ENSAYO**

Evaluación de propiedades físicas de los nanocompuestos

En los resultados de hinchamiento para la Ep-A CNa 0,5 CEC CA se pudo ver que hay un punto de equilibrio entre los dos tipos de medios, polares y no polares, alrededor de 32 phr. Mientras que

para Ep-A C20A 0,5 CEC CA también hay un punto de equilibrio cerca de 32 phr, reflejando una condición óptima en este punto para ambos casos.

Se obtuvo los puntos de intersección, para CNa es (Phr 28,41 Q 1,14) y para C20A es (Phr 30,36 Q 1,10).

En la gráfica 4,5 se puede observar que existe una tendencia al aumentar el phr, el porcentaje de aumento de masa decae llegando a ser incluso, para Ep-A CNa 0,5 CEC CA negativo para 52 phr. Se puede apreciar que esta condición existe para un phr mayor a 32. Esta expresión negativa indica un decremento de masa respecto a la masa original, situación que sugiere que el exceso de amina tiende a formar enlaces con el fluido en el que se sumerge. Esto se sustenta al revisar las propiedades de la amina Jeffamine D-230 en la ficha técnica y ver que es miscible, es decir que al estar en exceso, estas moléculas no enlazadas se unen al fluido formando otro compuesto.

Respecto a la relación de hinchamiento en sí, la muestra que menor Q presenta es la Ep-A C20A 0,5 CEC CA para un phr de 32, siendo  $1,12 \pm 0,02$  para el alcohol y  $1,08 \pm 0,01$  para el xileno.

**TABLA 28**  
**COMPARACIÓN DE LA RELACIÓN DE HINCHAMIENTO**  
**PARA C20A Y CNA EN ALCOHOL Y XILENO**

ALCOHOL			XILENO			
	C20A	Cna		C20A	Cna	
<b>phr</b>	<b>Q</b>	<b>Q2</b>		<b>phr</b>	<b>Q</b>	<b>Q2</b>
52	1,49	1,63		52	1,18	1,29
42	1,28	1,35		42	1,07	1,18
32	1,12	1,18		32	1,08	1,12
22	1,09	1,12		22	1,25	1,3

El hecho de que esta relación sea menor para C20A se debe a dos motivos principalmente. El primero es que la C20A en su composición existe un porcentaje muy bajo de agua mientras que la CNa tiene mucha más agua, siendo la C20A más hidrofóbica, de manera que el volumen libre entre capas de ésta arcilla se ocupa con las cadenas largas del modificador orgánico (sal de alquilamonio), compuesto que es orgánico y por ende no es compatible con sustancias polares, como el alcohol, motivo por el cual repele dichas sustancias. El segundo motivo que podría explicar este comportamiento es el hecho de que la arcilla 20A está mucho más intercalada e incluso exfoliada, condición que forma una red más densa, que no permite el fácil ingreso de

agentes externos como las moléculas de las sustancias tanto polares como no polares.

En comparación con los resultados de Q para la Ep-A CNa 0,5 CEC CA se evidencia más la diferencia puesto que al no tener tratamiento orgánico es compatible con las sustancias polares resulta un Q mayor.

En los resultados del porcentaje de aumento de masa, se analizará el porcentaje extraíble al secarse. Debido a que las probetas que contenían CNa tenían un porcentaje de agua desde el inicio, al secarse perdieron más masa de la que absorbieron en el proceso de hinchamiento. Liberándose no sólo el xileno y alcohol sino también el agua que había en la composición debido a la facilidad de la arcilla de absorber agua y también debido a que la amina Jeffamine D-230 tiene grupos hidroxilos.

En el caso de la arcilla 20A, al estar exfoliado esto significa que no hay tanto espacio libre para que un agente externo como el alcohol o el xileno puedan ingresar. En cambio en la arcilla Na, el espacio entre las capas es mayor ya que apenas hay una intercalación. La presencia de una cierta cantidad de inhibidor provoca que haya un desplazamiento del agua contenida en la arcilla, provocando que haya menos espacio luego de secar.

Al revisar los resultados de difusión encontramos que para los dos tipos de medios también existe un punto de equilibrio entre phr 22 y 32 tanto para Ep-A CNa 0,5CEC CA y Ep-A C20A 0,5CEC CA. Estos resultados se corroboran con los obtenidos para la relación de hinchamiento.

Se obtuvo los puntos de intersección, para CNa es (Phr 26,96 D 5,90E-09) y para C20A es (Phr 28,16 D 6,41E-09).

Están relativamente cercanos a los valores encontrados como puntos óptimos en la relación de hinchamiento por lo que se obtuvo un promedio entre los correspondientes para obtener con esta medida un solo valor óptimo para cada nanoarcilla en los distintos medios (polar y no polar).

Según estas propiedades se tuvo entonces que, para CNa el valor óptimo se encuentra en 28 phr y para C20A se encuentra en 29 phr.

Valores que no se contradicen al revisar las otras propiedades. Puesto que los valores óptimos para todos los casos están en 32 phr. Debido a que existen datos sólo para 22,32,42,52 phr y no se puede interpolar entre ellos, no se puede respaldar la existencia de un pico en las curvas entre 22 y 32 phr, que es lo que sugiere

el punto óptimo hallado en la relación de hinchamiento y el coeficiente de difusión.

#### Análisis de propiedades térmicas

En lo que concierne al análisis Termogravimétrico realizado en el equipo SDT Q600 se encontró que, para las mezclas que contienen nanoarcillas no aumenta la temperatura de descomposición, que es indicador de que los enlaces no están bien formados en la red, puesto que no requiere mayor energía para romperlos.

En calorimetría diferencial de barrido (DSC) tampoco se encontró mayor diferencia para los valores de  $T_g$ . Los máximos están en phr 32 para ambas mezclas. Para Ep-A CNa 0,5CEC CA es  $77,46 \pm 2,42$  °C mientras que para Ep-A C20A 0,5 CEC CA es  $76,22 \pm 4,09$  °C.

Pero al comparar las mezclas que contienen inhibidor y nanoarcillas con las que no contienen no existe mayor diferencia. Siendo para Ep-A CNa  $76,21 \pm 2,33$  °C, para Ep-A C20A  $76,66 \pm 1,59$  °C. Es decir, esta propiedad no demuestra el efecto de la inclusión de nanoarcillas e inhibidor de corrosión.

# **CAPÍTULO 5**

## **5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES**

### **CONCLUSIONES**

1. Los ensayos demostraron que existe una variación de las propiedades mecánicas, de barrera y de red de los films al incluir las nanoarcillas. En general la inclusión de arcillas afectó la relación de hinchamiento y coeficiente de difusión para solventes polares y no polares, el módulo de Young, esfuerzo de tensión, elongación.

2. Para el módulo de Young Ep-A C20A 0,5 CEC CA aumentó en un 28% y 19% con respecto a la muestra Ep-A C20A y Ep-A, respectivamente; Ep-A CNa 0,5 CEC CA disminuyó ligeramente en 0,6% y 4,2% con respecto a la muestra Ep-A CNa y Ep-A, respectivamente. La organoarcilla 20A tratada con CA tiene un mayor efecto que la CNa en incrementar el módulo de Young.
3. Decrecimiento en el esfuerzo de tensión y en la deformación en la rotura se relacionan con la no homogeneidad de densidad de la red, debido a las diferentes tasas de curado dentro y fuera de la galería.
4. Uno de los parámetros medidos para analizar las propiedades de barrera del film fue la capacidad de hinchamiento, la cual debería ser mínima para indicar un bloqueo satisfactorio a agentes externos. Sistemas epóxicos con C20A absorben menos una sustancia polar y no polar que los sistemas que contienen sólo epóxicos. El Ep-A C20A 0,5 CEC CA absorbió un 2,6% y 1,8% menos que el Ep-A C20A y Ep-A, respectivamente. Y para un medio no polar, el Ep-A C20A 0,5 CEC CA absorbió 5,3% y 7,7% menos que el Ep-A C20A y Ep-A. Mientras que los sistemas que contienen CNa se comportan diferente en un medio polar y

no polar, el Ep-A CNa 0,5 CEC CA absorbió en un medio polar un 2,6% y 3,5% más que el Ep-A CNa y Ep-A, respectivamente. Y en un medio no polar, el Ep-A CNa 0,5 CEC CA absorbió un 0,9% más que el sistema Ep-A CNa y disminuyó en un 4,3% respecto al sistema Ep-A. Esto implica que el tratamiento de la arcilla influyó en la capacidad de hinchamiento; la presencia del inhibidor en este compuesto tiene un efecto positivo, el inhibidor de corrosión ocupa espacio dentro de la galería dejando menos espacio libre para absorción de agentes externos y la hace más compatible con la matriz resina-epóxica.

5. La relación de hinchamiento,  $Q$ , en un medio polar y no polar, se mostró menor para la cloisite 20A. Esto sucede debido a que esta arcilla previamente fue tratada con sales de alquilamonio, las cuales son cadenas largas que se encargan de hacerla compatible con sustancias orgánicas. Los modificadores orgánicos, como la sal de alquilamonio (cadena larga) cubren la superficie de la arcilla 20A de un lado al estar exfoliada y del lado se encuentra el carboxilato de amino que también es orgánico pero polar, haciendo la superficie compatible con la resina y la amina. Luego fue mezclada con el carboxilato de amino, que al no encontrar iones intercambiables, mantiene su estructura ingresando en

los espacios que quedaron entre las cadenas de la sal de alquilamonio. Al estar cubierta en su superficie por sustancias orgánicas, la resina epóxica y la amina encuentran un ambiente propicio para enlazarse. Estos films entonces tienen ocupado gran espacio de la galería, dejando así limitado el espacio para que ingresen agentes externos tanto polares como no polares.

6. La CNa absorbe más xileno que la C20A no por efecto de arcilla sino por efecto de intercalación ya que no está bien mezclado. Por otro lado, el camino tortuoso es mayor en la C20A. En general ambos sistemas epóxicos, los que contienen Na y 20A, en un medio polar absorben más que en un medio no polar. Esto sucede porque los dos sistemas tienen al menos el carboxilato de amino, que tienen un OH en su composición, que la hace polar y tiende a absorber a sus semejantes.

El tipo de arcilla influye en la absorción en un medio polar. Entre ambos sistemas epóxicos, el que contiene CNa absorbe más en un medio polar que un sistema que contiene C20A, puesto que la Cna es hidrofílica mientras que la C20A es hidrofóbica, aunque el inhibidor de corrosión le disminuye el grado de hidrofobicidad.

7. La difusión disminuyó con la adición de arcilla CNa tanto en un medio polar como en un no polar. En un medio polar, el coeficiente de difusión para el Ep-A C20A 0,5 CEC CA aumentó en un 51,6% y 8,8% comparado con Ep-A C20A y Ep-A, respectivamente. Y para un medio no polar, el Ep-A C20A 0,5 CEC CA disminuyó en un 66% y 98,2% comparado con Ep-A C20A y Ep-A. Mientras que en los sistemas que contienen CNa en un medio polar el coeficiente de difusión para Ep-A CNa 0,5 CEC CA disminuyó en un 60% comparado con Ep-A CNa y aumentó en un 6,6% comparado con Ep-A, respectivamente. Y en un medio no polar, el Ep-A CNa 0,5 CEC CA disminuyó en un 91,2% y 87,2% comparado con los sistemas Ep-A CNa y Ep-A, respectivamente.
  
8. El menor coeficiente de difusión se obtuvo para la muestra Ep-A C20A 0,5 CEC CA en xileno, resultado que se esperaba puesto que, aunque es la red más exfoliada es también la más ocupada, con moléculas de cadena larga (sal de alquilamonio) y moléculas de cadena corta compatibles (carboxilato de amino). Y para el alcohol el menor valor lo tuvo Ep-A CNa resultado que sorprende puesto que la cloisite Na es compatible con sustancias polares y el film tiene más espacio en su estructura, lo que sería indicativo de un coeficiente de difusión mayor. Los

sistemas epóxicos conteniendo C20A, tienen más exfoliación que los sistemas con Na. Por lo tanto implica mayor dispersión y un incremento en el camino tortuoso.

9. Los ensayos de difusión e hinchamiento nos permitieron encontrar que para la cloisite Na el valor óptimo de trabajo entre medios polares y no polares se encuentra en 28 phr y para la cloisite 20A se encuentra en 29 phr.
10. La temperatura de transición vítrea y la temperatura de descomposición son propiedades térmicas que no demuestran el efecto de la inclusión de nanoarcillas e inhibidor de corrosión. Debido a que el aumento o disminución en los datos obtenidos no es considerable para ningún caso.
11. Analizando las gráficas de hinchamiento y módulo de Young, encontramos que existe una correlación entre estas variables. Para phr mayores que el óptimo se encuentra que hay un aumento en la absorción y una disminución módulo de Young. Esto se debe a que hay una mayor cantidad de aminas libres, que favorecen la absorción debido su polaridad. Mientras que a phr menores al óptimo se produce un ligero

cambio en el módulo de Young y un aumento en la relación de hinchamiento.

12. El ranking de importancia en las propiedades analizadas es como sigue, primero es la relación de hinchamiento, el tipo de arcilla, el tratamiento de la arcilla y el efecto del inhibidor.

## RECOMENDACIONES

1. Para mejorar aún más las propiedades se recomienda utilizar aminas combinadas. (ver ficha técnica de Jeffamine para más detalles).
2. Para asegurar una fabricación adecuada de las probetas utilizar un horno al vacío y con una atmósfera inerte. Para los moldes deben utilizarse cavidades diseñadas para el efecto.
3. Utilizar una cantidad adecuada de sustancia solvente, xileno o alcohol en este caso, para que cubra la muestra.
4. Hacer muestras de referencia para cada tipo de muestra.
5. El ensayo de tensión debería realizarse en un equipo con sistema de adquisición de datos para poder graficar la curva esfuerzo-deformación.
6. Realizar más cantidad de muestras, con diferentes porcentajes de amina intermedios entre 22 y 32 phr e incluso menores, 12 phr, para

saber lo que ocurre con el coeficiente de difusión y la relación de hinchamiento en esas condiciones.

7. Para el hinchamiento monitorear más seguido (cada 8 horas) para monitorear de mejor forma el cambio en el peso.
8. Realizar un análisis FTIR y SEM a las probetas para corroborar ciertas conclusiones.

# **APÉNDICES**

# APÉNDICE A

## HOJA TÉCNICA DE LA ARCILLA CLOISITE® NA<sup>+</sup>

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

**PRODUCT BULLETIN/Cloisite®**



Southern Clay Products, Inc.  
1212 Church Street  
Gonzales, TX 78829  
Phone: 800-324-2891  
Fax: 830-672-1903  
www.soprod.com

### Cloisite® Na<sup>+</sup>

#### Typical Physical Properties Bulletin

**Description:**

Cloisite® Na<sup>+</sup> is a natural montmorillonite.

**Designed Used:**

Cloisite® Na<sup>+</sup> is an additive for plastics to improve various plastic physical properties, such as reinforcement, HDT, CLTE and barrier.

**Typical Properties:**

Treatment/Properties:	Organic Modifier	Modifier Concentration	% Moisture	% Weight Loss on Ignition
Cloisite® Na <sup>+</sup>	None	None	4-9%	7%

**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 <sup>3</sup>	Packed Bulk, lbs/ft <sup>3</sup>	Density, g/cc
12.45	20.95	2.86

X Ray Results:  $d_{001} = 11.7\text{\AA}$

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

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

# APÉNDICE B

## HOJA TÉCNICA DE LA ARCILLA CLOISITE® 20A

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

**PRODUCT BULLETIN/Cloisite®**



Southern Clay Products, Inc.  
1212 Church Street  
Gonzales, TX 78829  
Phone: 800-324-2881  
Fax: 830-872-1903  
www.soprod.com

### Cloisite® 20A

#### Typical Physical Properties Bulletin

**Description:**

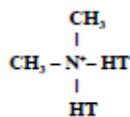
Cloisite® 20A is a natural montmorillonite modified with a quaternary ammonium salt.

**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 $\mu$	6 $\mu$	13 $\mu$

Color: Off White

Density:

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

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

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

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

# APÉNDICE C

## HOJA TÉCNICA DE LA RESINA EPON™ 828



### Technical Data Sheet

Re-issued September 2005

EPON™ Resin 828

#### Product Description

EPON™ Resin 828 is an undiluted clear difunctional bisphenol A/epichlorohydrin derived liquid epoxy resin. When cross-linked or hardened with appropriate curing agents, very good mechanical, adhesive, dielectric and chemical resistance properties are obtained. Because of this versatility, EPON Resin 828 has become a standard epoxy resin used in formulation, fabrication and fusion technology.

#### Benefits

- Fiber reinforced pipes, tanks and composites
- Tooling, casting and molding compounds
- Construction, electrical and aerospace adhesives
- High solids/low VOC maintenance and marine coatings
- Electrical encapsulations and laminates
- Chemical resistant tank linings, flooring and grouts
- Base resin for epoxy fusion technology

#### Basic Specification

Property	Units	Value	Test Method/Standard
Weight per Epoxide	g/eq	185 – 192	ASTM D 1652
Viscosity at 25°C	P	110 – 150	ASTM D445
Color	Gardner	1 max.	ASTM D 1544

#### Typical Properties

Property	Units	Value	Test Method/Standard
Density at 25°C	lb/gal	9.7	ASTM D 1475
Density at 25°C	g/ml	1.16	
Vapor pressure @ 25°C (77°F)	mm Hg	0.03	
Refractive Index @ 25°C (77°F)		1.573	
Specific heat	BTU/lb*°F	0.5	

**Processing/How to use**

**General Information**

The low viscosity and cure properties of EPON Resin 828 allow its use under various application and fabrication techniques including:

• Spraying and brushing	• Pultrusion
• Filament winding	• Casting
• Pressure laminating	• Molding
• Vacuum bag laminating	• Troweling

**Curing Agents**

EPON Resin 828 can be cured or cross-linked with a variety of curing agents depending on properties desired in the finished product and the processing conditions employed. Some commonly used curing agents, recommended concentrations, typical cure schedules employed in major end-use applications, plus sources for these curing agents are displayed in Table 1.

**Performance Properties**

**Performance Characteristics of Cured EPON Resin 828**

**Mechanical Properties**

High performance, high strength materials are obtained when this resin is cured with a variety of curing agents. Unfilled systems in common use have tensile values greater than 10,000 psi (69 MPa) with modulus values greater than 400,000 psi (2750 MPa). Such systems are normally very rigid. If greater flexibility is needed systems can be formulated to provide up to 300% elongation.

**Adhesive Properties**

One of the most widely recognized properties of cured EPON Resin 828 is strong adhesion to a broad range of substrates. Such systems exhibit shear strength of up to 6,000 psi (41 Mpa). One factor which contributes to this property is the low shrinkage shown by these systems during cure. Compared to other polymers, epoxy resins have low internal stresses resulting in strong and durable finished products.

**Electrical Properties**

EPON Resin 828 cured systems have very good electrical insulating characteristics and dielectric properties. For example, systems can be obtained with anhydride and amine curing agents having volume resistivities up to  $1 \times 10^{16}$  ohm-cm, dielectric constants of 3-5 and dissipation factors of 0.002 to 0.020 at ambient conditions. Electrical encapsulations, laminates and molding compounds are frequently based on EPON Resin 828.

**Chemical Resistance**

Cured EPON Resin 828 is highly resistant to a broad range of chemicals, including caustic, acids, fuels and solvents. Chemically resistant reinforced structures and linings or coatings over metal can be formulated with EPON Resin 828.

**Formulating Techniques**

EPON Resin 828

The primary components of a thermosetting resin formula are the epoxy resin and the hardener or curing agent. However, in practice other materials are normally incorporated to achieve special properties. For example, inert fillers such as silicas, talcs, calcium silicates, micas, clays and calcium carbonate can be added to further reduce shrinkage and improve dimensional stability. Also, reactive diluents can be added to EPON Resin 828 to reduce viscosity. The effect on viscosity by adding such materials is shown in Figure 1.

Table 1 / Curing Agents for EPON™ 828

Curing Agent <sup>1</sup>	Physical State	Recommended Concentration Range, phr <sup>2</sup>	Typical Cure Schedule Time	Deflection Temperature		Applications <sup>4</sup>	Suppliers <sup>5</sup>
				°C (°F)	°C (°F)		
<b>Aliphatic Amines</b>							
EPIKURE™ 3223 (DETA)	Liquid	12	7d, 25 (77)	120(250)	ABCDEFHI	5	
EPIKURE 3234 (TETA)	Liquid	13	7d, 25 (77)	120(250)	ABCDEFHI	5	
EPIKURE 3200 (AEP)	Liquid	22	24h, 25 (77) & 1h, 150 (300)	120(250)	BCEFGH	5	
EPIKURE 3270	Liquid	75	14d, 25 (77)	56(133)	ABCDEFHI	5	
EPIKURE 3271	Liquid	18	14d, 25 (77)	66(151)	ABCDEFHI	5	
EPIKURE 3274	Liquid	40	14d, 25 (77)	—	ABCDEFHI	5	
EPIKURE 3230	Liquid	35	7d, 25 (77)	68(155)	ABCDEFHI	1	
D-400 Type PEA	Liquid	55	30 min, 115(240)	31(88)	ABCEFH	1	
<b>Cycloaliphatic Amines</b>							
EPIKURE 3370	Liquid	38	7d, 25 (77)	56(133)	ABCDEFHI	5	
EPIKURE 3382	Liquid	63	7d, 25 (77)	63(145)	ABCDEFHI	5	
EPIKURE 3383	Liquid	60	24h, 25 (77) & 2h, 100 (212)	54(129)	ABCDEFHI	5	

EPON Resin 828

Polyamides							
EPIKURE 3115	Liquid	120	1h, 100 (212)	85(185)	AB	5	
EPIKURE 3125	Liquid	90	7d, 25 (77)	90(195)	ABCEFH	5	
EPIKURE 3140	Liquid	75	7d, 25 (77)	115(240)	ABCEFH	5	
Aminoamines							
EPIKURE 3015	Liquid	50	16h, 25 (77) & 2h, 93 (200)	—	ABCDEFHI	5	
EPIKURE 3055	Liquid	50	16h, 25 (77) & 2h, 93 (200)	67(153)	ABCDEFHI	5	
EPIKURE 3072	Liquid	35	14d, 25 (77)	59(138)	ABCDEFHI	5	
Aromatic Amines							
EPIKURE W	Liquid					5	
Metaphenylenediamine (MPDA)	Solid	14	2h, 80 (175) & 2h, 150 (300)	150(300)	BCDGH I	3	
Methylene dianiline (MDA)	Solid	27	2h, 80 (175) & 2h, 150 (300)	160(320)	BCDEGH I	13	
Diaminodiphenyl Sulfone (DADS)	Solid	25	5h, 125 (257) & 1h, 200 (392)	170(350)	BCDGH I	2, 13	

Table 1 / Curing Agents for EPON™ 828, cont.

EPON Resin 828

<u>Curing Agent</u> <sup>1</sup>	<u>Physical State</u>	<u>Recommended Concentration Range, phr</u> <sup>2</sup>	<u>Typical Cure Schedule Time</u>	<u>Deflection Temperature</u> <u>°C (°F)</u>	<u>Applications</u> <sup>4</sup>	<u>Suppliers</u> <sup>5</sup>
<b>Anhydrides</b>						
Methyl tetrahydrophthalic Anhydride (MTHPA)	Liquid	80	2h, 120 (250) & 2h, 150 (300)	130(266)	BCDGH I	9, 11, 14
NADIC Methyl Anhydride (NMA)	Liquid	90	1h, 120 (250) & 2-24h, 260(500)	180(356)	BCDGH I	9, 14
Hexahydrophthalic Anhydride (HHPA)	Solid	80	1h, 80 (175) & 2h, 150 (300)	130(265)	BCDGH I	8, 12, 14
<b>Catalysts and Miscellaneous</b>						
2-Ethyl-4-Methyl Imidazole (EMI-24)	Metastable Liquid	3	4h, 50 (122) & 2h, 170 (340)	170(340)	BCDGH I	15, 16
BF3-Monoethylamine (BF3-MEA)	Liquid	3	1h, 120 (250) & 2h, 170 (340)	170(340)	BCDGH I	17
Diethylaminopropylamine <sup>6</sup>	Solid	6	30 min, 115(240)	100(212)	ABC	6
Dicyandiamide	Solid	4	1h, 177 (350)	150(300)	BCDGH I	18, 19

<sup>1</sup> Cures can be effected with these curing agents over a wide range of temperatures. Higher temperatures yield shorter cure times and highest Tg.

<sup>2</sup> Parts of curing agent per 100 parts of resin.

<sup>3</sup> Systems cured at room temperature were post cured at elevated temperature to achieve deflection values.

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

<sup>5</sup> Supplier Code:

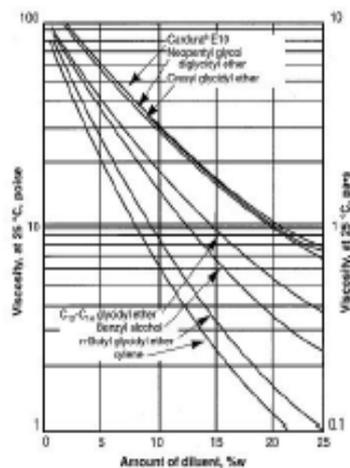
1. Huntsman Chemical
2. RBA Corporation
3. E.I. DuPont de Nemours & Co., Chemicals & Pigments Dept.
4. Harshaw Chemical Company
5. Hexion Specialty Chemical

## EPON Resin 828

6. BASF Corporation
7. American Cyanamid - Industrial Chemical Div.
8. Milliken & Company
9. Lindau Chemicals, Inc.
10. Anhydrides and Chemicals, Inc.
11. Dixie Chemical Co., Inc.
12. Buffalo Color Corp.
13. Air Products and Chemicals, Inc.
14. Lonza
15. Interchem
16. Polyorganix
17. Atotech
18. SKW Trotsbery
19. Ashland Chemical

\* Dimethylamino propylamine may be substituted at expense of slightly reduced pot life. Sources are 2 and 16.

Figure 1 / Viscosity at 26 °C of EPON™ Resin 828 blends with various diluents



### Fusion Technology

EPON Resin 828 is the product of choice for a resin chemist using a specific fusion catalyst when processing proprietary solid epoxy resins or epoxy esters. Upon request, Hexion Specialty Chemicals can provide EPON Resin 828 exhibiting extremely low hydrolyzable and total chlorine, two end groups that may be deleterious to resin curing and long term performance in electrical uses.

### FDA Status

Provisions are made in the FDA regulations for the use of EPON Resin 828, when properly formulated, applied and cured, for food contact applications under Title 21 Code of Federal Regulations 175.300. The regulations should be consulted for complete details. In particular, we direct your attention to subparagraph (b) of 21 CFR 174.5 and the general provisions applicable to indirect food additives listed there.

EPON Resin 828

**Identification and Classification**

Chemical Abstract Service Registry Number: 25068-38-6 (EPA/TSCA inventory designation)

Generic name: Liquid Bisphenol A Epichlorohydrin based epoxy resin.

Chemical designation: Phenol, 4,4O - (1-methylethylidene) bis-polymer with (chloromethyl) oxirane.

Figure 2 / Viscosity - temperature profile for EPON™ Resin 828

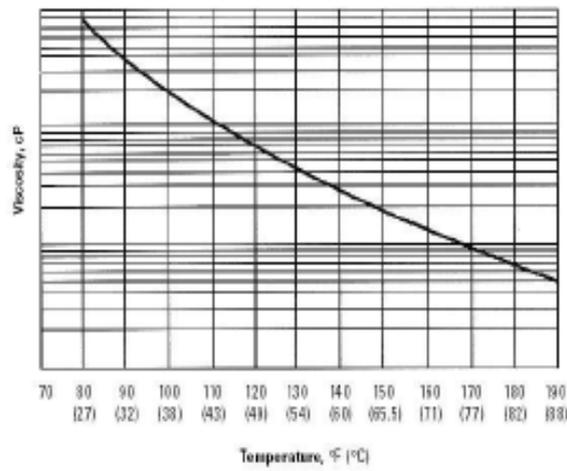
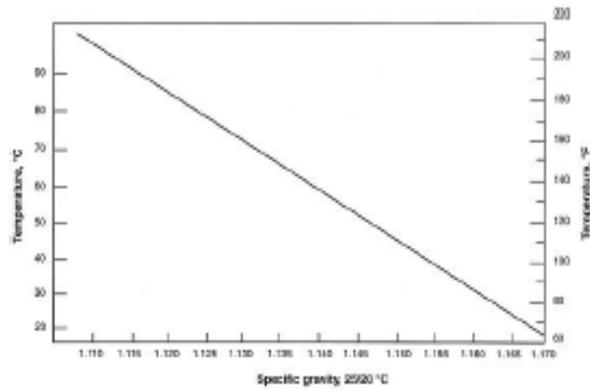


Figure 3 / Specific gravity - temperature profile for EPON™ Resin 828



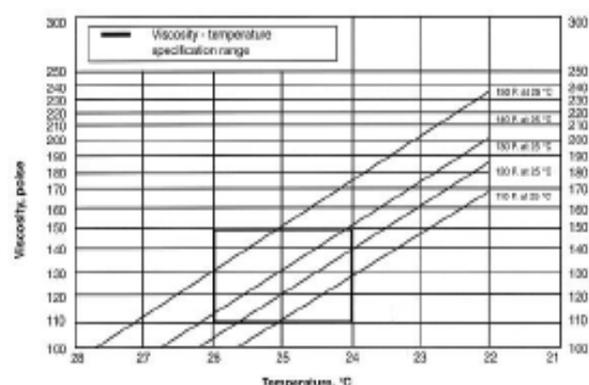
**Formulation and Application Information**

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

## EPON Resin 828

applications, consult bulletin SC-57, entitled "EPON Resin Structural Reference Manual." For epoxy resin amine-cured coatings, consult bulletin SC-193, entitled "Formulating Amine-Cured Coatings with EPON Resin."

Figure 4 / Viscosity - temperature profile (for 5 samples of EPON™ Resin 828 ranging in viscosity from 110-160 poise)



### Safety, Storage & Handling

Please refer to the MSDS for the most current Safety and Handling information.

Please refer to the Hexion web site for Shelf Life and recommended Storage information.

EPON Resin 828 is an undiluted liquid epoxy resin that is available in tank cars, tank trucks and 500 pound net closed head drums. EPON Resin 828 is normally shipped in bulk from 150 °F (66 °C) to 180 °F (82 °C) and can be stored at 120-140 °F (49-60 °C) for ease of handling. The viscosity/temperature profile and the specific gravity/temperature profile for EPON Resin 828 are displayed in Figures 2 and 3 respectively for your guidance.

**NOTE OF CAUTION:** When checking viscosity of EPON Resin 828 incoming samples, we caution you to make certain that the product is maintained at 25 ± 0.01 °C before testing. You will note in Figure 4 that EPON Resin 828 can vary in viscosity by 10-15 poise for each degree in temperature the product varies from 25 °C.

Exposure to these materials should be minimized and avoided, if feasible, through the observance of proper precautions, use of appropriate engineering controls and proper personal protective clothing and equipment, and adherence to proper handling procedures. None of these materials should be used, stored, or transported until the handling precautions and recommendations as stated in the Material Safety Data Sheet (MSDS) for these and all other products being used are understood by all persons who will work with them. Questions and requests for information on Hexion Specialty Chemicals, Inc. ("Hexion") products should be directed to your Hexion sales representative, or the nearest Hexion sales office. Information and MSDSs on non-Hexion products should be obtained from the respective manufacturer.

### Packaging

Available in bulk and drum quantities.

**Contact information**

For product prices, availability, or order placement, call our toll-free customer service number at:  
1-877-859-2800

For literature and technical assistance, visit our website at: [www.hexion.com](http://www.hexion.com)

® and ™ Licensed trademarks of Hexion Specialty Chemicals, Inc.

**DISCLAIMER**

The information provided herein was believed by Hexion Specialty Chemicals to be accurate at the time of preparation or prepared from sources believed to be reliable, but it is the responsibility of the user to investigate and understand other pertinent sources of information, to comply with all laws and procedures applicable to the safe handling and use of the product and to determine the suitability of the product for its intended use. **HEXION SPECIALTY CHEMICALS MAKES NO WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, CONCERNING ANY PRODUCT OR THE MERCHANTABILITY OR FITNESS THEREOF FOR ANY PURPOSE OR CONCERNING THE ACCURACY OF ANY INFORMATION PROVIDED BY HEXION SPECIALTY CHEMICALS**, except that the product shall conform to contracted specifications, and that the product does not infringe any valid United States patent.

PDS-3942- (Rev.7/4/2010 1:14:46 AM)

# APÉNDICE D

## HOJA TÉCNICA DE LA JEFFAMINE® D-230

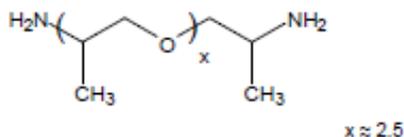
**HUNTSMAN**

Enriching lives through innovation

### Technical Bulletin

### JEFFAMINE® D-230 Polyetheramine

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



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

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

#### SALES SPECIFICATIONS

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

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

#### ADDITIONAL INFORMATION

##### Regulatory Information

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

##### Typical Physical Properties

AHEW (Amine hydrogen equivalent wt.), g/eq	60
Equivalent wt. with isocyanates, g/eq	120
Viscosity, cSt, 25°C (77°F)	9.5
Density, g/ml (lb/gal), 25°C	0.948 (7.90)
Flash point, PMCC, °C (°F)	121 (250)
pH, 5% aqueous solution	11.7
Refractive index, n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	1.4468
Vapor pressure, mm Hg/°C	1/100
	10/133

**TOXICITY AND SAFETY**

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

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

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

**At temperatures above 100°F (38°C)**

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

VITON® and TEFLON® are registered trademarks of Dupont.

JEFFAMINE® D-230 polyetheramine may be stored under air at ambient temperatures for extended periods. A nitrogen blanket is suggested for all storage, however, to reduce the effect of accidental exposure to high temperatures and to reduce the absorption of atmospheric moisture and carbon dioxide. It should be noted that pronounced discoloration is likely to occur at temperatures above 140°F (60°C), whatever the gaseous pad.

Cleanout of lines and equipment containing JEFFAMINE D-230 polyetheramine can be accomplished using warm water and steam. In the event of spillage of this product, the area may be flushed with water. The proper method for disposal of waste material is by incineration with strict observance of all federal, state, and local regulations.

**AVAILABILITY**

JEFFAMINE D-230 polyetheramine is available in tank cars, tank wagons, 55-gallon (208L) drums of 430 pounds (195kg) net weight, and 5-gallon (19L) cans. Samples are available in North America and Asia by contacting our sample department at 1-800-662-0924. Samples in other locations, including Europe, are available by contacting any Huntsman Corporation sales office.

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

0141-0008

JEFFAMINE® is a registered trademark of Huntsman Corporation or an affiliate thereof in one or more, but not all countries.

Huntsman Petrochemical Corporation warrants only that its products meet the specifications stated in the sales contract. Typical properties, where stated, are to be considered as representative of current production and should not be treated as specifications. While all the information presented in this document is believed to be reliable and to represent the best available data on these products, NO GUARANTEE, WARRANTY, OR REPRESENTATION IS MADE, INTENDED OR IMPLIED AS TO THE CORRECTNESS OR SUFFICIENCY OF ANY INFORMATION, OR AS TO THE MERCHANTABILITY OR FITNESS OF ANY CHEMICAL COMPOUND FOR ANY PARTICULAR USE OR PURPOSE, OR THAT ANY CHEMICAL COMPOUND OR USE THEREOF ARE NOT SUBJECT TO A CLAIM BY A THIRD PARTY FOR INFRINGEMENT OF ANY PATENT OR OTHER INTELLECTUAL PROPERTY RIGHT. EACH USER SHOULD CONDUCT A SEPARATE INVESTIGATION TO ESTABLISH THE SUITABILITY OF ANY PRODUCT FOR THE INTENDED USE. Liability of Huntsman Petrochemical Corporation and its affiliates for all claims is limited to the purchase price of the material. Products may be toxic and require special precautions in handling. For all products listed, user should obtain detailed information on toxicity, together with proper shipping, handling and storage procedures, and comply with all applicable safety and environmental standards.

Main Office US: Huntsman Corporation / 10000 Woodloch Forest Drive / The Woodlands, Texas 77380 / 281-719-8000  
Technical Service US: 8000 Quaking Road / The Woodlands, Texas 77381 / 281-719-7790

Main Office Europe: Huntsman Belgium BVBA / Boulevard de l'Industrie 10 / 1300 Everberg, Belgium / 32-2-759-6211  
Technical Service Europe: Technical Service Representative / Everberg Office / 32-2-759-6242

Main Office Asia Pacific: Huntsman Singapore PTE / 100 Beach Road #07-00 Gateway West / Singapore 189720 / 65-6267-3388  
Technical Service Asia Pacific: Huntsman Performance Products / 61 Market Road, Rossmore, Victoria / Australia 3012 / 61-3-9222-8888

[www.huntsman.com](http://www.huntsman.com)

## APÉNDICE E

### CÁLCULOS BÁSICOS PARA MEZCLAS DE ARCILLA CON INHIBIDOR Y RELACIÓN PHR

#### Mezclado de la arcilla 20A con el inhibidor

Arcilla 20A CEC: 95 meq/100 g. arcilla

El cálculo para 1 CEC:

$$95 \frac{m \text{ eq.}}{100 \text{ g. arcilla}} * 183 \frac{mg \text{ inhibidor CA}}{m \text{ eq.} 100 \text{ g. arcilla}} = 17385 \frac{mg}{100 \text{ g. arcilla}}$$
$$= \frac{17,385 \text{ g. inhibidor}}{100 \text{ g. arcilla}}$$

*17,385 g. inhibidor → 100 g. arcilla*

*X g. → 2 g. arcilla*

*X = 0,3477 g. de inhibidor CA*

Para un valor de 0,5 CEC:

*0,17385 g. de inhibidor CA en 2 g. de arcilla*

#### Mezclado de la arcilla Na con el inhibidor

Arcilla Na CEC: 92 meq/100 g. arcilla

El cálculo para 1 CEC:

$$92 \frac{m \text{ eq.}}{100 \text{ g. arcilla}} * 183 \frac{mg \text{ inhibidor CA}}{m \text{ eq.} 100 \text{ g. arcilla}} = 16836 \frac{mg}{100 \text{ g. arcilla}}$$
$$= \frac{16,836 \text{ g. inhibidor}}{100 \text{ g. arcilla}}$$

*16,836 g.inhibidor → 100 g.arcilla*

*X g. → 2 g.arcilla*

*X = 0,3367 g. de inhibidor CA*

Para un valor de 0,5 CEC:

*0,16836 g.de inhibidor CA en 2 g.de arcilla*

**Cálculo de las proporciones de amina y epóxico para obtener diferentes**

**phr**

EPON 828: EEW=188

JEFFAMINE D-230: AHW=60

$$\text{phr (gramos de amina en 100 g.de epóxico)} = \frac{AHW * 100}{EEW}$$

*100 g.resina EPON 828 → N g. amina*

*10 g. resina EPON 828 → X g. amina*

Donde N se reemplaza por la cantidad de amina necesaria para obtener

diferentes phr: 22, 32, 42 ó 52.

# APÉNDICE F

## NORMA ASTM D 882



Designation: D 882 – 02

### Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D 882; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

*These test methods have been approved for use by agencies of the Department of Defense to replace Method 1013 of Federal Test Method Standard 406.*

#### 1. Scope \*

1.1 This test method covers the determination of tensile properties of plastics in the form of thin sheeting, including film (less than 1.0 mm (0.04 in.) in thickness).

NOTE 1—Film has been arbitrarily defined as sheeting having nominal thickness not greater than 0.25 mm (0.010 in.).

NOTE 2—Tensile properties of plastics 1.0 mm (0.04 in.) or greater in thickness shall be determined according to Test Method D 638.

1.2 This test method may be used to test all plastics within the thickness range described and the capacity of the machine employed.

1.2.1 *Static Weighing, Constant-Rate-of-Grip Separation Test*—This test method employs a constant rate of separation of the grips holding the ends of the test specimen.

1.3 Specimen extension may be measured in these test methods by grip separation, extension indicators, or displacement of gage marks.

1.4 A procedure for determining the tensile modulus of elasticity is included at one strain rate.

NOTE 3—The modulus determination is generally based on the use of grip separation as a measure of extension; however, the desirability of using extensometers, as described in 5.2, is recognized and provision for the use of such instrumentation is incorporated in the procedure.

1.5 Test data obtained by this test method is relevant and appropriate for use in engineering design.

1.6 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values in parentheses are provided for information only.

1.7 This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

NOTE 4—This test method is similar to ISO 527-3, but is not considered

technically equivalent. ISO 527-3 allows for additional specimen configurations, specifies different test speeds, and requires an extensometer or gage marks on the specimen.

#### 2. Referenced Documents

##### 2.1 ASTM Standards:

D 618 Practice for Conditioning Plastics for Testing<sup>2</sup>

D 638 Test Method for Tensile Properties of Plastics<sup>2</sup>

D 4000 Classification System for Specifying Plastic Materials<sup>3</sup>

D 5947 Test Methods for Physical Dimensions of Solid Plastic Specimens<sup>4</sup>

D 6287 Practice for Cutting Film and Sheeting Test Specimens<sup>4</sup>

E 4 Practices for Force Verification of Testing Machines<sup>5</sup>

E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method<sup>6</sup>

##### 2.2 ISO Standard:

ISO 527-3 Plastics—Determination of Tensile Properties—Part 3: Test Conditions for Films and Sheets<sup>7</sup>

#### 3. Terminology

3.1 *Definitions*—Definitions of terms and symbols relating to tension testing of plastics appear in the Annex to Test Method D 638.

3.1.1 *line grips*—grips having faces designed to concentrate the entire gripping force along a single line perpendicular to the direction of testing stress. This is usually done by combining one standard flat face and an opposing face from which protrudes a half-round.

3.1.2 *tear failure*—a tensile failure characterized by fracture initiating at one edge of the specimen and progressing across the specimen at a rate slow enough to produce an anomalous load-deformation curve.

<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.01.

<sup>3</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.02.

<sup>4</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.03.

<sup>5</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

<sup>6</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02.

<sup>7</sup> Available from American National Standards Institute, 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036.

<sup>1</sup> These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D20 on Plastics and are the direct responsibility of Subcommittee D20.10 on Mechanical Properties.

Current edition approved April 10, 2002. Published June 2002. Originally published as D 882 – 46 T. Last previous edition D 882 – 01.

\*A Summary of Changes section appears at the end of this standard.

Copyright © ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19380-2959, United States.

#### 4. Significance and Use

4.1 Tensile properties determined by this test method are of value for the identification and characterization of materials for control and specification purposes. Tensile properties may vary with specimen thickness, method of preparation, speed of testing, type of grips used, and manner of measuring extension. Consequently, where precise comparative results are desired, these factors must be carefully controlled. This test method shall be used for referee purposes, unless otherwise indicated in particular material specifications. For many materials, there may be a specification that requires the use of this test method, but with some procedural modifications that take precedence when adhering to the specification. Therefore, it is advisable to refer to that material specification before using this test method. Table 1 in Classification D 4000 lists the ASTM materials standards that currently exist.

4.2 Tensile properties may be utilized to provide data for research and development and engineering design as well as quality control and specification. However, data from such tests cannot be considered significant for applications differing widely from the load-time scale of the test employed.

4.3 The tensile modulus of elasticity is an index of the stiffness of thin plastic sheeting. The reproducibility of test results is good when precise control is maintained over all test conditions. When different materials are being compared for stiffness, specimens of identical dimensions must be employed.

4.4 The tensile energy to break (TEB) is the total energy absorbed per unit volume of the specimen up to the point of rupture. In some texts this property has been referred to as *toughness*. It is used to evaluate materials that may be subjected to heavy abuse or that might stall web transport equipment in the event of a machine malfunction in end-use applications. However, the rate of strain, specimen parameters, and especially flaws may cause large variations in the results. In that sense, caution is advised in utilizing TEB test results for end-use design applications.

4.5 Materials that fail by tearing give anomalous data which cannot be compared with those from normal failure.

#### 5. Apparatus

5.1 *Testing Machine*—A testing machine of the constant rate-of-crosshead-movement type and comprising essentially the following:

5.1.1 *Fixed Member*—A fixed or essentially stationary member carrying one grip.

5.1.2 *Movable Member*—A movable member carrying a second grip.

5.1.3 *Grips*—A set of grips for holding the test specimen between the fixed member and the movable member of the testing machine; grips can be either the fixed or self-aligning type. In either case, the gripping system must minimize both slippage and uneven stress distribution.

5.1.3.1 *Fixed grips* are rigidly attached to the fixed and movable members of the testing machine. When this type of grip is used, care must be taken to ensure that the test specimen is inserted and clamped so that the long axis of the test specimen coincides with the direction of pull through the center line of the grip assembly.

5.1.3.2 *Self-aligning grips* are attached to the fixed and movable members of the testing machine in such a manner that they will move freely into alignment as soon as a load is applied so that the long axis of the test specimen will coincide with the direction of the applied pull through the center line of the grip assembly. The specimens should be aligned as perfectly as possible with the direction of pull so that no rotary motion that may induce slippage will occur in the grips; there is a limit to the amount of misalignment self-aligning grips will accommodate.

5.1.3.3 The test specimen shall be held in such a way that slippage relative to the grips is prevented insofar as possible. Grips lined with thin rubber, crocus-cloth, or pressure-sensitive tape as well as file-faced or serrated grips have been successfully used for many materials. The choice of grip surface will depend on the material tested, thickness, etc. Line grips padded on the round face with 1.0 mm (40 mil) blotting paper or filter paper have been found superior. Air-actuated grips have been found advantageous, particularly in the case of materials that tend to "neck" into the grips, since pressure is maintained at all times. In cases where samples frequently fail at the edge of the grips, it may be advantageous to increase slightly the radius of curvature of the edges where the grips come in contact with the test area of the specimen.

5.1.4 *Drive Mechanism*—A drive mechanism for imparting to the movable member a uniform, controlled velocity with respect to the stationary member. The velocity shall be regulated as specified in Section 9.

5.1.5 *Load Indicator*—A suitable load-indicating mechanism capable of showing the total tensile load carried by the test specimen held by the grips. This mechanism shall be essentially free of inertial lag at the specified rate of testing (see Note 5). Unless a suitable extensometer is used (see 5.2), the motion of the weighing system shall not exceed 2% of the specimen extension within the range being measured. The load indicator shall determine the tensile load applied to the specimen with an accuracy of  $\pm 1\%$  of the indicated value, or better. The accuracy of the testing machine shall be verified in accordance with Practices E 4.

5.1.6 *Crosshead Extension Indicator*—A suitable extension-indicating mechanism capable of showing the amount of change in the separation of the grips, that is, crosshead movement. This mechanism shall be essentially free of inertial lag at the specified rate of testing (see Note 5) and shall indicate the crosshead movement with an accuracy of  $\pm 1\%$  of the indicated value, or better.

5.2 *Extensometer (Optional)*—A suitable instrument may, if desired, be used for determining the distance between two designated points on the test specimen as the specimen is stretched. This apparatus, if employed, shall be so designed as to minimize stress on the specimen at the contact points of the specimen and the instrument (see 8.3). It is desirable that this instrument automatically record the distance, or any change in it, as a function of the load on the test specimen or of the elapsed time from the start of the test, or both. If only the latter is obtained, load-time data must also be taken. This instrument must be essentially free of inertial lag at the specified speed of testing (see Note 5).

5.2.1 *Modulus of Elasticity and Low-Extension Measurements*—Extensometers used for modulus of elasticity and low-extension (less than 20 % elongation) measurements shall, at a minimum, be accurate to  $\pm 1\%$  and comply with the requirements set forth in Practice E 83 for a Class C instrument.

5.2.2 *High-Extension Measurements*—Instrumentation and measuring techniques used for high-extension (20 % elongation or greater) measurements shall be accurate to  $\pm 10\%$  of the indicated value, or better.

NOTE 5—A sufficiently high response speed in the indicating and recording system for the load and extension data is essential. The response speed required of the system will depend in part on the material tested (high or low elongation) and the rate of straining.

5.3 *Thickness Gage*—A dead-weight dial micrometer as prescribed in Method C of Test Methods D 5947, or an equivalent measuring device, reading to 0.0025 mm (0.0001 in.) or less.

5.4 *Width-Measuring Devices*—Suitable test scales or other width measuring devices capable of measuring 0.25 mm (0.010 in.) or less.

5.5 *Specimen Cutter*—For the apparatus and techniques for cutting film and sheeting used in this test method, refer to Practice D 6287.

5.5.1 Devices that use razor blades have proven especially suitable for materials having an elongation-at-fracture above 10 to 20 %.

5.5.2 The use of punch press or striking dies are not recommended because poor and inconsistent specimen edges may be produced.

## 6. Test Specimens

6.1 The test specimens shall consist of strips of uniform width and thickness at least 50 mm (2 in.) longer than the grip separation used.

6.2 The nominal width of the specimens shall be not less than 5.0 mm (0.20 in.) or greater than 25.4 mm (1.0 in.).

6.3 A width-thickness ratio of at least eight shall be used. Narrow specimens magnify effects of edge strains or flaws, or both.

6.4 The utmost care shall be exercised in cutting specimens to prevent nicks and tears which are likely to cause premature failures (Note 6). The edges shall be parallel to within 5 % of the width over the length of the specimen between the grips.

NOTE 6—Microscopical examination of specimens may be used to detect flaws due to sample or specimen preparation.

6.5 Wherever possible, the test specimens shall be selected so that thickness is uniform to within 10 % of the thickness over the length of the specimen between the grips in the case of materials 0.25 mm (0.010 in.) or less in thickness and to within 5 % in the case of materials greater than 0.25 mm (0.010 in.) in thickness but less than 1.00 mm (0.040 in.) in thickness.

NOTE 7—In cases where thickness variations are in excess of those recommended in 6.5, results may not be characteristic of the material under test.

6.6 If the material is suspected of being anisotropic, two sets of test specimens shall be prepared having their long axes respectively parallel with and normal to the suspected direction of anisotropy.

6.7 For tensile modulus of elasticity determinations, a specimen gage length of 250 mm (10 in.) shall be considered as standard. This length is used in order to minimize the effects of grip slippage on test results. When this length is not feasible, test sections as short as 100 mm (4 in.) may be used if it has been shown that results are not appreciably affected. However, the 250-mm gage length shall be used for referee purposes. The speed of testing of shorter specimens must be adjusted in order for the strain rate to be equivalent to that of the standard specimen.

NOTE 8—Two round robin tests<sup>4</sup> have shown that, for materials of less than 0.25-mm (10-mil) thickness, line grips padded on the round side with 1.0-mm (40-mil) blotting paper give the same results with a 100-mm test section as a 250-mm test section produces with flat-face grips.

NOTE 9—Excessive jaw slippage becomes increasingly difficult to overcome in cases where high modulus materials are tested in thicknesses greater than 0.25 mm (0.010 in.).

## 7. Conditioning

7.1 *Conditioning*—Condition the test specimens at  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  ( $73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$ ) and  $50 \pm 5\%$  relative humidity for not less than 40 h prior to test in accordance with Procedure A of Practice D 618 unless otherwise specified by contract or the relevant ASTM material specification. Reference pre-test conditioning, to settle disagreements, shall apply tolerances of  $\pm 1^\circ\text{C}$  ( $1.8^\circ\text{F}$ ) and  $\pm 2\%$  relative humidity.

7.2 *Test Conditions*—Conduct the tests at  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  ( $73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$ ) and  $50 \pm 5\%$  relative humidity unless otherwise specified by contract or the relevant ASTM material specification. Reference testing conditions, to settle disagreements, shall apply tolerances of  $\pm 1^\circ\text{C}$  ( $1.8^\circ\text{F}$ ) and  $\pm 2\%$  relative humidity.

## 8. Number of Test Specimens

8.1 In the case of isotropic materials, at least five specimens shall be tested from each sample.

8.2 In the case of anisotropic materials, at least ten specimens, five normal and five parallel with the principal axis of anisotropy, shall be tested from each sample.

8.3 Specimens that fail at some obvious flaw or that fail outside the gage length shall be discarded and retests made, unless such flaws or conditions constitute a variable whose effect is being studied. However, jaw breaks (failures at the grip contact point) are acceptable if it has been shown that results from such tests are in essential agreement with values obtained from breaks occurring within the gage length.

NOTE 10—In the case of some materials, examination of specimens, prior to and following testing, under crossed optical polarizers (polarizing films) provides a useful means of detecting flaws which may be, or are, responsible for premature failure.

<sup>4</sup> Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-1058.

### 9. Speed of Testing

9.1 The speed of testing is the rate of separation of the two members (or grips) of the testing machine when running idle (under no load). This rate of separation shall be maintained within 5% of the no-load value when running under full-capacity load.

9.2 The speed of testing shall be calculated from the required initial strain rate as specified in Table 1. The rate of grip separation may be determined for the purpose of these test methods from the initial strain rate as follows:

$$A = BC \quad (1)$$

where:

- A = rate of grip separation, mm (or in.)/min,
- B = initial distance between grips, mm (or in.), and
- C = initial strain rate, mm/mm-min (or in./in.-min).

9.3 The initial strain rate shall be as in Table 1 unless otherwise indicated by the specification for the material being tested.

Note 11—Results obtained at different initial strain rates are not comparable; consequently, where direct comparisons between materials in various elongation classes are required, a single initial strain rate should be used. For some materials it may be advisable to select the strain rates on the basis of percent elongation at yield.

9.4 In cases where conflicting material classification, as determined by percent elongation at break values, results in a choice of strain rates, the lower rate shall be used.

9.5 If modulus values are being determined, separate specimens shall be used whenever strain rates and specimen dimensions are not the same as those employed in the test for other tensile properties.

### 10. Procedure

10.1 Select a load range such that specimen failure occurs within its upper two thirds. A few trial runs may be necessary to select a proper combination of load range and specimen width.

10.2 Measure the cross-sectional area of the specimen at several points along its length. Measure the width to an accuracy of 0.25 mm (0.010 in.) or better. Measure the thickness to an accuracy of 0.0025 mm (0.0001 in.) or better for films less than 0.25 mm (0.010 in.) in thickness and to an accuracy of 1% or better for films greater than 0.25 mm (0.010 in.) but less than 1.0 mm (0.040 in.) in thickness.

10.3 Set the initial grip separation in accordance with Table 1.

10.4 Set the rate of grip separation to give the desired strain rate, based on the initial distance between the grips, in

accordance with Table 1. Zero the calibrated load weighing system, extension indicator(s) and recording system.

Note 12—Extensometers may be used for modulus of elasticity determinations with the expectation of obtaining more accurate values than may be obtained using grip separation as the effective gage length. Precautions should be taken to ensure that extensometer slippage and undue stressing of the specimen do not occur. Refer also to 6.7.

10.5 In cases where it is desired to measure a test section other than the total length between the grips, mark the ends of the desired test section with a soft, fine wax crayon or with ink. Do not scratch these marks onto the surface since such scratches may act as stress raisers and cause premature specimen failure. Extensometers may be used if available; in this case, the test section will be defined by the contact points of the extensometer.

Note 13—Measurement of a specific test section is necessary with some materials having high elongation. As the specimen elongates, the accompanying reduction in area results in a loosening of material at the inside edge of the grips. This reduction and loosening moves back into the grips as further elongation and reduction in area takes place. In effect, this causes problems similar to grip slippage, that is, exaggerates measured extension.

10.6 Place the test specimen in the grips of the testing machine, taking care to align the long axis of the specimen with an imaginary line joining the points of attachment of the grips to the machine. Tighten the grips evenly and firmly to the degree necessary to minimize slipping of the specimen during test.

10.7 Start the machine and record load versus extension.

10.7.1 When the total length between the grips is used as the test area, record load versus grip separation.

10.7.2 When a specific test area has been marked on the specimen, follow the displacement of the edge boundary lines with respect to each other with dividers or some other suitable device. If a load-extension curve is desired, plot various extensions versus corresponding loads sustained, as measured by the load indicator.

10.7.3 When an extensometer is used, record load versus extension of the test area measured by the extensometer.

10.8 If modulus values are being determined, select a load range and chart rate to produce a load-extension curve of between 30 and 60° to the X axis. For maximum accuracy, use the most sensitive load scale for which this condition can be met. The test may be discontinued when the load-extension curve deviates from linearity.

10.9 In the case of materials being evaluated for secant modulus, the test may be discontinued when the specified extension has been reached.

TABLE 1 Crosshead Speeds and Initial Grip Separation

Percent Elongation at Break	Initial Strain Rate, mm/mm-min (in./in.-min)	Initial Grip Separation		Rate of Grip Separation	
		mm	in.	mm/min	in./min
Modulus of Elasticity Determination					
	0.1	250	10	25	1.0
Determinations other than Elastic Modulus					
Less than 20	0.1	125	5	12.5	0.5
20 to 100	0.5	100	4	50	2.0
Greater than 100	10.0	50	2	500	20.0

10.10 If tensile energy to break is being determined, some provision must be made for integration of the stress-strain curve. This may be either an electronic integration during the test or a subsequent determination from the area of the finished stress-strain curve (see Annex A2).

## 11. Calculation

11.1 Toe compensation shall be made in accordance with Annex A1 unless it can be shown that the toe region of the curve is not due to the takeup of slack, seating of the specimen, or other artifact, but rather is an authentic material response.

11.2 *Breaking Factor* (nominal) shall be calculated by dividing the maximum load by the original minimum width of the specimen. The result shall be expressed in force per unit of width, usually newtons per metre (or pounds per inch) of width, and reported to three significant figures. The thickness of the film shall always be stated to the nearest 0.0025 mm (0.0001 in.).

*Example*—Breaking Factor = 1.75 kN/m (10.0 lbf/in.) of width for 0.1300-mm (0.0051-in.) thickness.

*Note 14*—This method of reporting is useful for very thin films (0.13 mm (0.005 in.) and less) for which breaking load may not be proportional to cross-sectional area and whose thickness may be difficult to determine with precision. Furthermore, films which are in effect laminar due to orientation, skin effects, nonuniform crystallinity, etc., have tensile properties disproportionate to cross-sectional area.

11.3 *Tensile Strength* (nominal) shall be calculated by dividing the maximum load by the original minimum cross-sectional area of the specimen. The result shall be expressed in force per unit area, usually megapascals (or pounds-force per square inch). This value shall be reported to three significant figures.

*Note 15*—When tear failure occurs, so indicate and calculate results based on load and elongation at which tear initiates, as reflected in the load-deformation curve.

11.4 *Tensile Strength at Break* (nominal) shall be calculated in the same way as the tensile strength except that the load at break shall be used in place of the maximum load (Note 15 and Note 16).

*Note 16*—In many cases tensile strength and tensile strength at break are identical.

11.5 *Percent Elongation at Break* shall be calculated by dividing the extension at the moment of rupture of the specimen by the initial gage length of the specimen and multiplying by 100. When gage marks or extensometers are used to define a specific test section, only this length shall be used in the calculation; otherwise the distance between the grips shall be used. The result shall be expressed in percent and reported to two significant figures (Note 15).

11.6 *Yield Strength*, where applicable, shall be calculated by dividing the load at the yield point by the original minimum cross-sectional area of the specimen. The result shall be expressed in force per unit area, usually megapascals (or pounds-force per square inch). This value shall be reported to three significant figures. Alternatively, for materials that exhibit Hookean behavior in the initial part of the curve, an offset yield strength may be obtained as described in the Appendix of Test

Method D 638. In this case the value should be given as “yield strength at —% offset.”

11.7 *Percent Elongation at Yield*, where applicable, shall be calculated by dividing the extension at the yield point by the initial gage length of specimen and multiplying by 100. When gage marks or extensometers are used to define a specific test section, only this length shall be used in the calculation. Before calculating, correct the extension for “toe compensation” as described in Annex A1. The results shall be expressed in percent and reported to two significant figures. When offset yield strength is used, the elongation at the offset yield strength may be calculated.

11.8 *Elastic Modulus* shall be calculated by drawing a tangent to the initial linear portion of the load-extension curve, selecting any point on this tangent, and dividing the tensile stress by the corresponding strain. Before calculating, correct the extension for “toe compensation” as described in Annex A1. For purposes of this determination, the tensile stress shall be calculated by dividing the load by the average original cross section of the test section. The result shall be expressed in force per unit area, usually megapascals (or pounds-force per square inch), and reported to three significant figures.

11.9 *Secant Modulus*, at a designated strain, shall be calculated by dividing the corresponding stress (nominal) by the designated strain. Elastic modulus values are preferable and shall be calculated whenever possible. However, for materials where no proportionality is evident, the secant value shall be calculated. Draw the tangent as directed in A1.3 and Fig. A1.2 of Annex A1, and mark off the designated strain from the yield point where the tangent line goes through zero stress. The stress to be used in the calculation is then determined by dividing the load at the designated strain on the load-extension curve by the original average cross-sectional area of the specimen.

11.10 *Tensile Energy to Break*, where applicable, shall be calculated by integrating the energy per unit volume under the stress-strain curve or by integrating the total energy absorbed and dividing it by the volume of the original gage region of the specimen. As indicated in Annex A2, this may be done directly during the test by an electronic integrator, or subsequently by computation from the area of the plotted curve. The result shall be expressed in energy per unit volume, usually in megajoules per cubic metre (or inch-pounds-force per cubic inch). This value shall be reported to two significant figures.

11.11 For each series of tests, the arithmetic mean of all values obtained shall be calculated to the proper number of significant figures.

11.12 The standard deviation (estimated) shall be calculated as follows and reported to two significant figures:

$$s = \sqrt{(\sum X^2 - n\bar{X}^2)/(n-1)} \quad (2)$$

where:

- $s$  = estimated standard deviation,
- $X$  = value of a single observation,
- $n$  = number of observations, and
- $\bar{X}$  = arithmetic mean of the set of observations.

## 12. Report

12.1 Report the following information:

12.1.1 Complete identification of the material tested, including type, source, manufacturer's code number, form, principal dimensions, previous history, and orientation of samples with respect to anisotropy (if any).

12.1.2 Method of preparing test specimens,

12.1.3 Thickness, width, and length of test specimens,

12.1.4 Number of specimens tested,

12.1.5 Strain rate employed,

12.1.6 Grip separation (initial),

were taken by five laboratories. The relative precision obtained in this interlaboratory study is in Table 2.

13.1.1 In deriving the estimates in Table 2, statistical outliers were not removed, in keeping with Practice E 691.<sup>9</sup>

13.1.2 The within-lab standard deviation of a mean value,  $S_{\bar{x}}$ , in each case was determined from the standard deviation,  $S_x$ , of the five individual specimens as follows:  $S_{\bar{x}} = S_x/(5)^{1/2}$ . The  $S_{\bar{x}}$  values were pooled among laboratories for a given material to obtain the within-lab standard deviation,  $S_x$ , of a

TABLE 2 Precision Data for Modulus

Material	Thickness, mils	Tangent Modulus			
		Average, $10^3$ psi	$S_x$ , $10^3$ psi	$S_{\bar{x}}$ , $10^3$ psi	$I_p$ , $10^3$ psi
LDPE	1.4	53.9	1.81	8.81	5.12
HDPE	1.6	191	5.47	16.2	15.5
PP	1.1	425	10.3	31.5	29.0
PET	0.9	672	13.8	55.5	39.1

Material	Thickness, mils	Secant Modulus			
		Average, $10^3$ psi	$S_x$ , $10^3$ psi	$S_{\bar{x}}$ , $10^3$ psi	$I_p$ , $10^3$ psi
LDPE	1.4	45.0	2.11	3.43	5.98
HDPE	1.6	150	3.29	9.58	9.30
PP	1.1	372	4.86	26.5	13.2
PET	0.9	640	10.0	27.5	28.4

12.1.7 Crosshead speed (rate of grip separation),

12.1.8 Gage length (if different from grip separation),

12.1.9 Type of grips used, including facing (if any),

12.1.10 Conditioning procedure (test conditions, temperature, and relative humidity if nonstandard),

12.1.11 Anomalous behavior such as tear failure and failure at a grip,

12.1.12 Average breaking factor and standard deviation,

12.1.13 Average tensile strength (nominal) and standard deviation,

12.1.14 Average tensile strength at break (nominal) and standard deviation,

12.1.15 Average percent elongation at break and standard deviation,

12.1.16 Where applicable, average tensile energy to break and standard deviation,

12.1.17 In the case of materials exhibiting "yield" phenomenon: average yield strength and standard deviation; and average percent elongation at yield and standard deviation,

12.1.18 For materials which do not exhibit a yield point: average —% offset yield strength and standard deviation; and average percent elongation at —% offset yield strength and standard deviation,

12.1.19 Average modulus of elasticity and standard deviation (if secant modulus is used, so indicate and report strain at which calculated), and

12.1.20 When an extensometer is employed, so indicate.

### 13. Precision and Bias

13.1 Two interlaboratory tests have been run for these tensile properties. The first was run for modulus only, in 1977, in which randomly drawn samples of four thin (~0.025 mm (0.001-in.)) materials were tested with five specimens in each laboratory. Elastic (tangent) modulus measurements were made by six laboratories, and secant (1%) modulus measure-

test result (mean of five specimens). See 13.3-13.3.2 for definitions of terms in the tables.

13.2 An interlaboratory test was run for all the other tensile properties except modulus in 1981, in which randomly drawn samples of six materials (one of these in three thicknesses) ranging in thickness from 0.019 to 0.178 mm (0.00075 to 0.007 in.) were tested in seven laboratories. A test result was defined as the mean of five specimen determinations. However, each laboratory tested eight specimens, and the  $S_{\bar{x}}$  was determined from  $S_{\bar{x}} = S_x/(5)^{1/2}$  as above. This was done to improve the quality of the statistics while maintaining their applicability to a five-specimen test result. The materials and their thicknesses are identified in Tables 3-7, each of which contain data for one of the following properties: tensile yield stress, yield elongation, tensile strength, tensile elongation at break, and tensile energy at break (see Note 17).<sup>10</sup>

Note 17—Subsequent to filing the research report, examination of the LDPE used in this study between crossed polarizers revealed lengthwise lines representing substantial widthwise variation in molecular orientation that probably was not successfully randomized out of the between-labs component of variance.

Note 18—Caution: The following explanations of  $I_p$  and  $I_{\bar{x}}$  (13.3-13.3.3) are only intended to present a meaningful way of considering the approximate precision of this test method. The data in Table 2 should not be rigorously applied to the acceptance or rejection of material, as those data are specific to the round robin and may not be representative of other lots, conditions, materials, or laboratories. Users of this test method should apply the principles outlined in Practice E 691 to generate data specific to their laboratory and materials, or between specific laboratories. The principles of 13.3-13.3.3 would then be valid for such data.

<sup>9</sup> Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-1084.

<sup>10</sup> Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-1101.

**TABLE 3 Precision Data for Yield Stress**

Material	Thickness, mils	Average, 10 <sup>3</sup> psi	(S) <sub>w</sub> <sup>a</sup> , 10 <sup>3</sup> psi	(S) <sub>B</sub> <sup>b</sup> , 10 <sup>3</sup> psi	(t) <sub>1</sub> <sup>c</sup> , 10 <sup>3</sup> psi	(t) <sub>18</sub> <sup>d</sup> , 10 <sup>3</sup> psi
LDPE	1.0	1.49	0.051	0.13	0.14	0.37
HDPE	1.0	4.33	0.084	0.18	0.24	0.44
PP	0.75	8.40	0.13	0.52	0.37	1.48
PC	4.0	8.59	0.072	0.29	0.20	0.82
CTA	5.3	11.4	0.12	0.50	0.34	1.43
PET	4.0	14.3	0.12	0.23	0.34	0.88
PET	2.5	14.4	0.14	0.54	0.40	1.52
PET	7.0	14.4	0.13	0.38	0.37	1.03

<sup>a</sup> S<sub>w</sub> is the within-laboratory standard deviation of the average.

<sup>b</sup> S<sub>B</sub> is the between-laboratories standard deviation of the average.

<sup>c</sup> t<sub>1</sub> = 2.83 S<sub>w</sub>.

<sup>d</sup> t<sub>18</sub> = 2.83 S<sub>B</sub>.

**TABLE 4 Precision Data for Yield Elongation**

Material	Thickness, mils	Average, %	(S) <sub>w</sub> <sup>a</sup> , %	(S) <sub>B</sub> <sup>b</sup> , %	(t) <sub>1</sub> <sup>c</sup> , %	(t) <sub>18</sub> <sup>d</sup> , %
PP	0.75	3.5	0.15	0.41	0.42	1.2
PET	2.5	5.2	0.26	0.82	0.74	2.8
PET	4.0	5.3	0.25	0.80	0.71	1.7
PET	7.0	5.4	0.14	1.05	0.40	3.0
CTA	5.3	5.4	0.19	0.99	0.54	2.8
PC	4.0	8.9	0.24	0.98	0.88	2.8
HDPE	1.0	8.8	0.32	1.82	0.91	5.2
LDPE	1.0	10.0	0.55	3.41	1.58	9.8

Note 1—See Table 3 for footnote explanation.

**TABLE 5 Precision Data for Tensile Strength**

Material	Thickness, mils	Average, 10 <sup>3</sup> psi	(S) <sub>w</sub> <sup>a</sup> , 10 <sup>3</sup> psi	(S) <sub>B</sub> <sup>b</sup> , 10 <sup>3</sup> psi	(t) <sub>1</sub> <sup>c</sup> , 10 <sup>3</sup> psi	(t) <sub>18</sub> <sup>d</sup> , 10 <sup>3</sup> psi
LDPE	1.0	3.42	0.14	0.53	0.40	1.5
HDPE	1.0	8.87	0.27	0.81	0.78	2.3
PC	4.0	12.0	0.34	0.93	0.98	2.8
CTA	5.3	14.8	0.20	1.37	0.57	3.9
PP	0.75	28.4	1.57	4.58	4.4	12.9
PET	4.0	28.9	0.85	1.27	1.8	3.8
PET	7.0	30.3	0.83	1.32	2.3	3.7
PET	2.5	30.8	1.22	2.84	3.4	7.5

Note 1—See Table 3 for footnote explanation.

**TABLE 6 Precision Data for Elongation at Break**

Material	Thickness, mils	Average, %	(S) <sub>w</sub> <sup>a</sup> , %	(S) <sub>B</sub> <sup>b</sup> , %	(t) <sub>1</sub> <sup>c</sup> , %	(t) <sub>18</sub> <sup>d</sup> , %
CTA	5.3	26.4	1.0	4.3	3	12
PP	0.75	57.8	4.4	12.7	12	38
PET	2.5	120	8.0	14.8	23	41
PET	7.0	132	5.8	10.8	16	30
PET	4.0	134	4.4	12.2	12	35
PC	4.0	155	5.4	17.1	15	48
LDPE	1.0	205	24.4	73.3	89	210
HDPE	1.0	570	28.0	91.7	74	280

Note 1—See Table 3 for footnote explanation.

13.3 For the purpose of compiling summary statistics, a test result has been defined to be the average of five replicate measurements of a property for a material in a laboratory, as specified in this test method. Summary statistics are given in Table 3. In each table, for the material indicated,  $S_w(r)$  is the pooled within-laboratory standard deviation of a test result,  $S_B(R)$  is the between-laboratory standard deviation of a test result, where  $r$  equals  $2.83 \times S_w(r)$  (see 13.3.1) and  $R$  equals  $2.83 \times S_B(R)$  (see 13.3.2).

13.3.1 *Repeatability, I<sub>r</sub>* (Comparing two test results for the same material, obtained by the same operator using the same equipment on the same day)—The two test results should be judged not equivalent if they differ by more than the  $I_r$  value for that material.

13.3.2 *Reproducibility, I<sub>R</sub>*—In comparing two mean values for the same material obtained by different operators using different equipment on different days, either in the same

TABLE 7 Precision Data for Tensile Energy to Break

Material	Thickness, mils	Average, $10^3$ in $R_{6.3}$	$(S)_m^2 \cdot 10^3$ in $R_{6.3}$	$(S_{ed})^2 \cdot 10^3$ in $R_{6.3}$	$(\sigma)_m^2 \cdot 10^3$ in $R_{6.3}$	$(\sigma_{ed})^2 \cdot 10^3$ in $R_{6.3}$
CTA	5.0	3.14	0.14	0.70	0.4	2.0
LDPE	1.0	5.55	0.84	2.47	2.4	7.0
PP	0.75	11.3	1.19	3.11	3.4	8.8
PC	4.0	12.9	0.59	1.55	1.7	4.4
HDPE	1.0	26.0	1.87	5.02	5.3	14.2
PET	2.5	26.1	2.13	4.20	6.0	11.9
PET	4.0	27.1	1.42	2.75	4.0	7.8
PET	7.0	28.4	1.71	2.72	4.8	7.7

NOTE 1—See Table 3 for footnote explanation.

laboratory or in different laboratories, the means should be judged not equivalent if they differ by more than the  $R$  value for that material.

13.3.3 Any judgment made in accordance with 13.3.1 and 13.3.2 would have an approximate 95 % (0.95) probability of being correct.

13.3.4 For further information, see Practice E 691.

13.4 *Bias*—The systematic error which contributes to the difference between a test result and a true (or reference) value.

There are no recognized standards on which to base an estimate of bias for these test methods.

#### 14. Keywords

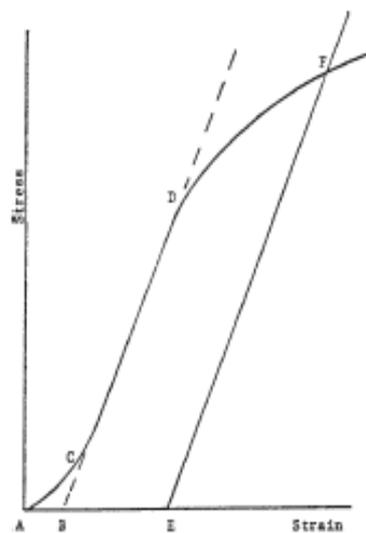
14.1 modulus of elasticity; plastic film; plastic sheeting; tensile properties; tensile strength; toughness; yield stress

### ANNEXES

#### (Mandatory Information)

#### A1. TOE COMPENSATION

A1.1 In a typical stress-strain curve (Fig. A1.1) there is a

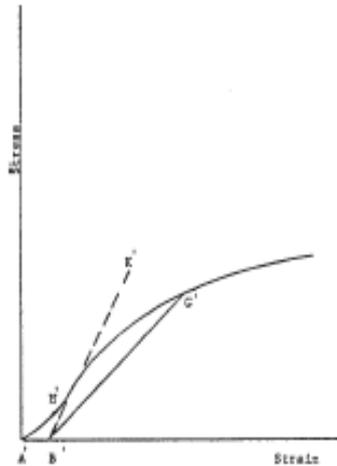


NOTE 1—Some chart recorders plot the mirror image of this graph.  
FIG. A1.1 Material with Hookean Region

toe region,  $AC$ , which does not represent a property of the material. It is an artifact caused by a takeup of slack, and alignment or seating of the specimen. In order to obtain correct values of such parameters as modulus, strain, and offset yield point, this artifact must be compensated for to give the corrected zero point on the strain or extension axis.

A1.2 In the case of a material exhibiting a region of Hookean (linear) behavior (Fig. A1.1), a continuation of the linear ( $CD$ ) region of the curve is constructed through the zero-stress axis. This intersection ( $B$ ) is the corrected zero-strain point from which all extensions or strains must be measured, including the yield offset ( $BE$ ), if applicable. The elastic modulus can be determined by dividing the stress at any point along the line  $CD$  (or its extension) by the strain at the same point (measured from point  $B$ , defined as zero-strain).

A1.3 In the case of a material that does not exhibit any linear region (Fig. A1.2), the same kind of toe correction of the zero-strain point can be made by constructing a tangent to the maximum slope at the inflection point ( $H'$ ). This is extended to intersect the strain axis at point  $B'$ , the corrected zero-strain point. Using point  $B'$  as zero strain, the stress at any point ( $G'$ ) on the curve can be divided by the strain at that point to obtain a secant modulus (slope of line  $B'G'$ ). For those materials with no linear region, any attempt to use the tangent through the inflection point as a basis for determination of an offset yield point may result in unacceptable error.



NOTE 1—Some chart recorders plot the mirror image of this graph.  
 FIG. A1.2 Material with No Hookean Region

**A2. DETERMINATION OF TENSILE ENERGY TO BREAK**

A2.1 Tensile energy to break (TEB) is defined by the area under the stress-strain curve, or

$$TEB = \int_0^{e_T} S de \tag{A2.1}$$

where  $S$  is the stress at any strain,  $e$ , and  $e_T$  is the strain at rupture. The value is in units of energy per unit volume of the specimen's initial gage region. TEB is most conveniently and accurately measured with a tension tester equipped with an integrator. The calculation is then:

$$TEB = \frac{IK}{(\text{mean caliper})(\text{specimen width})(\text{gage length})} \tag{A2.2}$$

where  $I$  is the integrator count reading and  $K$  is the maximum possible count per unit time for a constant full scale load. This whole calculation is typically done electronically. The results are best expressed in megajoules per cubic metre (or inch-pounds-force per cubic inch).

A2.2 Without an integrator, the area under the recorded stress-strain curve can be measured by planimeter, counting

squares, or weighing the cut-out curve. These techniques are time-consuming and likely to be less accurate, since the load scale on some chart paper is not in round-number dimensions. Moreover, if the curve coordinates are in terms of force and extension instead of stress and strain, the calculated energy, corresponding to the measured area, must be divided by the product of gage length, specimen width, and mean caliper:

$$TEB = \frac{(\text{curve area})(\text{force per unit chart scale})}{(\text{extension per unit chart travel})(\text{mean caliper})(\text{specimen width})(\text{gage length})} \tag{A2.3}$$

A2.3 For example, if the area under a force-extension curve is 60 000 mm<sup>2</sup>, the load coordinate is 2.0 N/mm of chart scale, the extension coordinate is 0.25 mm of extension per mm of chart travel, and the specimen dimensions are 0.1 mm caliper, 15 mm width and 100 mm gage length, then the calculation for tensile energy to break is:

$$TEB = \frac{(60\,000\text{ mm}^2)(2.0\text{ N/mm})(0.25 \times 10^{-3}\text{ m/mm})}{(0.1 \times 10^{-3}\text{ m})(15 \times 10^{-3}\text{ m})(100 \times 10^{-3}\text{ m})} \tag{A2.4}$$

TEB = 200 MJ/m<sup>3</sup>



D 882

## SUMMARY OF CHANGES

This section identifies the location of selected changes to this test method. For the convenience of the user, Committee D20 has highlighted those changes that may impact the use of this test method. This section may also include descriptions of the changes or reasons for the changes, or both.

*D 882 – 02:*

(1) Revised 7.1 and 7.2.

*D 882 – 01:*

(1) Section 5.5 rewritten.

(2) Note 6 deleted.

(3) Added Practice D 6287 to Referenced Documents section.

*D 882 – 00:*

(1) Added 11.1.

*D 882 – 97:*

(1) Note 3 rewritten and moved.

(2) ISO equivalency statement changed in Note 4.

(3) ISO reference changed in 2.2.

(4) Apparatus section (Section 5) rewritten.

(5) Table 1 deleted. Table 2 renumbered as Table 1.

(6) Sections 10.3 and 10.4 rewritten.

(7) Note 13 deleted. New Note 12 added.

*ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend if you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.*

*This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Bar Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2950, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9885 (phone), 610-832-9855 (fax), or [service@astm.org](mailto:service@astm.org) (e-mail); or through the ASTM website ([www.astm.org](http://www.astm.org)).*

## BIBLIOGRAFÍA

1. Messersmith P.; Giannelis E., Chem Mater, 1994, 6, 1719.
2. Wang Z.; Pinnavaia J., Chem Mater, 1998, 10, 1820.
3. Wang Z.; Lan T.; Pinnavaia J., Chem Mater, 1996, 8, 2200.
4. Lan T.; Pinnavaia J., Chem Mater, 1994, 6, 2216.
5. Lan T.; Kaviratna P; Pinnavaia J., Chem Mater, 1995, 7, 2144.
6. Shi H.; Lan T.; Pinnavaia T., Phys Chems Solid, 1996, 57, 1005.
7. Becker O.; Simon G., Epoxy Layered Silicate Nanocomposites, 2005, 179, 61.
8. Balakrishnan S.; Start P.R.; Raghvan D.; Hudson S.D.; The Influence of Clay and elastomer concentration on the morphomology and fracture energy of preformed acrylic rubber dispersed clay filled epoxy nanocomposites, Polymer, 2005, 46, 11255-11262.
9. Yang, G.; Fu S.Y.; Yang J.P.; Preparation and mechanical properties of modified epoxy resins with flexible diamines; Science Direct: Polymer, 2007, 48, 302-310.
10. Cedeno A.R; Sung C.S.P., Polymer, 2005, 46.

11. Ilavsky M., Bubenikova Z.; Bouchal K; Bouchal K.; Nedbal J.; Fahrlich J.  
Polymer Bull, 1999, 42, 465.
12. De Nograro FF, Llaro-Ponte R; Mondragón I., Polymer, 1996, 37, 1589.
13. Abeiga P.; Pérez J.; Tapia A.; Investigación de Organoarcillas a base de mezcla de aminas, Escuela Superior Politécnica del Litoral, Ecuador, 2011.
14. Quarmley J.; Rossi A.; Nanoclays; opportunities in Polymer compounds, Revista: Industrial Minerals, 2001, 400, 47-49, 52-53.
15. Aguilar E., Evaluación de pinturas Anticorrosivas de Nanocompuestos a base de Resinas Epóxicas y Nanoarcillas, Escuela Superior Politécnica del Litoral, 2006.
16. Online[[http://www.huntsman.com/performance\\_products/Media/Epoxy\\_Formulations\\_Using\\_JEFFAMINE%C2%AE\\_Polyetheramines.pdf](http://www.huntsman.com/performance_products/Media/Epoxy_Formulations_Using_JEFFAMINE%C2%AE_Polyetheramines.pdf)]
17. Kojima Y.; Usuki A.; Kawasumi M.; Journal of applied polymer science, 1993, 49, 1259.
18. Kornmann X.; Berglund L.; Giannelis E. P.; Polymer Engineering & Science, 1998, Vol. 38, 8, 1351.
19. Online [<http://www.instorm.com.ar/wa/glossary.aspx>]
20. Online[[ocw.uc3m.es/ciencia-e-oin/caracterizacion-de-materiales/practicas-2/practicas\\_de\\_DSC.pdf](http://ocw.uc3m.es/ciencia-e-oin/caracterizacion-de-materiales/practicas-2/practicas_de_DSC.pdf)]

21. Juanico, J.A., Síntesis y Caracterización de Nanofibras de Carbono para su Aplicación en la Adsorción de Gases Tóxicos; Universidad Autónoma Metropolitana, Ciudad de México, 2004
22. She Ch, Springer GS, Moisture absorption and desorption of composite materials, J Compas Mater, 1976, 10, 2-20.
23. Pinzón N; Espinosa A.; Perilla J.; Hernández E.; Katime I.; Modelamiento del hinchamiento y Difusión de Solutos en Hidrogeles, Revista Iberoamericana de Polímeros, 2002, Vol. 3, 2.
24. Shan L.; Verghese K.; Robertson C.; Reifsnider K., Effect of Network Structure of Epoxy DGEBA-Poly(oxypropylene) diamines on Tensile Behavior, Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics, 1999, Vol. 37, 2815-2819.