

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL**

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

“Estudio de la Relación Estructura – Propiedades de Barrera en  
Nanocompuestos a base de Resinas Epóxicas y Arcillas”

**TESIS DE GRADO**

Previo a la obtención del Título de:

**INGENIERO MECÁNICO**

Presentada por:

Luis Guillermo Baquerizo Ibarra

**GUAYAQUIL – ECUADOR**

**Año: 2008**

## **AGRADECIMIENTO**

Al Ing. Andrés Rigaíl C., por su invaluable guía y consejo durante la elaboración de este trabajo. Al Ing. Antonio Vasconcellos y a Pintuco, por su interés, colaboración y donación de la materia prima utilizada. Al Ing. Rodrigo Perugachi, por su ayuda y asesoramiento. A la Universidad del Azuay por facilitarnos sus equipos de TGA y FTIR. A la empresa Mabe, por el préstamo de su equipo de rayado de película.

## **DEDICATORIA**

A Dios, por permitirme alcanzar esta meta en mi vida.

A mis padres, mi hermana y mi familia, por brindarme siempre su apoyo para la culminación de mis estudios.

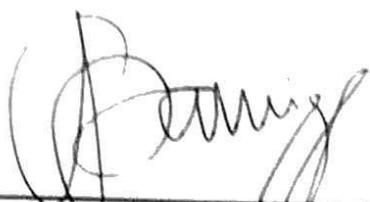
A mi abuelita Liduina y a mi padre Guillermo, por ser fuente de inspiración.

A mis amigos, por estar conmigo en todo momento.

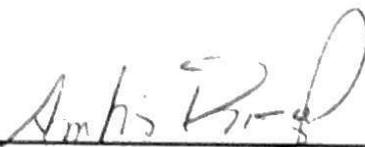
ESTADO

RT-1

## TRIBUNAL DE GRADUACION



Dr. Alfredo Bartiga R.  
DELEGADO DECANO FIMCP  
PRESIDENTE



Ing. Andrés Rigall C.  
DIRECTOR DE TESIS



Ing. Rodrigo Perugachi B.  
VOCAL



Ing. Antonio Vasconcellos. I.  
VOCAL



BIBLIOTECA "GONZALO ZEVALLOS G."  
F. I. M. C. P.

BIBLIOTECA "GONZALO ZEVALLOS G."  
F. I. M. C. P.

## DECLARACIÓN EXPRESA

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



BIBLIOTECA "GONZALO ZEVALLOS G."  
F. I. M. C. P.

(Reglamento de Graduación de la ESPOL).

Luis Guillermo Baquerizo Ibarra

## RESUMEN

En los últimos años se han desarrollado numerosos avances en lo que respecta a recubrimientos protectores, con el fin de mejorar sus propiedades físicas y químicas tales como características mecánicas, térmicas, anticorrosivas y resistencia a diversas sustancias. Este objetivo se ha logrado mediante la inserción de refuerzos a la matriz polimérica, lo cual ha sido motivo de estudios e investigaciones durante las últimas dos décadas.

En nuestro país existen grandes posibilidades de desarrollo de este tipo de recubrimientos, debido a la alta humedad y temperatura existentes especialmente en regiones como la costa ecuatoriana, dando como consecuencia que estructuras y partes metálicas se corroan con mayor rapidez.

El objetivo de la presente tesis es determinar los efectos de diferentes proporciones de nanoarcillas en el curado, propiedades físicas y térmicas de un Nanocompuesto epóxico-poliámida-arcilla comparado con un sistema convencional epóxico-poliámida. Adicionalmente, se comprobará la funcionalidad de las nanoarcillas desarrolladas localmente y su aplicación

cuando se adicionan a sistemas epóxicos curados con poliamidas a condicionales de curado locales.

El presente trabajo desarrolla la elaboración de Nanocompuestos a base de resinas epóxicas curadas con poliamidas, reforzadas con 2 tipos de nanoarcillas tipo montmorillonita tratadas con sales de Alkylamonium, la primera importada y la segunda elaborada en el Laboratorio de Materiales de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción (FIMCP) con arcillas obtenidas del Grupo Ancón. Se fabricarán mezclas con tres porcentajes de nanoarcillas: 1, 5 y 10%. Posteriormente se evaluarán sus propiedades físicas tales como absorción de agua y transferencia de vapor de agua, dureza y propiedades térmicas mediante Análisis Termogravimétrico (TGA). Se analizará los cambios en la estructura molecular mediante Espectrografía Infrarroja por Transformadas de Fourier (FTIR).

Con este estudio se espera conocer las concentraciones óptimas de nanoarcillas, tanto locales como importadas, para mejorar las propiedades finales de los recubrimientos. Además se espera que estas propiedades se incrementen a medida que aumenta la concentración de nanoarcillas y el grado de dispersión de estas.

## INDICE GENERAL

	Pág.
RESUMEN .....	II
INDICE GENERAL .....	IV
ABREVIATURAS .....	VIII
SIMBOLOGÍA .....	IX
ÍNDICE DE FIGURAS.....	X
ÍNDICE DE TABLAS.....	XV
INTRODUCCIÓN.....	1

### **CAPITULO 1.**

<b>1. DESCRIPCIÓN GENERAL.....</b>	<b>3</b>
1.1 Objetivos de la Tesis.....	4
1.1.1 Objetivo General.....	5
1.1.2 Objetivos Específicos.....	5
1.2 Antecedentes.....	6

### **CAPITULO 2.**

<b>2. NANOCOMPUESTOS DE RESINAS EPOXICAS Y ARCILLAS.....</b>	<b>8</b>
2.1 Descripción de Resinas Epóxicas.....	8
2.1.1 Propiedades Físicas y Químicas de las Resinas Epóxicas.....	13

2.1.2	Aplicaciones de las Resinas Epóxicas.....	15
2.2	Descripción de Agentes de Curado.....	17
2.2.1.	Descripción de Aminas.....	19
2.2.1.1.	Poliaminas.....	19
2.2.1.2.	Aminas aromáticas.....	20
2.2.1.3.	Aminas convertida.....	20
2.3	Descripción de Nanoarcillas.....	22
2.3.1.	Propiedades Físicas y Químicas de las Nanoarcillas.....	26
2.3.2.	Aplicaciones de las Nanoarcillas.....	27
2.4	Nanocompuestos de Resinas epóxicas y Arcillas.....	28
2.4.1	Reacciones de Curado de Epóxicos-aminas.....	31
2.4.1.1	Diagrama de curado Isotérmico Tiempo- Temperatura – Transformación (TTT) de Resinas epóxicas.....	33
2.4.2	Propiedades Físicas y Químicas de los Nanocompuestos de Resinas Epóxicas y Arcillas.....	35
2.5	Caracterización de Polímeros y Nanocompuestos.....	39
2.5.1	Espectroscopia Infrarroja por Transformadas de Fourier (FTIR).....	39
2.5.2	Análisis Termogravimétrico (TGA).....	44
2.6	Aplicaciones y Ventajas de los Nanocompuestos de Resinas Epóxicas -Arcillas vs. Compuestos tradicionales.....	47

## **CAPITULO 3.**

### **3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL**

3.1 Descripción de Materiales y reactivos.....	49
3.2 Equipos y accesorios a utilizar.....	60
3.3 Procedimiento para obtención de Nanocompuestos de Resina Epóxica y Arcillas.....	64
3.4 Diferentes estructuras de Nanocompuestos a realizar.....	75
3.5 Ensayos y Pruebas a realizarse.....	75
3.5.1 Método para producir probetas para ensayos .....	76
3.5.2 Análisis Termogravimétrico (TGA).....	77
3.5.3 Análisis de Espectroscopía infrarroja por transformadas de Fourier (FTIR).....	78
3.5.4 Ensayo de absorción de agua según Norma ASTM D-570.....	80
3.5.5 Ensayo de absorción y difusión de Humedad según Norma ASTM 5229.....	86
3.5.6 Ensayo de transmisión de vapor de agua según Norma ASTM D-1653.....	87
3.5.7 Determinación de la dureza de película. Método del Lápiz según Norma INEN 1001.....	92

**CAPITULO 4.**

<b>4. DISCUSIÓN Y RESULTADOS</b> .....	94
4.1 Método para producir probetas para ensayos .....	94
4.2 Análisis Termogravimétrico (TGA).....	95
4.3 Análisis FTIR.....	102
4.4 Ensayo de absorción de agua según Norma ASTM D-570.....	111
4.5 Ensayo de absorción y difusión de humedad según Norma ASTM 5229.....	130
4.6 Ensayo de transmisión de vapor de agua según Norma ASTM D-1653 y cálculo de Permeabilidad.....	151
4.7 Determinación de la dureza de película. Método del lápiz según Norma INEN 1001.....	159
4.8 Análisis comparativo para diferentes cantidades.....	160

**CAPITULO 5.**

<b>5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES</b> .....	163
5.1 Conclusiones.....	163
5.2 Recomendaciones.....	165

**APÉNDICES****BIBLIOGRAFÍA**

## ABREVIATURAS

FTIR	Fourier Transform Infrared
μm	Micrómetro
cm	Centímetro
Comp	Compuesto
cps	Centipoise
CT	Compuesto Tradicional Epóxico-Poliámida
D	Difusividad
DGBA	Diglicil éter de Bisfenol A
gel	Fracción insoluble
gr	Gramo
kPa	Kilo Pascal
m	Metro
mg	Miligramo
min	Minuto
mm	Milímetro
mmHg	Milímetro de Mercurio
NCA	Nanocompuestos Epóxico-Poliámida-Cloisite30B
NCA1	Nanocompuesto Epóxico-Poliámida-1% Cloisite30B
NCA2	Nanocompuesto Epóxico-Poliámida-5% Cloisite30B
NCA3	Nanocompuesto Epóxico-Poliámida-10% Cloisite30B
NCB	Nanocompuestos Epóxico-Poliámida-NanoEspol
NCB2	Nanocompuesto Epóxico-Poliámida-5% NanoEspol
NCB3	Nanocompuesto Epóxico-Poliámida-10% NanoEspol
NCB4	Nanocompuesto Epóxico-Poliámida-1% NanoEspol
PE	Polietileno
phr	Parts per hundred of resin
PS	Poliestireno
s	Segundo
sol	Fracción soluble
Td	Temperatura de Degradación
Tg	Temperatura de Transición Vítrea
Tg <sup>∞</sup>	Temperatura de Transición Vítrea Máxima
TGA	Thermogravimetry Analysis
Tgo	Temperatura de Transición Vítrea Inicial
TTT	Diagrama de curado Tiempo-Temperatura-Transformación
WVTR	Water Vapor Transmission

## SIMBOLOGÍA

A	Área
°C	grado Centígrado
h	Espesor probetas
$M_{\infty}$	Masa absorbida máxima
$M_t$	Masa absorbida en tiempo t
OH	Grupo Hidroxilo
Q	Peso ganado del desecante
t	Tiempo
$\lambda$	Longitud de onda

## ÍNDICE DE FIGURAS

	Pag.
Figura 2.1	Estructura química base de un grupo epoxi..... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.2	Reacción entre el bisfenol a y la epiclohidrina para formar una resina epóxica. <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.3	Resina epóxica de cadena larga y peso molecular grande..... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.4	Comparación de las propiedades de agentes de curado de aminas. <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.5	División de las esmectitas ..... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.6	Estructura tipo 2:1 de la montmorillonita..... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.7	Fuerza de van der waals en la galería de la montmorillonita ..... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.8	Intercambio catiónico de iones de sodio por iones de alquilamonio en arcilla sódica <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.9	Imágenes TEM de un nanocompuesto epóxico-arcilla intercalado <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.10	Imágenes TEM de un nanocompuesto epóxico-arcilla intercalado-exfoliado. <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.11	Reacciones de curado epoxi – amina <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.12	Diagrama de curado isotérmico tiempo-temperatura-transformación (TTT) de un termoestable ..... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.13	Camino tortuoso de los gases a través de un film de nanocompuesto. .... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.14	Ganancia de peso de desecante en test de permeación de humedad para tres muestras con 0, 3 y 5% de cloisite 20A <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.15	Variación de la permeabilidad de vapor de agua y la absorción de humedad de nanocompuestos epóxicos con respecto a la concentración de nanoarcilla ..... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.16	Variación del esfuerzo de tensión y módulo de tensión con respecto al contenido de nanoarcillas. .... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>

Figura 2.17	Rangos de frecuencia ..... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.18	Diagrama esquemático de un espectrómetro ..... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.19	Modelo unidimensional de dos átomos unidos por un muelle de Hooke. <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.20	Diagrama esquemático de una termobalanza..... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 2.21	TGA de nanocompuestos epóxicos-arcilla..... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.1	Resina epóxica Andepox 954..... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.2	Agente curador Versamid 115I73 <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.3	Estructura química de la nanoarcilla cloisite 30b (donde t es el cebo: tallow. <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.4	Nanoarcilla cloisite 30B. .... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.5	Nanoarcilla nanoespol. .... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.6	Desecante silica gel. <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.7	Cloruro de potasio ... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.8	Paneles de acero rolado en frío. <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.9	Lámina de polietileno ..... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.10	Parafina de uso histológico. .... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.11	Matraz kitasato. .... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.12	Higrómetro digital. ... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.13	Balanza analítica digital..... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.14	Agitador magnético.. <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.15	Recipiente metálico para almacenar muestras..... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.16	Selladora de polímeros. .... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.17	Aplicador de película de pintura. <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.18	Estufa digital ..... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>
Figura 3.19	Secuencia en el procedimiento de fabricación y aplicación del compuesto tradicional epóxico - poliamida. .... <b>¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.</b>

- Figura 3.20 Secuencia en el procedimiento de fabricación y aplicación de los nanocompuestos. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO**
- Figura 3.21 Aplicación de las mezclas sobre placa de acero y sobre lámina de polietileno. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO**
- Figura 3.22 Caja para almacenar muestras aplicadas sobre láminas de polietileno y sobre placas de acero. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO**
- Figura 3.23 Termobalanza Linseis L81-II ..... **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 3.24 A la izquierda muestra pesada previo a ensayo. a la derecha muestra carbonizada al final del ensayo ..... **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 3.25 Equipo Thermo Scientific Nicolet IR100..... **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 3.26 Esquema de radiación infrarroja a través de un film y montaje en equipo. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 3.27 Muestras en agua destilada y obtención de su peso ..... **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 3.28 Curva de absorción de agua de nanocompuestos de resina epóxica con diferentes concentraciones de nanoarcillas. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 3.29 Probetas en estructura de plástico y recipientes en estufa..... **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 3.30 Ensayo de transmisión de vapor de agua (método de Pouch).. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 3.31 Prueba de dureza al lápiz inen 1001. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.1 TGA de los nanocompuestos fabricados con cloisite 30B ..... **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.2 TGA de los nanocompuestos fabricados con nanoespol ..... **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.3 TGA de los nanocompuestos fabricados. obtención de la temperatura de degradación Td **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.4 TGA de los nanocompuestos fabricados con 1% de cloisite 30B y nanoespol **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.5 TGA de los nanocompuestos fabricados con 5% de cloisite 30B y nanoespol **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.6 TGA de los nanocompuestos fabricados con 10% de cloisite 30B y nanoespol **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.7 Espectroscopía FT-IR de nanoarcilla cloisite 30B y nanoespol con picos característicos **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.8 Espectroscopía FT-IR de compuesto tradicional CT con picos característicos **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.9 Espectroscopía FT-IR de nanoarcilla cloisite 30b, CT, NCA1, NCA2, NCA3. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**

- Figura 4.10 Espectroscopía FT-IR (absorbancia) de CT, NCA1, NCA2, NCA3 superpuestos. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.11 Espectroscopía FT-IR de CT, NCA1, NCA2, NCA3 superpuestos entre  $400\text{ cm}^{-1} - 650\text{ cm}^{-1}$ . **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.12 Espectroscopía FT-IR de nanoarcilla nanoespol, CT, NCB1, NCB2, NCB3. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.13 Espectroscopía ft-ir (absorbancia) de ct, ncb1, ncb2, ncb3 superpuestos. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.14 Espectroscopía FT-IR de CT, NCB1, NCB2, NCB3 superpuestos entre  $400\text{ cm}^{-1} - 710\text{ cm}^{-1}$ . **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.15 Gráfico de absorción de agua (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para CT. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.16 Gráfico  $M_t/M_\infty$  versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para CT. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.17 Gráfico de absorción de agua (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCA1 ..... **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.18 Gráfico  $M_t/M_\infty$  versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCA1. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.19 Gráfico de absorción de agua (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCA2. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.20 Gráfico  $M_t/M_\infty$  versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCA2. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.21 Gráfico de absorción de agua (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCA3. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.22 Gráfico  $M_t/M_\infty$  versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCA3. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.23 Gráfico de absorción de agua (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCB1. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.24 Gráfico  $M_t/M_\infty$  versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para ncb1. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.25 Gráfico de absorción de agua (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCB2. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.26 Gráfico  $M_t/M_\infty$  versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCB2. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.27 Gráfico de absorción de agua (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCB3. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**

- Figura 4.28 Gráfico  $mt/m^\infty$  versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCB3. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.29 Gráfico de absorción de agua (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) de CT, NCA1, NCA2 y NCA3 ..... **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.30 Gráfico de absorción de agua (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) de CT, NCB1, NCB2 y NCB3 ..... **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.31 Gráfico de difusividad de agua versus porcentaje de nanoarcilla ..... **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.32 Gráfico de absorción de humedad (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para CT. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.33 Gráfico  $mt/m^\infty$  versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para ct. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.34 Gráfico de absorción de humedad (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCA1. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.35 Gráfico  $mt/m^\infty$  versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCA1. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.36 Gráfico de absorción de humedad (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCA2. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.37 Gráfico  $Mt/M^\infty$  versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCA2. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.38 Gráfico de absorción de humedad (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCA3. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.39 Gráfico  $Mt/M^\infty$  versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCA3. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.40 Gráfico de absorción de humedad (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCB1. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.41 Gráfico  $Mt/M^\infty$  versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCB1. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.42 Gráfico de absorción de humedad (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCB2. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.43 Gráfico  $Mt/M^\infty$  versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCB2. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**
- Figura 4.44 Gráfico de absorción de humedad (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCB3. **¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.**

Figura 4.45	Gráfico $M_t/M_\infty$ versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) por espesor de probeta (mm) para NCB3. ¡ERROR! MARCADOR NO
Figura 4.46	Gráfico de absorción de humedad (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) de CT, NCA1, NCA2 y NCA3..... ¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
Figura 4.47	Gráfico de absorción de humedad (%) versus raíz cuadrada del tiempo ( $s^{1/2}$ ) de CT, NCB1, NCB2 y NCB3..... ¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
Figura 4.48	Gráfico de difusividad de humedad versus porcentaje de nanoarcilla ¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
Figura 4.49	Gráfico peso ganado (g) versus tiempo (hrs) de CT ¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
Figura 4.50	Gráfico peso ganado (g) versus tiempo (hrs) de NCA1 ..... ¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
Figura 4.51	Gráfico peso ganado (g) versus tiempo (hrs) de NCA2 ..... ¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
Figura 4.52	Gráfico peso ganado (g) versus tiempo (hrs) de NCA3 ..... ¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
Figura 4.53	Gráfico peso ganado (g) versus tiempo (hrs) de NCB1 ..... ¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
Figura 4.54	Gráfico peso ganado (g) versus tiempo (hrs) de NCB2 ..... ¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
Figura 4.55	Gráfico peso ganado (g) versus tiempo (hrs) de NCB3 ..... ¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
Figura 4.56	Gráfico permeabilidad versus porcentaje de nanoarcilla ..... ¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
Figura 4.57	Comparación entre propiedades de barrera. gráfico radial. .... ¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.
Figura 4.58	Comparación entre propiedades de barrera. gráfico en columnas ¡ERROR! MARCADOR NO DEFINIDO.

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1	Relación entre el peso molecular, el peso equivalente de epoxi, el punto de fusión y el valor de n. ....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 2	Datos compuesto tradicional ct.....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 3	Datos nanocompuesto NCA1	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 4	<b>¡Error! Marcador no definido.</b> ..... Datos nanocompuesto NCA2	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 5	Datos nanocompuesto NCA3	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 6	Datos nanocompuesto NCB1	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 7	Datos nanocompuesto NCB2	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 8	Datos nanocompuesto NCB3	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 9	Absorción de agua y difusión de nanocompuesto de resina epóxica con diferentes concentraciones de nanoarcillas.	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 10	Temperatura de degradación Td de los diferentes compuestos .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 11	Datos obtenidos de los espectros de la nanoarcilla nanoespol .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 12	Datos obtenidos de los espectros de la nanoarcilla cloisite 30B.....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 13	Datos obtenidos del espectro del compuesto tradicional CT .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 14	Espesor de las probetas.....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 15	Datos y resultados de compuesto tradicional CT .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 16	Datos y resultados de nanocompuesto NCA1 .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 17	Datos y resultados de nanocompuesto NCA2 .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 18	Datos y resultados de nanocompuesto NCA3 .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 19	Datos y resultados de nanocompuesto NCB1.....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 20	Datos y resultados de nanocompuesto NCB2. ....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 21	Datos y resultados de nanocompuesto NCB3 .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 22	Absorción de agua máxima (%) y relativa de los compuestos elaborados .....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 23	Difusividad promedio de los compuestos elaborados..	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
Tabla 24	Datos y resultados de compuesto CT. ...	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>

Tabla 25	Datos y resultados de compuesto NCA1 ...	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 26	Datos y resultados de compuesto NCA2 ...	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 27	Datos y resultados de compuesto NCA3 ...	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 28	Datos y resultados de compuesto NCB1 ...	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 29	Datos y resultados de compuesto NCB2 ...	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 30	Datos y resultados de compuesto NCB3 ...	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 31	Absorción de humedad máxima (%) y relativa de los compuestos elaborados .....	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 32	Difusividad promedio de los compuestos elaborados..	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 33	Absorción de vapor de agua en los Pouch (en gramos).....	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 34	WVTR, permeación, permeabilidad de los nanocompuestos NCA. ....	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 35	Absorción de vapor de agua en los Pouch (en gramos).....	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 36	WVTR, permeación, permeabilidad de los nanocompuestos NCB. ....	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 37	Permeabilidad promedio y relativa .....	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 38	Valores de dureza al lápiz. ....	¡Error! Marcador no definido.

## INTRODUCCIÓN

La inserción de refuerzos minerales en matrices poliméricas se ha desarrollado durante las últimas décadas, con el fin de mejorar sus propiedades mecánicas. Es así que surge el uso de un nuevo material llamado Nanocompuesto, en los cuales los refuerzos son dispersados a escala nanomolecular, mientras que los refuerzos en los Compuestos son dispersados solo a escala micrométrica.

El presente trabajo se desarrolla en base a la elaboración de Nanocompuestos de resinas epóxicas, reforzadas con Nanoarcillas tipo montmorillonita tratadas con sales de alkylamonium. Lo que se busca es determinar la proporción correcta de nanoarcillas en una matriz epóxica, con el fin de maximizar su estabilidad térmica y mejorar sus propiedades de

barrera, lo cual es indispensable para producir recubrimientos que sean más resistentes contra la corrosión.

Sabemos que las nanoarcillas mejoran las propiedades de barrera, pero solo cuando se encuentran correctamente dispersas. Se espera encontrar la variación de esta propiedad al trabajar con tres concentraciones diferentes de nanoarcillas.

Para elaborar los Nanocompuestos seguimos los procedimientos desarrollados en investigaciones anteriores. Además se utilizarán dos tipos de nanoarcillas, una local y otra importada. Las propiedades serán determinadas de la siguiente forma:

- Estabilidad térmica mediante TGA
- Estructura molecular mediante FT-IR.
- Propiedades de barrera mediante ensayos de Absorción de agua (ASTM D-570), Absorción de humedad (ASTM 5229) y Transmisión de vapor de agua (ASTM D-1653).
- Dureza de película mediante el método del lápiz (INEN 1001).

Las nanoarcillas pueden mejorar en gran medida las propiedades finales de recubrimientos epóxicos, los cuáles son muy utilizados principalmente como protectores contra la corrosión de superficies metálicas. Adicionalmente, el

uso de este tipo de refuerzo puede ser una alternativa de bajo costo, ya que se necesitan proporciones muy bajas para lograr las mejoras deseadas.

# CAPÍTULO 1

## 1. DESCRIPCIÓN GENERAL

Las nanoarcillas son utilizadas como refuerzo no sólo con polímeros termoestables como son las resinas epóxicas, sino también con termoplásticos como el polietileno, sobre todo en la fabricación de films y fundas para uso alimenticio y embalaje.

El presente trabajo investigativo se basa en la elaboración de Nanocompuestos de Resinas epóxicas con refuerzos de Nanoarcillas. En este tipo de materiales compuestos el relleno se dispersa a escala nanométrica ( $10^{-9}$  m). Debido a que su proporción del aspecto o Aspect Ratio (L/D) es muy grande, se produce una saturación del compuesto con pequeñas cargas de nanoarcillas. Esta es una ventaja muy importante frente a Compuestos con refuerzos dispersos a escala micrométrica, ya que se disminuyen efectos indeseables como son

densidades altas, excesiva dureza con carácter quebradizo y pérdida de claridad.

### **1.1 Objetivos de la Tesis**

La investigación de los Nanocompuestos se ha desarrollado por más de 10 años, siendo los pioneros los Ingenieros de Toyota con la elaboración de Nanocompuestos de Nylon-6 y Arcillas (14). Desde entonces la investigación de este tipo de materiales compuestos ha sido tema de estudio debido a las características que poseen comparado con compuestos tradicionales, es decir, sin ningún tipo de refuerzos.

Este tipo de tecnología ha sido ampliamente estudiado en países desarrollados. Lo que se busca con este trabajo es impulsar la investigación de los Nanocompuestos en el área de recubrimientos protectores, que tienen un potencial muy grande en nuestro país, debido al clima húmedo de nuestro territorio, y a que poseemos yacimientos con materia prima para la fabricación de Nanoarcillas (16).

### **1.1.1 Objetivo general de la Tesis**

Desarrollar Nanocompuestos a base de resinas epóxicas y arcillas a tres concentraciones diferentes, utilizando dos tipos de Nanoarcillas tipo montmorillonita tratadas con sales de Alkilamonio, la primera importada (Cloisite 30B) y la segunda elaborada en el Laboratorio de Materiales de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción (FIMCP), a la que hemos llamado NanoEspol, para encontrar las concentraciones óptimas de organoarcillas con el fin de mejorar las propiedades finales.

### **1.1.2 Objetivos específicos de la Tesis**

- Determinar las propiedades de barrera de los Nanocompuestos.
- Determinar su estabilidad térmica.
- Determinar la dureza de película de las diferentes muestras.
- Evaluar la estructura molecular de las muestras.

- Realizar un análisis comparativo entre los Nanocompuestos fabricados con ambas Nanoarcillas y el compuesto tradicional sin refuerzo.
- Comprobar la funcionalidad de las Nanoarcillas desarrolladas localmente.

## 1.2 Antecedentes

El campo de aplicación de las nanoarcillas es muy variado, ya que se pueden utilizar tanto como refuerzo en polímeros termoestables en recubrimientos anticorrosivos como en termoplásticos en la fabricación de fundas y materiales de embalaje.

El uso de Nanoarcillas como refuerzo de matrices epóxicas ha sido ampliamente estudiado durante los últimos años, demostrando su funcionalidad en el incremento de propiedades como disminución de absorción de agua (1), estabilidad térmica (5), resistencia a la corrosión (2) y características mecánicas (13). Las nanoarcillas utilizadas son tipo montmorillonita tratadas con sales de alquilamonio, las cuales son las más utilizadas para la fabricación de Nanocompuestos.

En el país existen varias industrias dedicadas a la fabricación de pinturas. Uno de los principales recubrimientos protectores utilizados son las pinturas epóxicas, gracias a sus características de barrera, estabilidad térmica y resistencia a sustancias químicas como ácidos y bases. La materia prima para la realización de estas pinturas son resinas epóxicas y agentes de curado de diversos tipos, los cuales son importados, ya que nuestro país no cuenta con industria petroquímica para la elaboración de dichos productos.

El ambiente salino en las costas ecuatorianas acelera la corrosión en las estructuras y partes metálicas, además las precipitaciones son muy frecuentes en otras regiones del país. Debido a la agresividad del clima en nuestro territorio, el campo de aplicación para el desarrollo de pinturas anticorrosivas es muy grande. Cada vez es mayor la demanda de este tipo de pinturas, por lo cual es muy importante desarrollar recubrimientos con mejores propiedades físicas, lo cual es el objetivo principal de esta tesis.

# CAPÍTULO 2

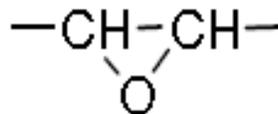
## 2. NANOCOMPUESTOS DE RESINAS EPOXICAS Y NANOARCILLAS

### 2.1 Descripción de Resinas Epóxicas.

La primera producción de resinas epóxicas ocurrió simultáneamente en Europa y Estados Unidos a finales de los años 30 e inicios de los 40. Las resinas epóxicas son un tipo de polímeros termoestables usados extensivamente en aplicaciones estructurales y en compuestos (composites), debido a que ofrecen una combinación única de propiedades que no poseen otros termoestables, tales como alta resistencia, rigidez, bajo encogimiento, excelente adhesión a varios sustratos, aislamiento eléctrico, resistencia a químicos y solventes y baja toxicidad. Son químicamente compatibles con muchos tipos de superficie y tienen gran capacidad humectante, por lo que son muy usados en aplicaciones de

revestimientos y composites. También son utilizados en adhesivos, moldeo de materiales, encapsulamiento y aglutinantes (10).

El término Resina Epóxica describe una clase de polímero termoestable en el cual el entrecruzamiento primario ocurre debido a la reacción de un grupo epoxi. En general, es una molécula que contiene un anillo de tres miembros, que consisten en un oxígeno y dos carbonos (Figura 2.1). Mientras que la presencia de este grupo funcional define una molécula como epóxica, la base molecular a la cual está unida puede variar significativamente, dando como resultado una gran variedad de resinas epóxicas. Su éxito comercial se debe en parte a la gran diversidad de estructuras moleculares que pueden ser producidas utilizando procesos químicos similares. En combinación con los apropiados agentes de curado y modificadores, las resinas epóxicas pueden ser desarrolladas para una amplia variedad de aplicaciones.



**FIGURA 2.1. ESTRUCTURA QUÍMICA BASE DE UN GRUPO EPOXI.**

Las propiedades de una resina Epóxica dependen del peso molecular y de su reactividad, así como de las características de la otra resina utilizada para su polimerización, la cual es llamada agente de curado. Según el tipo del curador, la reacción puede producirse a temperatura ambiente y a elevadas temperaturas, para lo cual se hace necesaria la utilización de hornos.

Las resinas epóxicas se obtienen a partir de la reacción entre la epiclorhidrina y un compuesto polihidroxiado, que normalmente es el difenol propano o Bisfenol A, aunque también se utilizan monómeros de fenol-formaldehído como el Bisfenol F. En la reacción entre el Bisfenol A y la epiclorhidrina en presencia de hidróxido sódico se obtiene en primer lugar el diglycidyl éter de Bisfenol A, que posee dos grupos epoxi reactivos en cada molécula, el cual constituye la resina Epóxica de menor peso molecular y menor viscosidad existente (Figura 2.2). El diglycidyl éter de Bisfenol A es la resina Epóxica más utilizada y comercializada en la actualidad.



En la tabla 1 se puede apreciar la relación que existe el valor de n, el peso molecular, el peso equivalente y el punto de fusión de Resinas Epóxicas.

**TABLA 1**  
**RELACIÓN ENTRE EL PESO MOLECULAR, EL PESO EQUIVALENTE DE EPOXI, EL PUNTO DE FUSIÓN Y EL VALOR DE N (19).**

Valor de n	Peso molecular	Peso equivalente de epoxi	Punto de fusión °C
0 - 1	340 - 624	170 - 312	< 40
1 - 2	624 - 900	312 - 475	40 - 70
2 - 4	900 - 1400	475 - 900	70 - 100
4 - 9	1400 - 2900	900 - 1750	100 - 130
9 - 12	2900 - 3750	1750 - 3200	130 - 150

Cuando se requiere disminuir la viscosidad de resinas epóxicas de peso molecular medio se pueden utilizar hidrocarburos aromáticos como el xileno y tolueno como disolventes, mezclados o no con alcoholes superiores como el butanol.

Otro concepto importante es el peso equivalente de epoxi (Epoxi Equivalent Weight, EEW), el cual se define como el peso de resina que contiene un equivalente-gramo de epoxi, en otras palabras, el peso de resina que contiene un grupo epoxi. Este valor lo podemos

calcular dividiendo el peso molecular de la resina por el número de grupos epoxi. Por ejemplo, si tomamos la resina epóxica más sencilla, el diglycidyl éter de Bisfenol A, con un peso molecular de 340 g y dos grupos epoxi, tenemos que el EEW es de 170. Es decir que 170 g de resina posee un equivalente epoxi. El valor de EEW de una resina se incluye en los catálogos de los fabricantes. A medida que aumenta el EEW disminuye la reactividad de la resina.

Otro concepto que se debe tomar en cuenta en resinas epóxicas es la vida limitada de mezcla o pot-life, después del cual la viscosidad ha aumentado de tal manera que el producto se vuelve inaplicable. Este factor depende del tipo de resina epóxica y del tipo de curador a utilizar.

El tiempo de curado es aquel en el cual la mezcla epóxica pasa del estado líquido al sólido, el cual dependerá del tipo de resina epóxica, del agente de curado, de los modificadores y de la temperatura de curado.

### **2.1.1. Propiedades Físicas y Químicas de las resinas epóxicas.**

Las características finales de un recubrimiento epóxico dependerán no solamente del tipo de resina a utilizar, sino

también del tipo de agente de curado, de los modificadores añadidos a la mezcla y de la temperatura a la cual se realiza el proceso de curado. Básicamente las propiedades generales de las resinas epóxicas son las siguientes:

- Buena adherencia a la mayoría de sustratos.
- Gran tenacidad.
- Elevada dureza superficial y en profundidad.
- Buena resistencia a la abrasión.
- Alta resistencia a la humedad, y a la intemperie.
- Gran impermeabilidad y resistencia a la penetración de agua dulce y de mar.
- Resistencia al calor hasta los 120° C en seco y hasta los 80°C en inmersión aproximadamente.
- Gran durabilidad.
- Bajo porcentaje de encogimiento o contracción durante y después del curado.
- Gran rango de viscosidad, dependiendo del tipo de resina epóxica y del agente de curado.
- Elevada resistencia a químicos, tanto ácidos como alcalinos, y a inmersión en gran cantidad de productos químicos.

Por el contrario, las resinas epóxicas poseen las siguientes limitaciones:

- Baja retención de color y brillo.
- Tendencia a amarillear a la intemperie.
- Temperatura mínima de curado de 5 – 10°C.

### **2.1.2. Aplicaciones de las resinas epóxicas.**

Las resinas epóxicas tienen una gran variedad de aplicaciones, dependiendo del tipo de resina, del agente de curado y del tipo de modificadores a utilizar, entre las cuales podemos citar las siguientes:

- Al tener propiedades dieléctricas se las utiliza como revestimiento e impregnación aislante (por ejemplo en los bobinados de motores).
- Como adhesivos por su alta adherencia a diferentes sustratos y buenas propiedades mecánicas.
- Gracias a su resistencia a ambientes húmedos, al agua, a elementos químicos como ácidos y alcalinos, a sus propiedades mecánicas como alta flexibilidad, resistencia a la abrasión y estabilidad térmica, las resinas epóxicas son muy utilizadas en recubrimientos industriales, aplicación que es ampliamente estudiada en este trabajo.

Como ya se mencionó, nos centraremos en el uso de resinas epóxicas como recubrimientos industriales para la protección de superficies metálicas contra la corrosión, específicamente en las propiedades de barrera que brindan estos recubrimientos. La corrosión atmosférica de sustratos de hierro en general es el resultado de su reacción con oxígeno y agua o vapor de agua, si uno de esos elementos puede ser eliminado completamente la corrosión no ocurrirá. La corrosión es agravada por agentes contaminantes atmosféricos como HCl, SO<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub>, y partículas como el polvo.

En sus inicios las resinas epóxicas eran utilizadas como recubrimientos con la inserción de modificadores como pigmentos y solventes, pero desde los años 60 ha sido muy utilizado como matriz en compuestos llamados composites, tanto con refuerzos de fibras como de partículas. Desde 1971 hasta 1984, su uso en Estados Unidos se incrementó de 21 a 86.8 millones para esta finalidad. (10).

Además su uso se ha extendido también como matriz en Nanocompuestos con diferentes tipos de nanorefuerzos, lo cual se verá con más detenimiento en los siguientes capítulos.

## 2.2 Descripción de agentes de curado.

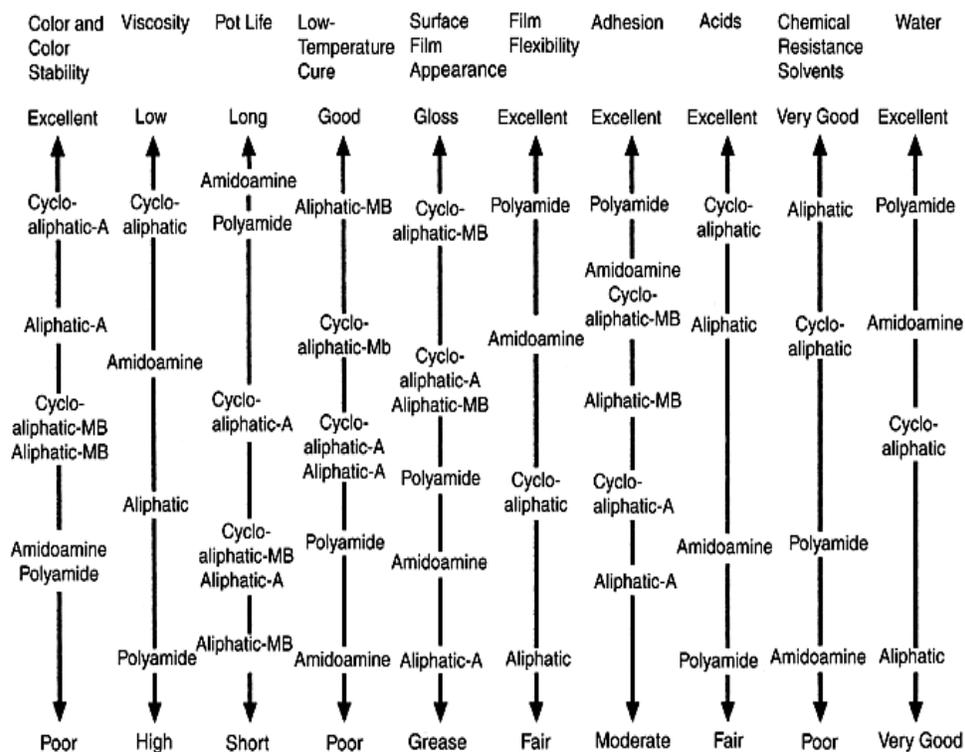
Los agentes de curado son compuestos químicos compuestos principalmente por derivados complejos (fenoles, ácidos orgánicos e inorgánicos) portadores de hidrógenos activos que reaccionan activamente con las resinas epóxicas (19).

Dependiendo de la aplicación final, se seleccionará la combinación de resina epóxica – agente de curado adecuada. Pueden ser formuladas de infinitas maneras, con el fin de manipular características como estabilidad del sistema, cinética de curado, forma física, temperatura de transición vítrea  $T_g$ , rendimiento mecánico y resistencia química.

El tiempo de curado puede variar desde segundos a días, a altas temperaturas o al ambiente. La resina formulada no curada puede ser sólida, viscosa o líquida, con  $T_g$  inferiores a la temperatura ambiente hasta  $260^\circ\text{C}$ , y con elongaciones desde 1% hasta 100%.

En la actualidad existe una gran variedad de agentes de curado, y su selección depende de las características y propiedades que se quiere proporcionar al recubrimiento. Los agentes curadores más importantes son las aminas, anhídridos, resinas fenólicas, resinas de urea-formaldehído, y ácidos de Lewis. De este conjunto las más utilizadas son las aminas, por ende nos vamos a centrar en este tipo de agente

de curado. En la figura 2.4 podemos apreciar las propiedades que poseen los diferentes tipos de aminas.



**FIGURA 2.4. COMPARACIÓN DE LAS PROPIEDADES DE AGENTES DE CURADO DE AMINAS (10).**

A continuación se muestra una descripción de los principales tipos de aminas utilizados para el curado de resinas epóxicas.

## 2.2.1. Descripción de Aminas

Las aminas pueden ser divididas en poliaminas (alifáticas, cicloalifáticas, aminas terciarias e imidazoles), aminas aromáticas, y aminas convertidas (poliamidas y amidoaminas).

### 2.2.1.1. Poliaminas

Aminas alifáticas. Son las más utilizadas. Poseen la habilidad de curar a temperatura ambiente. Tienen vida limitada de mezcla o pot life de aproximadamente 30 minutos, y necesitan de 4 a 7 días para curar completamente a 25°C, dependiendo de la resina epóxica a utilizar. Pueden ser calentadas a 150°C para disminuir el tiempo de curado hasta 1-2 horas.

Aminas cicloalifáticas. Curan a temperatura ambiente, pero en espesores delgados o masas pequeñas necesitan calor para alcanzar el curado completo. Sin embargo, en masas grandes, la velocidad de reacción excede a las poliaminas alifáticas. Son incoloros y poseen baja viscosidad, alta resistencia al impacto y tenacidad.

Aminas terciarias. Más que como agentes de curado son utilizados como aceleradores para anhídridos. Sin embargo se los utiliza como curadores cuando pot life cortos son tolerados y no se requieren excelentes propiedades físicas y químicas.

Imidazoles. Tienen un pot life largo. Cura en poco tiempo a elevada temperatura. Provee excelente adhesión a metales. También es utilizado como acelerador en anhídridos proveyendo alta temperatura de distorsión en caliente HDT, pero poca flexibilidad.

#### **2.2.1.2. Aminas aromáticas**

Proveen viscosidades moderadas a temperatura ambiente, elevado pot life, excelente resistencia química y buenas propiedades físicas y eléctricas sobre los 149°C. Curan a elevadas temperaturas (entre 93-177°C)

#### **2.2.1.3. Aminas convertidas**

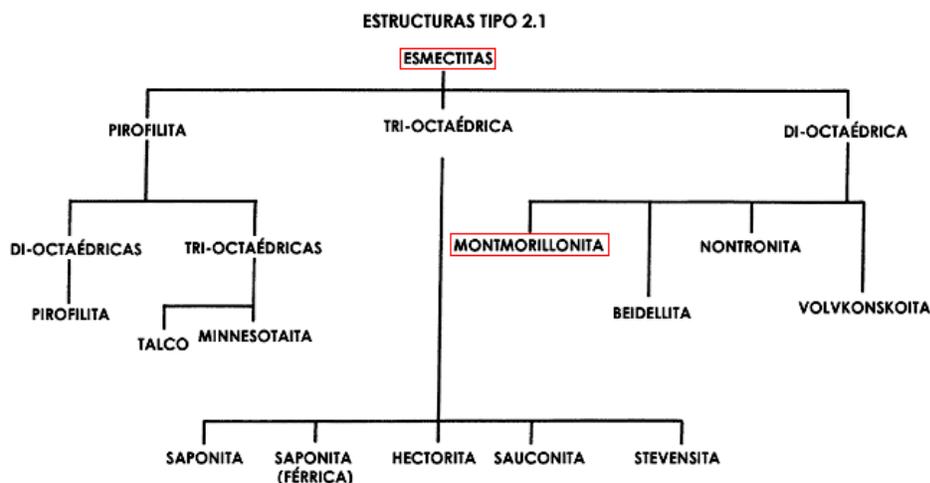
Poliamidas. Son consideradas como aminas alifáticas polifuncionales modificadas. Son el producto de la condensación de ácidos grasos dimétricos y aminas difuncionales. El producto

resultante presenta un alto peso molecular, y por ende alta viscosidad. Son menos reactivas y volátiles que las poliaminas, por lo cual son utilizados en mayor concentración. Posee baja presión de vapor, por lo tanto poco olor, y baja toxicidad, comparada con las poliaminas. Además proveen un aumento de flexibilidad al sistema, mayor resistencia al agua y adhesión que las aminas alifáticas y cicloalifáticas. Uno de los objetivos de esta tesis es aumentar las propiedades de barrera de superficies metálicas mediante recubrimientos de Nanocompuestos de resinas epóxicas y Nanoarcillas, por ende se escogió una poliamida como agente de curado, ya que esta ofrece mayor resistencia contra el agua, uno de los factores más importantes en la corrosión. A diferencia de las poliaminas, poseen un grupo carbonil ( $C=O$ ) unido a un Nitrógeno.

Amidoaminas. Son producidas por la reacción de ácidos grasos monofuncionales con poliaminas, pero poseen menor peso molecular, viscosidad y aminas funcionales que las poliamidas.

### 2.3 Descripción de nanoarcillas

Las nanoarcillas, también conocidas como organoarcillas son arcillas modificadas a nivel nanométrico. Las arcillas del grupo Esmectita son los más utilizados para su elaboración. En este grupo encontramos a la montmorillonita, hectorita y saponita, siendo las primeras las más utilizadas. Los dos tipos de organoarcillas utilizados para la realización de esta tesis son del tipo montmorillonita. A continuación se puede apreciar un gráfico con la división de las Esmectitas.



**FIGURA 2.5. DIVISIÓN DE LAS ESMECTITAS (16)**

La montmorillonita es un filosilicato de estructura 2:1, ya que posee una lámina octahedral central de alumina fusionada entre dos hojas tetrahédricas silíceas externas, como se puede apreciar en la Figura 2.6. El espesor de

lámina de silicato es de aproximadamente 1 nm, y sus dimensiones laterales pueden variar de 30 nm a varias micras. La distancia entre capas es de 9,5 Å aproximadamente. El apilamiento de las capas conlleva a una regular separación debida a las fuerzas de Van der Waals llamada galería (Ver Figura 2.7). La sustitución isomórfica dentro de las capas (por ejemplo  $\text{Al}^{+3}$  remplazado por  $\text{Mg}^{+2}$  o  $\text{Fe}^{+2}$ ) genera cargas negativas que son equilibrados por cationes alcalinos dentro de las galerías.

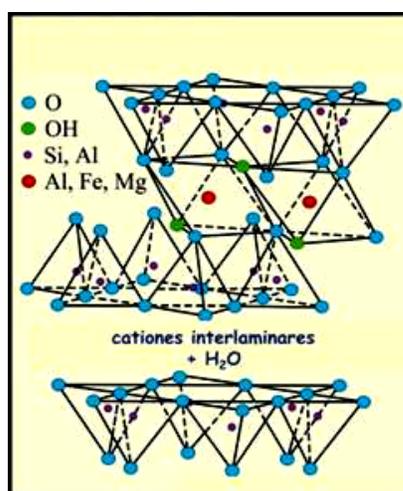
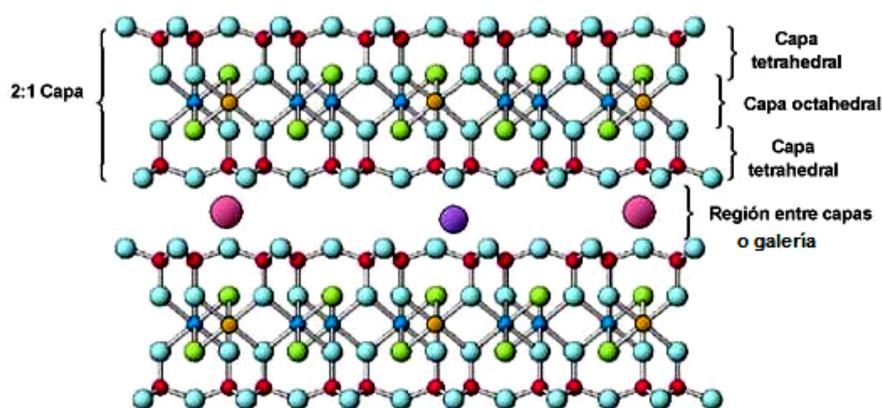
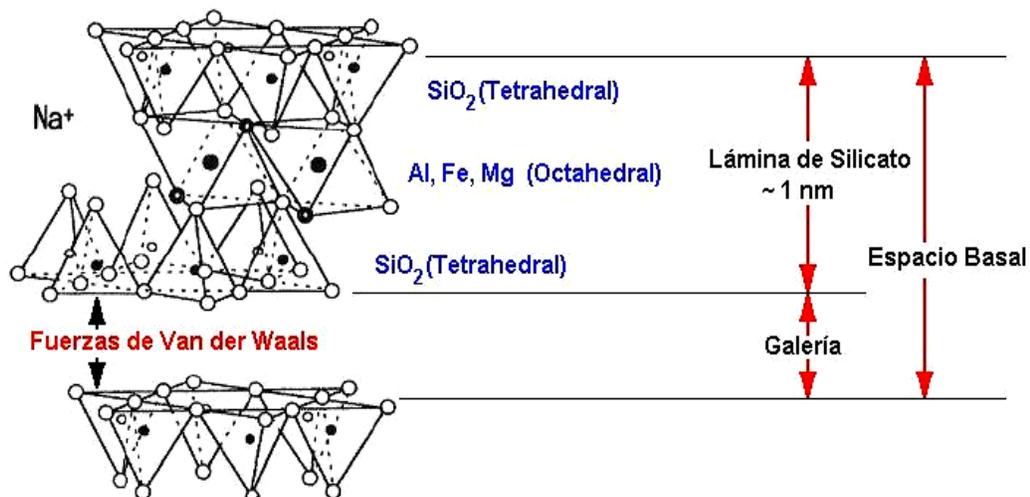


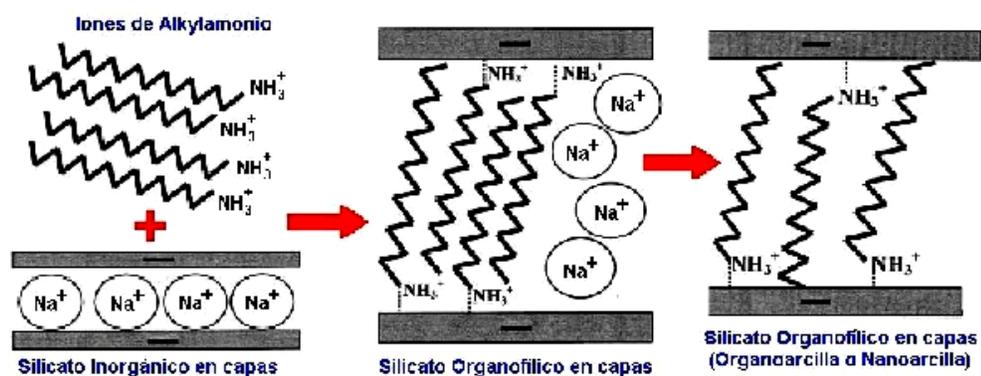
FIGURA 2.6. ESTRUCTURA TIPO 2:1 DE LA MONTMORILLONITA



**FIGURA 2.7. FUERZA DE VAN DER WAALS EN LA GALERÍA DE LA MONTMORILLONITA (1)**

Una de las características más importantes de la montmorillonita es su carácter hidrofílico, es decir su afinidad por el agua, ya que puede absorber hasta 7 veces su peso en agua. (16). En este estado las capas de silicato son solo miscibles con polímeros hidrofílicos como el poli(etileno óxido) (PEO) o el poli(vinil alcohol) PVA. Si queremos mezclar arcillas en matrices poliméricas orgánicas, como son las resinas epóxicas (DGBA), PE, PS, etc, debemos convertir la superficie hidrofílica de los silicatos en organofílica, es decir que sea miscible con compuestos orgánicos. Esto es posible gracias a que los cationes inorgánicos pueden ser sustituidos por cationes orgánicos como aminas y alcoholes.

Los principales modificadores orgánicos en el proceso de intercambio catiónico en la montmorillonita son los iones de alquilamonio. Estos cationes disminuyen la energía superficial de los silicatos inorgánicos incrementando el espacio entre capas de 9.5 Å a 20 Å aproximadamente. Básicamente las sales de alquilamonio se utilizan con la montmorillonita sódica, con el fin de sustituir sus iones de sodio por iones orgánicos de amonio, haciéndola compatible con materiales poliméricos, tanto termoestables como termoplásticos, de tal forma que sea posible la dispersión de las plaquetas en una matriz polimérica. Es así que la arcilla sódica se convierte en nanoarcilla u organoarcilla (Ver figura 2.8).



**FIGURA 2.8. INTERCAMBIO CATIÓNICO DE IONES DE SODIO POR IONES DE ALKILAMONIO EN ARCILLA SÓDICA (1)**

### 2.3.1. Propiedades físicas y Químicas de las Nanoarcillas

El carácter híbrido de las nanoarcillas las hace compatibles con materiales orgánicos, logrando absorber del 40 al 70% de su peso en aceites, y repulsivas al agua, disminuyendo su absorción de 700% a un 7% de su peso. (16). El carácter organofílico se logra mediante el intercambio de los cationes inorgánicos de la arcilla por iones tipo onium de las sales de alquilamonio en la superficie de la galería, con el fin de emparejar la polaridad de superficie de la arcilla con la polaridad del polímero, además de expandir la galería entre placas de silicato.

El aspect ratio es el resultado de la división de  $L/D$ , siendo  $L$  el largo de las placas de la nanoarcillas y  $D$  su espesor. Al tener espesores muy bajos (del orden de 1 nm) y dimensiones de largo y ancho muy grandes (mayores a 100 nm), los valores del aspect ratio pueden variar desde 100 hasta 1000. Cabe recalcar que es un valor adimensional.

Una de las propiedades más importantes de las nanoarcillas es su Capacidad de Intercambio Catiónico (CEC), y se lo puede definir como la suma de todos los cationes de cambio que la organoarcilla puede absorber a un determinado pH, y es equivalente a la medida del total

de cargas negativas. Se expresa en miliequivalentes por 100 gramos de mineral seco (meq/100g). El valor CEC para las nanoarcillas se encuentra alrededor de 80 meq/100g.

El área superficial o superficie específica de una arcilla es la suma del área de la superficie externa más la interna (si es que existe) de las plaquetas constituyentes, por unidad de masa, y viene expresada en  $\text{m}^2/\text{g}$ . El área superficial de las nanoarcillas es en promedio  $750 \text{ m}^2/\text{g}$ , y es proporcional al aspect ratio.

### **2.3.2. Aplicaciones de las Nanoarcillas.**

La principal aplicación de las organoarcillas es la de actuar como refuerzos en Nanocompuestos de matriz polimérica, interactuando tanto con termoestables (resinas epóxicas) como con termoplásticos (PE, PS, PP) con el fin de mejorar sus propiedades físicas. Al final del capítulo se puede encontrar mayor información sobre las aplicaciones de los Nanocompuestos. Además de actuar como refuerzo en plásticos, las nanoarcillas pueden ser utilizadas como absorbentes de aceites, sustancias orgánicas y petróleo en caso de derrames, gracias a su carácter organofílico.

## 2.4 Nanocompuestos de Resinas epóxicas y Arcillas.

Como ya se mencionó anteriormente, las nanoarcillas han sido ampliamente utilizadas como refuerzo en matrices poliméricas de todo tipo, con el fin de optimizar sus propiedades con cargas muy pequeñas. En este trabajo nos centraremos en el desarrollo de Nanocompuestos de resinas epóxicas y arcillas.

Para la elaboración de Nanocompuestos es necesaria una correcta dispersión de las nanoarcillas en la matriz epóxica, lo cual se logra mediante los siguientes procedimientos:

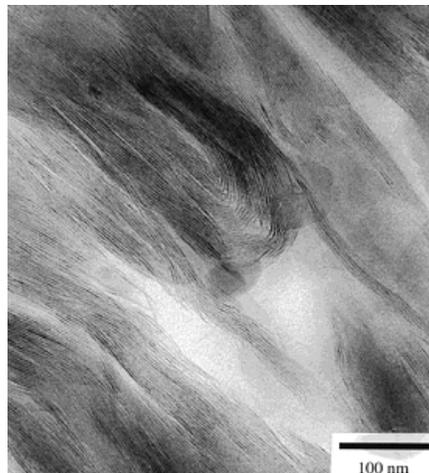
- Polimerización in-situ. La dispersión de la nanoarcilla se la realiza directamente en la resina epóxica, ya sea por agitación mecánica, magnética o ultrasónica, sin la utilización de solventes.
- Intercalación en solución. La nanoarcilla se la dispersa en un solvente como acetona o xilol, en el cual la resina epóxica es soluble, y la organoarcilla es miscible. Este procedimiento se lo realiza preferentemente mediante agitación ultrasónica. Luego se mezclan la solución solvente-nanoarcilla con la resina epóxica.
- Método de Intercalación por fusión. Es utilizado en procesos de extrusión e inyección con polímeros termoplásticos, por ende no

es aplicable a resinas epóxicas. Consiste en introducir las nanoarcillas directamente en la alimentación de la extrusora junto con el polímero en el cual se lo va a dispersar. (21).

Cabe recalcar que para obtener una correcta dispersión de las nanoarcillas, no sólo se debe escoger el procedimiento adecuado, también es muy importante la compatibilidad entre el refuerzo y la matriz.

Una vez dispersa la organoarcilla en la matriz epóxica, existen 2 tipos básicos de Nanocompuestos obtenidos, los cuales son:

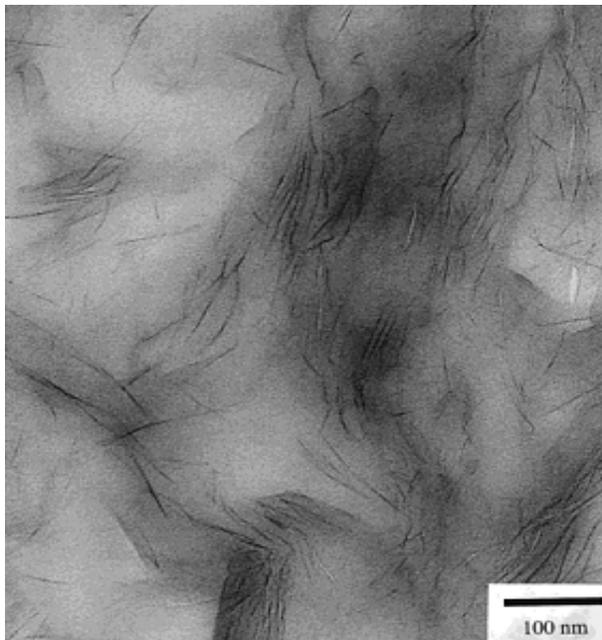
- Nanocompuestos Intercalados. Las cadenas de polímero están ampliamente extendidas entre las placas de la nanoarcillas. Estas placas se encuentran apiladas y ordenadas en grupos de 5 o más láminas individuales (Ver figura 2.9).



**FIGURA 2.9. IMÁGENES TEM DE UN NANOCOMPUESTO EPÓXICO-ARCILLA INTERCALADO, (4)**

- Nanocompuestos Exfoliados. Las placas de organoarcilla se encuentran completamente dispersas en la matriz polimérica, por lo cual no existen espacios basales, o estos son muy grandes que no pueden ser identificados por Difractometría de Rayos X. Cuando el espacio basal  $L$  es mayor a  $60 \text{ \AA}$  decimos que el Nanocompuesto está Exfoliado.

Existe un tercer tipo de Nanocompuesto llamado Intercalado-Exfoliado, el cual es una combinación de los antes mencionados. (Ver figura 2.10).



**FIGURA 2.10. IMÁGENES TEM DE UN NANOCOMPUESTO EPÓXICO-ARCILLA INTERCALADO-EXFOLIADO (4).**

### 2.4.1. Reacciones de curado de Epóxicos-Aminas

El proceso de curado de resinas epóxicas puede realizarse a temperatura ambiente o aplicando calor, formando una estructura tridimensional rígida, a partir de la transformación de un líquido de bajo peso molecular en un polímero. El agente de curado rompe el anillo epoxídico introduciéndose en la cadena, haciéndola más larga, con el consiguiente aumento de peso molecular.

Aunque para la realización de esta tesis se utilizaron poliamidas como agente de curado, nos centraremos en las reacciones epoxi – aminas, ya que las primeras son derivados de las segundas.

La primera reacción ocurre entre una amina primaria y un anillo epoxi para producir una amina secundaria y un grupo hidroxilo. Esta amina secundaria formada puede reaccionar con un nuevo grupo epoxi para dar lugar a una amina terciaria, y un nuevo grupo hidroxilo. Los grupos hidroxilos que sirven como catalizadores, son generados en estas dos reacciones iniciales de condensación. La tercera reacción que se produce entre un anillo epoxi y un grupo hidroxilo, se denomina eterificación, ya que es una reacción de adición en la que se forma un enlace éter y no hay cambio neto en el número de grupos hidroxilos,

ya que un grupo  $\text{OH}^-$  se consume en la formación de un nuevo grupo hidroxilo. Incluso puede darse una cuarta reacción, aún sin existir aminas reactivas presentes, ya que las resinas epóxicas son capaces de reaccionar consigo mismas si la temperatura de curado es elevada. Esta reacción se llama homopolimerización. En el siguiente gráfico se pueden apreciar todas las etapas de la reacción epoxi – amina (8).

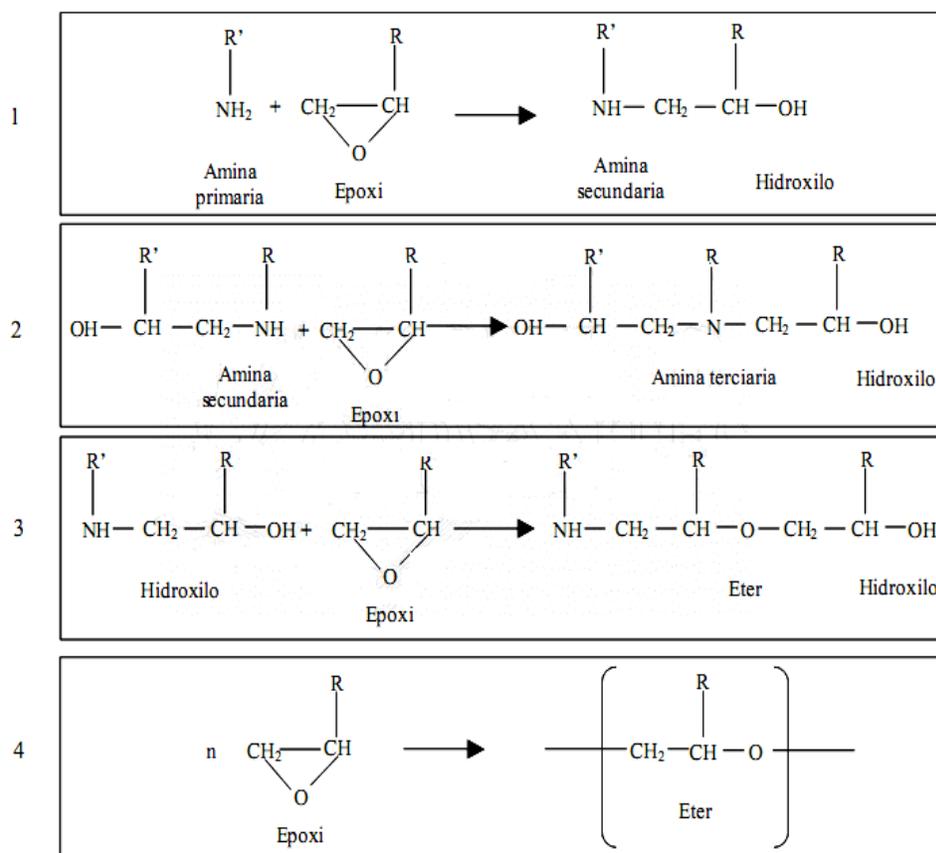


FIGURA 2.11. REACCIONES DE CURADO EPOXI – AMINA (8)

### 2.4.2.1. Diagrama de curado Isotérmico Tiempo – Temperatura – Transformación (TTT) de Resinas Epóxicas

El diagrama Tiempo – Temperatura – Transformación (TTT) es la herramienta más utilizada para analizar y diseñar el proceso de curado de resinas epóxicas (9). A continuación se muestra un Diagrama TTT característico de Polímeros Termoestables.

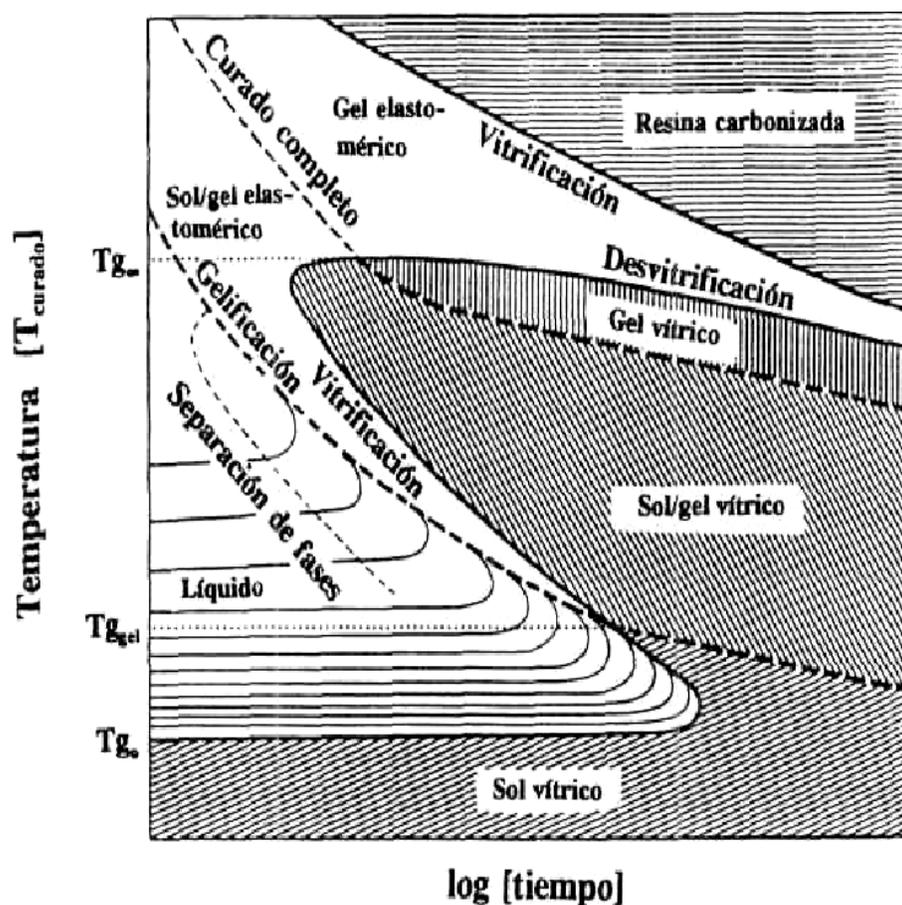


FIGURA 2.12. DIAGRAMA DE CURADO ISOTÉRMICO TIEMPO-TEMPERATURA-TRANSFORMACIÓN (TTT) DE UN TERMOESTABLE (17)

Cuando comienza la reacción entre la resina epóxica y el agente de curado, el grado de entrecruzamiento aumenta. Al principio la mezcla es fluida, luego se va haciendo más viscosa hasta formar un sólido elástico. A este punto se lo denomina Gelificación, y se produce una vez alcanzada la temperatura de transición vítrea  $T_g$ . Este punto supone la transformación repentina e irreversible de un líquido viscoso a un gel elástico, perdiendo el polímero su fluidez.

Antes del punto de Gelificación el material es soluble. Luego de este punto coexisten una fracción soluble (sol) y una insoluble (gel). A medida que avanza la reacción, la fracción gel aumenta y continúa hasta que la fracción sol es prácticamente cero. La Gelificación no inhibe el proceso de curado ni cambia la velocidad de reacción, pero depende de la funcionalidad, reactividad y estequiometría de los componentes utilizados.

A medida que aumenta la reacción se incrementa el peso molecular y el  $T_g$ , desde un valor inicial  $T_{g0}$ , que es la temperatura de transición vítrea cuando la resina y el curador no han reaccionado, hasta  $T_g^\infty$ , que es la temperatura de a la cual se lograría el curado total.

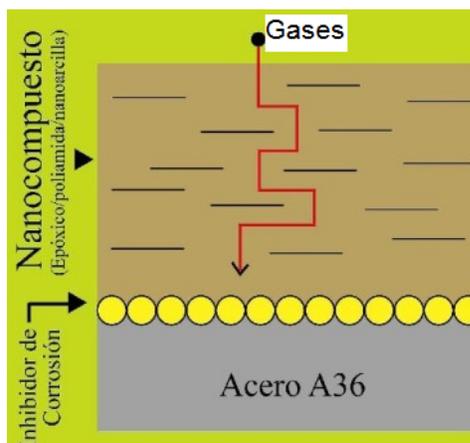
Durante el curado tiene lugar un punto llamado Vitrificación, que se produce cuando  $T_g$  alcanza el valor de la temperatura de curado isoterma, logrando la solidificación del material, es decir el paso de líquido viscoso o gel elástico a

un sólido vítreo. Además se produce un incremento del peso molecular y de la densidad de entrecruzamiento. Generalmente es posterior a la Gelificación. En la Vitrificación la velocidad de curado se hace extremadamente lenta, por lo cual si se necesita una reacción completa de todos los grupos epoxi se aconseja realizar un postcurado a alta temperatura (8). La Vitrificación es un fenómeno reversible y el curado puede ser completado por calentamiento, desvitrificándose el termoestable parcialmente curado.

#### **2.4.2. Propiedades Físicas y Químicas de los Nanocompuestos de Resinas Epóxicas y Arcillas**

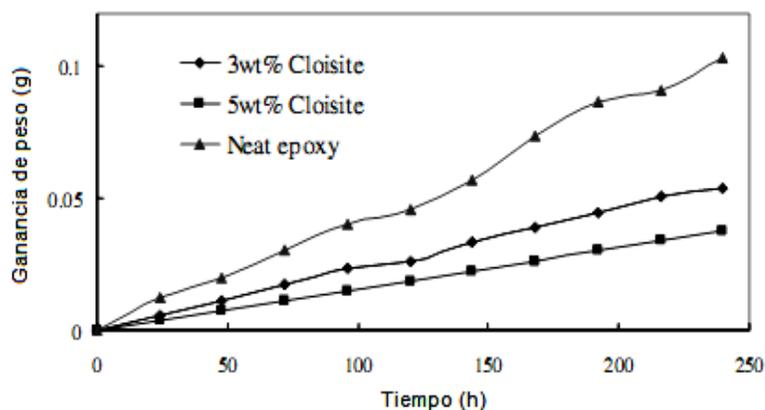
En general, las propiedades físicas de las resinas epóxicas son incrementadas al añadir nanoarcillas a su estructura.

Las propiedades de barrera contra gases son mejoradas significativamente. Esto ocurre siempre que se haya alcanzado una dispersión correcta de las láminas en la matriz epóxica. Esta propiedad se maximiza si se alcanza la exfoliación total, ya que de esta forma el camino tortuoso que los gases tienen que atravesar es mayor que con una estructura intercalada. (Ver figura 2.13)

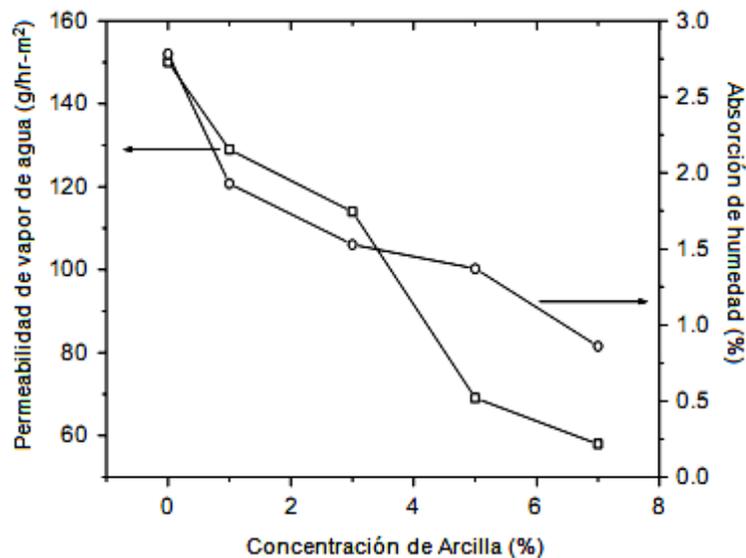


**FIGURA 2.13. CAMINO TORTUOSO DE LOS GASES A TRAVES DE UN FILM DE NANOCOMPUESTO. (1)**

A continuación se pueden ver dos gráficos relacionados a la influencia del contenido de nanoarcillas en la permeación de humedad, permeabilidad de vapor de agua y absorción de humedad. Podemos apreciar claramente como estos valores disminuyen a medida que aumenta la concentración de organoarcilla.

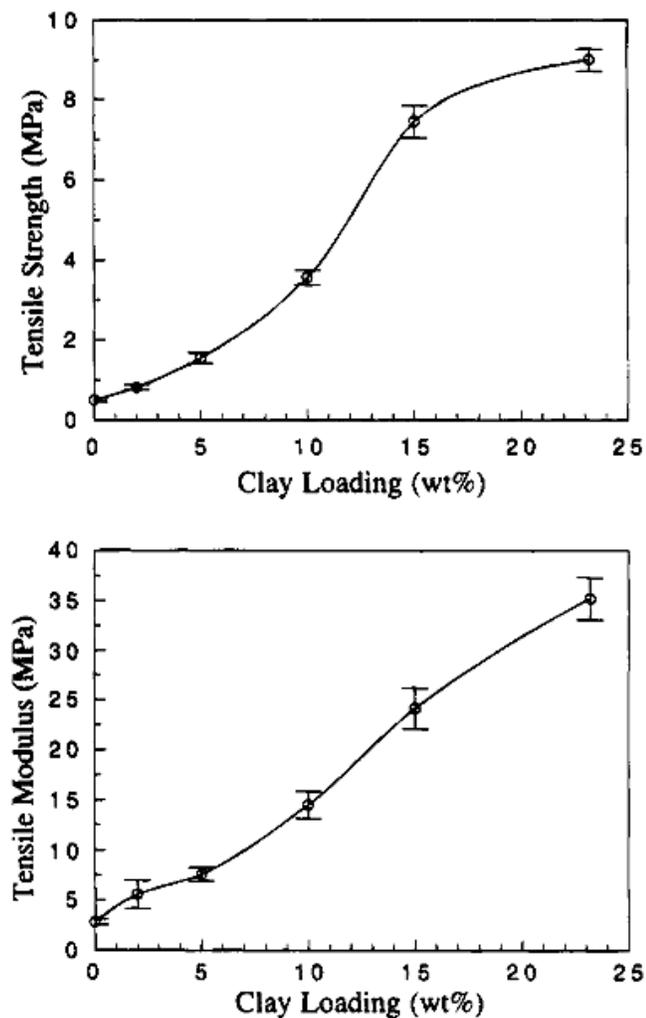


**FIGURA 2.14. GANANCIA DE PESO DE DESECANTE EN TEST DE PERMEACIÓN DE HUMEDAD PARA TRES MUESTRAS CON 0, 3 Y 5% DE CLOISITE 20A (12)**



**FIGURA 2.15. VARIACIÓN DE LA PERMEABILIDAD DE VAPOR DE AGUA Y LA ABSORCIÓN DE HUMEDAD DE NANOCOMPUESTOS EPÓXICOS CON RESPECTO A LA CONCENTRACIÓN DE NANOARCILLA**

Las propiedades mecánicas tales como el Esfuerzo de Tensión (Tensile Strenght), Módulo de tensión (Tensile Modulus) y Resistencia al Impacto también se ven incrementadas debido a los refuerzos de nanoarcillas. A continuación se pueden apreciar dos gráficos en los cuales se muestra la variación del esfuerzo y el Módulo de Tensión en Nanocompuestos de resinas epóxicas con relación a la concentración de Organoarcilla.



**FIGURA 2.16. VARIACIÓN DEL ESFUERZO DE TENSIÓN Y MÓDULO DE TENSIÓN CON RESPECTO AL CONTENIDO DE NANOARCILLAS (13).**

En cuanto a propiedades térmicas, se sabe que la estabilidad térmica mejora con la inserción de nanoarcillas en la estructura epóxica. La temperatura de degradación es mayor en los nanocompuestos comparado con recubrimientos sin refuerzo (3).

En cuanto a propiedades químicas, no existen reportes de mejoras en cuanto a resistencia a sustancias químicas, ya sean ácidos o alcalinos. Generalmente se asume que los Nanocompuestos tienen la misma resistencia a sustancias químicas que la resina epóxica del cual está elaborado.

## **2.5 Caracterización de los Nanocompuestos.**

Existen muchas pruebas para caracterizar materiales, dependiendo de los objetivos de la investigación. A continuación se muestran los principales ensayos utilizados para caracterizar Nanocompuestos.

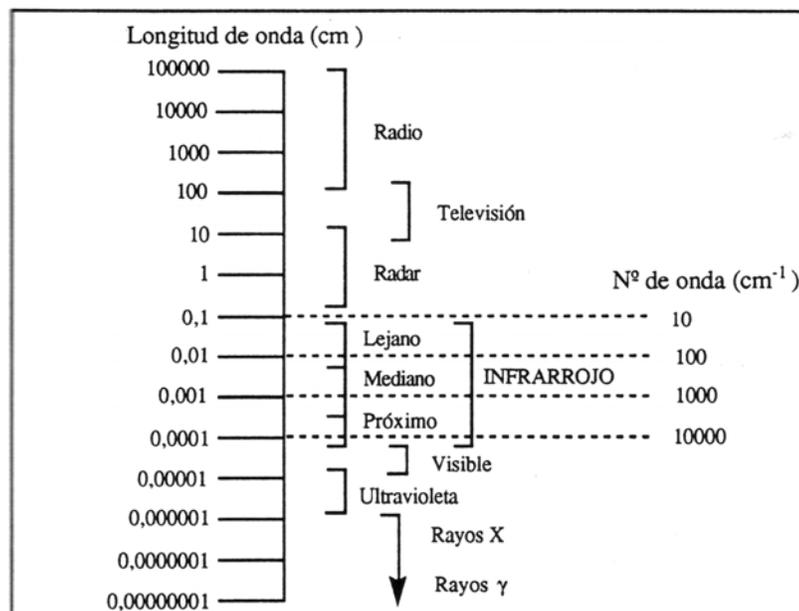
### **2.5.1 Espectroscopía Infrarroja por Transformadas de Fourier.**

La espectroscopía infrarroja es una de las técnicas más utilizadas para caracterización de recubrimientos. La facilidad en la preparación de las muestras es una de sus ventajas. Casi todos los componentes de un recubrimiento pueden ser identificados. (11).

La espectroscopía es el estudio de la interacción de la luz con la materia. Esta luz puede reflejarse o simplemente transmitirse

sin cambio en la energía, además parte de esta luz puede ser absorbida, solamente si su energía y por tanto su frecuencia coincide con la diferencia de energía entre dos niveles cuánticos de la molécula.

Diversos tipos de movimiento vibracional de los enlaces químicos de una molécula, llamados modos, pueden excitarse por la radiación infrarroja, generalmente en el rango de longitud de onda de 0.1 a 0.00025 cm, o de 10 a 4000  $\text{cm}^{-1}$  (número de onda). Para propósitos químicos nos interesa la porción vibracional de la región infrarroja, con  $\lambda$  entre 2.5 y 15  $\mu\text{m}$ .



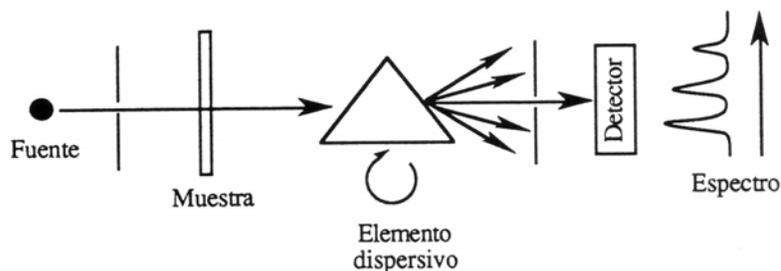
**FIGURA 2.17. RANGOS DE FRECUENCIA (15)**

El espectro de un material es una representación de la intensidad de la luz transmitida o absorbida por la muestra.

La intensidad de una banda espectral depende del número de moléculas, grupos funcionales o núcleos. Además depende de las características químicas del grupo, como son los tipos de enlace.

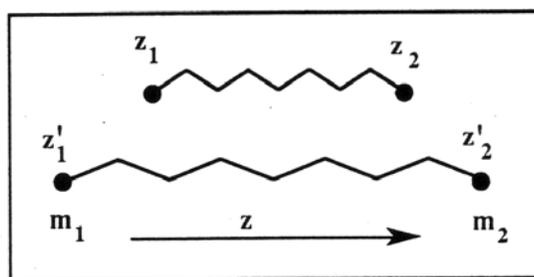
La anchura de la banda no es infinitamente estrecha debido a efectos instrumentales y tiempos de vida finitos de los estados excitados. Los espectros de polímeros son mucho más anchos que los de sus homólogos de bajo peso molecular.

Generalmente, la luz o radiación consta de un rango de frecuencias, de las que sólo algunas serán absorbidas por la muestra. Ahora es necesario determinar cuanta energía de estas frecuencias ha sido absorbida, por lo que debemos dividir la luz de acuerdo con la longitud de onda y medir su intensidad. Este es el principio mediante el cual trabajan los espectrómetros. En la Figura 2.18 se puede apreciar un diagrama esquemático del mismo.



**FIGURA 2.18. DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DE UN ESPECTRÓMETRO (15)**

Para que tenga lugar la absorción es condición necesaria que la frecuencia de la radiación absorbida coincida con la frecuencia del modo vibracional. La forma de vibración de los modos normales puede ser determinada con la mecánica clásica. Los núcleos pueden considerarse como masas puntuales y las fuerzas que actúan entre ellas como muelles que obedecen la ley de Hooke.



**FIGURA 2.19. MODELO UNIDIMENSIONAL DE DOS ÁTOMO UNIDOS POR UN MUELLE DE HOOKE (15)**

La figura 2.19 muestra dos átomos en un modelo unidimensional. El desplazamiento relativo de los dos átomos es :

$$z = [(z'_1 - z'_2) - (z_1 - z_2)] \quad (2.1)$$

donde  $z_1 - z_2$  es la distancia en el equilibrio entre  $m_1$  y  $m_2$  y  $z'_1 - z'_2$  es la distancia después de una extensión. La fuerza ejercida está dada por  $-Fz$  donde  $F$  es la constante de fuerza del resorte. Dado que fuerza es el producto de la masa por la aceleración, entonces se cumple:

$$-Fz = m_r d^2z/dt^2 \quad (2.2)$$

Donde  $m_r = (m_1 m_2) / (m_1 + m_2)$

Resolviendo la ecuación llegamos a:

$$\nu = 1/2\pi(F/m_r) \quad (2.3)$$

La cual es la ecuación del movimiento armónico. Además podemos observar que la frecuencia vibracional depende inversamente de la masa y directamente de la constante de fuerza. Así si aumenta la masa disminuirá la frecuencia (o número de onda), y si aumenta la fuerza entre los átomos (por ejemplo un enlace doble) aumentará la frecuencia.

Podemos utilizar la espectroscopía infrarroja con varios niveles de sofisticación. En su empleo más común se puede identificar los principales componentes por medio de las frecuencias de grupo y de patrones distintivos. En otro nivel se puede caracterizar la estructura de materiales poliméricos, no sólo en la composición química global de la cadena, sino también a la distribución de las unidades individuales.

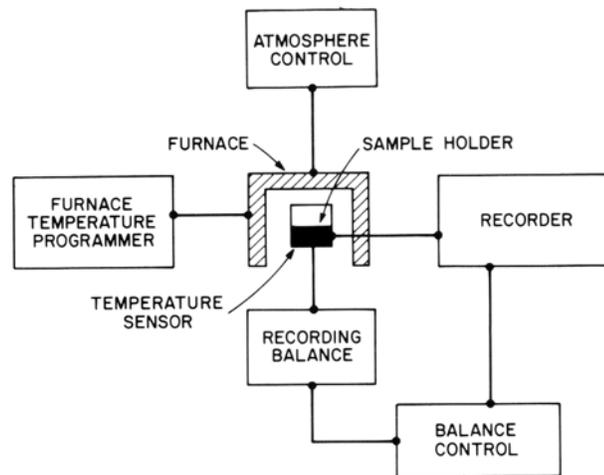
Para extraer información de los espectros infrarrojo, debemos familiarizarnos con las frecuencias y longitudes de onda a los cuales se produce la absorción de grupos funcionales. Para facilitar esto, existen tablas y cartillas de correlación infrarroja, en las cuales se ha tabulado la mayor información posible sobre donde se produce la absorción de grupos funcionales.

Cabe recalcar que lo expuesto en este capítulo es sólo una introducción a espectroscopía infrarroja.

### **2.5.2 Análisis Termogravimétrico**

La termogravimetría es un método de caracterización muy utilizado para medir la descomposición térmica de sustancias orgánicas, inorgánicas y poliméricas. También para determinar la cinética de reacciones, la degradación térmica oxidativa de polímeros, la corrosión de metales en varias atmósferas a elevadas temperaturas, las reacciones de estados sólidos, determinación de contenidos de humedad y volátiles, y muchas otras aplicaciones específicas. A continuación se dará una breve introducción de los componentes que hacen posible la termogravimetría.

La Termobalanza es un instrumento que permite la medición continua del peso de una muestra en función de la temperatura. El método más común de operación es calentar la muestra en un horno a una velocidad de 5 a 10 °C/min. Un esquema de una Termobalanza moderna es ilustrada en la figura 2.20 (22).



**FIGURA 2.20. DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DE UNA TERMOBALANZA (22)**

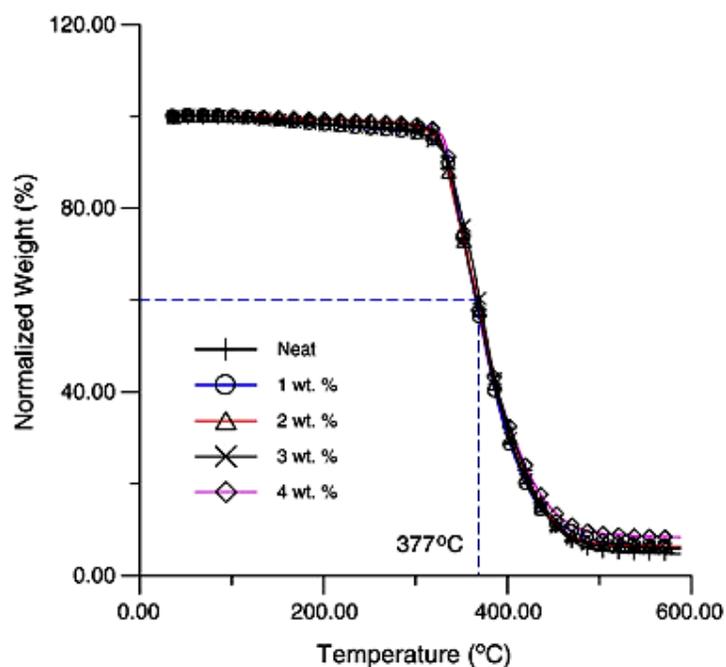
Generalmente consiste de las siguientes partes:

- Balanza registradora
- Horno
- Programador o controlador de temperatura del horno
- Registrador o sistema de adquisición de datos

Los requerimientos de una balanza registradora son: precisión, sensibilidad, exactitud, resistencia a la corrosión, capacidad e insensibilidad a cambios de la temperatura ambiente. Adicionalmente la balanza debe tener un rango ajustable de cambio de masa, un alto grado de estabilidad electrónica y mecánica, ser capaz de responder rápidamente a cambios de masa y no ser afectado por vibraciones.

Existe una amplia variedad de hornos disponibles para termobalanzas, con rangos de temperatura desde  $-150^{\circ}\text{C}$  hasta  $2800^{\circ}\text{C}$ .

A continuación se muestra un gráfico característico de un Análisis Termogravimétrico realizado a Nanocompuestos de resinas epóxicas y arcillas. Se puede apreciar como varía la masa del compuesto (en porcentaje) en función de la temperatura.



**FIGURA 2.21. TGA DE NANOCOMPUESTOS EPÓXICOS-ARCILLA (25)**

## **2.6 Aplicaciones y Ventajas de los Nanocompuestos de Resinas Epóxicas y Arcillas vs. Compuestos tradicionales.**

Como ya vimos anteriormente, el uso de Nanoarcillas como refuerzo en matrices epóxicas produce grandes mejoras en lo concerniente a propiedades físicas, térmicas, mecánicas y de barrera. Estas son las ventajas principales de un Nanocompuesto comparado con un recubrimiento sin refuerzo. Incluso si comparamos las propiedades de los Nanocompuestos vs Compuestos llamados Composites, nos damos cuenta que para obtener resultados similares en lo concerniente a propiedades de barrera y mecánicas es necesario una cantidad muy pequeña de carga, mientras que en los composites esta valor es muy grande, lo que conlleva a un carácter quebradizo y mayor densidad. Los Nanocompuestos de polímeros son reciclables, ya que las organoarcillas no se dañan en este proceso, lo que sí sucede con otros refuerzos tales como la fibra de vidrio.

Debido a todas estas ventajas, el campo de aplicación de los Nanocompuestos es muy grande. Las áreas más explotadas han sido la de los recubrimientos y la de los empaques tanto rígidos como flexibles. Estos son los mercados más propensos a la implementación de esta tecnología.

En lo que respecta a recubrimientos, su uso principal es como refuerzo de resinas epóxicas de todo tipo, curados con diversos agentes, el cual es el tema de estudio de esta tesis.

En cuanto a empaques rígidos se lo utiliza en la fabricación de envases para bebidas carbonatadas, por sus excelentes propiedades de barrera contra gases. También son utilizados en empaques flexibles como fundas plásticas, así mismo por sus características de barrera y excelentes propiedades mecánicas.

**BIBLIOGRAFÍA**

- [1]. ROSA PLA GIRON, Aplicación de polímeros conductores en pinturas de imprimación.
- [2]. H. HANSMANN, HOCHSCHULE WISMAR, Compendium "Composites" Epoxy Resins, ASM Handbook / extraction, 2003
- [3]. PERUGACHI R., "Modificación a nivel nanomolecular de las Propiedades de las Arcillas pertenecientes al grupo Ancón de la Península de Santa Elena (PSE)" (Tesis, Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción, Escuela Superior Politécnica del Litoral, 2006)
- [4]. AGUILAR E., Evaluación de Pinturas Anticorrosivas de Nanocompuestos a base de Resinas Epoxicas y Nanoarcillas, (Tesis, Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción, Escuela Superior Politécnica del Litoral, 2006)
- [5]. SUPRAKAS SINHA RAY, MASAMI OKAMOTO, Polymer layered silicate Nanocomposites: a review from preparation to processing, pág 1548, 2003
- [6]. BROWN J, CURLISS D, VAIA R, Thermoset-Layered Silicate Nanocomposites. Quaternary Ammonium Montmorillonite with Primary Diamine Cured Epoxies, pág 3380, 2000
- [7]. FRAGA L, Estudio Cinético, Dinamomecánico y Termogravimétrico del Sistema Epóxico BADGE (n=0)/m-XDA mediante las técnicas de Análisis Térmico: DSC, DMA y TGA. Construcción de un Diagrama TTT, Cap 2-3, 2001.
- [8]. JOHN K. GILLHAM, Formation and Properties of Thermosetting and High Tg Polymeric Materials, pág 1430, 1986
- [9]. RAMIS JUAN X., Estudio de la Eficiencia de Sistemas Químicos de Iniciación del curado de Resinas de Poliéster Insaturado, Cap 1 Pág 10, 1993
- [10]. LAN T., PINNAVIA T., Clay Reinforced Epoxy Nanocomposites, pág 2218, 1994
- [11]. KENDALL D., Infrared Spectroscopy of Coatings, pag 79

- [12]. PAINTER P., COLEMAN M., Fundamentos de Ciencia de Polímeros, Cap 6, 1996
- [13]. ZHOU Y., PERVIN F., BISWAS M, RANGARI V., JEELANI S., Fabrication and characterization of montmorillonite clay-filled SC-15 epoxy, pág 871, 2005
- [14]. WU H., FAN J., Measurement of radiative thermal properties of thinpolymer films by FTIR, PÁG 124, 2007
- [15]. BECKER O., VARLEY R., SIMON G., Thermal stability and water uptake of high performance epoxy layered silicate Nanocomposites, 2003.\_\_\_\_ pag192
- [16]. KIM J., HU C., WOO R., SHAM M., Moisture barrier characteristics of organoclays-epoxy Nanocomposites, 2004
- [17]. RATNA D., MANOJ N. R., VARLEY R., SINGH RAMAN R. K., SIMON G., Clay – reinforced epoxy Nanocomposites, pag 1406, 2003
- [18]. YEH J.M., HUANG H.Y., CHEN C.L., SU W.F., YU Y.H., Siloxane – modified epoxy resin – clay nanocomposite coatings with advanced anticorrosive properties prepared by a solution dispersion approach, pag 2760, 2004
- [19]. SALAHUDDIN N., Layered silicate/epoxy Nanocomposites: synthesis, characterization and properties, pág 257, 2003
- [20]. DAE MIN K., YOUNG KIM M., CHOI K.Y., HEUNG LEE J., LEE S.G., Effect of Layered Silicates on the Crystallinity and Mechanical Properties of HDPE/MMT Nanocomposite Blown Films, pág 104-105, 2006.
- [21]. DELOR-JESTIN F., DROUIN D., CHEVAL P.-Y., LACOSTE J., Thermal and photochemical ageing of epoxy resin – Influence of curing agents, 2005



# CAPÍTULO 3

## 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

### 3.1 Descripción de Materiales y Reactivos.

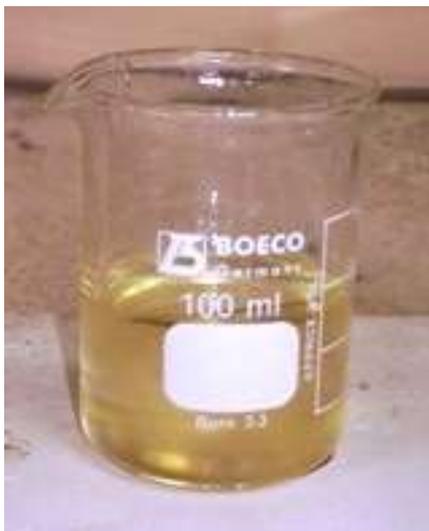
A continuación se muestra una descripción detallada de los diferentes materiales que fueron utilizados para la síntesis de Nanocompuestos de resinas epóxicas y nanoarcillas. Los materiales fueron escogidos en base a la literatura existente y los propósitos de esta tesis.

**Resina epóxica**; donada por Pintuco, cuyo nombre comercial es Andepox 954. Esta resina epóxica es un diglycidyl éter de Bisfenol A (DGBA) en solución, el cual es el más comercializado a nivel mundial, y el más utilizado en este tipo de investigaciones. Las

características Físicas y Químicas de este producto son las siguientes:

- Apariencia: Líquido transparente.
- Olor: A solvente aromático.
- Presión de vapor: 25 mmHg a 25°C.
- Punto de ebullición: 110°C
- Solubilidad: Despreciable en agua.
- Gravedad específica: 1.087 g/cm<sup>3</sup>.
- Porcentaje de volátiles por volumen: 30%.
- Viscosidad: 2000 – 3000 cps.
- Peso de Equivalente Epóxico (EEW): 475 – 575 g/eq

Cabe recalcar que esta resina es 70% sólidos, siendo el 30% restante solvente. No tiene pigmentos ni cargas adicionales. Además, esta resina epóxica tiene un alto valor de EEW, por ende posee un alto peso molecular y alta viscosidad. Por este motivo no se removió el solvente de la resina previo a la preparación de los Nanocompuestos. La hoja de Seguridad de este producto se encuentra en el Apéndice A. A continuación se puede apreciar una foto del epóxico utilizado.



**FIGURA 3.1. RESINA EPÓXICA ANDEPOX 954**

**Agente de Curado Poliamida**, donada por Pintuco, cuyo nombre comercial es Versamid 115I73. Es una poliamida reactiva de alto peso molecular y alta viscosidad, basado en ácidos grasos diméricos y poliaminas. Fue diseñado para ser usado con resinas epóxicas sólidas o líquidas para darle flexibilidad y resistencia a recubrimientos curados a temperatura ambiente. Posee excelente resistencia y adherencia. Las características Físicas y Químicas de este producto son las siguientes:

- Gravedad específica:  $1.087 \text{ g/cm}^3$ .
- Porcentaje de volátiles por volumen: 27%.
- Viscosidad a  $75^\circ\text{C}$ : 39 poise
- Viscosidad a  $25^\circ\text{C}$ : 4000 cps.

- Peso de Equivalente de Amina: 198 g.
- Densidad: 0.9727 g/cm<sup>3</sup>

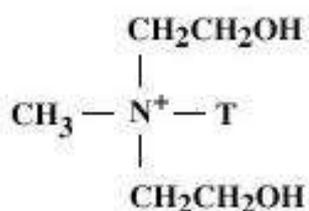
Cabe recalcar que esta resina es 73% sólidos, siendo el 27% restante solvente. Al igual que la resina epóxica, posee una alta viscosidad, por este motivo no se removió el solvente de la resina previo a la preparación de los Nanocompuestos. La hoja de Seguridad de este producto se encuentra en el Apéndice B.

En la mayoría de trabajos investigativos utilizan poliaminas u otro tipo de curadores. Esto se debe a que el proceso de mezclado es más sencillo, ya que por lo general las poliaminas tienen una viscosidad muy baja, en cambio las poliamidas en estado puro tienen una viscosidad de 500 – 750 poise a 40°C, lo que dificulta mucho su mezcla y posterior aplicación. No existen muchos trabajos acerca de Nanocompuestos de resinas epóxicas curados con poliamidas, el cual es uno de los motivos por los cuales se escogió este curador, además de que ha sido comprobado que las propiedades de barrera de Sistemas epóxicos curados con Poliamidas son mejores que aquellos curados con Aminas (1). A continuación se puede apreciar una foto del agente de curado.



**FIGURA 3.2. AGENTE CURADOR VERSAMID 115I73**

**Nanoarcilla Cloisite 30B**, donada por Southern Clay Products Inc. Es una arcilla tipo montmorillonita modificada con sales de Alkilamonio Cuaternario. Su estructura química puede ser observada en la FIGURA 3.3.



**FIGURA 3.3. ESTRUCTURA QUÍMICA DE LA NANOARCILLA CLOISITE 30B (DONDE T ES EL CEBO: TALLOW).**

La nanoarcilla Cloisite 30B está conformada por placas de silicatos de aluminio y magnesio laminadas y modificadas a escala nanométrica, hasta obtener placas con un espesor de aprox. 1 nm y dimensiones de 70 a 150 nm en largo y ancho, y ha sido diseñada para ser usada como refuerzo para

polímeros tanto termoestables como termoplásticos, para mejorar varias propiedades físicas. Sus propiedades típicas se encuentran descritas a continuación (1):

- Color: Blanco opaco.
- Modificador orgánico: 2MT2EtOT (methyl, tallow, bis-2-hydroxyethyl, Amonio cuaternario).
- Concentración del modificador: 90 meq / 100 g arcilla.
- Porcentaje de humedad < 2%.
- Porcentaje de peso perdido en ignición: 30%.
- Gravedad específica: 1.98 g/cm<sup>3</sup>.
- Espacio basal:  $d_{001} = 18.5 \text{ \AA}$ .

El tamaño típico de partículas secas, dado en micrones por unidad de volumen es:

- Menos del 10% son de 2 $\mu$ .
- Menos del 50% son de 6 $\mu$ .
- Menos del 90% son de 13 $\mu$ .

En el Apéndice C y D se puede encontrar la hoja técnica de seguridad de este producto. Una foto del mismo puede ser apreciada en el siguiente gráfico.



**FIGURA 3.4. NANOARCILLA CLOISITE 30B.**

**Nanoarcilla local (NanoEspol)**, desarrollada por el Área de Materiales y Procesos de Transformación de la Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción (FIMCP). Es una arcilla tipo montmorillonita modificada con sales de Alkilamonio. Esta nanoarcilla ya ha sido previamente caracterizada (16). Sus características son las siguientes:

- Capacidad de Intercambio Catiónico (CEC): 80meq/100g arcilla
- Modificador orgánico: Dehydrogenated tallow, 2-ethylhexyl quaternary amonio.
- Superficie Específica: 598 m<sup>2</sup>/g
- Espacio basal:  $d_{001} = 34.63 \text{ \AA}$ .

A continuación se puede apreciar una foto de la Nanoarcilla local.



**FIGURA 3.5. NANOARCILLA NANOESPOL.**

**Desecante Silica Gel**, marca J.T. Baker, es un absorbedor de humedad con indicador de saturación (Ver figura 3.6). A continuación se puede apreciar el cambio de color de acuerdo a la humedad absorbida:

- Azul: Desecante activado.
- Violeta: 10% de humedad absorbida.
- Rosa: 19% de humedad absorbida.
- Rosa pálido: 28% de humedad absorbida.



**FIGURA 3.6. DESECANTE SILICA GEL.**

**Cloruro de Potasio**, marca J.T. Baker, en forma de cristales, para realizar las soluciones saturadas con agua destilada, con el fin de producir las atmósferas a la temperatura y humedad relativa requeridas.



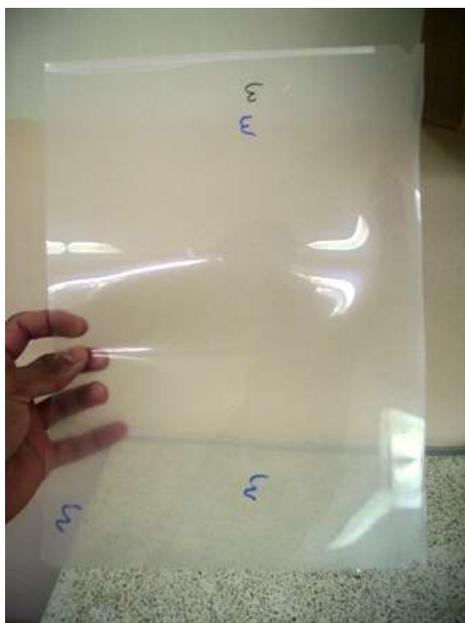
**FIGURA 3.7. CLORURO DE POTASIO**

**Placas de Acero roladas en frío**, con un espesor de 0.6 mm cumplen con la especificación descrita en la Norma ASTM D 609 “Práctica para la preparación de Paneles de Acero rolado en frío para pruebas de Pintura, Barniz, Recubrimientos de conversión y Productos relativos a recubrimientos”. Las placas fueron cortadas con dimensiones de 12 cm. x 7.5 cm. La única prueba a realizar con estas placas es el Ensayo de Dureza según norma INEN 1001. Una foto de los paneles se puede observar en la figura 3.8.



**FIGURA 3.8. PANELES DE ACERO ROLADO EN FRÍO.**

**Láminas de Polietileno**, de baja densidad, sin pigmentos ni aditivos, sobre las cuales se aplicarán los films de mezcla epóxico-poliamida y Nanocompuestos. Se utilizará este material, ya que las resinas epóxicas no se adhieren a él. Una foto de la lámina se muestra a continuación.



**FIGURA 3.9. LÁMINA DE POLIETILENO**

**Agua destilada**, obtenida en los laboratorios de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción (FIMCP) mediante un destilador marca BOECO.

**Parafina de uso histológico**, marca Histosec, es una parafina enriquecida con polímeros (Ver Figura 3.10), que cumple con los requerimientos como agente sellador en la Norma ASTM D1653 – 03 “Métodos estándar de prueba para Transmisión de Vapor de Agua en Films de Recubrimientos Orgánicos”.



**FIGURA 3.10. PARAFINA DE USO HISTOLÓGICO.**

### 3.2 Equipos y accesorios necesarios.

En esta sección se detallan los equipos y accesorios a ser utilizados en la fabricación, aplicación y curado de los Nanocompuestos.

**Matraz Kitasato**, resistente al calor y con capacidad de 250 ml, con el fin de minimizar las pérdidas de Nanocompuesto. Una foto del matraz se puede observar en la Figura 3.11.



**FIGURA 3.11. MATRAZ KITASATO.**

**Higrómetro digital**, con pantalla que muestra la temperatura y la humedad relativa del ambiente, además de la variación de estos valores con respecto al tiempo. Una foto del higrómetro puede ser apreciada en la Figura 3.12.



**FIGURA 3.12. HIGRÓMETRO DIGITAL.**

**Balanza Analítica Digital**, marca Sartorius, con precisión de 0.1 mg (0.0001 g), facilitada por el Proyecto VLIR. Una foto de la balanza se puede observar en la Figura 3.13.



**FIGURA 3.13. BALANZA ANALÍTICA DIGITAL.**

**Agitador Magnético**, marca Cole Parmer, con estabilizador de temperatura, tiene un rango de velocidad de 60 a 1200 rpm,

y un rango de temperatura de 30 a 380° C. Facilitado por el Proyecto VLIR. Una foto del agitador se encuentra ilustrada en la Figura 3.14.



**FIGURA 3.14. AGITADOR MAGNÉTICO.**

**Recipiente metálico**, de 50x120x40 cm, para almacenar las muestras a ser curadas en un ambiente con cero impurezas y una humedad relativa baja (50%). Una foto del recipiente puede ser observada en la Figura 3.15.



**FIGURA 3.15. RECIPIENTE METÁLICO PARA ALMACENAR MUESTRAS**

**Selladora de polímeros**, usada para sellar los pouches de Nanocompuestos para la prueba de Transmisión de Vapor de Agua, proporciona un sello impermeable al aire y agua con un ancho de 5 mm. Para asegurar la sellabilidad se colocará Parafina Histolítica en los bordes de los pouches. A continuación se muestra una foto del sellador.



**FIGURA 3.16. SELLADORA DE POLÍMEROS.**

**Aplicador de película**, marca GARDCO, fabricado de acero inoxidable, el cual nos permite obtener películas húmedas con espesores desde 1 mil hasta 8 mil, y con un ancho de 50 mm. Una foto del mismo puede ser observada en la Figura 3.17.



**FIGURA 3.17. APLICADOR DE PELÍCULA DE PINTURA.**

**Estufa digital**, con estabilizador de temperatura y temporizador (Ver Figura3.18)



**FIGURA 3.18. ESTUFA DIGITAL**

### **3.3 Procedimiento para obtención de Nanocompuestos de Resina Epóxica y Arcillas**

A continuación se detalla el procedimiento para la obtención de los Nanocompuestos de resinas epóxicas y nanoarcillas, así como de los mezclas tradicionales sin refuerzos. Se fabricaron en total 7 compuestos:

- 1 compuesto tradicional de resina epóxica sin refuerzos de nanoarcillas.

- 3 Nanocompuestos de resinas epóxicas con nanoarcillas Cloisite 30B a 1%, 5% y 10%.
- 3 Nanocompuestos de resinas epóxicas con nanoarcillas NanoEspol a 1%, 5% y 10%.

Todos los compuestos serán curados a temperatura ambiente ( $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ) a una humedad relativa de 50% aproximadamente en un ambiente con cero impurezas.

Existen varios procedimientos para la dispersión de las nanoarcillas en un polímero termoestable líquido, como la resina epóxica, de los cuales los más importantes son:

- Polimerización in-situ. La dispersión de la nanoarcilla se la realiza directamente en la resina epóxica, ya sea por agitación mecánica, magnética o ultrasónica.
- Intercalación en solución. La nanoarcilla se la dispersa en un solvente como acetona o xilol, en el cual la resina epóxica es soluble, preferentemente mediante agitación ultrasónica. Luego se mezclan la solución solvente-nanoarcilla con la resina epóxica.

Para la presente tesis se ha escogido el primer procedimiento, mediante agitación magnética, ya que es un método muy confiable para lograr una buena dispersión de la nanoarcilla.

A continuación se detalla el procedimiento para la preparación de los compuestos tradicionales y de los Nanocompuestos:

**Preparación de compuesto tradicional (sin refuerzo).** Para su fabricación se usaron la resina epóxica Andepox 854 que contiene un 30% de solvente y el agente curador de poliamida Versamid R115 I73 que contiene un 27% de solvente. La relación de mezcla de los dos compuestos lo obtenemos estequiométricamente con la siguiente fórmula:

$$\text{Phr} = \text{Peso equivalente amina} \times 100 / \text{EEW}$$

Donde Phr es la parte de poliamida por 100 partes de Resina epóxica (parts per hundred of resin).

Se debe tomar en cuenta que esta relación es válida si los dos compuestos son 100% sólidos. Al no ser este nuestro caso, se realizaron las modificaciones correspondientes al realizar los cálculos.

La mezcla se la realizó a 60°C por 7 minutos. Posteriormente se procedió a remover las burbujas producidas durante la mezcla de la resina con el agente de curado con una bomba de vacío a -80 kPa. Este procedimiento también

se lo realizará a 60°C, pero únicamente hasta que las burbujas sean eliminadas, lo cual es aproximadamente 3 minutos. A continuación se muestra un gráfico con el procedimiento descrito.



**FIGURA 3.19. SECUENCIA EN EL PROCEDIMIENTO DE FABRICACIÓN Y APLICACIÓN DEL COMPUESTO TRADICIONAL EPÓXICO - POLIAMIDA.**

**Preparación de Nanocompuestos.** Para su fabricación se usó la resina epóxica Andepox 954 y el agente curador de poliamida Versamid R115I73. El procedimiento para la elaboración de todas las muestras de Nanocompuestos es el mismo, independiente del tipo de nanoarcilla y de la concentración a utilizar.

La relación de mezcla del epóxico y el curador es la misma que para el compuesto tradicional. Una vez que se ha pesado la resina epóxica, se procede a pesar el porcentaje determinado de nanoarcilla. Cabe recalcar que cuando hablamos de una concentración de 1%, 5% y 10%, nos referimos a este porcentaje con relación al peso de resina epóxica pura. Es decir que si pesamos 100 gr. de epóxico, y esta es pura en un 70%, entonces si vamos a elaborar un Nanocompuesto con 1% de nanoarcilla tendremos que utilizar 0.7 gr de esta.

Una vez pesadas ambas partes se procedió a calentar la resina epóxica hasta 80°C, con el fin de disminuir su viscosidad. Luego se añadió el porcentaje requerido de nanoarcilla, ya sea importada o local, y se mezclaron mediante un agitador magnético a 600 rpm por 5 horas. El proceso de mezcla se realizó en un matraz kitasato, para lo cual se cerraron las boquillas con el fin de que no se evapore el solvente, para de esta forma evitar que aumente la viscosidad, ya que al ser una resina de alto peso molecular, si se

evapora el solvente sería muy difícil el proceso de mezclado. Una vez terminado el proceso de mezcla, se procedió a remover las burbujas con una bomba de vacío a -80kPa, este proceso puede tardar un par de minutos. Luego se añadió la relación estequiométrica de agente de curado a la mezcla epóxico-nanoarcilla. Al igual que con el compuesto tradicional, este proceso se lo realizó a 60°C por 7 minutos. Luego de este último proceso de mezcla se procedió de nuevo a remover las burbujas producidas durante la mezcla, lo cual tardó aproximadamente 3 minutos.

A continuación se muestra una secuencia de fotos de la preparación de los Nanocompuestos:



**FIGURA 3.20. SECUENCIA EN EL PROCEDIMIENTO DE FABRICACIÓN Y APLICACIÓN DE LOS NANOCOMPUESTOS.**

Una vez preparadas las mezclas, se procedió a aplicarlas sobre las láminas de polietileno a un espesor de 4 mils y sobre las placas de acero. A continuación se muestran fotos de ambas aplicaciones.



**FIGURA 3.21. APLICACIÓN DE LAS MEZCLAS SOBRE PLACA DE ACERO Y SOBRE LÁMINA DE POLIETILENO.**

Las muestras se almacenarán en un compartimento cerrado con el fin de mantenerlos libre de polvo y de impureza durante mínimo 8 días con el fin de que el proceso de curado se complete. Además en su interior se colocará desecante sílica de gel con el fin de obtener una humedad relativa de aproximadamente 50%, para de esta forma evitar que esta se incremente y se produzca condensación en el interior de la caja. A continuación se puede apreciar una foto del recipiente utilizado.



**FIGURA 3.22. CAJA PARA ALMACENAR MUESTRAS APLICADAS SOBRE LÁMINAS DE POLIETILENO Y SOBRE PLACAS DE ACERO.**

Los datos correspondientes a la elaboración de cada compuesto y las abreviaturas utilizadas se detallan a continuación:

**TABLA 2**

**DATOS COMPUESTO TRADICIONAL CT**

Peso Andepox 954 (gr)	100
Peso Versamid R115I73 (gr)	35,44
Temperatura de aplicación (°C)	24,2
Humedad Relativa de aplicación (%)	64,5

**TABLA 3****DATOS NANOCOMPUESTO NCA1**

Peso Andepox 954 (gr)	100
Peso Versamid R115I73 (gr)	35,44
Peso Nanoarcilla Cloisite 30B (gr) 1%	0,7
Temperatura de aplicación (°C)	25,2
Humedad Relativa de aplicación (%)	67,1

**TABLA 4****DATOS NANOCOMPUESTO NCA2**

Peso Andepox 954 (gr)	100
Peso Versamid R115I73 (gr)	35,44
Peso Nanoarcilla Cloisite 30B (gr) 5%	3,5
Temperatura de aplicación (°C)	24,2
Humedad Relativa de aplicación (%)	64,5

**TABLA 5****DATOS NANOCOMPUESTO NCA3**

Peso Andepox 954 (gr)	100
Peso Versamid R115I73 (gr)	35,44
Peso Nanoarcilla Cloisite 30B (gr) 10%	7
Temperatura de aplicación (°C)	24,6
Humedad Relativa de aplicación (%)	66,8

**TABLA 6****DATOS NANOCOMPUESTO NCB1**

Peso Andepox 954 (gr)	60
Peso Versamid R115I73 (gr)	21,86
Peso Nanoarcilla Cloisite 30B (gr) 1%	0,42
Temperatura de aplicación (°C)	24,7
Humedad Relativa de aplicación (%)	69,8

**TABLA 7****DATOS NANOCOMPUESTO NCB2**

Peso Andepox 954 (gr)	60
Peso Versamid R115I73 (gr)	21,86
Peso Nanoarcilla Cloisite 30B (gr) 5%	2,1
Temperatura de aplicación (°C)	25
Humedad Relativa de aplicación (%)	62,8

**TABLA 8****DATOS NANOCOMPUESTO NCB3**

Peso Andepox 954 (gr)	60
Peso Versamid R115I73 (gr)	21,86
Peso Nanoarcilla Cloisite 30B (gr) 10%	4,2
Temperatura de aplicación (°C)	24,6
Humedad Relativa (%)	69,3

### **3.4 Diferentes estructuras de Nanocompuestos a utilizar.**

En lo que corresponde a las diferentes estructuras, básicamente nos referimos a tres compuestos diferentes, los cuales son:

- Compuesto tradicional de resina Epóxica - Poliamida sin refuerzo de nanoarcillas (CT).
- Nanocompuesto de resina Epóxicas - Poliamida con nanoarcillas Cloisite 30B a 1% (NCA1), 5% (NCA2) y 10% (NCA3).
- Nanocompuesto de resina Epóxica – Poliamida con nanoarcillas NanoEspol a 1% (NCB1), 5% (NCB2), y 10% (NCB3).

Cuando se realice el curado a Temperatura ambiente, éste se realizará en un ambiente de baja humedad relativa, libre de impurezas.

### **3.5 Ensayos y Pruebas a realizarse.**

A continuación se detallan todos los ensayos y pruebas de caracterización a realizar con las diferentes muestras elaboradas.

Para realizar los ensayos nos basaremos en las respectivas normas ASTM.

### **3.5.1. Método para producir probetas para ensayos.**

Para producir los films, ya sea sobre las láminas de polietileno o las placas de acero, nos basamos en la norma ASTM D-823: “Prácticas Estándar para producir films de espesor uniforme de Pintura, Barniz, y productos relacionados sobre Paneles de prueba”. Esta norma muestra 5 métodos diferentes para producir las películas, de los cuales escogimos la práctica E, el cual es un método de aplicación manual, para lo cual se utilizará el aplicador Graco descrito en la sección de equipos y accesorios.

La norma nos dice que el espesor final dependerá de 3 variables que son: la viscosidad del material, el porcentaje de componentes volátiles y la profundidad de la hendidura del aplicador manual. Además se debe tomar en cuenta que la velocidad de desplazamiento del aplicador sobre la superficie debe estar entre 250 a 300 mm/s.

Se deberá tener especial cuidado en la limpieza del aplicador con un solvente, con el fin de que no se endurezca la mezcla después de aplicada sobre las superficies de polietileno y metálicas. En la Figura

3.21 se puede apreciar la aplicación de los recubrimientos sobre ambas superficies.

### 3.5.2. Análisis Termogravimétrico TGA

Con el fin de determinar la estabilidad térmica de los Nanocompuestos y del compuesto tradicional se realizó Análisis Termogravimétrico a las 7 muestras fabricadas. El ensayo se realizó con una tasa de calentamiento de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  hasta llegar a los  $620^{\circ}\text{C}$  en una atmósfera de aire. El equipo utilizado fue una Termobalanza marca Linseis L81-II facilitado gentilmente por la Facultad de Ingeniería de La Universidad del Azuay (Ver Figura 3.23).



**FIGURA 3.23. TERMOBALANZA LINSEIS L81-II**

Para realizar las pruebas se procedió a pesar las muestras en una balanza analítica, luego se las colocó en el horno de la Termobalanza y se corrió el ensayo con los parámetros antes mencionados. Al finalizar se retiraba la muestra y se la volvía a pesar. A continuación se puede apreciar una foto de este procedimiento.



**FIGURA 3.24. A LA IZQUIERDA MUESTRA PESADA PREVIO A ENSAYO. A LA DERECHA MUESTRA CARBONIZADA AL FINAL DEL ENSAYO**

### **3.5.3. Análisis de Espectroscopía Infrarroja por Transformadas de Fourier (FTIR)**

Se realizó FTIR a las muestras con el fin de determinar su composición molecular, además de comprobar la presencia de la organoarcilla en su estructura e identificar si existe alguna diferencia

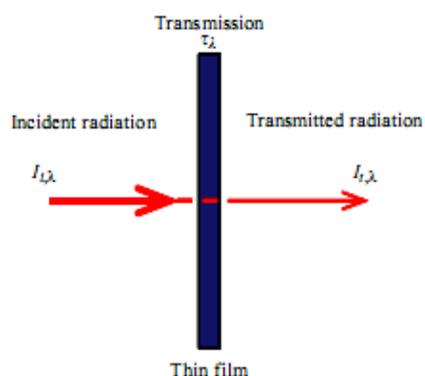
en el procedimiento de curado por la inserción de los refuerzos en la matriz polimérica.

El equipo utilizado fue un Thermo Scientific Nicolet IR100 (Ver Figura 3.25).



**FIGURA 3.25. EQUIPO THERMO SCIENTIFIC NICOLET IR100**

Para la realización de las pruebas se procedió a colocar las muestras en un accesorio con el fin de realizar la espectroscopía por transmisión (Ver Figura 3.26).



**FIGURA 3.26. ESQUEMA DE RADIACIÓN INFRARROJA A TRAVÉS DE UN FILM (19) Y MONTAJE EN EQUIPO.**

#### 3.5.4. Ensayo de Absorción de Agua según norma ASTM D-570.

Para la realización de este ensayo nos basamos en la norma ASTM D 570, "Método estándar de prueba para Absorción de Agua en Plásticos", con unas modificaciones de acuerdo a los tamaños de las muestras obtenidas y basándonos en otras referencias bibliográficas (3) (14), con el fin de obtener además el coeficiente de difusión.

La absorción de agua puede ser expresada de la manera siguiente:

- Como la masa de agua absorbida.
- Como la masa de agua absorbida por unidad de superficie.
- Como un porcentaje de agua absorbida con respecto a la masa original de la probeta de ensayo.

Los equipos necesarios para esta prueba son: balanza analítica, recipientes y agua destilada.

Las muestras para la realización de este ensayo fueron films rectangulares de 40mm por 83.3mm por el espesor obtenido. Se fabricaron **tres** probetas por cada muestra.

A continuación se detalla el procedimiento utilizado para la realización de la prueba:

- Elaborar las muestras con las dimensiones antes descritas y secarlas en una estufa a  $50^{\circ} \text{C} \pm 3^{\circ} \text{C}$  durante  $24 \text{ h} \pm 1 \text{ h}$ .
- Enfriar en un desecador y pesar cada una con una aproximación de 0.001 g (m1).
- Colocar luego en un recipiente con agua destilada a una temperatura de  $25^{\circ} \text{C} \pm 1^{\circ} \text{C}$  y verificar que las probetas se encuentren sumergidas completamente.
- Retirar las probetas cada 10 minutos por 40 minutos, luego después de 3 horas, y después cada 24 horas por 3 días.
- Secar las probetas con un paño seco y limpio
- Pesar las probetas después de 1 minuto de sacarlas del agua (m2).

A continuación se muestra un gráfico de las muestras en agua destilada y de las mismas siendo pesadas.



**FIGURA 3.27. MUESTRAS EN AGUA DESTILADA Y OBTENCIÓN DE SU PESO**

La absorción de agua para cada probeta de ensayo se determina mediante las siguientes ecuaciones:

- Absorción de agua expresada en miligramos (mg).

$$a = m_2 - m_1 \quad (3.1)$$

Donde:

a = absorción de agua en mg.

m<sub>1</sub> = masa de la probeta antes de la inmersión (mg).

m<sub>2</sub> = masa de la probeta después de la inmersión (mg)

- Absorción de agua expresada en  $\text{mg}/\text{cm}^2$ .

$$a = \frac{m_2 - m_1}{A} \quad (3.2)$$

Donde:

$a$  = absorción de agua en  $\text{mg}/\text{cm}^2$ .

$A$  = área de la probeta en  $\text{cm}^2$ .

- Absorción de agua expresada en porcentaje (%).

$$a = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100 \quad (3.3)$$

Donde:

$a$  = absorción de agua en porcentaje (%).

Se ha demostrado que el comportamiento de difusividad de agua en sistemas epóxicos cumple la segunda ley de Fick de difusión (3). Para la difusión en una dimensión a través de una placa infinita la segunda ley de Fick es expresada como:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (3.4)$$

Siendo  $C$  la concentración de sustancia en difusión (agua),  $t$  el tiempo,  $D$  el coeficiente de Difusión y  $x$  la longitud. Esta relación puede ser simplificada:

$$\frac{M_t}{M_\infty} = \frac{4}{h\sqrt{\pi}} \sqrt{Dt} \quad (3.5)$$

Siendo  $M_t$  la masa ganada en el tiempo transcurrido  $t$ ,  $M_\infty$  la cantidad de agua absorbida hasta saturarse y  $h$  el espesor del material. De esta forma se elaborará graficas  $a(\%)$  versus  $t^{1/2}/h$ . También se graficará  $M_t/M_\infty$  versus  $t^{1/2}/h$ . Así también podremos calcular la constante de Difusividad  $D$  como se muestra a continuación (14):

$$D = \frac{\pi}{16} \left( \frac{M_t / M_\infty}{\sqrt{t} / h} \right)^2 \quad (3.6)$$

De donde es la  $\left( \frac{M_t / M_\infty}{\sqrt{t} / h} \right)$  pendiente de la parte lineal del gráfico descrito en el párrafo anterior. Así también se elaborarán gráficas de *Difusividad  $D$  versus porcentaje de nanoarcillas.*

Existen dos teorías que explican la absorción de agua materiales epóxicos, la primera dice que esta es almacenada en el llamado volumen libre o *free volumen* que se produce por la relajación y plastificación del volumen de polímero por el calentamiento y enfriamiento, y la segunda que la absorción depende de los grupos polares presentes en el polímero (grupos OH) (3), ya que el agua puede ser atado a estos. Se ha demostrado que la absorción de agua no es directamente proporcional a la concentración de nanoarcillas en grandes porcentajes (Ver Figura 3.28), y que no existe una clara relación entre la cantidad de organoarcillas y la difusividad (Ver Figura 3.29).

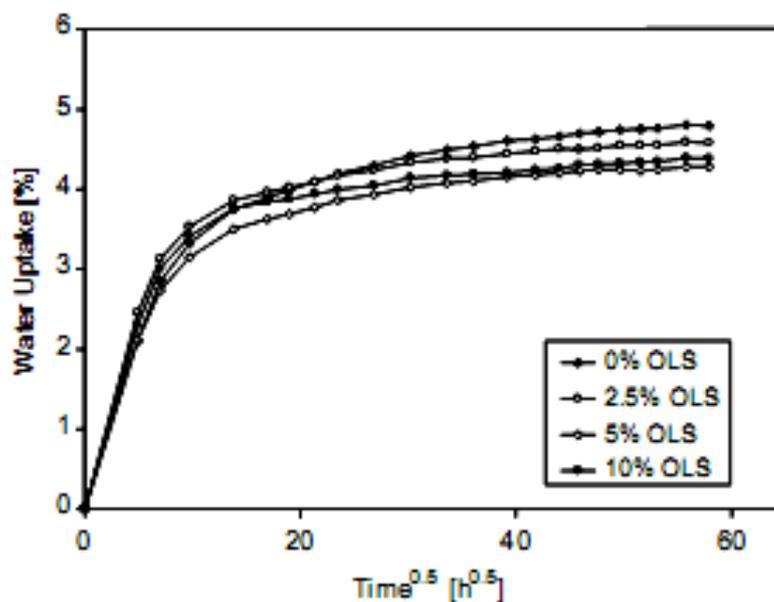


FIGURA 3.28. CURVA DE ABSORCIÓN DE AGUA DE NANOCOMPUESTOS DE RESINA EPÓXICA CON DIFERENTES CONCENTRACIONES DE NANOARCILLAS (3).

TABLA 9

ABSORCIÓN DE AGUA Y DIFUSIÓN DE NANOCOMPUESTO DE RESINA EPÓXICA CON DIFERENTES CONCENTRACIONES DE NANOARCILLAS (3).

Sample	Equilibrium water uptake (%)	Diffusion coefficient D ( $10^{-8} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$ )
DGEBA 0% OLS	2.810	4.3
DGEBA 2.5% OLS	2.425	4.7
DGEBA 5% OLS	2.405	4.9
DGEBA 10% OLS	2.659	3.8
TGAP 0% OLS	4.797	2.3
TGAP 2.5% OLS	4.597	3.7
TGAP 5% OLS	4.274	3.1
TGAP 10% OLS	4.330	3.6
TGDDM 0% OLS	3.967	2.3
TGDDM 2.5% OLS	3.746	3.0
TGDDM 5% OLS	3.732	4.1
TGDDM 10% OLS	3.778	3.1

### 3.5.5. Ensayo de absorción y difusión de humedad según Norma ASTM 5229.

Para la realización de esta prueba nos basamos en la norma ASTM 5229 para Ensayos de absorción de humedad en materiales Composites. Las muestras para la realización de este ensayo fueron films rectangulares de 40mm por 83.3mm por el espesor obtenido. Se deben preparar **tres** probetas por cada muestra.

A continuación se detalla el procedimiento utilizado para la realización de la prueba:

- Elaborar las muestras con las dimensiones antes descritas y secarlas en una estufa a 85° C durante 2 días.
- Enfriar en un desecador y pesar cada una con una aproximación de 0.001 g (m1).
- Colocar luego las muestras en un recipiente a 40°C y 82% de humedad relativa. Para lograr este objetivo nos basamos en un método muy utilizado con alimentos para obtener ambientes a determinada temperatura y humedad. Esto se logra colocando una solución saturada de diferentes sales (en nuestro caso Cloruro de Potasio) en un recipiente hermético a una temperatura determinada (40°C) para obtener una determinada humedad

relativa (82%). Se elaboró una estructura de plástico para mantener las muestras en sentido vertical (Ver Figura 3.29).

- Retirar las probetas del recipiente y pesarlas cada 10 minutos por 50 minutos, luego después de 1.5 horas, 3 horas, 13 horas y finalmente cada 24 horas por 2 días,



**FIGURA 3.29. PROBETAS EN ESTRUCTURA DE PLÁSTICO Y RECIPIENTES EN ESTUFA**

Para la obtención de datos y gráficos se seguirán los mismos cálculos utilizados en la sección 3.5.4 Ensayo de Absorción de Agua según norma ASTM D-570.

### **3.5.6 Ensayo de transmisión de vapor de agua según Norma ASTM D-1653**

Para la realización de este ensayo nos basamos en una modificación a la norma ASTM D 1653, llamado Método de Pouch, para

determinar la Transmisión de Vapor de Agua (WVTR) y la Permeabilidad de Vapor de Agua (P) a través de los films de pintura.

Las definiciones más utilizadas son:

Tasa de Transmisión de Vapor de Agua (WVTR). Es el flujo constante de vapor de agua por unidad de tiempo a través del área de un cuerpo, entre dos superficies paralelas, bajo condiciones específicas de temperatura y humedad para cada superficie.

Permeación de Vapor de Agua. Es la relación del WVTR y la diferencia de Presión de vapor entre las dos superficies.

Permeabilidad de Vapor de Agua (P). Es el producto de la Permeación con el espesor de las superficies.

Los equipos utilizados para este ensayo fueron: Estufa a 40°C, Selladora de Empaques Plásticos, Parafina de uso histológico, Desecante, Higrómetro, Balanza analítica.

El procedimiento a seguir para esta la prueba es el siguiente:

- Se elaborarán **2** pouches de cada compuesto fabricado, para hacer la prueba por duplicado, dando un total de 14 pouches.

- Las muestras se cortarán con las siguientes medidas: 50 mm x 80 mm, para que al sellar los Pouch estos queden de aproximadamente de 35 mm x 60 mm.
- Llenar el Pouch con aproximadamente 3.75 gramos de desecante, sellarlo herméticamente con el sellador de empaques y recubrir el área sellada con parafina histolítica, pesar inmediatamente el pouch y registrar la información, así sucesivamente para cada una de las muestras.
- Colocar los pouch en un recipiente a 40°C y 82% de humedad relativa. Para esto se seguirá el mismo procedimiento de la sección anterior.
- Pesar los pouches periódicamente (primero después de 12 horas y después cada 24), lo suficiente para obtener 6 puntos para la grafica.
- El tiempo máximo permitido para pesar y registrar la información fuera de la atmósfera controlada, es aproximadamente 1% del tiempo entre pesadas sucesivas, es decir que si tomamos datos cada hora, se permite 30 segundos, y si es cada día, un máximo de 15 minutos será permitido.
- Después de cada pesada se debe agitar suavemente el pouch para que el desecante que se encuentra dentro cambie de lugar.

- Terminar el test o cambiar el desecante antes de que el agua ganada por el desecante exceda el 10% de su peso original.
- Realizar con los datos obtenidos la gráfica Q vs. t, y obtener la pendiente de la misma, donde:

$$WVTR = \frac{(Q/t)}{A} \quad (3.7)$$

Donde:

Q = Peso ganado del desecante en gramos

t = tiempo de la prueba en horas

Q / t = Pendiente de la gráfica en g/h

A = Área de la superficie del Pouch en m<sup>2</sup>

WVTR = Tasa de transmisión de vapor de agua g/h-m<sup>2</sup> (Water Vapor Transmisión Rate)

Además se calculará la Permeación y Permeabilidad de Vapor de Agua (P):

$$Permeación = \frac{WVTR}{S(R_1 - R_2)} \quad (3.8)$$

Donde S es la presión de saturación de vapor a la temperatura de la prueba,  $R_1$  es la humedad relativa en el recipiente y  $R_2$  es la humedad relativa en el interior del Pouch. Para calcular la Permeabilidad se debe multiplicar la Permeación por el espesor del Pouch, Como este ensayo se llevará a cabo a 40°C y 82% de HR, entonces:

S = 55,32 mmHg, R1 = 82%, R2 = 0%.

La prueba fue realizada en el laboratorio de Materiales de la FIMCP. Fotos relativas a este procedimiento pueden ser observadas en la Figura 3.30.



**FIGURA 3.30. ENSAYO DE TRANSMISIÓN DE VAPOR DE AGUA (MÉTODO DE POUCH).**

### **3.5.7. Determinación de la dureza de película. Método del lápiz según Norma INEN 1001.**

La prueba de dureza para recubrimientos fue basada en la Norma INEN 1001 “Determinación de la dureza de película método del lápiz”.

Esta norma establece el método de ensayo para determinar la dureza superficial de películas, además la resistencia de la película a la ruptura y al rasgado combinado con la adherencia de la película al sustrato.

El equipo utilizado es un juego de lápices de dibujo con dureza de 7B hasta 7H considerados estándar.

El procedimiento consiste en lo siguientes pasos:

- Afilar los lápices dejando la mina desnuda de modo que se extienda 6 mm. fuera de la madera. Lijar luego el extremo de la mina perpendicularmente a su eje hasta que esté plano, liso y de sección circular.
- Colocar el lápiz en la base móvil que genera la presión estándar necesaria para ser empujado sobre la película.

- El lápiz se pasa por la superficie comenzando desde el más suave (7B) y avanzando de uno en uno hasta el más duro 7H hasta que uno de estos raye la superficie de la película.

En la Figura 3.31 se puede apreciar fotos del equipo utilizado y del ensayo.



**FIGURA 3.31. PRUEBA DE DUREZA AL LÁPIZ INEN 1001.**

# CAPÍTULO 4

## 4. DISCUSIÓN Y RESULTADOS.

A continuación se muestran los resultados obtenidos en los ensayos y pruebas realizadas, además de su discusión e interpretación.

### 4.1 Método para producir probetas.

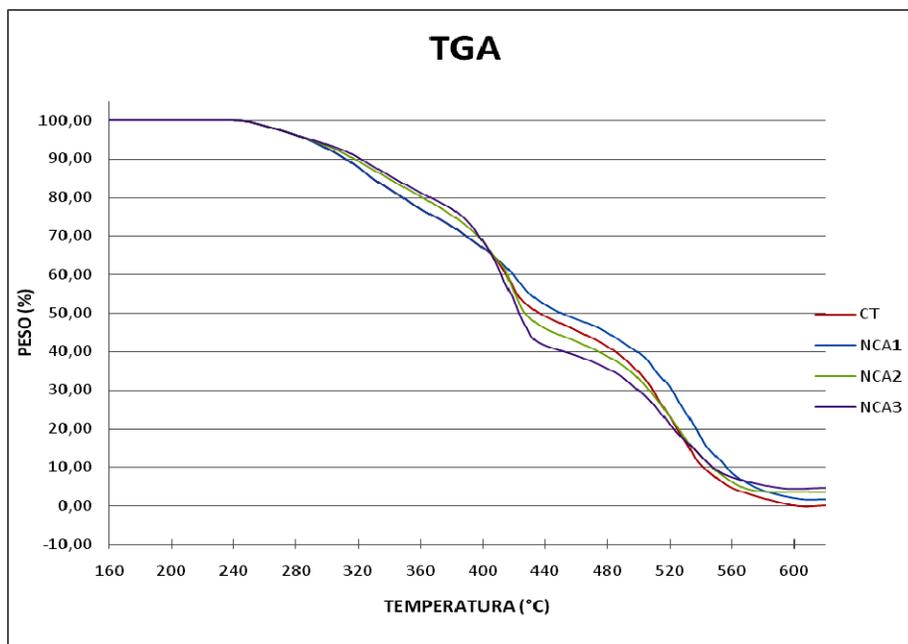
La aplicación de films tanto sobre las superficies metálicas y las láminas de Polietileno se realizó de acuerdo al procedimiento descrito en 3.5.1. El espesor de película húmeda fue de 100 micras, y se obtuvo en promedio un espesor de película seca de 55 micras. No hubo ningún inconveniente en el proceso de separación de las muestras y las láminas de PE.

El tiempo requerido para el curado total es de 8 días, siendo las 24 primeras horas las más críticas, ya que ocurren las reacciones

químicas de forma acelerada. Durante los 7 días restantes el curado es más lento. Todo el proceso de curado de las muestras se las realizó en un ambiente con cero impurezas.

#### **4.2 Análisis Termogravimétrico (TGA)**

Se realizó Termogravimetría para cada una de las 7 muestras fabricadas. Los valores graficados son Peso (%) versus Temperatura (°C). Inicialmente se muestran dos gráficos de TGA, en el primero se hace una comparación del Compuesto Tradicional CT con todos los Nanocompuestos fabricados con Nanoarcilla Cloisite 30B. En el segundo se muestra una comparación similar, pero con los Nanocompuestos elaborados con NanoEspol. Después se muestra una ampliación del gráfico con todas las muestras con el fin de poder observar la temperatura de degradación Td. Luego se observan 3 gráficos más, en los cuales la comparación se realiza entre los Nanocompuestos elaborados con distintas nanoarcillas pero con el mismo porcentaje. En todas las figuras se incorpora al Compuesto Tradicional CT como referencia.



**FIGURA 4.1. TGA DE LOS NANOCOMPUESTOS FABRICADOS CON CLOISITE 30B**

En la Figura 4.1 podemos apreciar que no existe mayor diferencia en la Temperatura de Degradación  $T_d$ , lo cual se corroborará más adelante en la figura 4.3. Podemos observar que existen dos etapas de descomposición. La primera desde los 244°C hasta los 412°C debido a la descomposición de elementos volátiles y polímero de bajo peso molecular (19); y la segunda desde 412°C hasta los 600°C aproximadamente, debido principalmente a la degradación de los elementos orgánicos que se comenzaron a descomponer en la primera etapa.

En la primera etapa se puede ver que a mayor concentración de nanoarcilla, más lento será el proceso de descomposición (20), hasta cierto punto dependiendo del compuesto, debido a que:

- En esta etapa también se produce la descomposición de elementos volátiles (19), y como la organoarcilla impide la difusión de estos y del oxígeno, la degradación es más lenta en los Nanocompuestos (6).
- Las nanoarcillas no permiten que se rompan las cadenas del polímero.

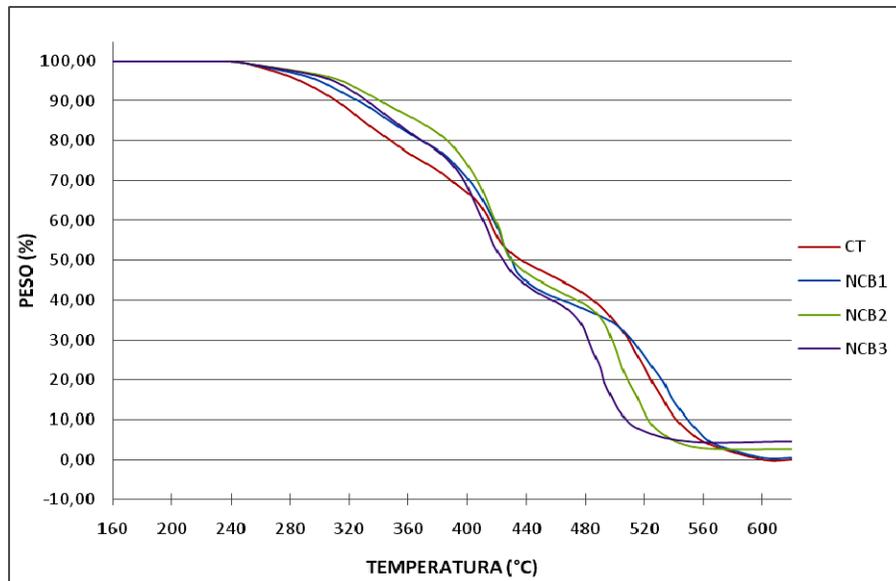
En la segunda etapa el proceso de descomposición se acelera, esto se puede dar debido a que:

- Las Esmectitas sufren un proceso de dehidroxilación y transformación de fase a temperaturas mayores a 400°C, por lo cual se pierden grupos hidroxilos OH (16).
- Se puede producir la eliminación de los volátiles que no se degradaron en la primera etapa debido a que la nanoarcilla lo impedía.

No es observada una degradación separada de los iones de intercambio en la inter-capa. Esto se debe a que se utilizaron concentraciones muy pequeñas de nanoarcillas en la matriz epóxica, además la concentración de estos iones en la nanoarcilla también es pequeña (25-30% en peso) (3).

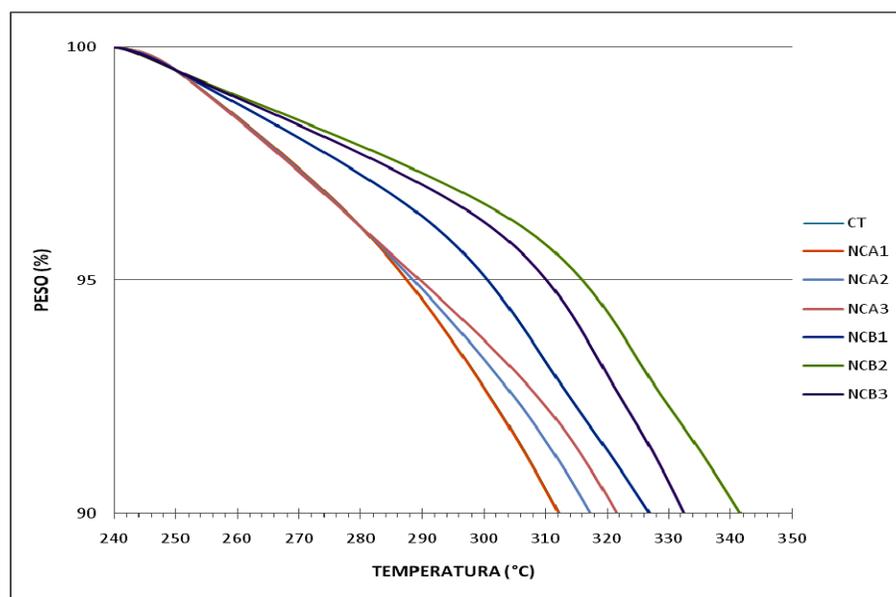
Después de los 600°C las curvas son rectas y muestran los residuos inorgánicos de las nanoarcillas, que pueden ser  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{SiO}_2$ . (24). Es por esto que a mayor concentración de nanoarcilla mayor es el residuo luego de 600°C.

La Figura 4.2 es similar a la anterior, pero con los nanocompuestos elaborados con NanoEspol. Podemos apreciar que el comportamiento es muy similar al demostrado en el gráfico anterior, con la diferencia de que su estabilidad térmica inicial es incrementada, obteniéndose una temperatura de degradación  $T_d$  mayor. Se puede observar que la segunda etapa de degradación es más pronunciada que con los Nanocompuestos NCA.



**FIGURA 4.2. TGA DE LOS NANOCOMPUESTOS FABRICADOS CON NANOESPOL**

En la Figura 4.3 podemos observar el aumento de la Temperatura de degradación  $T_d$  con relación al incremento en el porcentaje de nanoarcillas. En lo que respecta a los Nanocompuestos elaborados con Cloisite 30B, el aumento en  $T_d$  es casi imperceptible, mientras que en los elaborados con NanoEspol la temperatura se incrementa de una forma más apreciable. El mayor valor de  $T_d$  se obtuvo con un 5% de NanoEspol en la matriz epóxica (NCB2).



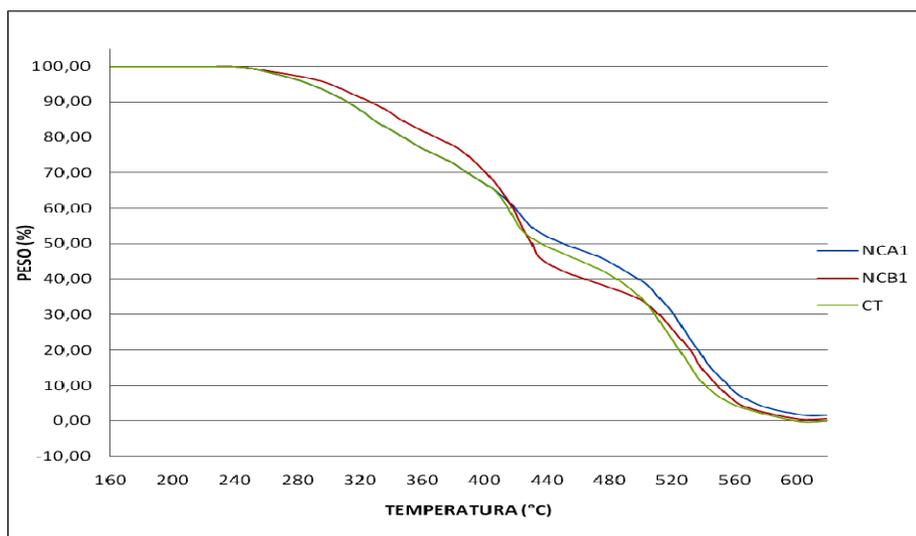
**FIGURA 4.3. TGA DE LOS NANOCOMPUESTOS FABRICADOS. OBTENCIÓN DE LA TEMPERATURA DE DEGRADACIÓN  $T_d$**

En la tabla 10 se pueden encontrar los valores de  $T_d$  para los distintos compuestos.

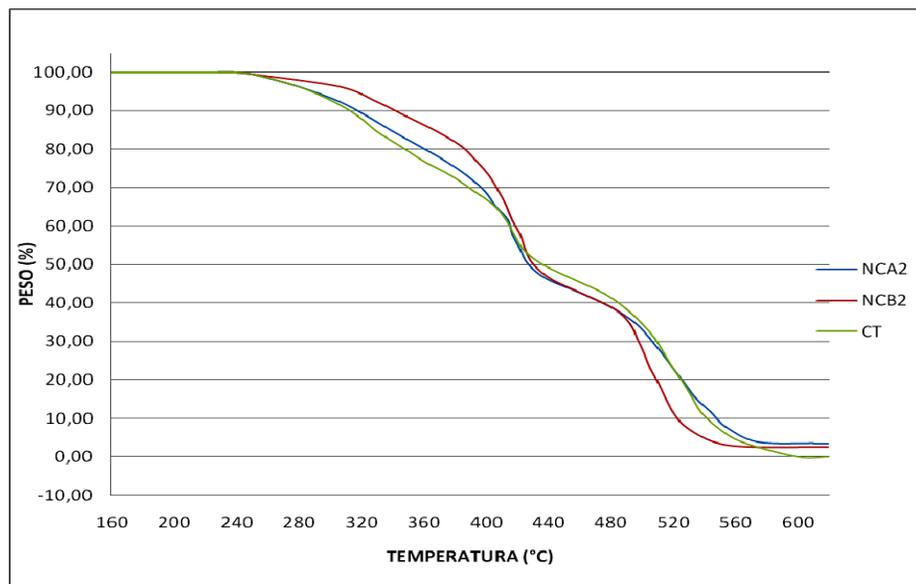
**TABLA 10**  
**TEMPERATURA DE DEGRADACIÓN Td DE LOS DIFERENTES**  
**COMPUESTOS**

Comp.	Td (°C)
CT	289
NCA1	289
NCA2	290
NCA3	292
NCB1	303
NCB2	318
NCB3	313

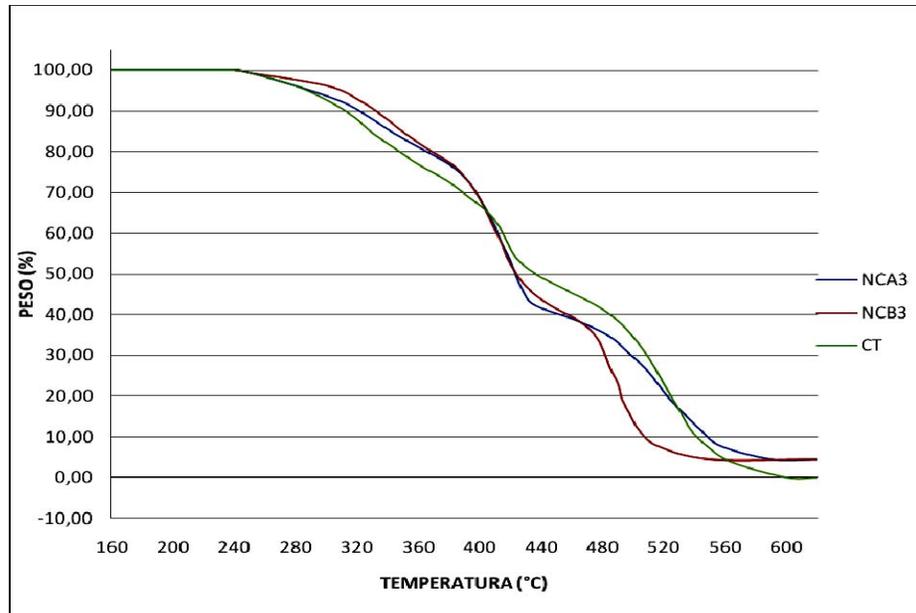
En la Figura 4.4, 4.5 y 4.6 podemos observar Termogravimetrías de comparación entre los diferentes nanocompuestos elaborados con distintas nanoarcillas, pero en igual concentración. En todos los casos podemos observar una mayor estabilidad térmica de los compuestos NCB hasta 400°C aproximadamente, luego del cual la degradación se acelera.



**FIGURA 4.4. TGA DE LOS NANOCOMPUESTOS FABRICADOS CON 1% DE CLOISITE 30B Y NANOESPOL**



**FIGURA 4.5. TGA DE LOS NANOCOMPUESTOS FABRICADOS CON 5% DE CLOISITE 30B Y NANOESPOL**



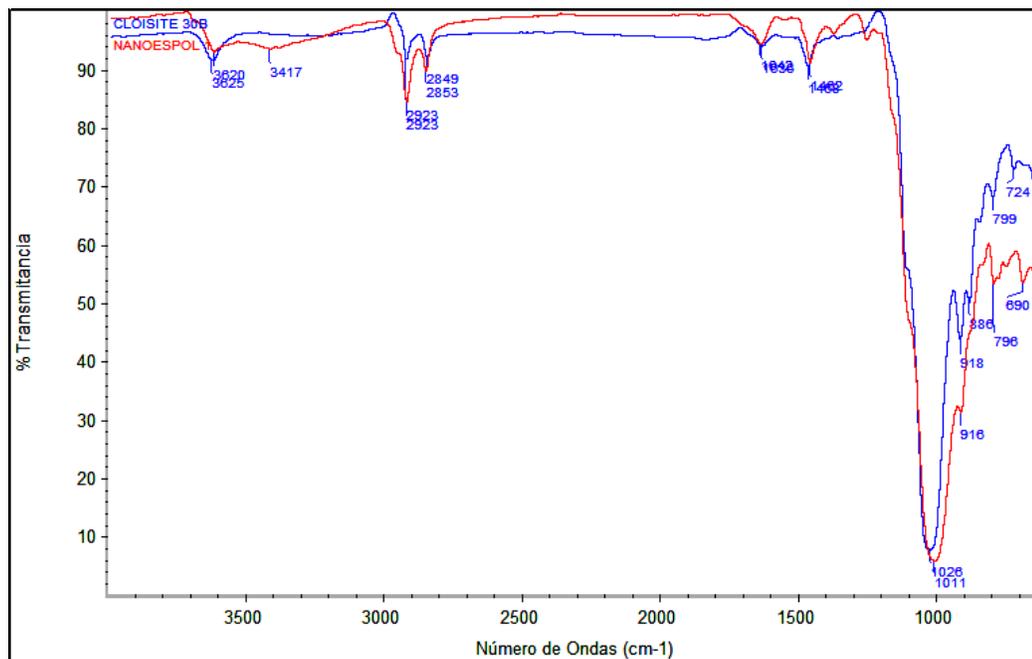
**FIGURA 4.6. TGA DE LOS NANOCOMPUESTOS FABRICADOS CON 10% DE CLOISITE 30B Y NANOESPOL**

### 4.3 Análisis FTIR.

A continuación se muestran varias Espectroscopías infrarrojas, en las que se observan los diferentes Nanocompuestos ya sean en gráficos superpuestos o intercalados, con el fin de poder comparar sus espectros. También se muestran Espectros individuales con sus picos característicos con el fin de desarrollar un análisis más profundo.

Básicamente lo que buscamos es encontrar los cambios en la estructura molecular de los Nanocompuestos, no solamente con la adición de picos característicos de las nanoarcillas, sino con la observación de cambios en todo el espectro.

Primero analicemos los espectros característicos de las dos nanoarcillas utilizadas, Cloisite 30B y NanoEspol (Ver figura 4.7). La asignación de las bandas de absorción se pueden observar en las tablas 11 y 12. Los picos en  $2849-2853\text{ cm}^{-1}$  y  $2923\text{ cm}^{-1}$  corresponden a las cadenas de alquilamonio. Cabe recalcar que los espectros comienzan desde  $500\text{ cm}^{-1}$ , ya que se los obtuvo por reflexión y a número de ondas inferiores sólo se obtuvo interferencias.



**FIGURA 4.7. ESPECTROSCOPIA FT-IR DE NANOARCILLA CLOISITE 30B Y NANOESPOL CON PICOS CARACTERÍSTICOS**

**TABLA 11**

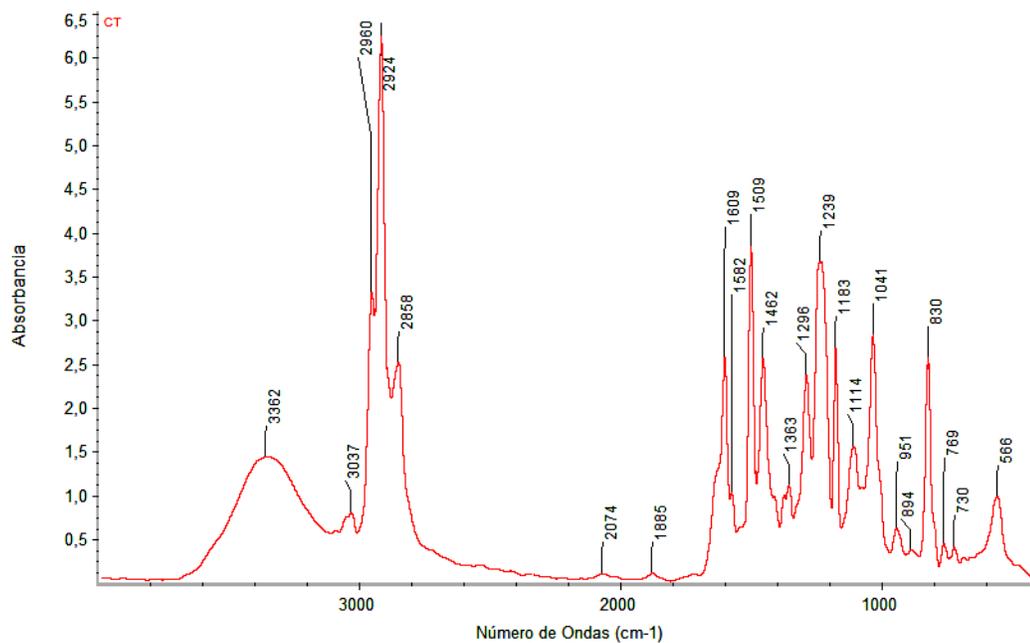
**DATOS OBTENIDOS DE LOS ESPECTROS DE LA NANOARCILLA NANOESPOL**

Número de Onda ( $\text{cm}^{-1}$ )	Asignación tentativa
3620	Estiramiento de los grupos OH presentes en la montmorillonita
3417	Estiramiento de grupos OH. Hidratación
2923- 2853	Grupos C-H. Cadenas de Alquilamonio
1636	Flexión grupo OH. Hidratación
1462	Flexión grupo CH. Cadena de alquilamonio
1011	Estiramiento en plano Si-O
916	Flexión AlOH
690	Cuarzo

**TABLA 12**  
**DATOS OBTENIDOS DE LOS ESPECTROS DE LA NANOARCILLA**  
**CLOISITE 30B**

Número de Onda (cm <sup>-1</sup> )	Asignación tentativa
3625	Estiramiento de los grupos OH presentes en la montmorillonita
2923- 2849	Grupos C-H. Cadenas de Alkilamonio
1636	Flexión grupo OH. Hidración
1467	Flexión grupo CH. Cadena de alkilamonio
1026	Estiramiento en plano Si-O
918	Flexión AlOH
886	Flexión AlFeOH

En lo que respecta a la resina epóxica curada con poliamida, en la Figura 4.8 se puede apreciar su espectro característico, y en la tabla 13 la asignación de las bandas de absorción. Cabe recalcar que el espectro es muy similar al de una resina epóxica curada con aminas, debido a que la reacción es parecida. En ambos casos existen grupos NH que reaccionan con los anillos epoxi de la resina, con la diferencia de que las poliamidas al ser derivados de las poliaminas poseen un grupo carbonilo (C=O) en su estructura.



**FIGURA 4.8. ESPECTROSCOPIA FT-IR DE COMPUESTO TRADICIONAL CT CON PICOS CARACTERÍSTICOS**

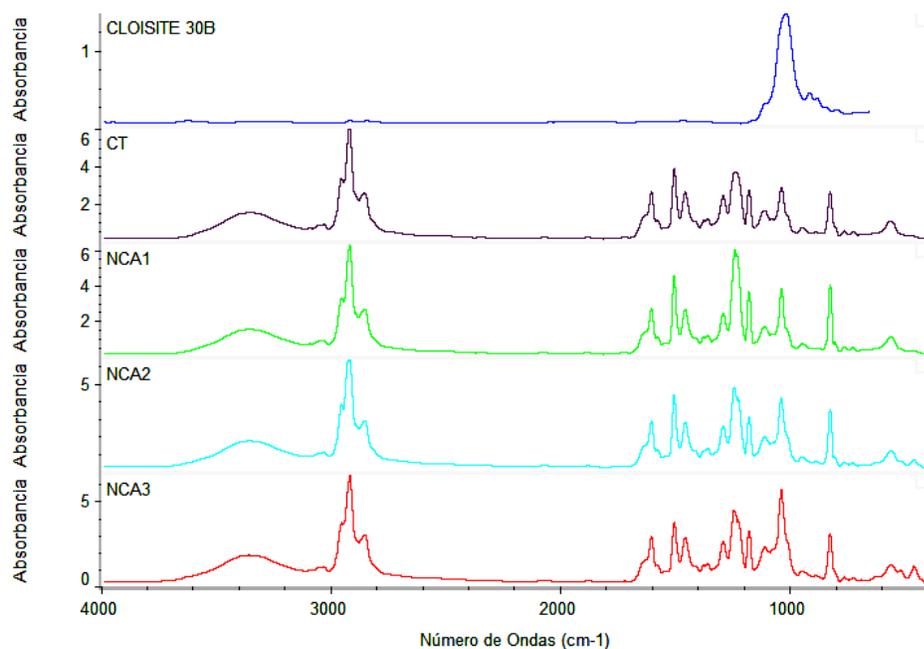
**TABLA 13**

**DATOS OBTENIDOS DEL ESPECTRO DEL COMPUESTO TRADICIONAL CT**

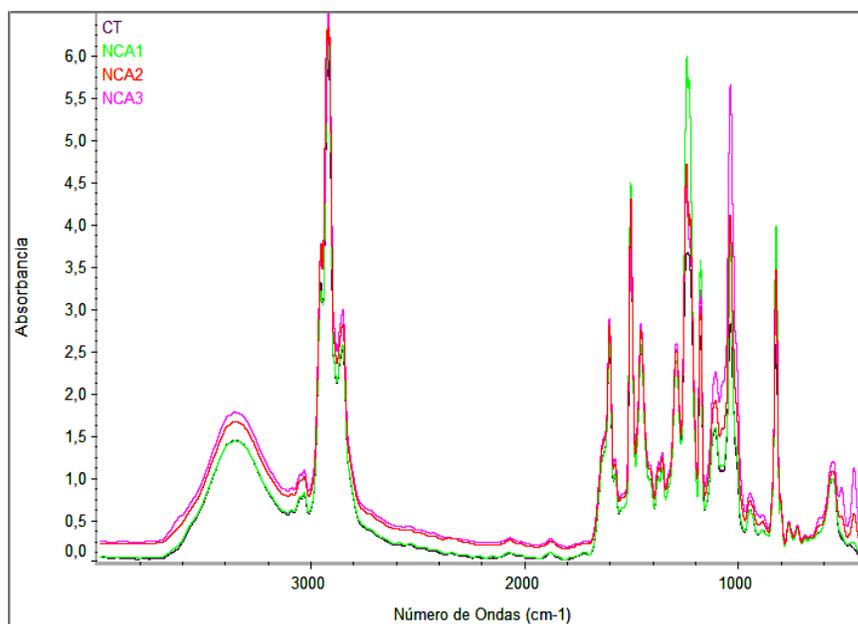
Número de Onda (cm <sup>-1</sup> )	Asignación tentativa
3620	Estiramiento de grupos OH
2924- 2858	Estiramiento grupo C-H y CH <sub>2</sub>
1609-1582-1509	Estiramiento C=C. Anillos aromáticos
1462	Deformación en plano grupo CH <sub>2</sub>
1239	Eter
1183	Estiramiento grupo C-O-C
1041	Eter
830	Deformación en plano phenyl-H

Primero realizaremos el análisis de los Nanocompuestos fabricados con Cloisite 30B. En la Figura 4.9 se muestran los espectros en forma apilada de la nanoarcilla 30B, el compuesto tradicional CT y todos los Nanocompuestos NCA. Los mismos espectros (a excepción de Cloisite 30B) se muestran en la Figura 4.10, pero en forma superpuesta y en Absorbancia, y en la Figura 4.11 también superpuestos pero en Transmisión.

La diferencia más notoria entre el compuesto sin refuerzo y los reforzados se puede observar en números de onda inferiores a  $500\text{ cm}^{-1}$ . En la figura 4.12 se puede apreciar una ampliación de esta zona con su respectiva interpretación. Muchos de los picos característicos de la nanoarcilla no pueden ser observados en los Nanocompuestos. Esto se debe a que estos últimos tienen bandas de absorción similares a los primeros, por ejemplo los picos correspondientes a las cadenas de alquilamonio presentes en las nanoarcillas Cloisite 30B y NanoEspol no son observados en los Nanocompuestos, debido a que las resinas epóxicas también poseen grupos C-H que se muestran a  $2924\text{-}2858\text{ cm}^{-1}$ .

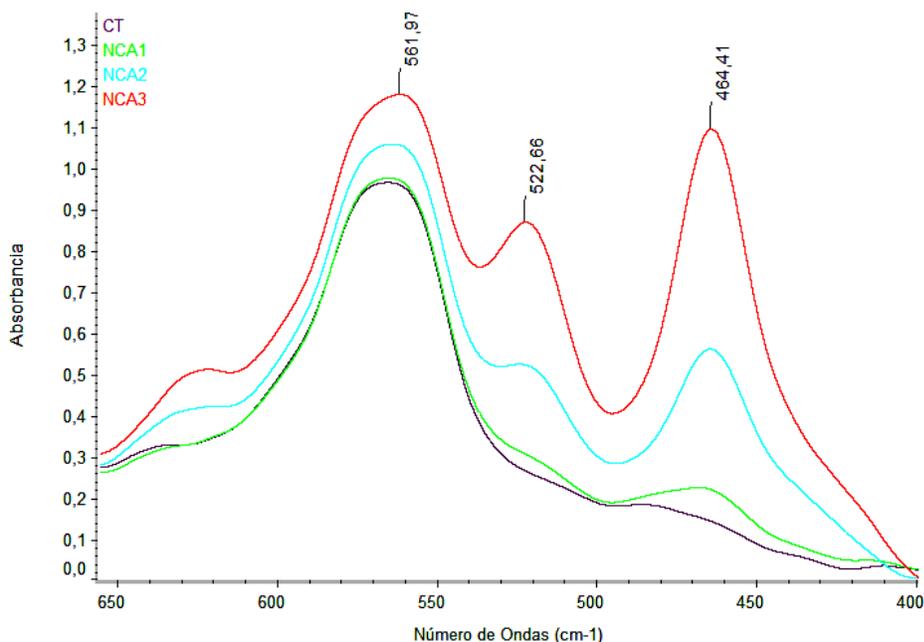


**FIGURA 4.9. ESPECTROSCOPIA FT-IR DE NANOARCILLA CLOISITE 30B, CT, NCA1, NCA2, NCA3.**



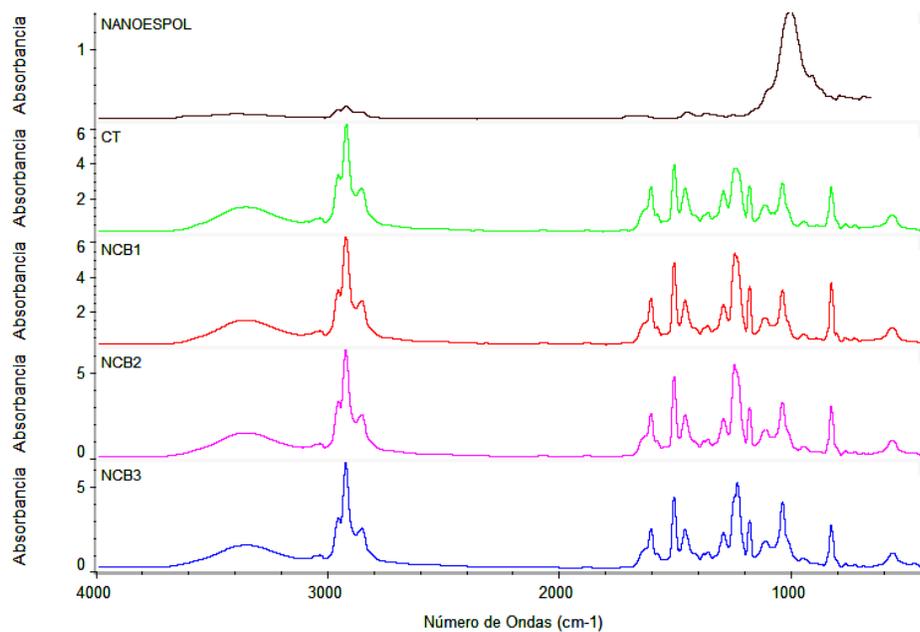
**FIGURA 4.10. ESPECTROSCOPIA FT-IR (ABSORBANCIA) DE CT, NCA1, NCA2, NCA3 SUPERPUESTOS.**

En la figura 4.11 se puede apreciar la diferencia más clara entre CT y los diferentes nanocompuestos NCA, ya que estos últimos presentan picos en 522 y 464  $\text{cm}^{-1}$ . A medida que aumenta la concentración de organoarcilla también se incrementa la Absorbancia. La absorción en 522  $\text{cm}^{-1}$  puede ser debido a la flexión de Si-O, y la producida en 464  $\text{cm}^{-1}$  debido a Mg-O.

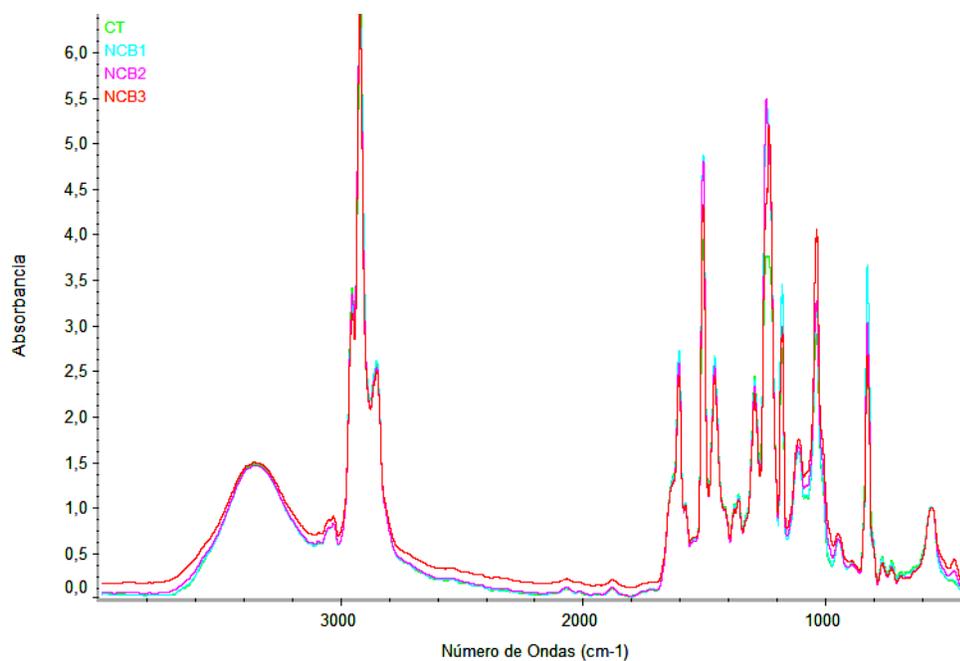


**FIGURA 4.11. ESPECTROSCOPIA FT-IR DE CT, NCA1, NCA2, NCA3 SUPERPUESTOS ENTRE 400  $\text{CM}^{-1}$  – 650  $\text{CM}^{-1}$**

Ahora realizaremos el análisis correspondiente a los Nanocompuestos fabricados con NanoEspol (NCB). En general el comportamiento es similar a los compuestos anteriores (NCA). Aunque el porcentaje de Transmitancia en los espectros no disminuye tanto como en NCA. A continuación se muestran los espectros de todos los Nanocompuestos NCA. (Ver Figuras 4.12, 4.13).

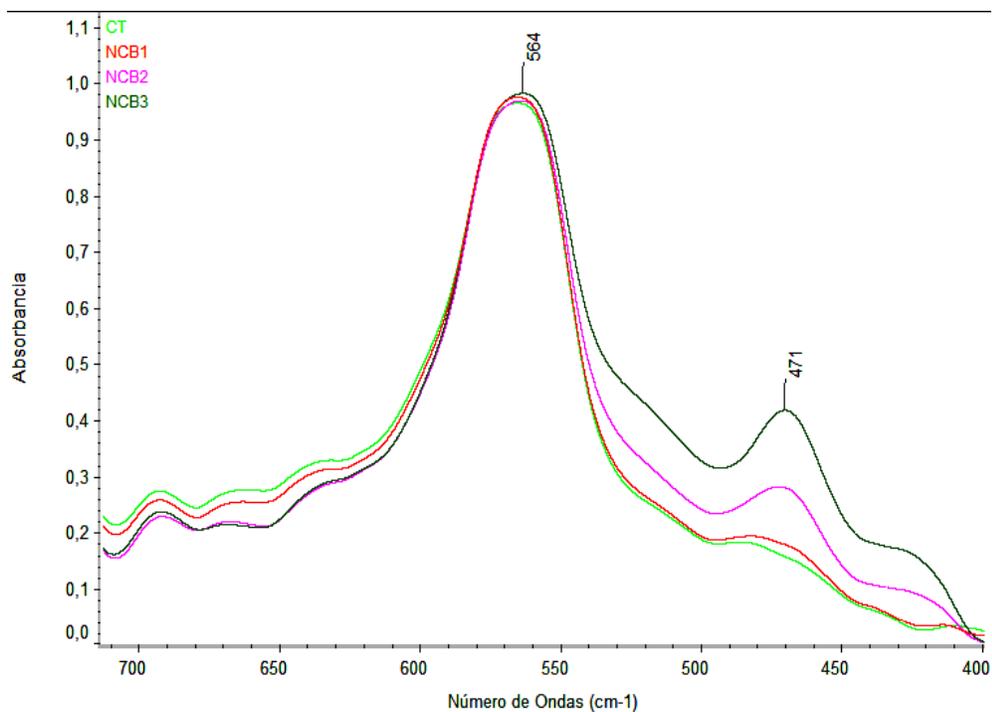


**FIGURA 4.12. ESPECTROSCOPIA FT-IR DE NANOARCILLA NANOESPOL, CT, NCB1, NCB2, NCB3.**



**FIGURA 4.13. ESPECTROSCOPIA FT-IR (ABSORBANCIA) DE CT, NCB1, NCB2, NCB3 SUPERPUESTO**

En la Figura 4.14 se puede observar una ampliación del espectro donde es más visible la nanoarcilla NanoEspol. Aparece un pico en  $471\text{ cm}^{-1}$ , debido al Mg-O, aunque no se observa el pico correspondiente al Si-O, que si fue apreciado en los Nanocompuestos NCA



**FIGURA 4.14. ESPECTROSCOPIA FT-IR DE CT, NCB1, NCB2, NCB3 SUPERPUESTOS ENTRE  $400\text{ cm}^{-1}$  –  $710\text{ cm}^{-1}$**

#### 4.4 Ensayo de absorción de agua según Norma ASTM D-570.

A continuación se muestra los datos iniciales de espesor de todas las probetas elaboradas. Cabe recalcar que para obtener estos valores se tomaron 5 medidas a cada probeta y su promedio es mostrado en la tabla 14.

**TABLA 14**  
**ESPESOR DE LAS PROBETAS**

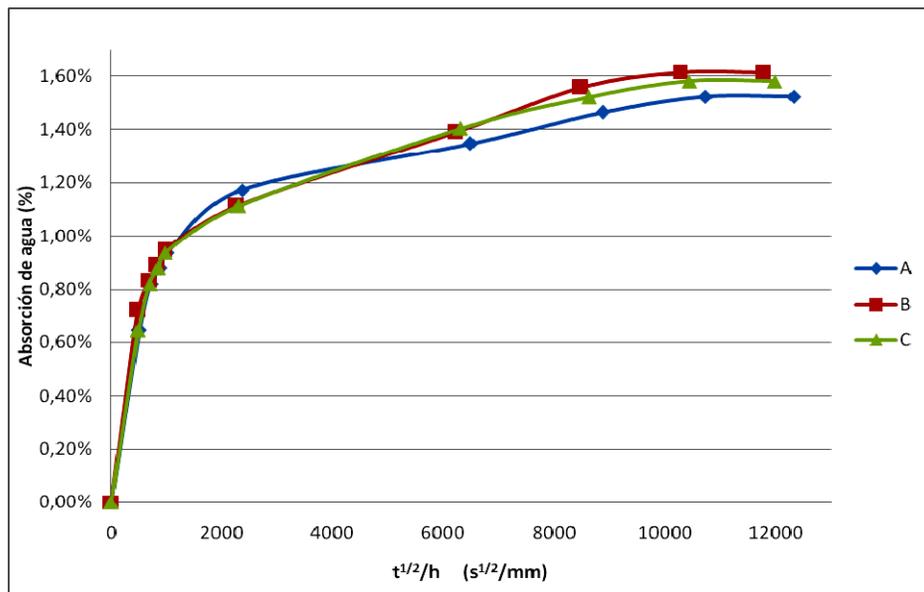
Espesor Probetas (micras)			
Compuesto	A	B	C
CT	48,6	50,8	50
NCA1	45,5	46,6	46,4
NCA2	46,6	46,4	43
NCA3	52,8	50,6	49,8
NCB1	48,2	52,2	53
NCB2	53,2	51,2	52
NCB3	53,8	52,6	56,4

Todos los datos y resultados obtenidos para cada uno de los diferentes compuestos se muestran en las siguientes tablas, además de los gráficos realizados con dichos datos.

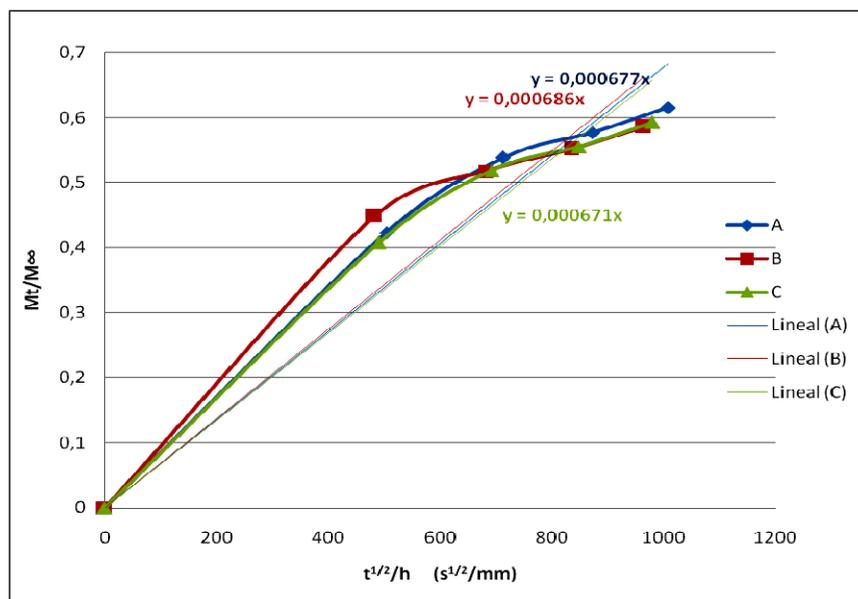
TABLA 15

## DATOS Y RESULTADOS DE COMPUESTO TRADICIONAL CT

CT						
Tiempo (min)	Probetas	Absorción agua Mt (mg)	Absorción de agua (%)	Abs. Agua Pomedio (%)	Mt/M $\infty$	t <sup>1/2</sup> /h (s <sup>1/2</sup> /mm)
0	A	0	0	0	0	0
	B	0	0		0	0
	C	0	0		0	0
10	A	1,1	0,64%	0,67%	0,4231	504,0
	B	1,3	0,72%		0,4483	482,2
	C	1,1	0,64%		0,4074	489,9
20	A	1,4	0,82%	0,82%	0,5385	712,8
	B	1,5	0,83%		0,5172	681,9
	C	1,4	0,82%		0,5185	692,8
30	A	1,5	0,88%	0,88%	0,5769	873,0
	B	1,6	0,89%		0,5517	835,2
	C	1,5	0,88%		0,5556	848,5
40	A	1,6	0,94%	0,94%	0,6154	1008,0
	B	1,7	0,95%		0,5862	964,4
	C	1,6	0,94%		0,5926	979,8
220	A	2	1,17%	1,13%	0,7692	2364,0
	B	2	1,11%		0,6897	2261,6
	C	1,9	1,11%		0,7037	2297,8
1660	A	2,3	1,35%	1,38%	0,8846	6493,7
	B	2,5	1,39%		0,8621	6212,5
	C	2,4	1,41%		0,8889	6311,9
3100	A	2,5	1,46%	1,51%	0,9615	8874,0
	B	2,8	1,56%		0,9655	8489,7
	C	2,6	1,52%		0,9630	8625,5
4540	A	2,6	1,52%	1,57%	1,0000	10739,1
	B	2,9	1,61%		1,0000	10274,0
	C	2,7	1,58%		1,0000	10438,4
5980	A	2,6	1,52%	1,57%	1,0000	12325,1
	B	2,9	1,61%		1,0000	11791,3
	C	2,7	1,58%		1,0000	11980,0



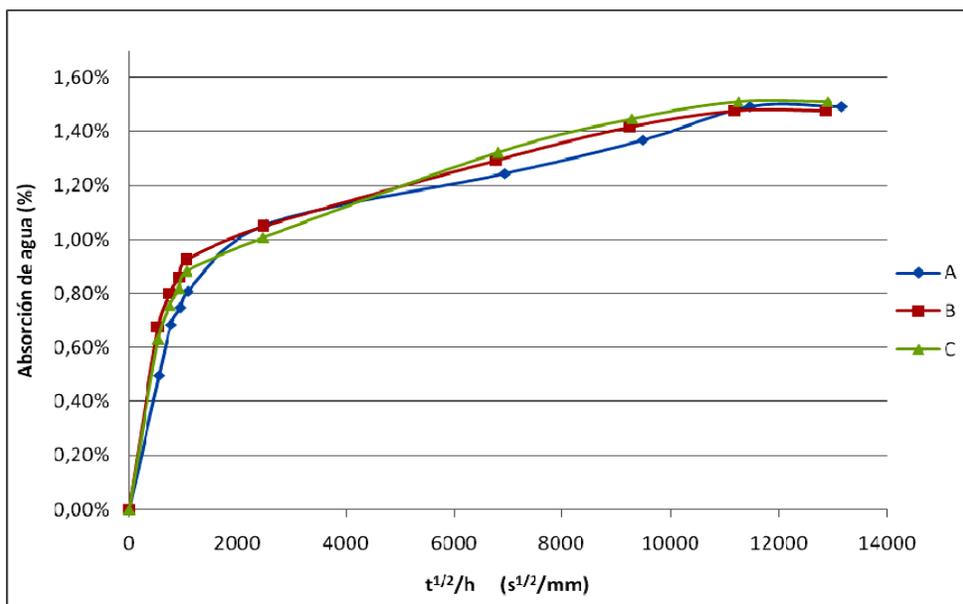
**FIGURA 4.15. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE AGUA (%) VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO (S<sup>1/2</sup>) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA CT.**



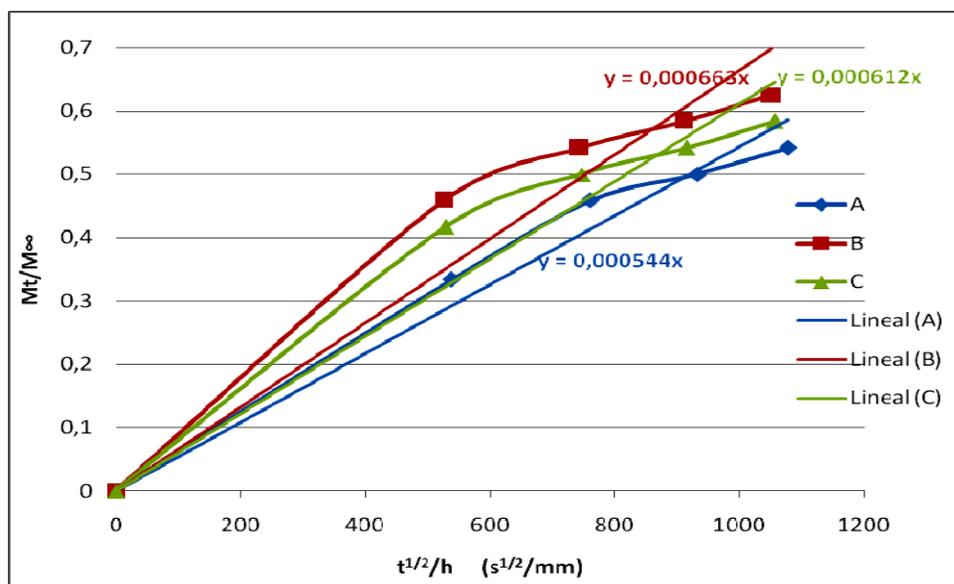
**FIGURA 4.16. GRÁFICO Mt/M<sub>∞</sub> VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO (S<sup>1/2</sup>) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA CT.**

**TABLA 16**  
**DATOS Y RESULTADOS DE NANOCOMPUESTO NCA1**

NCA1						
Tiempo (min)	Probetas	Absorción agua Mt (mg)	Absorción de agua (%)	Abs. Agua Pomedio (%)	Mt/M $\infty$	t <sup>1/2</sup> /h (s <sup>1/2</sup> /mm)
0	A	0	0	0,00%	0	0
	B	0	0		0	0
	C	0	0		0	0
10	A	0,8	0,50%	0,60%	0,3333	538,3
	B	1,1	0,68%		0,4583	525,6
	C	1	0,63%		0,4167	527,9
20	A	1,1	0,68%	0,75%	0,4583	761,3
	B	1,3	0,80%		0,5417	743,4
	C	1,2	0,76%		0,5000	746,6
30	A	1,2	0,75%	0,81%	0,5000	932,4
	B	1,4	0,86%		0,5833	910,4
	C	1,3	0,82%		0,5417	914,4
40	A	1,3	0,81%	0,87%	0,5417	1076,7
	B	1,5	0,92%		0,6250	1051,3
	C	1,4	0,88%		0,5833	1055,8
220	A	1,7	1,06%	1,04%	0,7083	2525,1
	B	1,7	1,05%		0,7083	2465,5
	C	1,6	1,01%		0,6667	2476,1
1660	A	2	1,24%	1,29%	0,8333	6936,1
	B	2,1	1,29%		0,8750	6772,4
	C	2,1	1,32%		0,8750	6801,6
3100	A	2,2	1,37%	1,41%	0,9167	9478,6
	B	2,3	1,42%		0,9583	9254,9
	C	2,3	1,45%		0,9583	9294,8
4540	A	2,4	1,49%	1,49%	1,0000	11470,8
	B	2,4	1,48%		1,0000	11200,0
	C	2,4	1,51%		1,0000	11248,3
5980	A	2,4	1,49%	1,49%	1,0000	13164,8
	B	2,4	1,48%		1,0000	12854,1
	C	2,4	1,51%		1,0000	12909,5



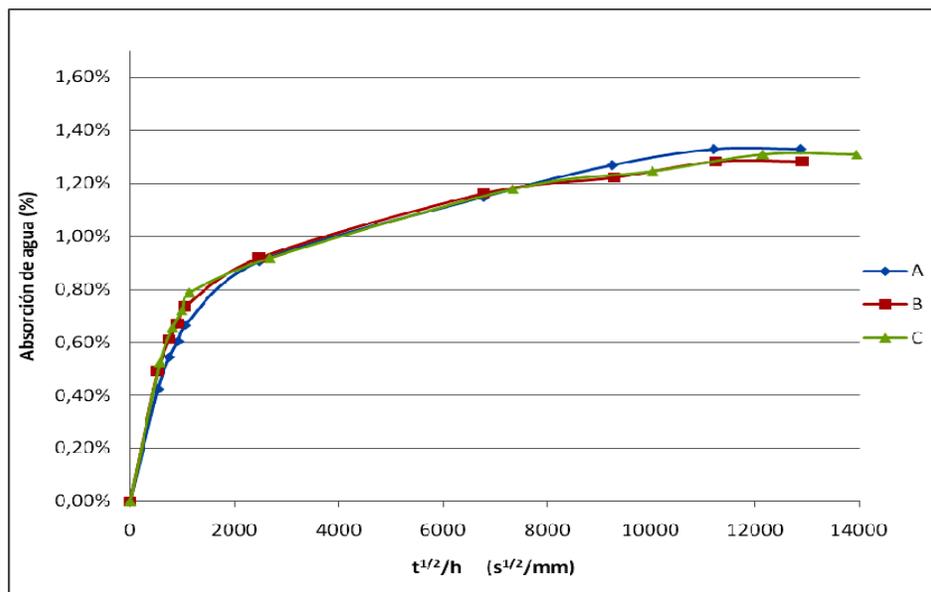
**FIGURA 4.17. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE AGUA (%) VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO ( $S^{1/2}$ ) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCA1**



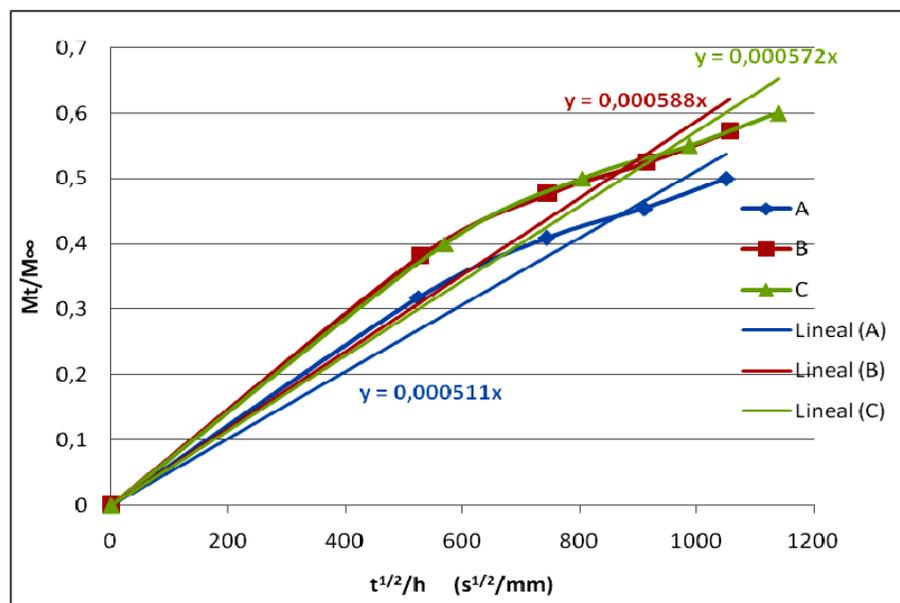
**FIGURA 4.18. GRÁFICO  $Mt/M_{\infty}$  VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO ( $S^{1/2}$ ) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCA1.**

**TABLA 17**  
**DATOS Y RESULTADOS DE NANOCOMPUESTO NCA2**

NCA2						
Tiempo (min)	Probetas	Absorción agua Mt (mg)	Absorción de agua (%)	Abs. Agua Pomedio (%)	Mt/M $\infty$	$t^{1/2}/h$ (s $^{1/2}$ /mm)
0	A	0	0	0,00%	0	0
	B	0	0		0	0
	C	0	0		0	0
10	A	0,7	0,42%	0,48%	0,3182	525,6
	B	0,8	0,49%		0,3810	527,9
	C	0,8	0,52%		0,4000	569,6
20	A	0,9	0,54%	0,60%	0,4091	743,4
	B	1	0,61%		0,4762	746,6
	C	1	0,65%		0,5000	805,6
30	A	1	0,60%	0,67%	0,4545	910,4
	B	1,1	0,67%		0,5238	914,4
	C	1,1	0,72%		0,5500	986,7
40	A	1,1	0,66%	0,73%	0,5000	1051,3
	B	1,2	0,73%		0,5714	1055,8
	C	1,2	0,79%		0,6000	1139,3
220	A	1,5	0,91%	0,91%	0,6818	2465,5
	B	1,5	0,92%		0,7143	2476,1
	C	1,4	0,92%		0,7000	2671,9
1660	A	1,9	1,15%	1,16%	0,8636	6772,4
	B	1,9	1,16%		0,9048	6801,6
	C	1,8	1,18%		0,9000	7339,4
3100	A	2,1	1,27%	1,24%	0,9545	9254,9
	B	2	1,22%		0,9524	9294,8
	C	1,9	1,24%		0,9500	10029,7
4540	A	2,2	1,33%	1,31%	1,0000	11200,0
	B	2,1	1,28%		1,0000	11248,3
	C	2	1,31%		1,0000	12137,7
5980	A	2,2	1,33%	1,31%	1,0000	12854,1
	B	2,1	1,28%		1,0000	12909,5
	C	2	1,31%		1,0000	13930,2



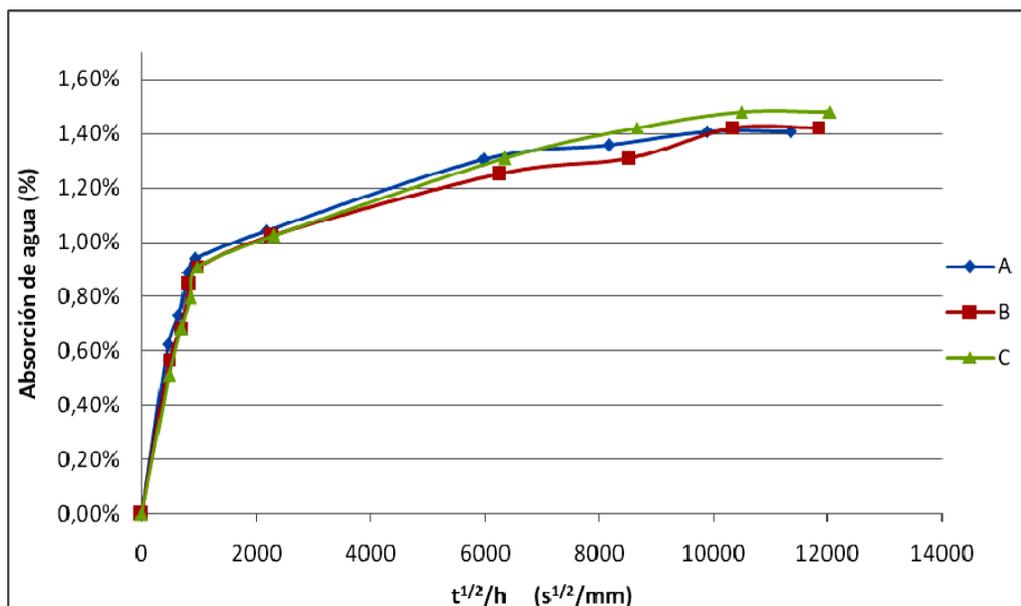
**FIGURA 4.19. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE AGUA (%) VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO ( $S^{1/2}$ ) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCA2**



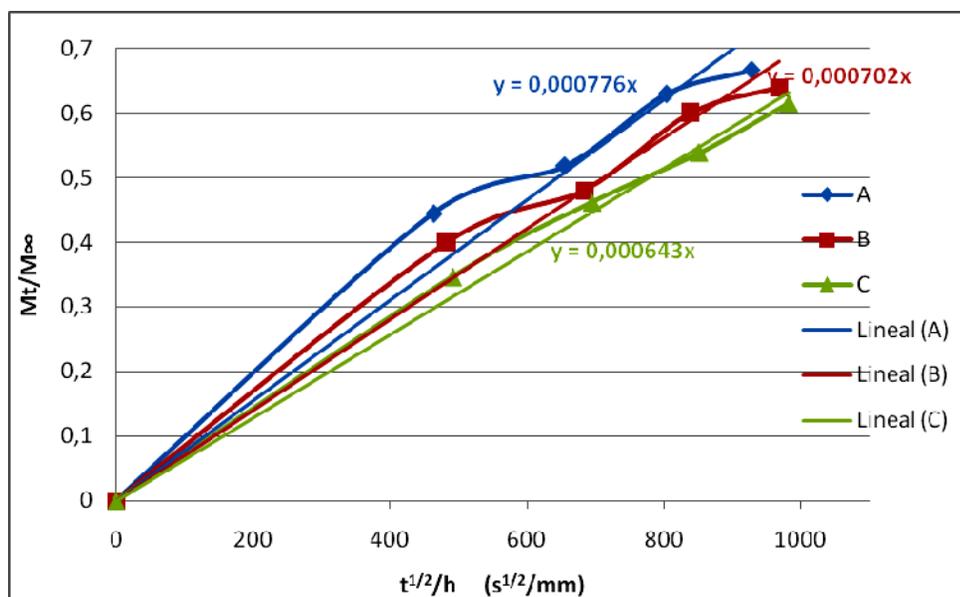
**FIGURA 4.20. GRÁFICO  $Mt/M_{\infty}$  VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO ( $S^{1/2}$ ) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCA2.**

**TABLA 18**  
**DATOS Y RESULTADOS DE NANOCOMPUESTO NCA3**

NCA3						
Tiempo (min)	Probetas	Absorción agua Mt (mg)	Absorción de agua (%)	Abs. Agua Pomedio (%)	Mt/M $\infty$	t <sup>1/2</sup> /h (s <sup>1/2</sup> /mm)
0	A	0	0	0	0	0
	B	0	0		0	0
	C	0	0		0	0
10	A	1,2	0,63%	0,57%	0,4444	463,9
	B	1	0,57%		0,4000	484,1
	C	0,9	0,51%		0,3462	491,9
20	A	1,4	0,73%	0,70%	0,5185	656,1
	B	1,2	0,68%		0,4800	684,6
	C	1,2	0,68%		0,4615	695,6
30	A	1,7	0,89%	0,85%	0,6296	803,5
	B	1,5	0,85%		0,6000	838,5
	C	1,4	0,80%		0,5385	851,9
40	A	1,8	0,94%	0,92%	0,6667	927,8
	B	1,6	0,91%		0,6400	968,2
	C	1,6	0,91%		0,6154	983,7
220	A	2	1,04%	1,03%	0,7407	2176,0
	B	1,8	1,02%		0,7200	2270,6
	C	1,8	1,02%		0,6923	2307,1
1660	A	2,5	1,30%	1,29%	0,9259	5977,2
	B	2,2	1,25%		0,8800	6237,0
	C	2,3	1,31%		0,8846	6337,2
3100	A	2,6	1,36%	1,36%	0,9630	8168,1
	B	2,3	1,31%		0,9200	8523,3
	C	2,5	1,42%		0,9615	8660,2
4540	A	2,7	1,41%	1,44%	1,0000	9884,8
	B	2,5	1,42%		1,0000	10314,6
	C	2,6	1,48%		1,0000	10480,3
5980	A	2,7	1,41%	1,44%	1,0000	11344,7
	B	2,5	1,42%		1,0000	11837,9
	C	2,6	1,48%		1,0000	12028,1



**FIGURA 4.21. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE AGUA (%) VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO ( $S^{1/2}$ ) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCA3**



**FIGURA 4.22. GRÁFICO  $Mt/M_{\infty}$  VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO ( $S^{1/2}$ ) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCA3.**

**TABLA 19**  
**DATOS Y RESULTADOS DE NANOCOMPUESTO NCB1.**

NCB1						
Tiempo (min)	Probetas	Absorción agua Mt (mg)	Absorción de agua (%)	Abs. Agua Pomedio (%)	Mt/M $\infty$	t <sup>1/2</sup> /h (s <sup>1/2</sup> /mm)
0	A	0	0	0	0	0
	B	0	0		0	0
	C	0	0		0	0
10	A	1,1	0,66%	0,59%	0,4783	508,2
	B	1	0,55%		0,4000	469,3
	C	1,1	0,57%		0,3929	462,2
20	A	1,2	0,72%	0,70%	0,5217	718,7
	B	1,3	0,71%		0,5200	663,6
	C	1,3	0,68%		0,4643	653,6
30	A	1,3	0,78%	0,74%	0,5652	880,2
	B	1,3	0,71%		0,5200	812,8
	C	1,4	0,73%		0,5000	800,5
40	A	1,4	0,84%	0,80%	0,6087	1016,4
	B	1,4	0,76%		0,5600	938,5
	C	1,5	0,78%		0,5357	924,3
220	A	1,8	1,08%	1,00%	0,7826	2383,6
	B	1,7	0,93%		0,6800	2201,0
	C	1,9	0,99%		0,6786	2167,8
1660	A	2,1	1,26%	1,27%	0,9130	6547,6
	B	2,3	1,26%		0,9200	6045,9
	C	2,5	1,30%		0,8929	5954,6
3100	A	2,2	1,32%	1,35%	0,9565	8947,7
	B	2,4	1,31%		0,9600	8262,0
	C	2,7	1,41%		0,9643	8137,3
4540	A	2,3	1,38%	1,40%	1,0000	10828,2
	B	2,5	1,37%		1,0000	9998,5
	C	2,8	1,46%		1,0000	9847,5
5980	A	2,3	1,38%	1,40%	1,0000	12427,4
	B	2,5	1,37%		1,0000	11475,1
	C	2,8	1,46%		1,0000	11301,9

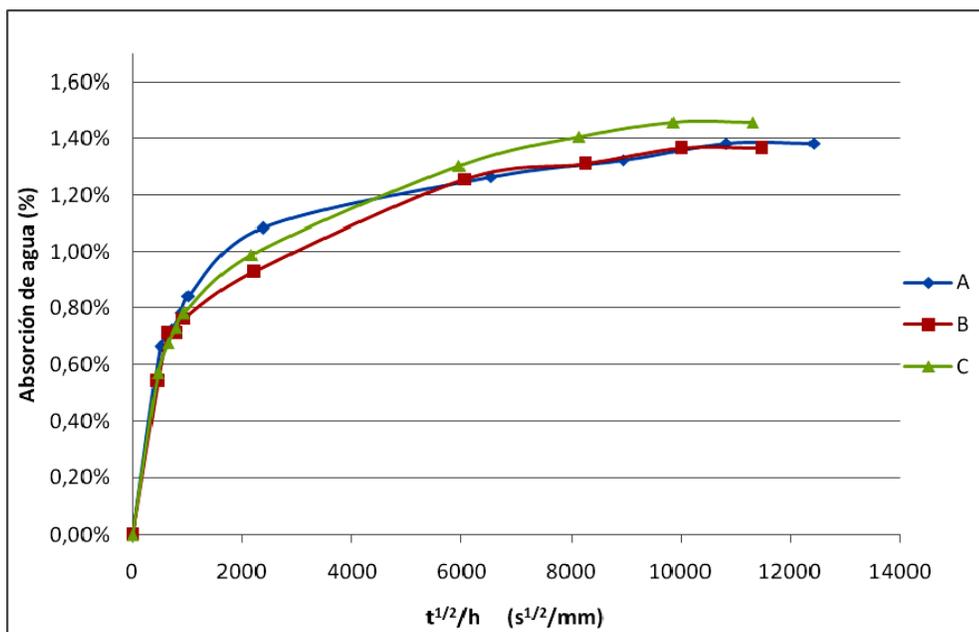


FIGURA 4.23. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE AGUA (%) VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO (S<sup>1/2</sup>) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCB1.

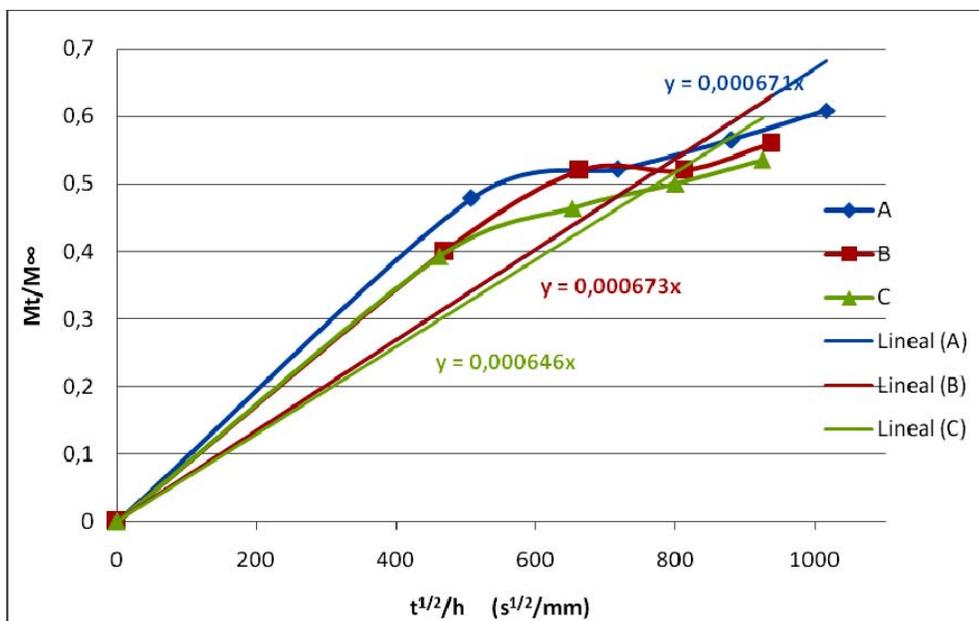
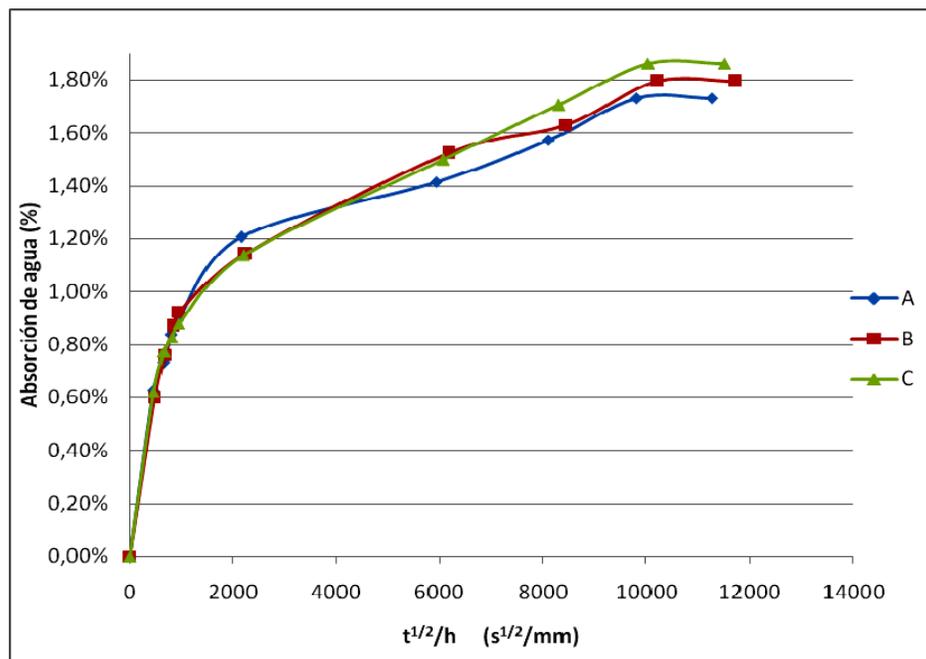


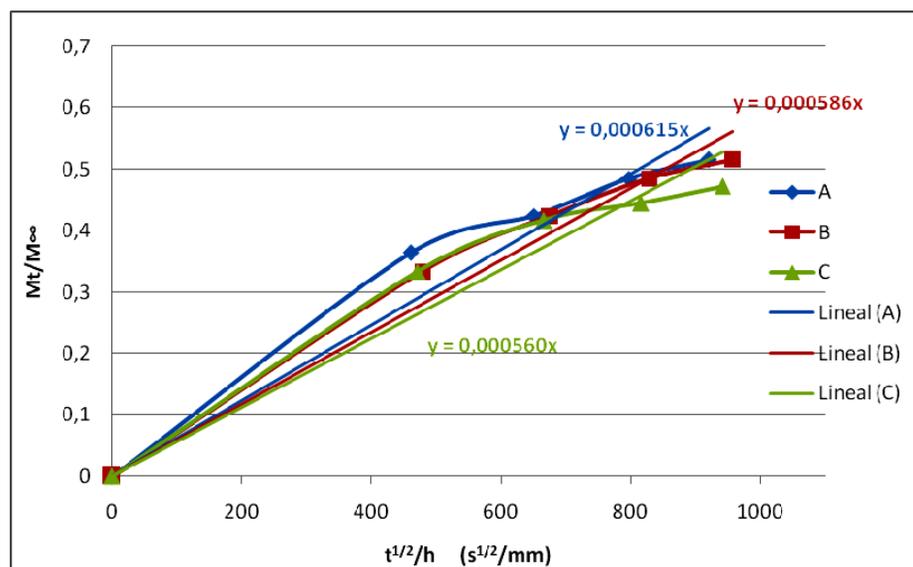
FIGURA 4.24. GRÁFICO  $Mt/M_{\infty}$  VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO (S<sup>1/2</sup>) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCB1.

**TABLA 20**  
**DATOS Y RESULTADOS DE NANOCOMPUESTO NCB2.**

NCB2						
Tiempo (min)	Probetas	Absorción agua Mt (mg)	Absorción de agua (%)	Abs. Agua Pomedio (%)	Mt/M $\infty$	t <sup>1/2</sup> /h (s <sup>1/2</sup> /mm)
0	A	0	0	0	0	0
	B	0	0		0	0
	C	0	0		0	0
10	A	1,2	0,63%	0,62%	0,3636	460,4
	B	1,1	0,60%		0,3333	478,4
	C	1,2	0,62%		0,3333	471,1
20	A	1,4	0,73%	0,76%	0,4242	651,1
	B	1,4	0,76%		0,4242	676,6
	C	1,5	0,77%		0,4167	666,2
30	A	1,6	0,84%	0,84%	0,4848	797,5
	B	1,6	0,87%		0,4848	828,6
	C	1,6	0,83%		0,4444	815,9
40	A	1,7	0,89%	0,90%	0,5152	920,9
	B	1,7	0,92%		0,5152	956,8
	C	1,7	0,88%		0,4722	942,1
220	A	2,3	1,21%	1,16%	0,6970	2159,6
	B	2,1	1,14%		0,6364	2244,0
	C	2,2	1,14%		0,6111	2209,4
1660	A	2,7	1,42%	1,48%	0,8182	5932,2
	B	2,8	1,52%		0,8485	6164,0
	C	2,9	1,50%		0,8056	6069,1
3100	A	3	1,57%	1,64%	0,9091	8106,7
	B	3	1,63%		0,9091	8423,4
	C	3,3	1,70%		0,9167	8293,8
4540	A	3,3	1,73%	1,79%	1,0000	9810,5
	B	3,3	1,79%		1,0000	10193,7
	C	3,6	1,86%		1,0000	10036,9
5980	A	3,3	1,73%	1,79%	1,0000	11259,4
	B	3,3	1,79%		1,0000	11699,2
	C	3,6	1,86%		1,0000	11519,2



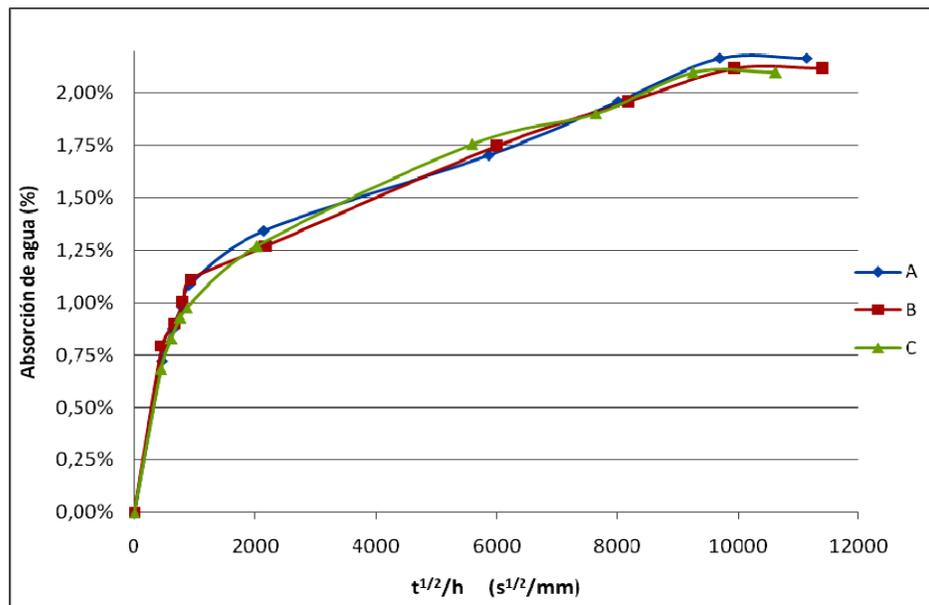
**FIGURA 4.25. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE AGUA (%) VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO ( $S^{1/2}$ ) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCB2.**



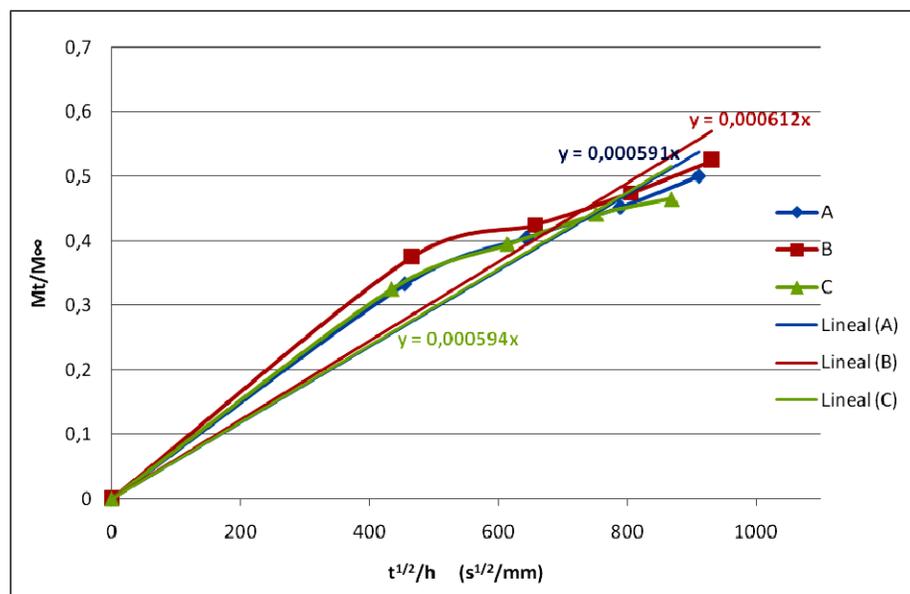
**FIGURA 4.26. GRÁFICO  $Mt/M_{\infty}$  VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO ( $S^{1/2}$ ) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCB2.**

**TABLA 21**  
**DATOS Y RESULTADOS DE NANOCOMPUESTO NCB3**

NCB3						
Tiempo (min)	Probetas	Absorción agua Mt (mg)	Absorción de agua (%)	Abs. Agua Pomedio (%)	Mt/M $\infty$	t <sup>1/2</sup> /h (s <sup>1/2</sup> /mm)
0	A	0	0	0	0	0
	B	0	0		0	0
	C	0	0		0	0
10	A	1,4	0,72%	0,73%	0,3333	455,3
	B	1,5	0,79%		0,3750	465,7
	C	1,4	0,68%		0,3256	434,3
20	A	1,7	0,88%	0,87%	0,4048	643,9
	B	1,7	0,90%		0,4250	658,6
	C	1,7	0,83%		0,3953	614,2
30	A	1,9	0,98%	0,97%	0,4524	788,6
	B	1,9	1,01%		0,4750	806,6
	C	1,9	0,93%		0,4419	752,2
40	A	2,1	1,08%	1,06%	0,5000	910,6
	B	2,1	1,11%		0,5250	931,4
	C	2	0,98%		0,4651	868,6
220	A	2,6	1,34%	1,29%	0,6190	2135,5
	B	2,4	1,27%		0,6000	2184,2
	C	2,6	1,27%		0,6047	2037,1
1660	A	3,3	1,70%	1,73%	0,7857	5866,1
	B	3,3	1,75%		0,8250	5999,9
	C	3,6	1,76%		0,8372	5595,7
3100	A	3,8	1,96%	1,94%	0,9048	8016,3
	B	3,7	1,96%		0,9250	8199,2
	C	3,9	1,90%		0,9070	7646,8
4540	A	4,2	2,17%	2,13%	1,0000	9701,1
	B	4	2,12%		1,0000	9922,4
	C	4,3	2,10%		1,0000	9253,9
5980	A	4,2	2,17%	2,13%	1,0000	11133,8
	B	4	2,12%		1,0000	11387,8
	C	4,3	2,10%		1,0000	10620,6



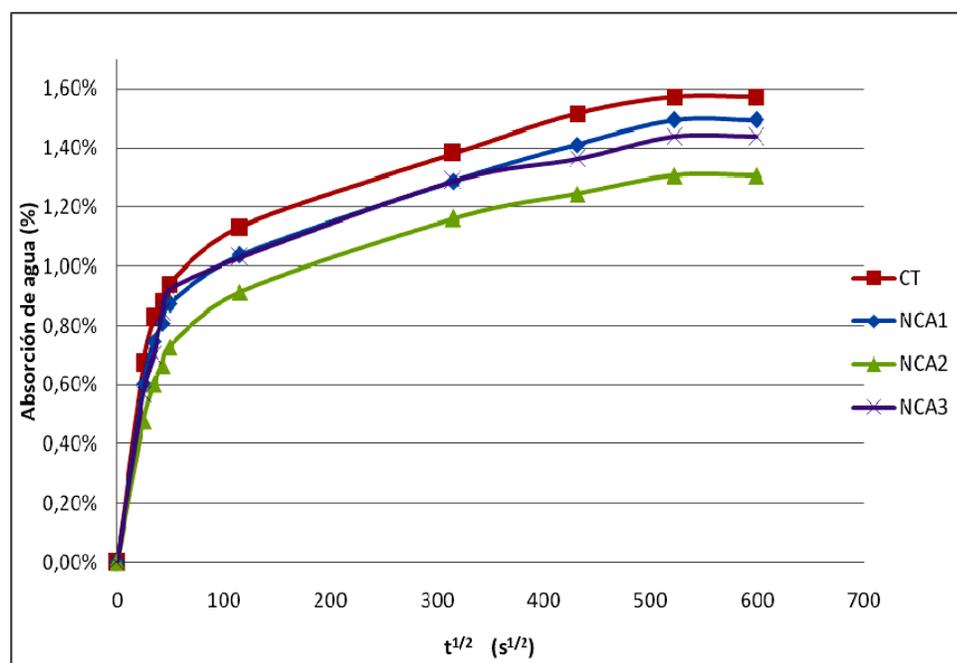
**FIGURA 4.27. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE AGUA (%) VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO (S<sup>1/2</sup>) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCB3.**



**FIGURA 4.28. GRÁFICO  $Mt/M_{\infty}$  VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO (S<sup>1/2</sup>) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCB3.**

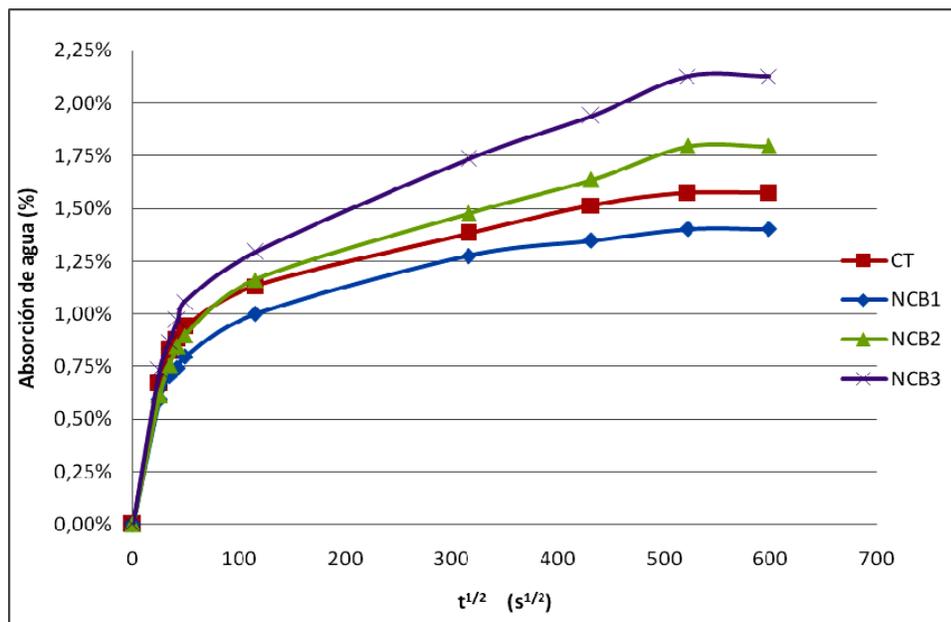
Todos los gráficos anteriores se desarrollaron con el fin de encontrar la difusividad de cada Nanocompuesto. Para esto utilizamos la pendiente de la parte lineal de cada ecuación, y seguimos el procedimiento planteado en la sección 3.5.4.

En la Figura 3.29 se puede observar un gráfico de Absorción de agua versus la raíz cuadrada del tiempo de CT y de los Nanocompuestos NCA.



**FIGURA 4.29. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE AGUA (%) VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO ( $S^{1/2}$ ) DE CT, NCA1, NCA2 Y NCA3**

En la Figura 3.30 se puede observar un gráfico de Absorción de agua versus la raíz cuadrada del tiempo de CT y de los Nanocompuestos NCB.



**FIGURA 4.30. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE AGUA (%) VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO (S<sup>1/2</sup>) DE CT, NCB1, NCB2 Y NCB3**

Así podemos elaborar una tabla con la Absorción de agua máxima (%) de todos los Compuestos, además de la Absorción relativa máxima, tomando como 100% la Absorción del compuesto tradicional CT. (Ver tabla 22).

**TABLA 22**

**ABSORCIÓN DE AGUA MÁXIMA (%) Y RELATIVA DE LOS COMPUESTOS ELABORADOS**

Comp.	Abs. Agua Máx. (%)	Abs. Agua máx relativa
CT	1,57%	100,0%
NCA1	1,49%	94,9%
NCA2	1,31%	83,4%
NCA3	1,44%	91,7%
NCB1	1,40%	89,2%
NCB2	1,79%	114,0%
NCB3	2,13%	135,7%

En los Nanocompuestos NCA la Absorción disminuye a medida que aumenta la concentración de nanoarcilla, aunque en NCA3 no disminuye en igual proporción. Este comportamiento se debe a que es probable que se haya logrado una correcta dispersión de las nanoarcillas Cloisite 30B a 1% y 5%, pero con 10% no se lo logró.

En cuanto a los Nanocompuestos NCB podemos observar que la absorción disminuyó sólo en el compuesto con 1% de NanoEspol (NCB1), mientras que en los otros aumentó drásticamente. Esto se debe a que solo se logró una correcta dispersión en NCB1. El motivo por el cual los otros Nanocompuestos absorbieron mucha más agua que CT es que:

- Al no estar la nanoarcilla bien dispersa en la matriz se puede producir un menor grado de curado y por ende un mayor volumen libre (free volumen) en donde pueden ser capturadas las moléculas de agua.
- Las nanoarcillas no dispersas pueden aumentar el bound water, que en este caso es el agua absorbida en la superficie de las partículas.
- La variación en la absorción de agua puede ser debido a la polaridad del polímero, es decir a la cantidad de grupos OH (3) presentes en el epóxico y la nanoarcilla.

Con 1% de NanoEspol obtuvimos mejores resultados que con 1% de Cloisite 30B, lo que indica que a bajas concentraciones NanoEspol se dispersa mejor, por tener un mayor espacio basal (16).

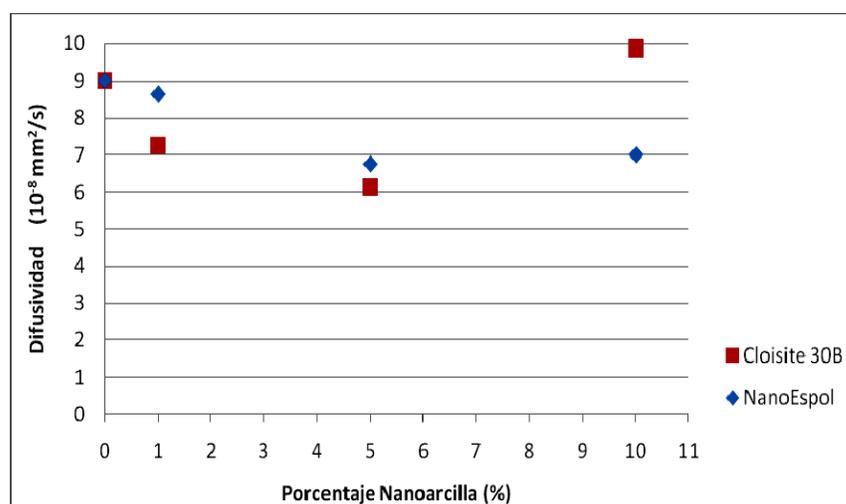
En la tabla 23 se muestran los valores promedio de Difusividad D en los distintos Compuestos.

**TABLA 23**  
**DIFUSIVIDAD PROMEDIO DE LOS COMPUESTOS ELABORADOS**

Comp.	Probeta	Pendiente $Mt/M_{\infty}$ versus $t^{1/2}/h$	Difusividad D ( $\text{mm}^2/\text{s}$ )	D Promedio ( $\text{mm}^2/\text{s}$ )
CT	A	0,000677	8,99927E-08	9,02662E-08
	B	0,000686	9,24013E-08	
	C	0,000671	8,84046E-08	
NCA1	A	0,000544	5,81069E-08	7,26525E-08
	B	0,000663	8,63092E-08	
	C	0,000612	7,35415E-08	
NCA2	A	0,000511	5,1271E-08	6,11334E-08
	B	0,000588	6,78867E-08	
	C	0,000572	6,42424E-08	
NCA3	A	0,000776	1,18237E-07	9,87264E-08
	B	0,000702	9,67618E-08	
	C	0,000643	8,11805E-08	
NCB1	A	0,000671	8,84046E-08	8,64256E-08
	B	0,000673	8,89324E-08	
	C	0,000646	8,19398E-08	
NCB2	A	0,000615	7,42643E-08	6,77551E-08
	B	0,000586	6,74256E-08	
	C	0,00056	6,15752E-08	
NCB3	A	0,000591	6,85812E-08	7,02346E-08
	B	0,000612	7,35415E-08	
	C	0,000591	6,85812E-08	

Como podemos apreciar la difusividad en los Nanocompuestos NCA1 y NCA2 disminuye, más en NCA3 aumenta. Este comportamiento es similar al que tuvieron en la absorción de agua.

En los Nanocompuestos NCB1 y NCB2 obtuvimos disminución en la Difusión de agua, aunque en NCB3 se mantuvo ligeramente superior a la de NCB2. En la figura 4.31 se puede observar la variación de la difusividad de agua con respecto al porcentaje de Nanoarcilla. En general no existe una clara tendencia entre la difusión y la concentración de organoarcilla (3).



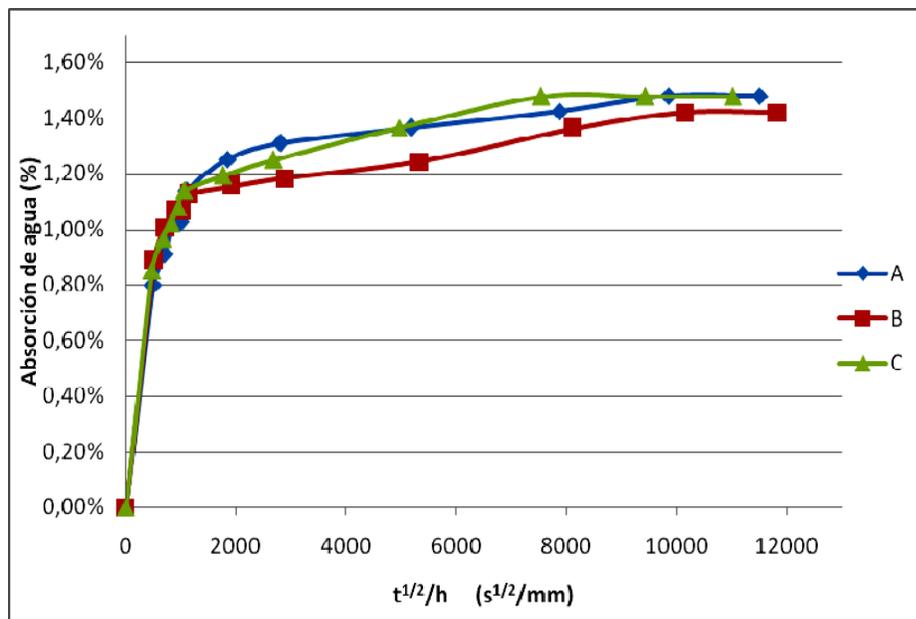
**FIGURA 4.31. GRÁFICO DE DIFUSIVIDAD DE AGUA VERSUS PORCENTAJE DE NANOARCILLA**

#### **4.5 Ensayo de absorción y difusión de humedad según Norma ASTM 5229.**

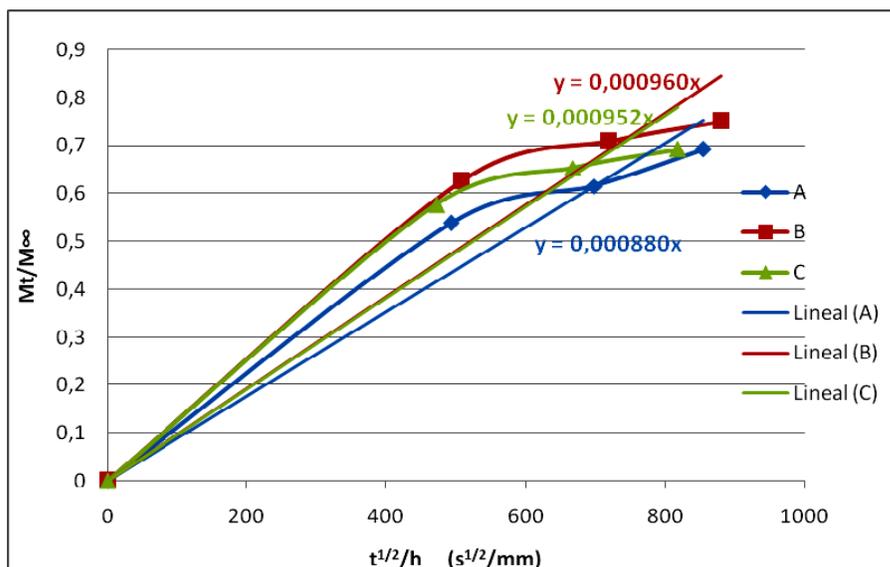
Los datos, resultados, tablas y gráficos mostrados son similares a los presentados en la sección anterior.

**TABLA 24**  
**DATOS Y RESULTADOS DE COMPUESTO CT.**

CT						
Tiempo (min)	Probetas	Absorción agua Mt (mg)	Absorción de agua (%)	Abs. Agua Pomedio (%)	Mt/M <sup>∞</sup>	t <sup>1/2</sup> /h (s <sup>1/2</sup> /mm)
0	A	0	0	0	0	0
	B	0	0		0	0
	C	0	0		0	0
10	A	1,4	0,80%	0,85%	0,5385	493,8
	B	1,5	0,89%		0,6250	508,2
	C	1,5	0,85%		0,5769	472,9
20	A	1,6	0,91%	0,96%	0,6154	698,4
	B	1,7	1,01%		0,7083	718,7
	C	1,7	0,97%		0,6538	668,7
30	A	1,8	1,02%	1,04%	0,6923	855,4
	B	1,8	1,07%		0,7500	880,2
	C	1,8	1,02%		0,6923	819,0
40	A	1,8	1,02%	1,06%	0,6923	987,7
	B	1,8	1,07%		0,7500	1016,4
	C	1,9	1,08%		0,7308	945,7
50	A	2	1,14%	1,13%	0,7692	1104,3
	B	1,9	1,12%		0,7917	1136,4
	C	2	1,14%		0,7692	1057,4
140	A	2,2	1,25%	1,20%	0,8462	1847,8
	B	1,95	1,15%		0,8125	1901,5
	C	2,1	1,19%		0,8077	1769,3
320	A	2,3	1,31%	1,25%	0,8846	2793,6
	B	2	1,18%		0,8333	2874,8
	C	2,2	1,25%		0,8462	2675,0
1100	A	2,4	1,37%	1,32%	0,9231	5179,5
	B	2,1	1,24%		0,8750	5330,0
	C	2,4	1,36%		0,9231	4959,5
2540	A	2,5	1,42%	1,42%	0,9615	7870,7
	B	2,3	1,36%		0,9583	8099,3
	C	2,6	1,48%		1,0000	7536,4
3980	A	2,6	1,48%	1,46%	1,0000	9852,3
	B	2,4	1,42%		1,0000	10138,4
	C	2,6	1,48%		1,0000	9433,8
5420	A	2,6	1,48%	1,46%	1,0000	11497,2
	B	2,4	1,42%		1,0000	11831,2
	C	2,6	1,48%		1,0000	11008,9



**FIGURA 4.32. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE HUMEDAD (%) VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO ( $S^{1/2}$ ) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA CT.**



**FIGURA 4.33. GRÁFICO  $Mt/M_{\infty}$  VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO ( $S^{1/2}$ ) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA CT.**

**TABLA 25**  
**DATOS Y RESULTADOS DE COMPUESTO NCA1**

NCA1						
Tiempo (min)	Probetas	Absorción agua Mt (mg)	Absorción de agua (%)	Abs. Agua Pomedio (%)	Mt/M <sup>∞</sup>	t <sup>1/2</sup> /h (s <sup>1/2</sup> /mm)
0	A	0	0	0	0	0
	B	0	0		0	
	C	0	0		0	
10	A	1,2	0,75%	0,71%	0,5455	525,6
	B	1,1	0,66%		0,4783	
	C	1,3	0,72%		0,5417	
20	A	1,4	0,87%	0,85%	0,6364	743,3
	B	1,4	0,84%		0,6087	
	C	1,5	0,83%		0,6250	
30	A	1,5	0,93%	0,91%	0,6818	910,4
	B	1,5	0,90%		0,6522	
	C	1,6	0,88%		0,6667	
40	A	1,6	1,00%	0,95%	0,7273	1051,2
	B	1,6	0,97%		0,6957	
	C	1,6	0,88%		0,6667	
50	A	1,6	1,00%	0,99%	0,7273	1175,3
	B	1,7	1,03%		0,7391	
	C	1,7	0,94%		0,7083	
140	A	1,7	1,06%	1,05%	0,7727	1966,7
	B	1,8	1,09%		0,7826	
	C	1,8	0,99%		0,7500	
320	A	1,8	1,12%	1,11%	0,8182	2973,4
	B	1,9	1,15%		0,8261	
	C	1,9	1,05%		0,7917	
1100	A	2,1	1,31%	1,24%	0,9545	5512,9
	B	2,1	1,27%		0,9130	
	C	2,1	1,16%		0,8750	
2540	A	2,1	1,31%	1,30%	0,9545	8377,3
	B	2,2	1,33%		0,9565	
	C	2,3	1,27%		0,9583	
3980	A	2,2	1,37%	1,36%	1,0000	10486,5
	B	2,3	1,39%		1,0000	
	C	2,4	1,33%		1,0000	
5420	A	2,2	1,37%	1,36%	1,0000	12237,4
	B	2,3	1,39%		1,0000	
	C	2,4	1,33%		1,0000	

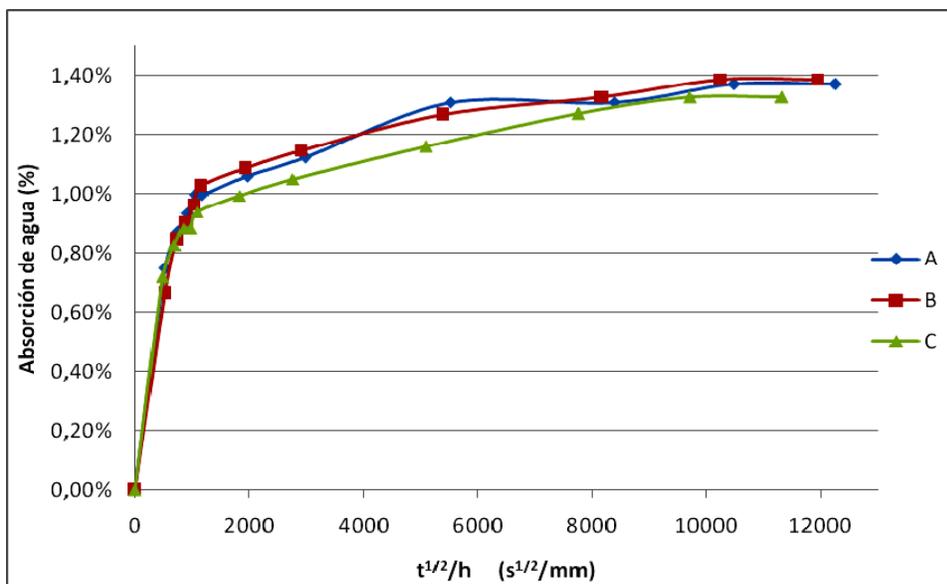


FIGURA 4.34. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE HUMEDAD (%) VERSUS RAÍZ CUADRA DEL TIEMPO ( $S^{1/2}$ ) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCA1.

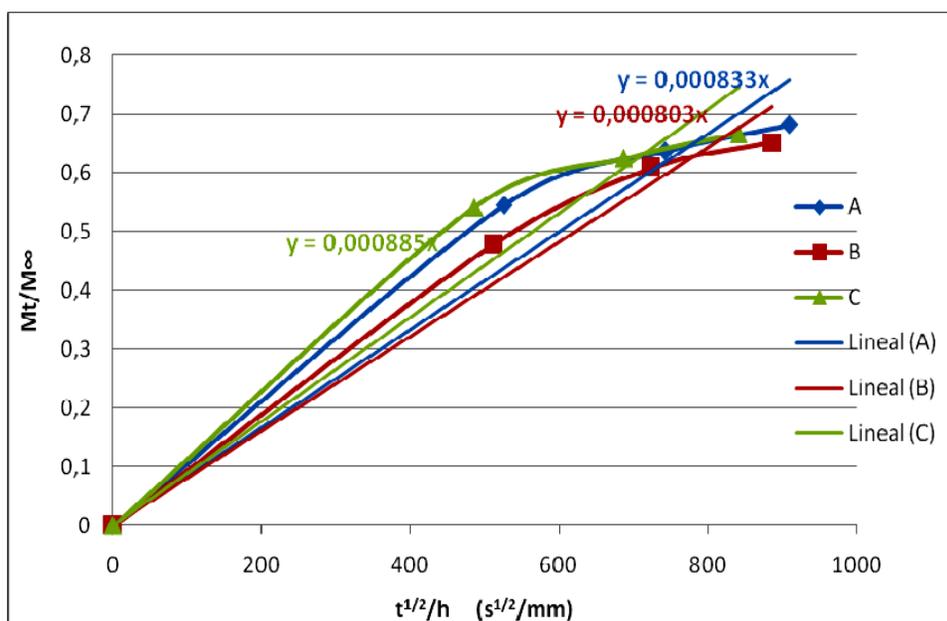
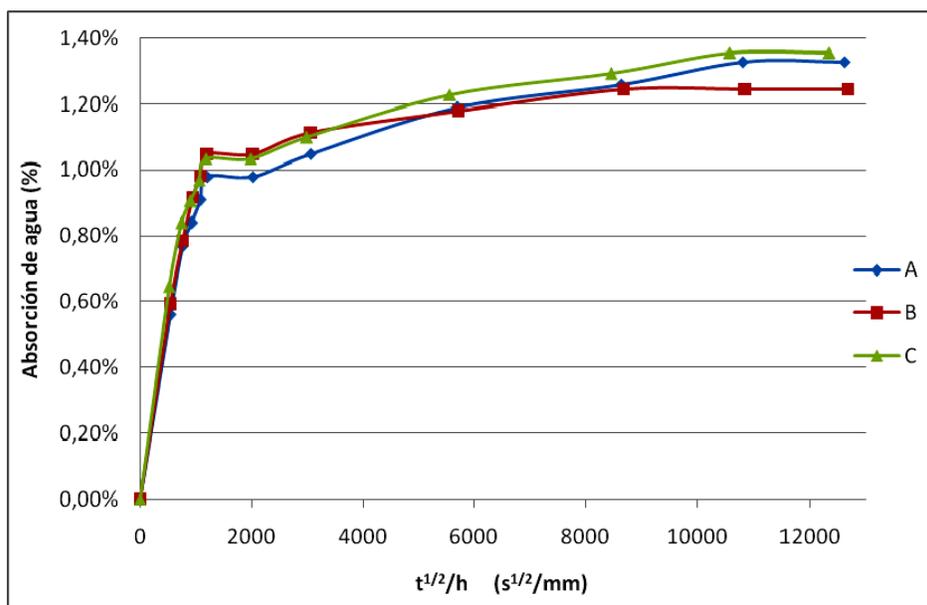


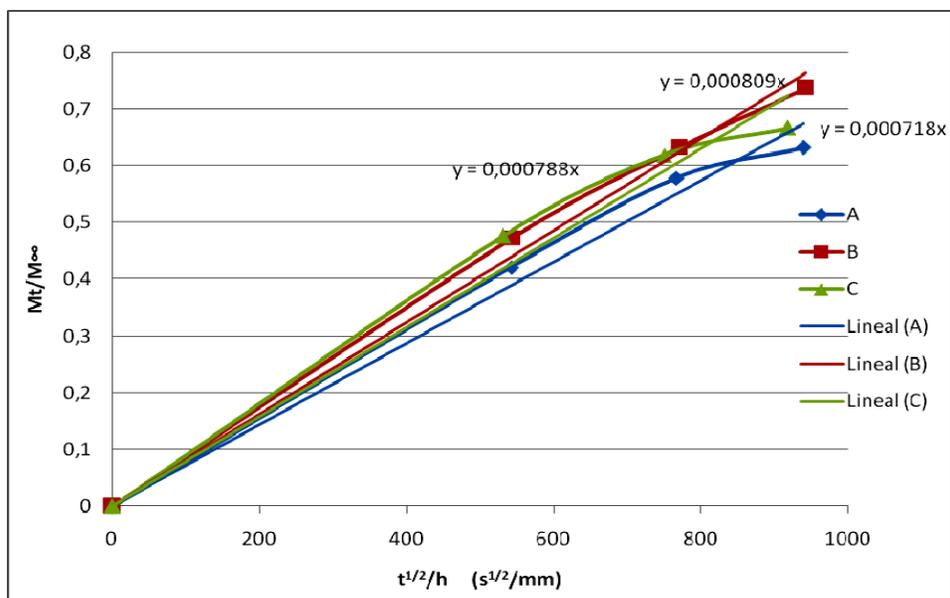
FIGURA 4.35. GRÁFICO  $Mt/M_{\infty}$  VERSUS RAÍZ CUADRA DEL TIEMPO ( $S^{1/2}$ ) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCA1.

**TABLA 26**  
**DATOS Y RESULTADOS DE COMPUESTO NCA2**

NCA2						
Tiempo (min)	Probetas	Absorción agua Mt (mg)	Absorción de agua (%)	Abs. Agua Pomedio (%)	Mt/M <sup>∞</sup>	t <sup>1/2</sup> /h (s <sup>1/2</sup> /mm)
0	A	0	0	0	0	0
	B	0	0		0	0
	C	0	0		0	0
10	A	0,8	0,56%	0,60%	0,4211	541,9
	B	0,9	0,59%		0,4737	544,3
	C	1	0,65%		0,4762	530,2
20	A	1,1	0,77%	0,80%	0,5789	766,4
	B	1,2	0,79%		0,6316	769,8
	C	1,3	0,84%		0,6190	749,8
30	A	1,2	0,84%	0,89%	0,6316	938,6
	B	1,4	0,92%		0,7368	942,8
	C	1,4	0,90%		0,6667	918,3
40	A	1,3	0,91%	0,95%	0,6842	1083,8
	B	1,5	0,98%		0,7895	1088,7
	C	1,5	0,97%		0,7143	1060,4
50	A	1,4	0,98%	1,02%	0,7368	1211,8
	B	1,6	1,05%		0,8421	1217,2
	C	1,6	1,03%		0,7619	1185,5
140	A	1,4	0,98%	1,02%	0,7368	2027,7
	B	1,6	1,05%		0,8421	2036,7
	C	1,6	1,03%		0,7619	1983,8
320	A	1,5	1,05%	1,09%	0,7895	3065,6
	B	1,7	1,11%		0,8947	3079,2
	C	1,7	1,10%		0,8095	2999,2
1100	A	1,7	1,19%	1,20%	0,8947	5683,7
	B	1,8	1,18%		0,9474	5709,0
	C	1,9	1,23%		0,9048	5560,7
2540	A	1,8	1,26%	1,27%	0,9474	8636,8
	B	1,9	1,25%		1,0000	8675,2
	C	2	1,29%		0,9524	8449,9
3980	A	1,9	1,33%	1,31%	1,0000	10811,3
	B	1,9	1,25%		1,0000	10859,4
	C	2,1	1,36%		1,0000	10577,3
5420	A	1,9	1,33%	1,31%	1,0000	12616,4
	B	1,9	1,25%		1,0000	12672,5
	C	2,1	1,36%		1,0000	12343,4



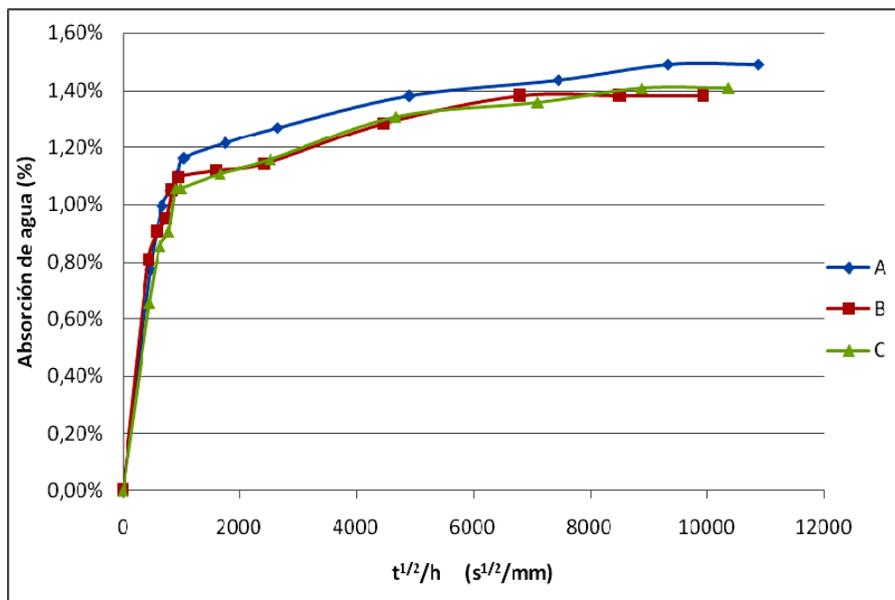
**FIGURA 4.36. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE HUMEDAD (%) VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO (S<sup>1/2</sup>) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCA2.**



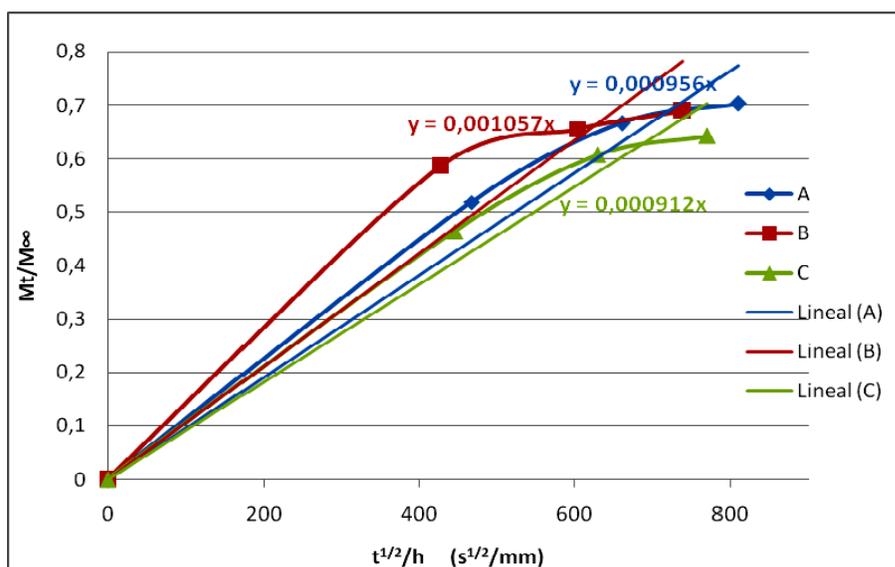
**FIGURA 4.37. GRÁFICO Mt/M<sup>∞</sup> VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO (S<sup>1/2</sup>) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCA2.**

**TABLA 27**  
**DATOS Y RESULTADOS DE COMPUESTO NCA3**

NCA3						
Tiempo (min)	Probetas	Absorción agua Mt (mg)	Absorción de agua (%)	Abs. Agua Pomedio (%)	Mt/M <sup>∞</sup>	t <sup>1/2</sup> /h (s <sup>1/2</sup> /mm)
0	A	0	0	0	0	0
	B	0	0		0	0
	C	0	0		0	0
10	A	1,4	0,77%	0,75%	0,5185	467,5
	B	1,7	0,81%		0,5862	426,7
	C	1,3	0,65%		0,4643	445,4
20	A	1,8	0,99%	0,92%	0,6667	661,1
	B	1,9	0,90%		0,6552	603,5
	C	1,7	0,86%		0,6071	629,8
30	A	1,9	1,05%	0,97%	0,7037	809,7
	B	2	0,95%		0,6897	739,1
	C	1,8	0,91%		0,6429	771,4
40	A	2	1,10%	1,07%	0,7407	934,9
	B	2,2	1,05%		0,7586	853,5
	C	2,1	1,06%		0,7500	890,7
50	A	2,1	1,16%	1,10%	0,7778	1045,3
	B	2,3	1,10%		0,7931	954,2
	C	2,1	1,06%		0,7500	995,9
140	A	2,2	1,21%	1,15%	0,8148	1749,1
	B	2,35	1,12%		0,8103	1596,7
	C	2,2	1,11%		0,7857	1666,4
320	A	2,3	1,27%	1,19%	0,8519	2644,4
	B	2,4	1,14%		0,8276	2414,0
	C	2,3	1,16%		0,8214	2519,3
1100	A	2,5	1,38%	1,33%	0,9259	4902,8
	B	2,7	1,29%		0,9310	4475,7
	C	2,6	1,31%		0,9286	4671,0
2540	A	2,6	1,44%	1,39%	0,9630	7450,1
	B	2,9	1,38%		1,0000	6801,1
	C	2,7	1,36%		0,9643	7097,9
3980	A	2,7	1,49%	1,43%	1,0000	9325,8
	B	2,9	1,38%		1,0000	8513,4
	C	2,8	1,41%		1,0000	8884,9
5420	A	2,7	1,49%	1,43%	1,0000	10882,9
	B	2,9	1,38%		1,0000	9934,9
	C	2,8	1,41%		1,0000	10368,4



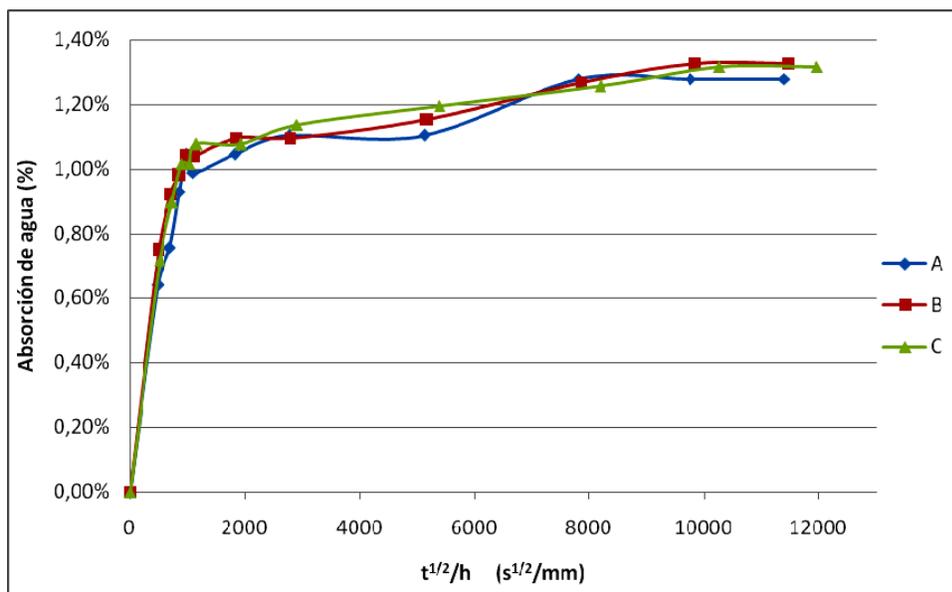
**FIGURA 4.38. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE HUMEDAD (%) VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO ( $S^{1/2}$ ) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCA3.**



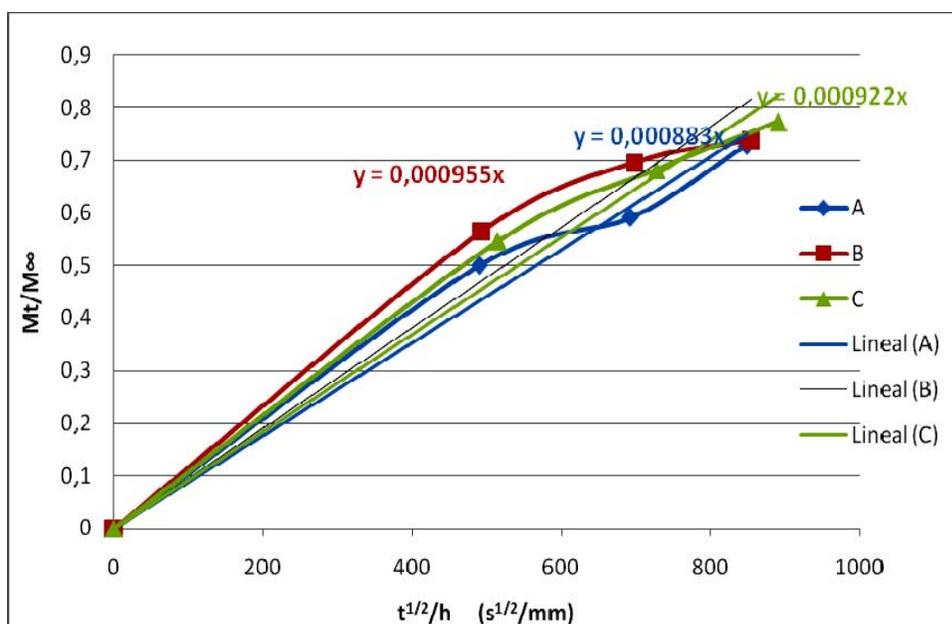
**FIGURA 4.39. GRÁFICO  $Mt/M_{\infty}$  VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO ( $S^{1/2}$ ) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCA3.**

**TABLA 28**  
**DATOS Y RESULTADOS DE COMPUESTO NCB1**

NCB1						
Tiempo (min)	Probetas	Absorción agua Mt (mg)	Absorción de agua (%)	Abs. Agua Pomedio (%)	Mt/M $\infty$	t <sup>1/2</sup> /h (s <sup>1/2</sup> /mm)
0	A	0	0	0	0	0
	B	0	0		0	0
	C	0	0		0	0
10	A	1,1	0,64%	0,70%	0,5000	489,9
	B	1,3	0,75%		0,5652	493,8
	C	1,2	0,72%		0,5455	514,6
20	A	1,3	0,76%	0,86%	0,5909	692,8
	B	1,6	0,92%		0,6957	698,4
	C	1,5	0,90%		0,6818	727,8
30	A	1,6	0,93%	0,98%	0,7273	848,5
	B	1,7	0,98%		0,7391	855,4
	C	1,7	1,02%		0,7727	891,3
40	A	1,8	1,05%	1,03%	0,8182	979,8
	B	1,8	1,04%		0,7826	987,7
	C	1,7	1,02%		0,7727	1029,2
50	A	1,7	0,99%	1,05%	0,7727	1095,4
	B	1,9	1,10%		0,8261	1104,3
	C	1,8	1,08%		0,8182	1150,7
140	A	1,8	1,05%	1,07%	0,8182	1833,0
	B	1,9	1,10%		0,8261	1847,8
	C	1,8	1,08%		0,8182	1925,5
320	A	1,9	1,10%	1,11%	0,8636	2771,3
	B	1,9	1,10%		0,8261	2793,6
	C	1,9	1,14%		0,8636	2911,0
1100	A	1,9	1,10%	1,15%	0,8636	5138,1
	B	2	1,15%		0,8696	5179,5
	C	2	1,20%		0,9091	5397,2
2540	A	2,2	1,28%	1,27%	1,0000	7807,7
	B	2,2	1,27%		0,9565	7870,7
	C	2,1	1,26%		0,9545	8201,4
3980	A	2,2	1,28%	1,31%	1,0000	9773,4
	B	2,3	1,33%		1,0000	9852,3
	C	2,2	1,32%		1,0000	10266,2
5420	A	2,2	1,28%	1,31%	1,0000	11405,3
	B	2,3	1,33%		1,0000	11497,2
	C	2,2	1,32%		1,0000	11980,3



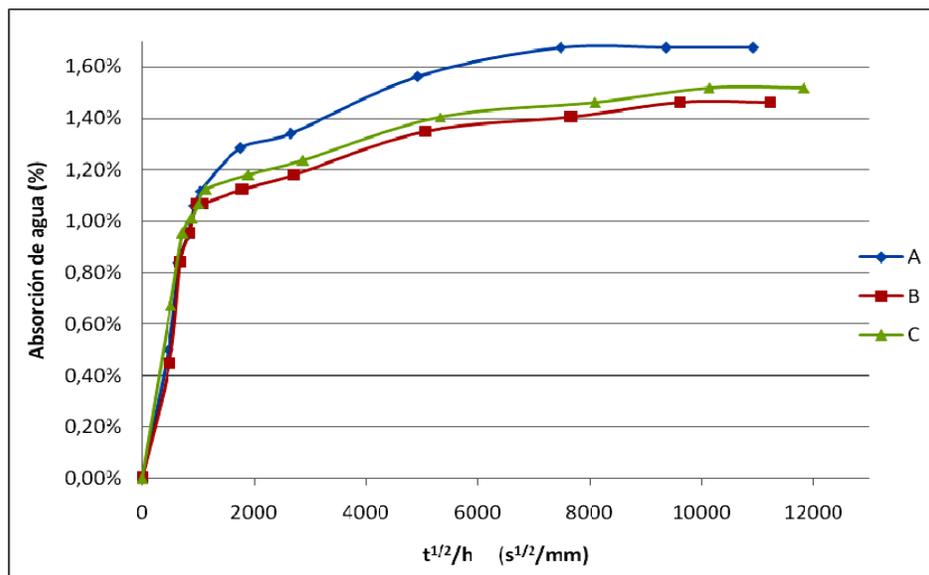
**FIGURA 4.40. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE HUMEDAD (%) VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO ( $S^{1/2}$ ) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCB1.**



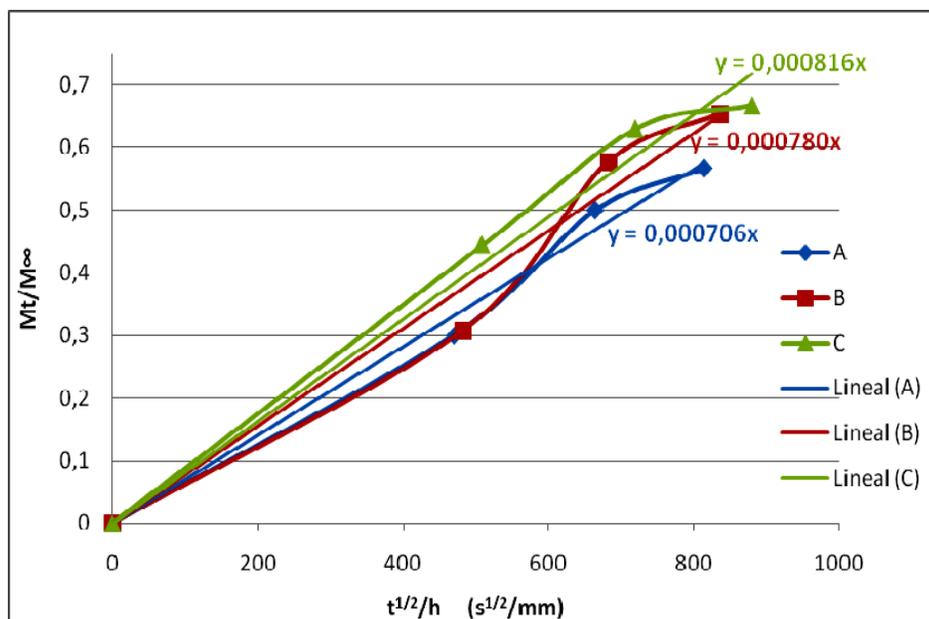
**FIGURA 4.41. GRÁFICO  $Mt/M^{\infty}$  VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO ( $S^{1/2}$ ) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCB1.**

**TABLA 29**  
**DATOS Y RESULTADOS DE COMPUESTO NCB2**

NCB2						
Tiempo (min)	Probetas	Absorción agua Mt (mg)	Absorción de agua (%)	Abs. Agua Pomedio (%)	Mt/M $\infty$	$t^{1/2}/h$ (s $^{1/2}$ /mm)
0	A	0	0	0	0	0
	B	0	0		0	0
	C	0	0		0	0
10	A	0,9	0,50%	0,54%	0,3000	469,3
	B	0,8	0,45%		0,3077	482,2
	C	1,2	0,68%		0,4444	508,2
20	A	1,5	0,84%	0,88%	0,5000	663,6
	B	1,5	0,84%		0,5769	681,9
	C	1,7	0,96%		0,6296	718,7
30	A	1,7	0,95%	0,97%	0,5667	812,8
	B	1,7	0,96%		0,6538	835,2
	C	1,8	1,01%		0,6667	880,2
40	A	1,9	1,06%	1,07%	0,6333	938,5
	B	1,9	1,07%		0,7308	964,4
	C	1,9	1,07%		0,7037	1016,4
50	A	2	1,12%	1,10%	0,6667	1049,3
	B	1,9	1,07%		0,7308	1078,2
	C	2	1,13%		0,7407	1136,4
140	A	2,3	1,28%	1,20%	0,7667	1755,8
	B	2	1,13%		0,7692	1804,2
	C	2,1	1,18%		0,7778	1901,5
320	A	2,4	1,34%	1,25%	0,8000	2654,5
	B	2,1	1,18%		0,8077	2727,6
	C	2,2	1,24%		0,8148	2874,8
1100	A	2,8	1,56%	1,44%	0,9333	4921,5
	B	2,4	1,35%		0,9231	5057,2
	C	2,5	1,41%		0,9259	5330,0
2540	A	3	1,67%	1,51%	1,0000	7478,6
	B	2,5	1,41%		0,9615	7684,7
	C	2,6	1,46%		0,9630	8099,3
3980	A	3	1,67%	1,55%	1,0000	9361,5
	B	2,6	1,46%		1,0000	9619,5
	C	2,7	1,52%		1,0000	10138,4
5420	A	3	1,67%	1,55%	1,0000	10924,6
	B	2,6	1,46%		1,0000	11225,7
	C	2,7	1,52%		1,0000	11831,2



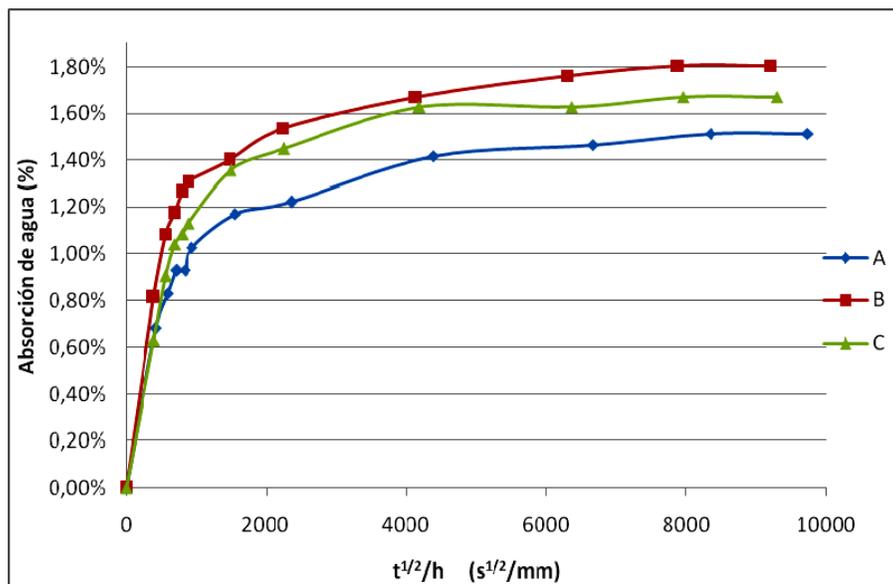
**FIGURA 4.42. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE HUMEDAD (%) VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO (S<sup>1/2</sup>) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCB2.**



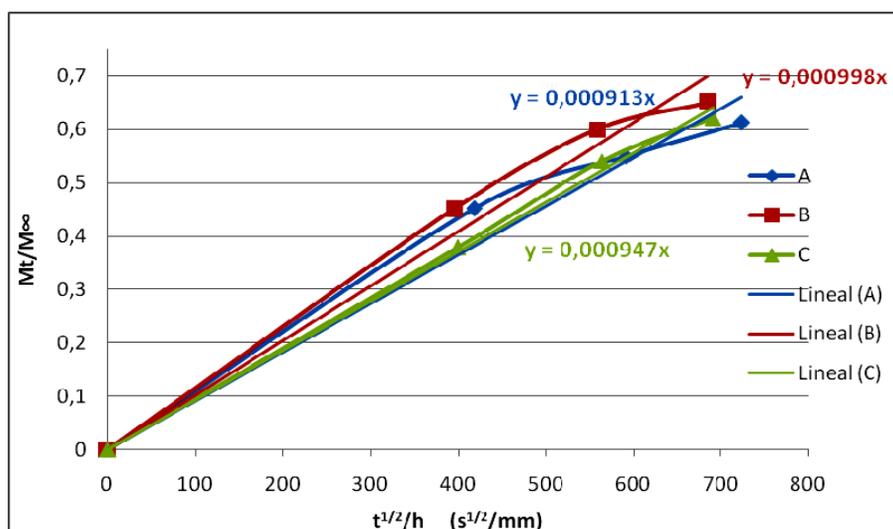
**FIGURA 4.43. GRÁFICO Mt/M<sub>∞</sub> VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO (S<sup>1/2</sup>) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCB2.**

**TABLA 30**  
**DATOS Y RESULTADOS DE COMPUESTO NCB3**

NCB3						
Tiempo (min)	Probetas	Absorción agua Mt (mg)	Absorción de agua (%)	Abs. Agua Pomedio (%)	Mt/M $\infty$	t <sup>1/2</sup> /h (s <sup>1/2</sup> /mm)
0	A	0	0	0	0	0
	B	0	0		0	0
	C	0	0		0	0
10	A	1,4	0,68%	0,71%	0,4516	418,0
	B	1,8	0,81%		0,4500	395,1
	C	1,4	0,63%		0,3784	398,9
20	A	1,7	0,83%	0,94%	0,5484	591,1
	B	2,4	1,08%		0,6000	558,7
	C	2	0,90%		0,5405	564,2
30	A	1,9	0,93%	1,05%	0,6129	724,0
	B	2,6	1,17%		0,6500	684,3
	C	2,3	1,04%		0,6216	691,0
40	A	1,9	0,93%	1,09%	0,6129	836,0
	B	2,8	1,26%		0,7000	790,2
	C	2,4	1,08%		0,6486	797,9
50	A	2,1	1,03%	1,16%	0,6774	934,7
	B	2,9	1,31%		0,7250	883,4
	C	2,5	1,13%		0,6757	892,1
140	A	2,4	1,17%	1,31%	0,7742	1564,0
	B	3,1	1,40%		0,7750	1478,3
	C	3	1,36%		0,8108	1492,7
320	A	2,5	1,22%	1,40%	0,8065	2364,6
	B	3,4	1,54%		0,8500	2234,9
	C	3,2	1,45%		0,8649	2256,7
1100	A	2,9	1,42%	1,57%	0,9355	4384,0
	B	3,7	1,67%		0,9250	4143,6
	C	3,6	1,63%		0,9730	4184,1
2540	A	3	1,46%	1,62%	0,9677	6661,9
	B	3,9	1,76%		0,9750	6296,5
	C	3,6	1,63%		0,9730	6358,1
3980	A	3,1	1,51%	1,66%	1,0000	8339,1
	B	4	1,81%		1,0000	7881,8
	C	3,7	1,67%		1,0000	7958,8
5420	A	3,1	1,51%	1,66%	1,0000	9731,5
	B	4	1,81%		1,0000	9197,8
	C	3,7	1,67%		1,0000	9287,7



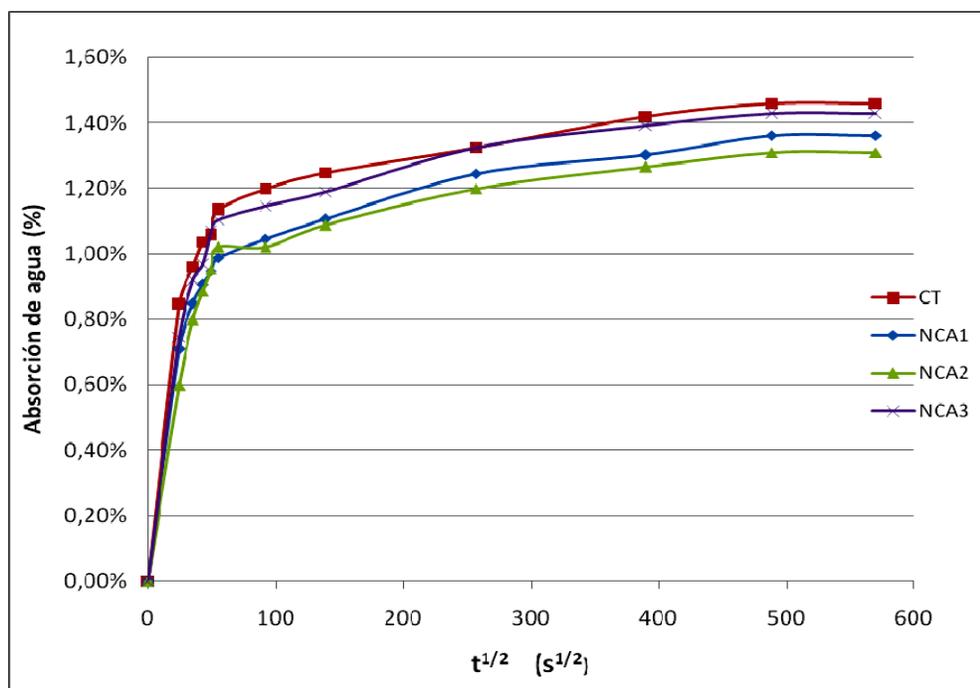
**FIGURA 4.44. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE HUMEDAD (%) VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO (S<sup>1/2</sup>) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCB3.**



**FIGURA 4.45. GRÁFICO Mt/M∞ VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO (S<sup>1/2</sup>) POR ESPESOR DE PROBETA (MM) PARA NCB3.**

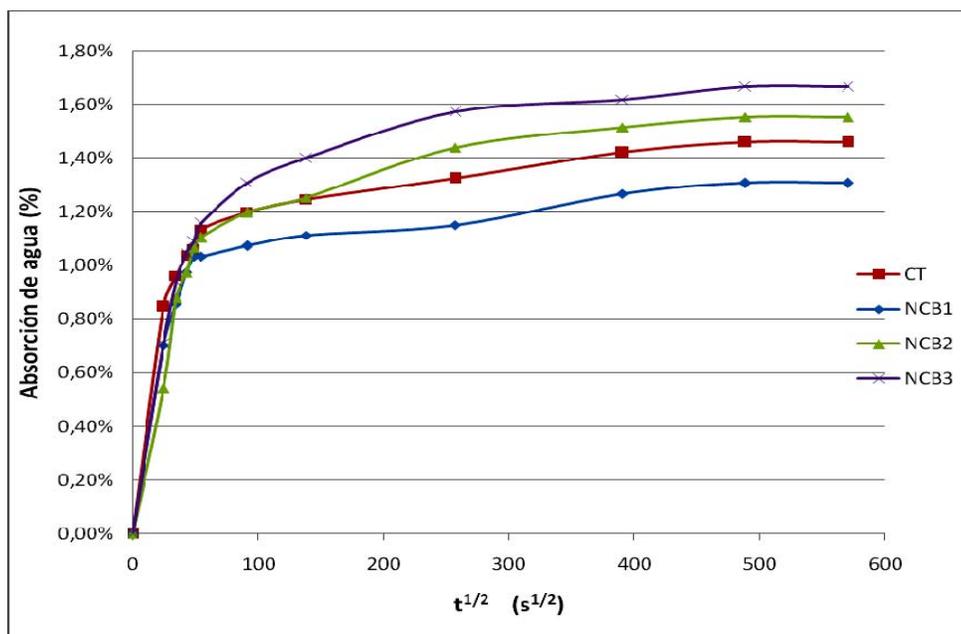
Todos los gráficos anteriores se desarrollaron con el fin de encontrar la difusividad de cada Nanocompuesto.

En la Figura 4.46 se puede observar un gráfico de Absorción de humedad versus la raíz cuadrada del tiempo de CT y de los Nanocompuestos NCA.



**FIGURA 4.46. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE HUMEDAD (%) VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO ( $s^{1/2}$ ) DE CT, NCA1, NCA2 Y NCA3**

En la Figura 4.47 se puede observar un gráfico de Absorción de agua versus la raíz cuadrada del tiempo de CT y de los Nanocompuestos NCB.



**FIGURA 4.47. GRÁFICO DE ABSORCIÓN DE HUMEDAD (%) VERSUS RAÍZ CUADRADA DEL TIEMPO ( $s^{1/2}$ ) DE CT, NCB1, NCB2 Y NCB3**

Así podemos elaborar una tabla con la Absorción de humedad máxima (%) de todos los Compuestos, además de la Absorción relativa máxima, tomando como 100% la Absorción del compuesto tradicional CT. (Ver tabla 31). En los Nanocompuestos NCA la Absorción disminuye a medida que aumenta la concentración de nanoarcilla, aunque en NCA3 no disminuye en igual proporción. Este comportamiento se debe a que es probable que se haya logrado una correcta dispersión de las nanoarcillas Cloisite 30B a 1% y 5%, pero con 10% no lo se logró.

En cuanto a los Nanocompuestos NCB podemos observar que la absorción disminuyó sólo en el compuesto con 1% de NanoEspol (NCB1), mientras que en los otros aumentó drásticamente. Esto se debe a que solo se logró una correcta dispersión en NCB1. El motivo por el cual los otros Nanocompuestos absorbieron mucha más agua que CT es que:

- Al no estar la nanoarcilla bien dispersa en la matriz se puede producir un menor grado de curado y por ende un mayor volumen libre (free volumen) en donde pueden ser capturadas las moléculas de agua.
- Las nanoarcillas no dispersas pueden aumentar el bound water, que en este caso es el agua absorbida en la superficie de las partículas.
- La variación en la absorción de agua puede ser debido a la polaridad del polímero, es decir a la cantidad de grupos OH (3) presentes en el epóxico y la nanoarcilla.

Un hecho interesante es que con 1% de NanoEspol obtuvimos iguales resultados que con 5% de Cloisite 30B, lo cual demuestra que en bajas concentraciones y buen grado de dispersión, los Nanocompuestos elaborados con NanoEspol presentan mejores propiedades de barrera que los fabricados con Cloisite 30B, ya que NanoEspol posee mayor espacio basal.

**TABLA 31**  
**ABSORCIÓN DE HUMEDAD MÁXIMA (%) Y RELATIVA DE LOS**  
**COMPUESTOS ELABORADOS**

<b>Comp.</b>	<b>Abs. Hum. Máx. Promedio (%)</b>	<b>Abs. Hum. máx relativa</b>
CT	1,46%	100,0%
NCA1	1,36%	93,2%
NCA2	1,31%	89,7%
NCA3	1,43%	97,9%
NCB1	1,31%	89,7%
NCB2	1,55%	106,2%
NCB3	1,66%	113,7%

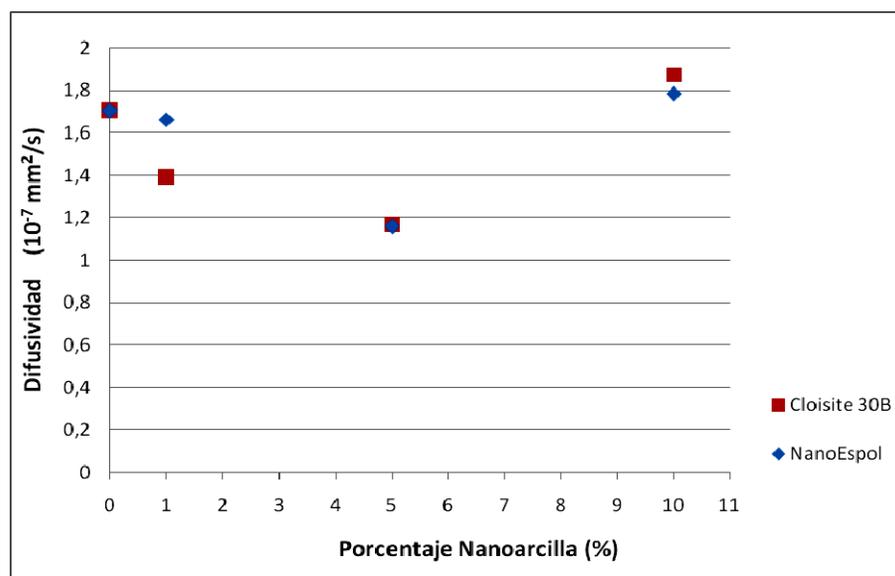
En la tabla 32 se muestran los valores promedio de Difusividad D en los distintos Compuestos

**TABLA 32**  
**DIFUSIVIDAD PROMEDIO DE LOS COMPUESTOS**  
**ELABORADOS**

Comp.	Probeta	Pendiente Mt/M $\infty$ versus t <sup>1/2</sup> /h	Difusividad D (mm <sup>2</sup> /s)	D Promedio (mm <sup>2</sup> /s)
CT	A	0,00088	1,521E-07	1,703E-07
	B	0,00096	1,810E-07	
	C	0,000952	1,780E-07	
NCA1	A	0,000833	1,362E-07	1,389E-07
	B	0,000803	1,266E-07	
	C	0,000885	1,538E-07	
NCA2	A	0,000718	1,012E-07	1,172E-07
	B	0,000809	1,285E-07	
	C	0,000788	1,219E-07	
NCA3	A	0,000956	1,795E-07	1,874E-07
	B	0,001057	2,194E-07	
	C	0,000912	1,633E-07	
NCB1	A	0,000883	1,531E-07	1,664E-07
	B	0,000955	1,791E-07	
	C	0,000922	1,669E-07	
NCB2	A	0,000706	9,787E-08	1,160E-07
	B	0,00078	1,195E-07	
	C	0,000816	1,307E-07	
NCB3	A	0,000913	1,637E-07	1,784E-07
	B	0,000998	1,956E-07	
	C	0,000947	1,761E-07	

Como podemos apreciar la difusividad en los Nanocompuestos NCA1 y NCA2 disminuye, más en NCA3 aumenta. Este comportamiento es similar al que tuvieron en la absorción de agua.

En los Nanocompuestos NCB1 y NCB2 obtuvimos disminución en la Difusión de humedad, aunque en NCB3 se mantuvo una difusión superior a la de CT. En la figura 4.48 se puede observar la variación de la difusividad de agua con respecto al porcentaje de Nanoarcilla. En general no existe una clara tendencia entre la difusión y la concentración de organoarcilla en los Nanocompuestos elaborados (3)



**FIGURA 4.48. GRÁFICO DE DIFUSIVIDAD DE HUMEDAD VERSUS PORCENTAJE DE NANOARCILLA**

#### 4.6 Ensayo de transmisión de vapor de agua según Norma ASTM D-1653 y cálculo de Permeabilidad

A continuación se presentan los datos obtenidos durante la prueba y los gráficos elaborados.

Primero se elaborará los gráficos Peso ganado (g) versus tiempo (hrs) de los Nanocompuestos NCA. Con estos gráficos buscamos encontrar la pendiente, y así calcular el WVTR y la Permeabilidad, que en nuestro caso es el resultado más importante, ya que incluye el espesor del pouch.

**TABLA 33**

#### **ABSORCIÓN DE VAPOR DE AGUA EN LOS POUCH (EN GRAMOS)**

Tiempo (hr)	CT		NCA1		NCA2		NCA3	
	1	2	1	2	1	2	1	2
0	0	0	0	0	0	0	0	0
12	0,0535	0,0503	0,0518	0,0533	0,0502	0,0439	0,0408	0,0477
36	0,1426	0,1362	0,1353	0,143	0,1275	0,098	0,0795	0,1264
60	0,2211	0,2117	0,2115	0,2217	0,2076	0,1652	0,1515	0,1971
84	0,2908	0,279	0,2793	0,2917	0,2744	0,2364	0,2185	0,2599
108	0,3537	0,3403	0,3407	0,3555	0,3358	0,3004	0,2785	0,3183
132	0,4112	0,3965	0,3962	0,4131	0,3904	0,3654	0,3425	0,3787

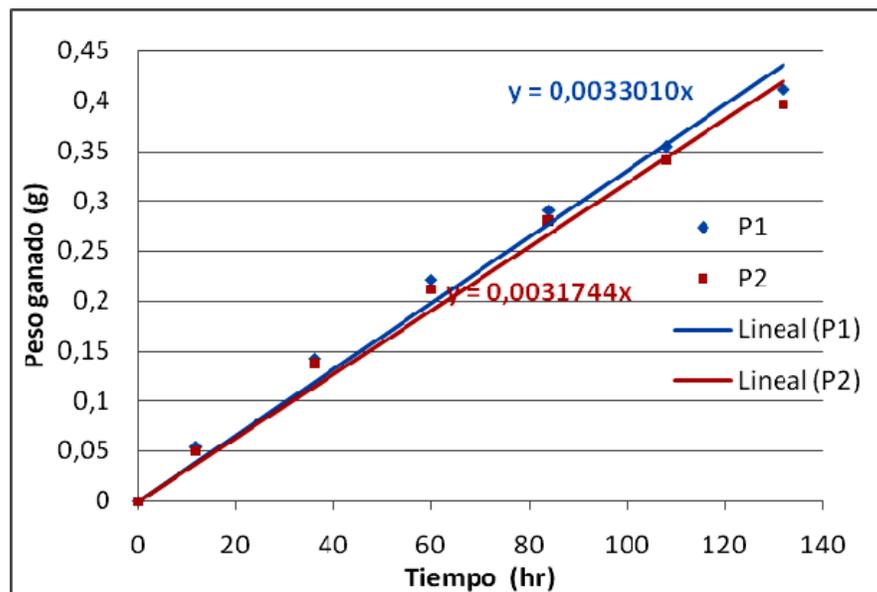


FIGURA 4.49. GRÁFICO PESO GANADO (G) VERSUS TIEMPO (HRS) DE CT

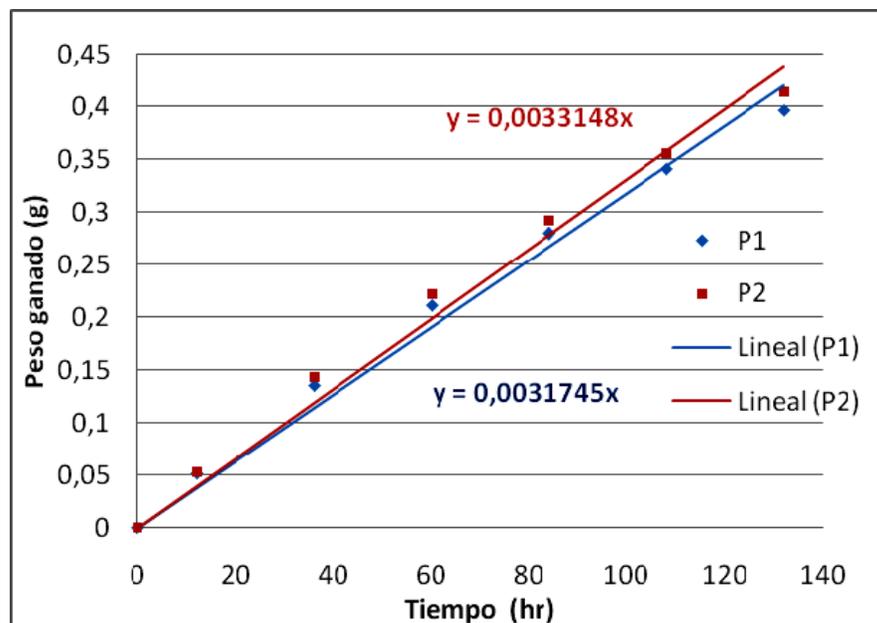


FIGURA 4.50. GRÁFICO PESO GANADO (G) VERSUS TIEMPO (HRS) DE NCA1

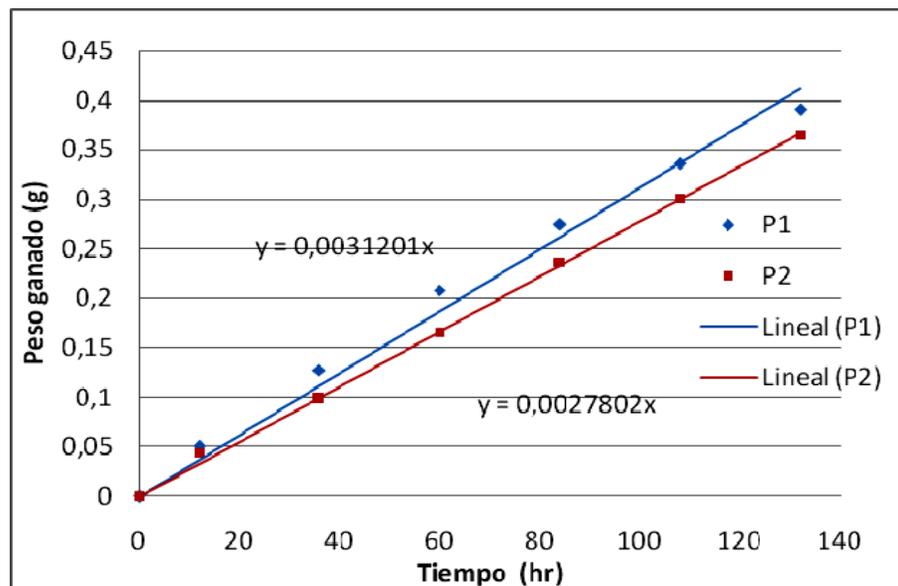


FIGURA 4.51. GRÁFICO PESO GANADO (G) VERSUS TIEMPO (HRS) DE NCA2

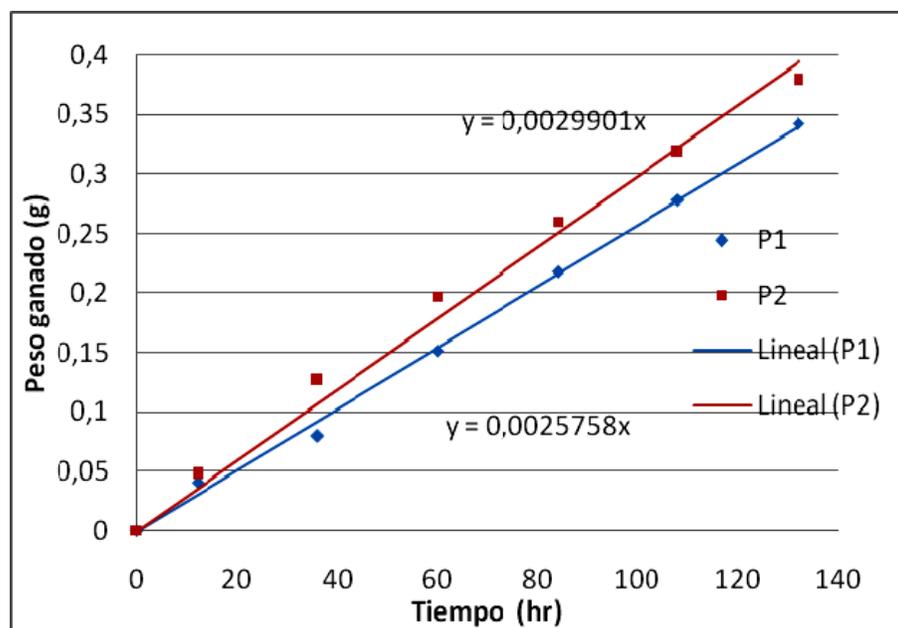


FIGURA 4.52. GRÁFICO PESO GANADO (G) VERSUS TIEMPO (HRS) DE NCA3

Con los valores obtenidos en los gráficos anteriores se calculó WVTR, Permeación y Permeabilidad, los cuales son mostrados en la tabla 34.

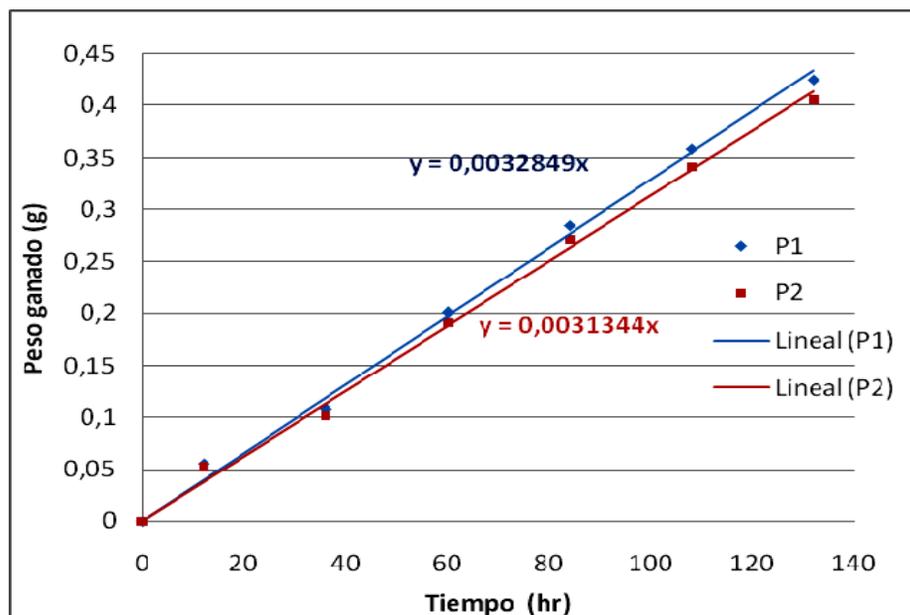
**TABLA 34**  
**WVTR, PERMEACIÓN, PERMEABILIDAD DE LOS NANOCOMPUESTOS NCA.**

Comp.	Probeta	Q/T (g/hr)	WVTR (g/h-m <sup>2</sup> )	Permeación (g/h-mmHg-m <sup>2</sup> )	Permeabilidad (g-mm/h-mmHg-m <sup>2</sup> )	Permeabilidad Prom (g-mm/h-mmHg-m <sup>2</sup> )
CT	P1	0,003301	0,785952	0,0173248	0,00098405	0,000963514
	P2	0,003174	0,755810	0,0166604	0,000942978	
NCA1	P1	0,003175	0,755833	0,0166609	0,000911352	0,000901915
	P2	0,003315	0,789238	0,0173973	0,000892479	
NCA2	P1	0,003120	0,742881	0,0163754	0,000880996	0,000843223
	P2	0,002780	0,661952	0,0145915	0,00080545	
NCA3	P1	0,002576	0,613297	0,0135190	0,000830064	0,000853654
	P2	0,002990	0,711929	0,0156931	0,000877245	

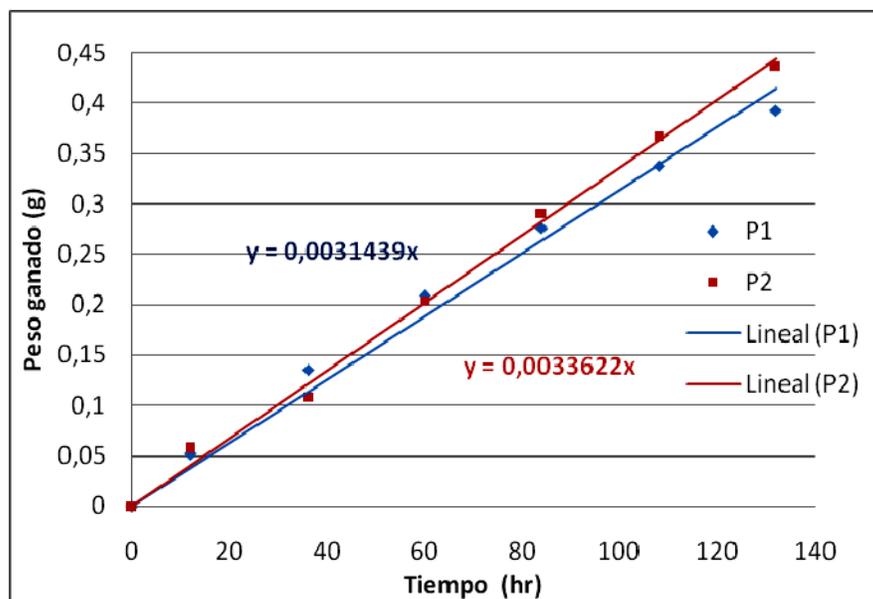
Ahora procedemos a realizar el mismo procedimiento anterior pero con los valores obtenidos con los Pouch elaborados con los Nanocompuestos NCB.

**TABLA 35**  
**ABSORCIÓN DE VAPOR DE AGUA EN LOS POUCH (EN GRAMOS)**

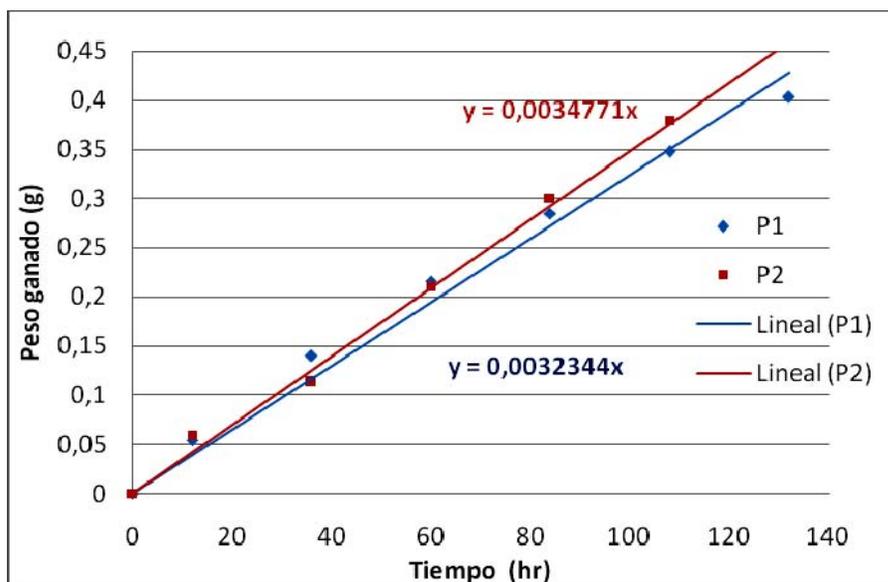
Tiempo (hr)	CT		NCB1		NCB2		NCB3	
	P1	P2	P1	P2	P1	P2	P1	P2
0	0	0	0	0	0	0	0	0
12	0,0535	0,0503	0,0559	0,0529	0,0514	0,0567	0,0541	0,0591
36	0,1426	0,1362	0,1074	0,1018	0,1355	0,1088	0,1397	0,1131
60	0,2211	0,2117	0,2006	0,1915	0,2085	0,2036	0,2159	0,2107
84	0,2908	0,279	0,2846	0,2712	0,2764	0,2906	0,2846	0,3002
108	0,3537	0,3403	0,3584	0,3419	0,3376	0,3669	0,3472	0,3799
132	0,4112	0,3965	0,425	0,406	0,3924	0,4365	0,4028	0,451



**FIGURA 4.53 GRÁFICO PESO GANADO (G) VERSUS TIEMPO (HRS) DE NCB1**



**FIGURA 4.54. GRÁFICO PESO GANADO (G) VERSUS TIEMPO (HRS) DE NCB2**



**FIGURA 4.55. GRÁFICO PESO GANADO (G) VERSUS TIEMPO (HRS) DE NCB3**

Con los valores obtenidos en los gráficos anteriores se calculó WVTR, Permeación y Permeabilidad, los cuales son mostrados en la tabla 36.

**TABLA 36**

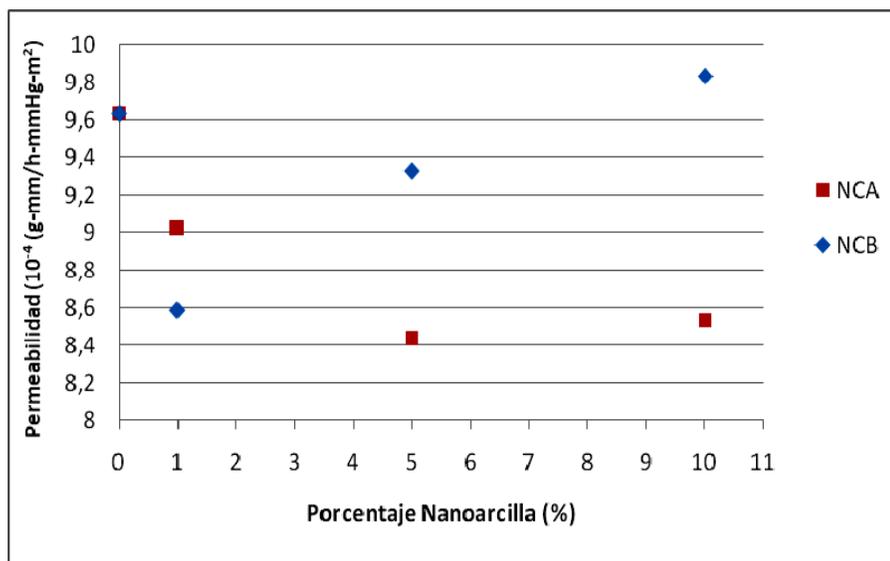
**WVTR, PERMEACIÓN, PERMEABILIDAD DE LOS NANOCOMPUESTOS NCB.**

Comp.	Probeta	Q/T (g/hr)	WVTR (g/h-m <sup>2</sup> )	Permeación (g/h-mmHg-m <sup>2</sup> )	Permeabilidad (g-mm/h-mmHg-m <sup>2</sup> )	Permeabilidad Prom (g-mm/h-mmHg-m <sup>2</sup> )
CT	P1	0,003301	0,785952	0,0173248	0,00098405	0,000963514
	P2	0,003174	0,755810	0,0166604	0,00094298	
NCB1	P1	0,003285	0,782119	0,0172403	0,00086029	0,00085868
	P2	0,003134	0,746286	0,0164504	0,00085707	
NCB2	P1	0,003144	0,748548	0,0165003	0,00094052	0,000932585
	P2	0,003362	0,800524	0,0176460	0,00092465	
NCB3	P1	0,003234	0,770095	0,0169753	0,00095401	0,000983417
	P2	0,003477	0,827881	0,0182491	0,00101282	

Con todos los valores obtenidos, realizamos una tabla resumida de Permeabilidad Promedio y Permeabilidad Relativa para todos los Compuestos. (Ver tabla 37). Además se realizó un gráfico de Permeabilidad versus Porcentaje de Nanoarcilla, para poder apreciar mejor su variación (Ver Figura 4.56).

**TABLA 37**  
**PERMEABILIDAD PROMEDIO Y RELATIVA**

<b>Comp.</b>	<b>Permeabilidad Prom (g-mm/h-mmHg-m<sup>2</sup>)</b>	<b>Permeabilidad Relativa</b>
<b>CT</b>	0,000963514	100,0%
<b>NCA1</b>	0,000901915	93,6%
<b>NCA2</b>	0,000843223	87,5%
<b>NCA3</b>	0,000853654	88,6%
<b>NCB1</b>	0,00085868	89,1%
<b>NCB2</b>	0,000932585	96,8%
<b>NCB3</b>	0,000983417	102,1%



**FIGURA 4.56. GRÁFICO PERMEABILIDAD VERSUS PORCENTAJE DE NANOARCILLA**

Como se puede apreciar, la Permeabilidad en los Nanocompuestos NCA disminuye conforme aumenta la concentración de Cloisite 30B, más en NCA3 es casi similar a NCA2. Esto se debe a que sólo se obtuvo una dispersión correcta en NCA1 y NCA2.

En los Nanocompuestos NCB, se registró una disminución de la Permeabilidad en NCB1, aunque en NCB2 y NCB3 aumentó. Este comportamiento es similar al mostrado en las pruebas de absorción de agua y humedad, ya que la correcta dispersión se la obtuvo sólo con NCB1.

Un resultado interesante es que con 1% de NanoEspol (NCB1) obtuvimos mejores propiedades que con 1% de Cloisite 30B (NCA1)

#### 4.7 Determinación de la Dureza de Película. Método del Lápiz según norma INEN 1001

La prueba de dureza al lápiz fue realizada en los laboratorios del área de Calidad de la empresa Mabe. Se realizó por duplicado a los recubrimientos aplicados sobre los sustratos metálicos, obteniendo en ambas probetas los mismos resultados, los cuales se pueden apreciar en la siguiente tabla.

**TABLA 38**  
**VALORES DE DUREZA AL LÁPIZ.**

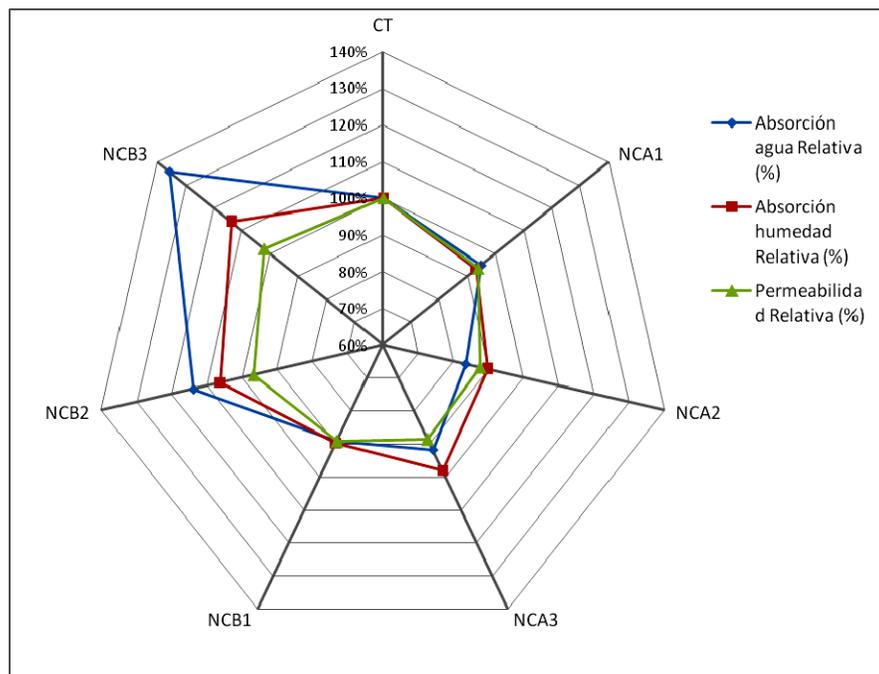
<b>Compuesto</b>	<b>Dureza al lápiz</b>
CT	H
NCA1	HB
NCA2	HB
NCA3	HB
NCB1	H
NCB2	2H
NCB3	H

Los resultados obtenidos en esta prueba no son representativos. No se observan mayores cambios en la Dureza de película por el método del Lápiz. Esto puede ser debido a que para obtener una alta resistencia al rayado en recubrimientos es necesario que los refuerzos sean de un tamaño mayor a 1  $\mu\text{m}$  y en mayor concentración. Debido a que los nanocompuestos se dispersan a

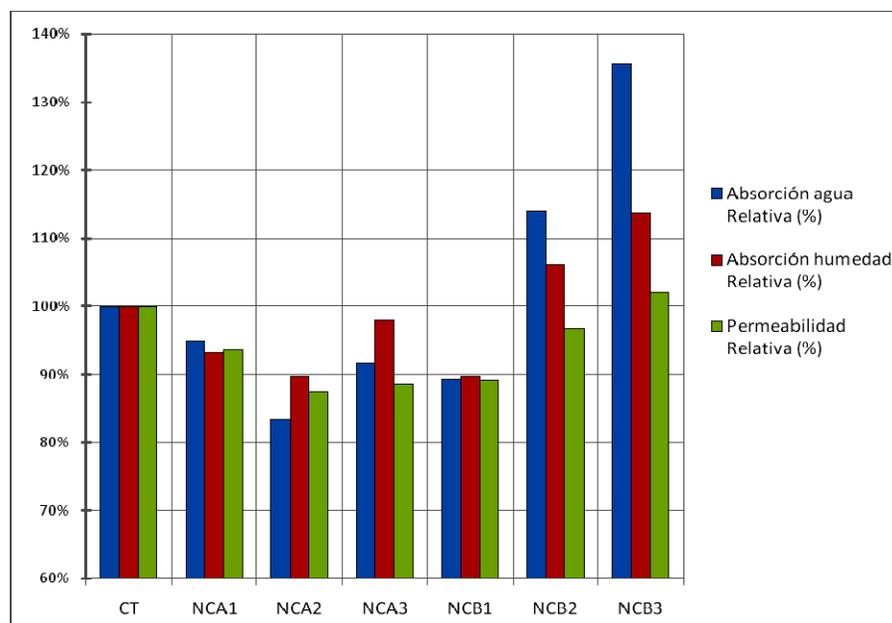
nivel molecular y se utilizan pequeñas concentraciones no se pueden obtener incrementos notables en su dureza de película (4).

#### **4.8 Análisis comparativo para cantidades**

A continuación se realizará un análisis comparativo de las propiedades de barrera de los diferentes Nanocompuestos, con el fin de encontrar cuál fue la concentración y tipo de Nanoarcillas que dieron los mejores resultados. En la Figura 4.57 y 4.59 se pueden apreciar dos gráficos comparativos de la Absorción de Agua, Absorción de Humedad y Permeabilidad para todos los Compuestos fabricados. Los resultados mostrados se muestran en porcentaje, siendo 100% los obtenidos con el Compuesto Tradicional CT. Ambas figuras muestran los mismos datos, el primero en forma radial y el segundo en columnas.



**FIGURA 4.57. COMPARACIÓN ENTRE PROPIEDADES DE BARRERA. GRÁFICO RADIAL.**



**FIGURA 4.58. COMPARACIÓN ENTRE PROPIEDADES DE BARRERA. GRÁFICO EN COLUMNAS**

Como se puede apreciar, las mejores propiedades en todas las pruebas de barrera se obtuvieron en el Nanocompuesto NCA2, es decir el Compuesto fabricado con 5% de Cloisite 30B. Aunque un resultado muy interesante es que se lograron propiedades muy favorables con el Nanocompuesto NCB1, es decir con 1% de NanoEspol, siendo mejores que los obtenidos en NCA1, es decir el compuesto fabricado con la misma concentración de Nanoarcilla, pero con Cloisite 30B. Se obtuvo en promedio una reducción del 11% en Absorción de Agua, Absorción de Humedad y Permeabilidad con solo la adición de 1% de NanoEspol.

# CAPÍTULO 5

## 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 5.1 Conclusiones

1. La adición de nanoarcillas incrementó la estabilidad térmica inicial de los nanocompuestos hasta aproximadamente 410°C, luego del cual se degradaban con mayor rapidez. Se observó mayor estabilidad térmica inicial con los Nanocompuestos elaborados con NanoEspol, específicamente en NCB1.
2. Se pudo apreciar la nanoarcilla en la estructura molecular de los Nanocompuestos mediante Espectroscopía FT-IR. Se encontraron impurezas como cuarzo en NanoEspol, mas no en Cloisite 30B.

3. Se obtuvo disminución de la absorción de agua y absorción de humedad en los Nanocompuestos NCA1, NCB1, NCA2, (siendo el último el que mostró mejores resultados), lo cual indica que se produjo una correcta dispersión de la nanoarcilla en la matriz epóxica. Se alcanzaron mejores resultados con 1% de NanoEspol (NCB1) que con 1% de Cloisite 30B (NCA1), lo que demuestra que a bajas concentraciones NanoEspol se dispersa mejor.
4. No se encontró una clara relación entre la concentración de Nanoarcilla y la difusividad de los Compuestos.
5. La Permeabilidad tuvo un comportamiento similar a la Absorción de Agua y Humedad.
6. No hubo relación directa entre el contenido de nanoarcilla y la dureza de película de los compuestos fabricados.
7. Resumiendo las propiedades de barrera, los mejores resultados de obtuvieron en NCA2, aunque con NCB1 se alcanzaron resultados casi similares al anterior.

8. La evaporación del solvente tiene influencia en el volumen libre luego del curado.
9. El epóxico de alto peso molecular dificulta el proceso de dispersión.

## **5.2 Recomendaciones**

1. Verificar la dispersión obtenida en los Nanocompuestos mediante Difractometría de Rayos X (XRD) y Microscopía electrónica de transmisión (TEM).
2. Verificar el curado de los nanocompuestos con distintas concentraciones de nanoarcillas con un calorímetro diferencial de barrido (DSC).
3. Realizar un estudio de optimización del proceso de mezclado, especialmente de Resinas Epóxicas con NanoEspol, con el fin de determinar si es posible lograr una correcta dispersión en concentraciones mayores a 1%. Recomiendo variar tanto el método utilizado (agitación magnética y ultrasónica), como los tiempos de mezclado de las resinas y la arcilla.

4. Realizar los ensayos de Absorción de Agua y Absorción de Humedad con probetas de mayor espesor (1 mm), y además realizar ensayos de propiedades mecánicas tales como tensión.
5. Utilizar el método descrito en la Norma ASTM D-1653 para el ensayo de Transmisión de Vapor de Agua en vez de su modificación conocida como el Método de Pouch, ya que en termoestables como las resinas epóxicas no se obtiene un sellado lo suficientemente fuerte, y durante la prueba tiende a perder hermeticidad.
6. Realizar la preparación de Nanocompuestos con resinas epóxicas y curadores sin solventes y de bajo peso molecular.
7. Utilizar equipos de protección personales como mascarillas y guantes para la manipulación de las resinas.

# APÉNDICES

# APÉNDICE A

## HOJA DE SEGURIDAD RESINA EPÓXICA ANDEPOX 954



Hoja de Seguridad de Materiales  
ANDEPOX 954

NEGOCIO QUIMICO solicita a los clientes que reciban esta hoja de seguridad de materiales, estudiarla cuidadosamente para enterarse y entender los peligros asociados con el producto. Con el fin de promover el uso seguro de este producto, el cliente o receptor deberá: 1. Notificar a sus empleados o contratistas sobre la información contenida en esta hoja. 2. Proporcionar esta información a cada uno de sus clientes. 3. Solicitar a sus clientes que notifiquen a sus empleados, clientes y otros usuarios sobre los peligros de este producto.

Nombre	ANDEPOX 954		
Fecha Elaboración:	13/05/2004	Fecha Revisión:	11/12/2004

1. IDENTIFICACIÓN DEL MATERIAL Y DE LA COMPAÑÍA	
Nombre Químico:	RESINA EPÓXICA TIPO BISFENOL A EN SOLUCIÓN.
Sinónimos	NA
Fórmula	NA
Familia Química	EPÓXIDOS
Registro CAS	
Información de la Compañía:	Nombre: ANDERCOL S.A. • INTEQUIM (RIF J-07504842-3) • POLIQUIM • ANDERCOL MEXICO. Dirección: Carrera 84C No. 95 • 84 // Avenida Pancho Pepe Croquer, Zona Industrial 1, Sector la Quizanda, Valencia, Estado Carabobo // Km 9.5 Vía Daule // Autopista Altamira, Km 4.5 Colonia Nuevo Puerto Industrial C.P. 89808 Ciudad Altamira, Estado Tamaulipas, Mx Teléfono: 4700700 ANDERCOL // 58-241-8742300 INTEQUIM // 593-4-2110777 POLIQUIM // 01-833-219-0100 ANDERCOL MEXICO
Teléfono de emergencia:	01800 051 1414; 01800 094 1414 (Cistema, Suratep) ANDERCOL // 58-241-8742333 INTEQUIM // 593-9-9424 139 POLIQUIM // 01-833-219-0111 ANDERCOL MEXICO

2. COMPOSICIÓN E INFORMACIÓN SOBRE INGREDIENTES						
COMPONENTE	# CAS	% POR PESO	OSHA PEL	TLV/TWA	STEL	CEILING
2-BUTOXI ETANOL	111-76-2	5				
TOLUOL	108-88-3	5		50 ppm		
XILOL	1330-20-7	20		100 ppm	150 ppm	
RESINA EPOXICA SOLIDA	80-05-7	70				

3. IDENTIFICACIÓN DE PELIGROS	
Peligros:	Afecta el sistema nervioso central, sistema respiratorio, hígado, riñones y piel. Producto inflamable, irritante, tóxico. Presenta riesgo de incendio ó explosión cuando se expone al calor ó llama. Este desecho es tóxico.
Efectos por exposición aguda	
Contacto ocular	Irritante ocular, puede causar daños temporales en la córnea.
Contacto cutáneo	Irritante dérmico, puede producir dermatitis, remoción de grasa.
Ingestión	Entra a la sangre a una velocidad alta, causa dolor de cabeza, anorexia, náusea, vómito, fatiga, irritación gastrointestinal, debilidad, descoordinación, inestabilidad, inconsciencia, convulsiones y disminución de la presión sanguínea.
Inhalación	Causa dolores de cabeza, náusea, vómito, desvanecimiento, irritación del aparato respiratorio, narcosis, pérdida de la conciencia. Niveles de vapor superiores a 200 ppm tienen efecto anestésico.
Efectos por exposición crónica	
	Daños al hígado y los riñones.

4. PRIMEROS AUXILIOS	
----------------------	--

Ingestión	No induzca el vómito. Si la persona esta consciente, enjuague la boca, de a beber 1 o 2 vasos de leche ó agua para diluir la sustancia química en el estómago. Si la víctima esta adormecida o inconsciente, colóquela de lado y mantenga su cabeza lateralmente para evitar posible bronco aspiración si vomita. Nunca de a ingerir alguna sustancia a la víctima si está inconsciente. Mantenga a la persona abrigada. Obtenga atención médica inmediata.
Inhalación	Retire al afectado del lugar y trasládalo hacia un lugar con aire fresco. Si no respira, dar respiración artificial. Si respira con dificultad, suministrar oxígeno. Consulte a un médico en caso de presentar algunos de los síntomas anteriores.
Contacto ocular	Enjuague los ojos inmediatamente con grandes cantidades de agua o solución salina normal mínimo por 15 minutos. De manera ocasional levante los párpados superiores e inferiores para limpiar adecuadamente dichas áreas. Continúe el lavado hasta que no haya residuo alguno de químico. Solicite evaluación médica si presenta irritación.
Contacto cutáneo	Retire toda la ropa contaminada, así como joyas y zapatos. Lave el área afectada con jabón o detergente suave y grandes cantidades de agua tibia hasta que no exista evidencia de residuo alguno del químico (Por lo menos lave por 15 a 20 minutos). Lave completamente la ropa y zapatos antes de volverlos a utilizar. Solicite atención médica en caso de desarrollar alguna irritación cutánea.
Notas para personal médico	Dirigir el tratamiento al control de los síntomas y condiciones clínicas del paciente. Tratamiento sintomático. No hay antidotos específicos.

#### 6. MEDIDAS CONTRA INCENDIOS

Riesgo de fuego y explosión:	Es inflamable. A temperatura ambiente emite vapores que pueden formar mezclas inflamables con el aire. Existe riesgo de fuego y explosión cuando se expone al calor y las llamas. Los vapores pueden fluir hacia fuentes de ignición distantes y causar explosión. Los líquidos pueden flotar sobre el agua y alcanzar una fuente de ignición. Peligro de explosión de vapor en interiores, exteriores ó alcantarillas.		
Punto de inflamación	4.4°C (40 °F)		
Limites de inflamabilidad (% vol)	Inferior: 3.3	Superior: 19	
Temperatura de autoignición	422°C (792 °F)		
Medios de extinción y técnicas para combate de incendios	<p>Primero llame al número de teléfono de respuesta en caso de emergencia, que aparece en el documento de embarque o Remisión. Si el documento de embarque no está disponible o no hay respuesta, diríjase a los números telefónicos que aparecen en la MSDS del material o en la etiqueta del contenedor de éste o al teléfono de Emergencias del Cuerpo de Bomberos más cercano. Mantenga alejado al personal no autorizado o que no tenga los EPP. Permanezca frente al lugar del evento; siempre y cuando el viento le dé en sus espaldas. Manténgase alejado de las áreas bajas. Ventile naturalmente los espacios cerrados antes de entrar. Utilice el equipo de aire autónomo de presión positiva (SCBA). El traje para bomberos profesionales proporcionara solamente protección limitada. Si un tanque o carroton que está involucrado en un incendio, considere la evacuación inicial a una distancia de por lo menos 800 metros la redonda (1/2 milla). Incendios Pequeños: Utilice equipos portátiles manuales de Polvos químicos secos, espuma regular, CO2 (Gas carbónico). Incendios Medianos o Grandes: Deben ser combatidos por personal entrenado como son los Bomberos y requieren su equipo de protección personal, que incluya ropa protectora contra fuego y equipo de protección respiratoria con aire autocontenido (SCBA) Trate de controlar el calor en los contenedores mediante el uso de chorros de agua en neblina, desde una distancia segura; no aplique chorros directos de agua sobre los materiales incendiados, porque dispersa el fuego. Procure apagar el fuego colocando chorros de espuma sobre la superficie del líquido incendiado o del que se puede encender. Mueva los contenedores del área de fuego si lo puede hacer sin ningún riesgo. Incendio que involucra Tanques, Vagones o Remolques y sus Cargas: Combata el incendio desde una distancia máxima o utilice soportes fijos para mangueras o monitores. Enfríe los contenedores con agua en neblina hasta mucho después que el fuego se haya extinguido. Retírese inmediatamente, si sale un sonido creciente de los mecanismos de seguridad de las ventillas, o si el tanque se empieza a decolorar. SIEMPRE manténgase alejado de tanques envueltos en fuego. Para incendio masivo, utilice los soportes fijos para mangueras o monitores; si esto es imposible, retirarse del área y dejar que arda.</p>		
Productos peligrosos generados por la combustión	La combustión puede producir monóxido de carbono y/o dióxido de carbono. El monóxido de carbono es altamente tóxico si es inhalado; el dióxido de carbono en concentraciones suficientes puede actuar como asfixiante.		

#### 6. MEDIDAS PARA EL CONTROL DE DERRAMES Y FUGAS

Pasos a seguir en caso de derrames o fugas de material:	<p>Identifique el material derramado mediante la etiqueta del contenedor con el nombre del fluido, que debe aparecer sobre la tubería. Evite los riesgos de material derramado, consultando su MSDS ó la Guía de Respuesta a Emergencias del DOT. Utilice los Equipos de Protección Personal (EPP), según los riesgos presentes (equipos para respuesta de MATPEL o de HAZMAT). Aísle la zona, no permita la entrada de personal ajeno a la respuesta o sin los EPP anteriores. Suspenda la operación de los equipos o vehículos que puedan ser fuente de ignición. Si el material proviene de una tubería, para bombas, cerra válvulas y/o apone el orifol o punto de fuga; si está fugando desde un contenedor, apone el orifol, si es posible y seguro o busque una ayuda mecánica para colocar el contenedor de tal forma que quede con su punto de fuga en la parte superior. Siempre evite contaminación, limpiando los regueros con material absorbente o cubriéndolos puntos de entrada a desagües o alcantaros para prevenir que los materiales vayan a corrientes de agua, aguas de superficie, subterráneas o cuerpos de agua. Para derrames mayores a 200 Kg., contenga el derrame por medio de barreras físicas absorbentes, que permitan recuperar el material mediante bombas tipo diafragma o recuperarlos manualmente mediante recogedor y pala (evite barrer para evitar la generación de polvos). Ventile el área abriendo puertas, ventanas. Envase el material en contenedor(es) adecuados y debidamente etiquetado(s) para posterior posible recuperación. Para derrames menores a 200 Kg., limite el reguero con material absorbente como arena, fibras de polietileno o poli propileno no tejido o cubriéndolos desagües con polietileno asegurado en su periferia con un cordón de arena u otro material absorbente, que permita un buen sellado del polietileno contra la superficie del piso, recupérela manualmente mediante recogedor y pala (evite barrer para evitar la generación de polvos). Envase el material en contenedor(es) adecuado(s) y debidamente etiquetado(s) para posterior posible recuperación.</p>
Métodos para disposición de desechos:	<p>Se recomienda la incineración de toda sustancia por medio de empresas prestadoras del servicio que sean aprobados por la autoridad ambiental competente (si son productos de interés sanitario consultar a la empresa prestadora del servicio con anticipación). Nunca disponer en rellenos sanitarios amenos que se trate de materiales de origen natural.</p>

#### 7. MANIPULACIÓN Y ALMACENAMIENTO

Precauciones sobre manipulación:	<p>Utilice la protección personal indicada en el ítem #8 además tenga en cuenta las precauciones mínimas al momento de manipular el producto como ducharse muy bien después de manipularlo y evite el contacto repetido y prolongado de la piel con el mismo. Lave la ropa de trabajo así como zapatos contaminados antes de volverlos a utilizar. Cuando manipule el producto, debe estar conectado a tierra. Use herramientas antichispas.</p>
Condiciones de almacenamiento:	<p>Conectar a tierra los recipientes metálicos utilizados para vaciar o recibir el producto. No presurice, corte, suelte o exponga los contenedores al calor, chispa ó llama ó otra fuente de ignición; puede haber explosión. En áreas frescas, húmedas y bien ventiladas a temperaturas inferiores a 32°C. Áreas alejadas de fuentes de calor y de agentes oxidantes.</p>

#### 8. CONTROL A LA EXPOSICIÓN / PROTECCIÓN PERSONAL

Controles de Ingeniería:	<p>Se debe contar con un buen sistema de ventilación mecánico que sea a prueba de explosiones.</p>
<b>Equipos de protección personal</b>	
Respiratoria:	<p>Usar respirador con cartucho químico universal o para vapores orgánicos. Para emergencias o momentos donde se sean desconocidos los niveles de exposición, usar respirador de presión positiva de cara completa con filtro de aire.</p>
Güantes:	<p>Utilizar guantes de PVC, neopreno.</p>
Ojos y Cara:	<p>Utilizar gafas de seguridad y pantalla facial.</p>
Otro tipo de protección requerida:	<p>Para prevenir el contacto se deben utilizar de anteales y overoles de PVC. Se debe disponer de duchas y estaciones lavadojos. Usar campanas extractoras para capturar vapores pesados preferiblemente hechas a prueba de explosión.</p>

#### 9. PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS

Apariencia:	<p>líquido transparente.</p>
Olor:	<p>A solvente aromático.</p>
PH:	<p>NA</p>
Presión a vapor:	<p>25 mm Hg A 25°C</p>
Densidad de vapor:	<p>3.7</p>
Punto de ebullición:	<p>110°C (230 °F)</p>
Punto de fusión:	<p>NA</p>
Punto de congelación:	<p>NA</p>
Solubilidad:	<p>Despreciable en agua.</p>
Gravedad específica:	<p>1.067 g/cc.</p>
Peso molecular:	<p>NE</p>
Rate de evaporación:	<p>2.1</p>

Porcentaje de volátiles por volumen :	30
---------------------------------------	----

10. REACTIVIDAD Y ESTABILIDAD	
Estabilidad	Es estable.
Incompatibilidades	Oxidantes fuertes, álcalis, aminas, amidas. El ácido nítrico y el toluol, especialmente en combinaciones con ácido sulfúrico pueden producir compuestos nitrados los cuales son peligrosamente explosivos.
Condiciones a evitar:	Calor, llamas, fuentes de ignición e incompatibles.
Productos por descomposición peligrosa	Dióxido y monóxido de carbono por combustión.
Polimerización peligrosa :	Puede polimerizar explosivamente cuando se calienta ó se involucra en un incendio.

11. INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA	
Ingestión	NE
Inhalación	NE
Contacto cutáneo / ocular	Categoría toxicológica: Categoría 1, extremadamente tóxico para la piel.
Carcinogenicidad	A5
Potencial Cancerígeno	EPA NTP ACGIH IARC OSHA
Teratogenicidad y Mutagénesis	El xilol puede causar efectos teratogénos. También presenta efectos mutágenos. Tanto el xilol como el toluol no están clasificados como cancerígenos en humanos.
Condiciones médicas agravadas por exposición	Dermatitis, gastritis, úlcera gástrica, hipotensión.
Dosis y concentraciones letales :	RESINA SOLIDA: LD50: 5000 mg/kg. 2- BUTOXI ETANOL: LD50 (Oral en ratas): 1480 mg kg-1. LD50 (Intraperitoneal en ratas): 550 mg-1. LD50 (Dermal en ratas): 490 mg-1. LC50 (Inhalación en ratones): 700 ppm/7h. TOLUOL: LD50 (Oral en ratas): 636 mg kg-1. LD50 (Intraperitoneal en ratas): 1332 mg kg-1. LD50 (Intraperitoneal en ratones): 59 mg kg-1. XILOL: LD50 (Oral en ratas): 4300 mg kg-1 CL50 (Inhalación en ratas): 5000 ppm/4 horas. LD50 (Dermal en ratas): 5.0 ml/kg.

12. INFORMACIÓN ECOLÓGICA	
Información ecotoxicológica (Acuática y terrestre):	Xilol: Se espera que sea levemente tóxico a la vida acuática. El LC50/96 horas para el pez está alrededor de 10 a 100 mg/L.
Información sobre destino químico	Cuando se libera en el suelo, éste material puede evaporarse a una extensión moderada; también puede filtrarse en aguas subterráneas. Puede biodegradarse a una extensión moderada. Cuando se libera en el agua éste material puede evaporarse a una extensión moderada y biodegradarse a una extensión moderada Cuando se libera en la atmósfera, éste material puede degradarse por reacción fotoquímica produciendo radicales hidroxilo. Se espera que tenga una vida media de menos de 1 día. No se espera una bioacumulación significativa.

13. CONSIDERACIONES PARA DISPOSICIÓN	
Reutilice el producto lo máximo posible. Es recomendado disponer los residuos del producto por incineración. Lave los empaques en una empresa prestadora del servicio. Nunca disponga el producto ni el empaque a una fuente de agua ni entierre. El empaque no puede ser reutilizado para disponer alimentos. No almacene el producto por largos periodos a la intemperie. Si son donados o regalados a alguna entidad adviértales los posibles riesgos del producto. En productos con componentes de interés sanitario asegure el proceso de descarte con la autoridad ambiental competente.	

14. INFORMACIÓN SOBRE TRANSPORTE	
Clase de riesgo:	3
Número UN:	1866
Grupo de embalaje:	II

15. INFORMACIÓN REGULATORIA	
-----------------------------	--

TSCA: CAS# 1330-20-7 se lista en el TSCA inventory. Chemical Test Rules: Ninguno de los químicos de éste producto está bajo un Chemical Test Rule. Section 12b: Ninguno de los químicos de éste producto está listado bajo el TSCA Section 12b. TSCA Significant New Use Rule: Ninguno de los químicos de este material tiene un SNUR bajo el TSCA. SARA: CERCLA Hazardous Substances and corresponding RQs: CAS# 1330-20-7: 100 lb RQ final; 45.4 Kg RQ final. SARA Section 302 Extremely Hazardous Substances: Ninguno de los químicos de esta sustancia tiene un TPQ. Códigos SARA: CAS# 1330-20-7: Agudo. Crónico. Inflamable. Section 313: Este material tiene Xilol (CAS# 1330-20-7) el cual esta sujeto a los requerimientos reportados en la sección 313 de SARA título III y 40 CFR parte 373. Clean Air Act: CAS# 1330-20-7 Se lista como un contaminante atmosférico peligroso "Hazardous Air Pollutant" (HAP). Clean Water Act: CAS# 1330-20-7 Está listado como una sustancia peligrosa "Hazardous Substance" bajo el CWA. Ninguno de los químicos de esta sustancia está listado como un "Priority Pollutant" ni como un "Toxic Pollutant". OSHA: Ninguno de los químicos es este producto está considerado altamente peligroso por el OSHA. STATE: CAS# 1330-20-7: Está presente en el "state right to know lists" de: California, New Jersey, Pennsylvania, Minnesota, Massachusetts. California No Significant Risk Level: Ninguno de los químicos de este producto está listado. European/ International Regulation: European Labeling in Accordance with EC Directives: Símbolos de Peligrosidad: X N. Frases de Riesgo: R 10 Inflamable. R 20/21 Nocivo por inhalación y por contacto dermal. R 38 Irrita la piel. Frases de Seguridad: S 25 Evite el contacto con los ojos. WGK (Water Danger/Protection): CAS# 1330-20-7: 2.

16. OTRA INFORMACIÓN	
Clasificación NFPA	
Salud	2 - Riesgo moderado
Inflamabilidad	3 - Riesgo serio
Reactividad	0 - Riesgo mínimo
Peligros especiales:	
Otros	
Observaciones:	NE: No está Establecido. NA: No se Aplica.

La información y recomendaciones que aparecen en ésta hoja de seguridad de materiales son a nuestro entender enteramente confiables. Los Consumidores y clientes deberán realizar su propia investigación y verificación sobre el uso seguro de éste material. 08F83-052 (06/04/11)

Éste documento es propiedad exclusiva de ANDERCOL S.A - INTEQUIM (RIF J-07504842-3) - POLIQUIM - ANDERCOL MEXICO.  
 Aplica todas las restricciones legales

# APÉNDICE B

## HOJA DE SEGURIDAD DE POLIAMIDA VERSAMID 115I73

C O G N I S   C O R P O R A T I O N

Material Safety Data Sheet

-----  
SECTION 1: CHEMICAL PRODUCT and COMPANY IDENTIFICATION  
-----

Revised: 05/18/2005  
Supercedes: 01/02/2000

PRODUCT NAME: VERSAMID 115I73  
PRODUCT DESCRIPTION: Polyamide Resin Solution  
CASRN: See Section 2  
MANUFACTURER: Cognis Corporation  
4900 Este Avenue  
CINCINNATI, OH 45232  
Phone: 800-543-7370      Fax: 513-482-5515  
EMERGENCY NUMBERS:  
CHEMTREC:                    800-424-9300

-----  
SECTION 2: COMPOSITION/INFORMATION ON INGREDIENTS  
-----

CHEMICAL	CONCENTRATION (Wt.%)	EXPOSURE LIMITS
Isopropyl Alcohol CASRN 67-63-0	27.0	PEL: <del>400</del> (TWA) 500 (STEL) TLV: <del>400</del> (TWA) 500 (STEL)
Polyamide resin CASRN 68410-23-1	73.0	Not established

-----  
SECTION 3: HAZARDS IDENTIFICATION  
-----

\*\*\*\*\* Emergency \*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\* Overview \*\*\*\*\*

WARNING!  
Flammable Liquid !  
Risk of serious damage to eyes.  
High vapor concentrations can cause narcotic effects like dizziness and fatigue.  
Irritating to skin.  
Toxic to aquatic organisms, may cause long-term adverse effects to the aquatic environment.

Amber viscous liquid with alcohol odor  
\*\*\*\*\*

SKIN CONTACT:  
Causes skin irritation.

EYE CONTACT:  
Causes eye irritation which may be severe.

INHALATION:  
Excessive inhalation can cause respiratory irritation, dizziness, nausea, headache, unconsciousness, or asphyxiation.

INGESTION:  
Ingestion of large amounts is expected to cause gastrointestinal irritation, vomiting, and central nervous system depression.

CHRONIC EFFECTS:  
Dermatitis, central nervous system depression, kidney and liver injury. May aggravate existing skin, eye, lung, nervous system, kidney and liver conditions.

OTHER HEALTH EFFECTS:  
Polyethylene amines are suspected mutagens.

PRIMARY ROUTES OF EXPOSURE: Inhalation, Skin, Oral

-----  
SECTION 4: FIRST AID MEASURES  
-----

SKIN CONTACT:  
Wash thoroughly with soap and water. Remove contaminated clothing and footwear. Wash clothing before reuse. If irritation should develop, seek medical attention.

EYE CONTACT:  
Immediately flush with plenty of water for at least 20 minutes, holding eyelids apart to ensure flushing of the entire surface. Washing within one minute is essential to achieve maximum effectiveness. Get medical attention immediately.

INHALATION:  
Move to fresh air. If breathing has stopped, administer artificial respiration. Get immediate medical attention.

INGESTION:  
Do not induce vomiting. Give large amounts of water followed by milk if available. If vomiting should occur spontaneously, keep airway clear. Get medical attention. Never give anything by mouth to an unconscious person.

-----  
SECTION 5: FIRE FIGHTING MEASURES  
-----

Flash Point: 68 Deg F ( Pinsky-Martens Closed Cup )  
LFL: Not Determined UFL: Not Determined  
AUTOIGNITION TEMPERATURE Not Determined

RECOMMENDED EXTINGUISHING MEDIA:  
Carbon dioxide, Dry chemical, Foam, Water spray

SPECIAL FIRE FIGHTING PROCEDURES:  
Perform only those fire fighting procedures for which you have been trained. Firefighters should wear self contained breathing apparatus in the positive pressure mode with a full facepiece when there is a possibility of exposure to smoke, fumes or hazardous decomposition products.

UNUSUAL FIRE OR EXPLOSION HAZARDS:  
Flammable liquid.

HAZARDOUS COMBUSTION PRODUCTS:  
Carbon dioxide, carbon monoxide and oxides of nitrogen.

-----  
SECTION 6: ACCIDENTAL RELEASE MEASURES  
-----

STEPS TO TAKE IN CASE OF SPILL OR LEAK:  
Remove ignition sources. Add dry material to absorb spill (for large spill, dike to contain). Using recommended protective and explosion-proof equipment, pick up and containerize for recovery or disposal. Flush area with water, collect for disposal.

-----  
SECTION 7: HANDLING AND STORAGE  
-----

Do not store or handle product in the presence of heat, sparks, open flame. Ground and bond container when transferring.

Keep in closed or covered containers.

For Industrial Use Only!

-----  
SECTION 8: EXPOSURE CONTROLS/PERSONAL PROTECTION  
-----

EYE PROTECTION:  
Wear safety glasses with side shields where no contact with eyes is anticipated. Wear tight fitting chemical safety goggles or face shield whenever there is the possibility of splashing or other contact with eyes.

SKIN PROTECTION:  
Wear appropriate chemical resistant gloves.

RESPIRATORY PROTECTION:  
NIOSH/MSHA approved respirator if necessary. Follow manufacturer's recommendations.

ENGINEERING CONTROLS:  
Local exhaust ventilation recommended.

-----  
SECTION 9: PHYSICAL and CHEMICAL PROPERTIES  
-----

PHYSICAL STATE: Liquid  
APPEARANCE: Amber viscous liquid with alcohol odor  
ODOR: Alcohol  
ODOR THRESHOLD: Not Determined  
pH: Not Determined  
MELTING POINT: Not Determined  
BOILING POINT: Not Determined  
SPECIFIC GRAVITY: 0.94  
SOLUBILITY IN WATER: Appreciable (> 10% )  
PERCENT VOLATILES(by Wt.): 27 @ 70 Deg F.  
VAPOR DENSITY: Heavier than Air  
VAPOR PRESSURE: 32 mm Hg  
EVAPORATION RATE(N-BUTYL ACETATE=1): Not determined  
VOC CONTENT(EPA Method 24): Not Determined

-----  
SECTION 10: STABILITY AND REACTIVITY  
-----

STABILITY: Normally Stable

HAZARDOUS POLYMERIZATION: Will not occur.

INCOMPATIBLE MATERIALS:  
Strong oxidizing agents.

CONDITIONS TO AVOID:  
Avoid contact with heat, sparks, flame and all sources of ignition.

HAZARDOUS DECOMPOSITION PRODUCTS:  
None expected if used for intended purpose and according to specifications.

-----  
SECTION 11: TOXICOLOGICAL INFORMATION  
-----

TYPE OF STUDY	RESULTS	SPECIES
EYE IRRITATION	68.8 (Scale 0-110)	Rabbit
ORAL LD(50)	>8.0 g/kg	Rat
SKIN IRRITATION	3.4 (Scale 0-8)	Rabbit

-----  
SECTION 12: ECOLOGICAL INFORMATION  
-----

ENVIRONMENTAL FATE:  
Not Determined

-----  
SECTION 13: DISPOSAL CONSIDERATIONS  
-----

This product, if disposed as shipped, meets EPA criteria of hazardous waste as specified in 40 CFR 261 on the basis of ignitability. Dispose of in a licensed hazardous waste facility in accordance with applicable laws. Hazardous waste number D001.

-----  
SECTION 14: TRANSPORTATION INFORMATION  
-----

ISOPROPANOL SOLUTION,  
3, UN1219, PG II, ERG# 129 ATTACHED, PLASTIC  
MATERIALS LIQUID LUMPS OR SOLID MASS NOI NMFC:  
156200

The information provided is for domestic highway transportation only. This product may be regulated differently when shipped in other types of containers or by modes other than that addressed by this section of the MSDS. For information, please contact Regulatory Affairs at 513/482-5022.

For RQ applicability, please see Section XV.

-----  
SECTION 15: REGULATORY INFORMATION  
-----

TSCA INVENTORY STATUS:

This product and/or all of its components are either included or exempt from the TSCA Inventory of Chemical Substances.

TSCA 12 (b) COMPONENTS:

None

SARA 311/312 HAZARD CATEGORIES: Acute, Chronic, Fire

SARA 313 TOXIC CHEMICALS:

None

SARA 302 EXTREMELY HAZARDOUS SUBSTANCES:

None

CERCLA HAZARDOUS SUBSTANCES:

None

CALIFORNIA PROPOSITION 65 COMPONENTS:  
None

-----  
SECTION 16: OTHER INFORMATION  
-----

HMIS RATINGS: HEALTH: 2\* FLAMMABILITY: 3 REACTIVITY: 1

NFPA RATINGS: HEALTH: 2 FLAMMABILITY: 3 REACTIVITY: 1 OTHER: None

THE FOLLOWING WARNING INFORMATION IS PROVIDED ON THE LABEL FOR THIS PRODUCT:  
-----

WARNING!

Flammable Liquid !

Risk of serious damage to eyes.

High vapor concentrations can cause narcotic effects like dizziness and fatigue.

Irritating to skin.

Toxic to aquatic organisms, may cause long-term adverse effects in the aquatic environment.

CHRONIC EFFECTS:

Dermatitis, central nervous system depression, kidney and liver injury. May aggravate existing skin, eye, lung, nervous system, kidney and liver conditions.

FIRST AID - INHALATION:

Move to fresh air. If breathing has stopped, administer artificial respiration. Get immediate medical attention.

FIRST AID - SKIN CONTACT:

Wash thoroughly with soap and water. Remove contaminated clothing and footwear. Wash clothing before reuse. If irritation should develop, seek medical attention.

FIRST AID - EYE CONTACT:

Immediately flush with plenty of water for at least 20 minutes. Holding eyelids apart to ensure flushing of the entire surface. Washing within one minute is essential to achieve maximum effectiveness. Get medical attention immediately.

FIRST AID - INGESTION:

Do not induce vomiting. Give large amounts of water followed by milk if available. If vomiting should occur spontaneously, keep airway clear. Get medical attention. Never give anything by mouth to an unconscious person.

HANDLING AND STORAGE:

Do not store or handle product in the presence of heat, sparks, open flame. Ground and bond container when transferring.

Keep in closed or covered containers.

For Industrial Use Only!

-----  
ABBREVIATIONS USED:

ND or N/D = Not Determined

NA or N/A = Not Applicable or Not Available

NE or N/E = Not Established  
N/AP = Not Applicable

---

All information, recommendations, and suggestions appearing herein concerning our product are based upon tests and data believed to be reliable. However, it is the user's responsibility to determine the safety, toxicity, and suitability for his own use of the product described herein. Since the actual use by others is beyond our control, no guarantee, express or implied, is made by Cognis Corporation as to the effects of such use, the results obtained, or the safety and toxicity of the product nor does Cognis Corporation assume any liability arising out of use, by others, of the product referred to herein. The information herein is not to be construed as absolutely complete since additional information may be necessary or desirable when particular or exceptional conditions or circumstances exist or because of applicable laws or government regulations.

---

PREPARED BY:

Cognis Corporation  
Product Safety/Regulatory Affairs  
4900 Este Avenue  
Cincinnati, OH 45232

513/482-3563 (Voice)    513/482-2007 (Fax)

# APÉNDICE C

## PROPIEDADES TÍPICAS NANOARCILLA CLOISITE 30B

**CLOISITE® 30B**

TYPICAL PHYSICAL PROPERTIES BULLETIN

**Description:**

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



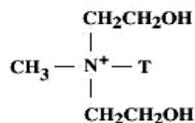
**Not registered for supply to the European Union**

**Designed Used:**

Cloisite® 30B is an additive for plastics to improve various plastic physical properties, such as reinforcement, HDT, CLTE and barrier.

**Typical Properties:**

<u>Treatment/Properties:</u>	Organic Modifier (1)	Modifier Concentration	% Moisture	% Weight Loss on Ignition
Cloisite® 30B	MT2EtOT	90 meq/100g clay	< 2%	30%



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

Anion: Chloride

(1) MT2EtOH: methyl, tallow, bis-2-hydroxyethyl, quaternary ammonium

Typical Dry Particle Sizes: (microns, by volume)

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

Color: Off White

Density:

Loose Bulk, lbs/ft <sup>3</sup>	Packed Bulk, lbs/ft <sup>3</sup>	Specific Gravity, g/cc
14.25	22.71	1.98

X Ray Results: d<sub>001</sub> =18.5Å

**Southern Clay Products, Inc.** 1212 Church Street Gonzales, Texas 78629 USA  
Phone: (830) 672-2891 Fax: (830) 672-1903 US Toll Free: 1-800-324-2891

# APÉNDICE D

## HOJA DE SEGURIDAD NANOARCILLA CLOISITE 30B



### MATERIAL SAFETY DATA SHEET

(Complies with OSHA CFR 1910.1200, ANSI Z 400.1-1993, Canada's WHMIS, EEC Directives and Mexico Requirements)

#### SECTION 1: CHEMICAL PRODUCT AND COMPANY IDENTIFICATION

Chemical product identification: Alkyl Quaternary Ammonium Bentonite  
Trade Name(s): **Cloisite® 30B**  
Product use: **Plastics Additive**  
Manufacturer Identification:  
Name: Southern Clay Products, Inc.  
Address: 1212 Church Street  
Gonzales, Texas USA 78629  
Telephone: (830) 672-2891; 8 a.m. - 5 p.m. (CST)

#### SECTION 2: COMPOSITION, INFORMATION ON INGREDIENTS

<u>Chemical Names</u>	<u>CAS No.</u>
Alkyl Quaternary Ammonium Bentonite	341537-63-1

#### Hazardous Ingredients:

stalline silica (quartz, 14808-60-7) is present at  $\leq 0.5\%$  as a naturally occurring component not removed from the clay ore in processing. See Section 11 for further information.

#### SECTION 3 HAZARDS IDENTIFICATION

HMIS Rating: **Health=1\*** (possible hazard from chronic exposure to dust, see Section 11)  
**Flammability =1, Reactivity =1, Personal Protective Equipment =E**

EMERGENCY OVERVIEW: Under normal usage or contained spills this material should not pose a significant emergency risk. If high dust levels are generated (dust clouds obscuring vision), this material has a potential to be a flammable and explosive hazard (See Section 5). Large spills should be contained with water mist and cleaned up using a method that will not generate excessive dust levels. This material is also very slippery when wetted with water, oils or solvents. Appropriate precautions should be taken to avoid slips and falls.

#### POTENTIAL HEALTH EFFECTS:

**Eyes:** May cause slight eye irritation. Direct contact should be avoided to prevent physical damage.

**Skin:** There is limited evidence of skin irritation of this product, however this material is a potential allergen due to its content of quaternary amine. Quaternary amine content of this product may cause dermatitis or itching in some individuals. Chronic dermal exposure effects for quaternary amine are not known.

**Inhalation:** Short term exposure to high dust levels could cause minor irritation. Long term dust exposure should be avoided due to the presence of quartz which can cause lung damage when inhaled. Control dust levels with engineering controls (local exhaust ventilation). Prevent dust inhalation with use of a NIOSH approved dust respirator if engineering controls are inadequate.

**Carcinogenicity:** IARC has classified crystalline silica as a human carcinogen.

**Target Organs:** Lungs

---

---

#### SECTION 4 HAZARDS IDENTIFICATION

---

---

**Skin:** Wash off with soap and water.  
**Eyes:** Flush with tepid water for 15 minutes. If irritation or pain persists, seek medical attention.  
**Inhalation:** Remove person to fresh air. Seek medical attention if shortness of breath or irritation persists.  
**Ingestion:** Could result in intestinal blockage. If large amounts are swallowed seek medical attention.  
**Notes to Physician:** Mixture is orally non-toxic. See Section 11 for additional toxicological data.

---

---

#### SECTION 5 : FIRE FIGHTING MEASURES

---

---

Excessive airborne dust may be a fire and explosion hazard.

**Flashpoint:** Not applicable  
**Upper Explosive Limit:** Not applicable  
**Lower Explosive Limit:** 0.05 oz/ft<sup>3</sup> (50g/m<sup>3</sup>) airborne dust concentrations may ignite at 470°C.  
**Autoignition Temperature:** Not determined  
**Thin-film Ignition Temperature:** 190°C.  
**Known or anticipated hazardous products of combustion:** Nitrogen oxides, carbon monoxide, hydrogen chloride  
**Basic fire fighting guidance:** Normal precautions for organic dusts should be provided. Avoid high dust concentrations and ensure all equipment is properly grounded to prevent static discharges.  
**Extinguishing media:** Water mist/fog, dry chemical, foam, carbon dioxide. AVOID water jets.

---

---

#### SECTION 6 : ACCIDENTAL RELEASE MEASURES

---

---

Wet down large spills with water mist to avoid generating excessive dust levels. Remove ignition and static electricity sources if large amounts of airborne dust are present. Caution: This material is very slippery when wet. Appropriate precautions should be taken avoid slips and falls.

Clean-up procedures and equipment: Use of a dustless vacuum system or shoveling. Flushing with water is also an acceptable method. Avoid dry sweeping or other methods that may generate high dust concentrations. Wear NIOSH approved dust respirator.

---

---

#### SECTION 7: HANDLING AND STORAGE

---

---

**Handling:** Adequate ventilation is necessary in handling areas to prevent excessive airborne dust. Explosion-proof equipment is recommended. Take precautions to ensure that all equipment is properly grounded in order to avoid static discharge. Do not allow dust to collect on surfaces, in order to prevent explosion hazards. Keep away from ignition sources, open flames and excessive heat. Store separately from strong oxidizers and acids.  
**Storage:** Store in closed containers in a dry area away from flames.

---

---

#### SECTION 8: EXPOSURE CONTROLS, PERSONAL PROTECTION

---

---

**Engineering Controls**  
Provide general or local ventilation adequate to maintain airborne levels below occupational exposure limits.

**Personal Protection Equipment:**  
**Eyes/face:** Use safety glasses or goggles.  
**Skin:** Use chemical resistant gloves.  
**Respiratory:** Use a NIOSH approved, air purifying dust respirator if dust levels are above exposure limits. Half-masks are sufficient for normal use.

SECTION 9: PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES

**Appearance:** tan powder  
**Odor:** mild  
**Physical State:** solid  
**pH:** not applicable  
**Vapor Pressure:** not applicable  
**Vapor Density:** not applicable  
**Boiling Point:** not applicable  
**Melting Point:** decomposes at approx. 200°C.  
**Solubility in Water:** negligible  
**Specific Gravity:** 1.9 – 2.1g/cc

SECTION 10: STABILITY AND REACTIVITY

**Incompatibilities:** Avoid contact with strong oxidizers or acids.  
**Conditions to avoid:** Heat and open flame.  
**Stability:** This material is stable under normal storage and handling conditions.  
**Hazardous Polymerization:** not applicable

SECTION 11: TOXICOLOGICAL INFORMATION

The International Agency of Research on Cancer has determined that over exposure to crystalline silica can cause lung cancer in humans. Health affects from exposure to crystalline silica occur only when it is inhaled.

**Inhalation Effects:** Crystalline silica has been shown to cause silicosis, a lung disease. Crystalline silica only causes these conditions when inhaled.  
**Skin Contact:** Prolonged skin contact may lead to drying or cracking of the skin due to water absorption properties of the clay.  
**Eye Contact:** As with any dust, may be irritating to the eyes due to physical abrasion.  
**Medical Conditions Aggravated:** Respiratory disorders. May pose as an allergen for persons who are strongly allergic to quaternary amines.  
**Occupational Exposure Limits:** Studies have shown that the crystalline silica is evenly distributed throughout all particle sizes of this product. Keep dust levels below permissible limits

ACGIH TWA	ACGIH STEL	OSHA PEL (Respirable)	OSHA PEL (Total Dust)
0.1 mg/m <sup>3</sup> (as quartz)	N.A.	10 mg/m <sup>3</sup> % SiO <sub>2</sub> + 2	30 mg/m <sup>3</sup> % SiO <sub>2</sub> + 2

SECTION 12: ECOLOGICAL INFORMATION

**Ecotoxicological Information:** None known.

---

---

**SECTION 13: DISPOSAL CONSIDERATIONS**

---

---

Although not classified as a hazardous waste, this material is unsuitable for incineration, chemical or biological degradation. Dispose of in a manner in accordance with local and federal regulations. This information applies to materials as manufactured; contamination or processing may change waste characteristics and requirements.

---

---

**SECTION 14: TRANSPORT INFORMATION**

---

---

This material is not regulated by the Department of Transportation

---

---

**SECTION 15: REGULATORY INFORMATION**

---

---

SARA 313: None known  
US TSCA Inventory: Statutory mixture - All ingredients are listed on the inventory  
European Inventory: All ingredients are listed on the inventory  
Canadian DSL: All ingredients are listed on the inventory  
Australian AICS: All ingredients are listed on the inventory  
Japanese ENCS: All ingredients are listed on the inventory

California Proposition 65: Crystalline silica in airborne particles of respirable size is known to the state of California to cause cancer.

Europe

Quartz: Occupational Exposure Limits  
Belgium = 0.1 mg/m<sup>3</sup> (TWA)                      Finland = 0.2 mg/m<sup>3</sup> (TWA)  
Denmark = 0.1 mg/m<sup>3</sup> (TWA)                      Germany = 0.2 mg/m<sup>3</sup> (TWA)  
Sweden = 0.1 mg/m<sup>3</sup> (TWA)  
U.K. = 0.1 mg/m<sup>3</sup> (respirable)                      Switzerland = 0.15 mg/m<sup>3</sup> (TWA)  
U.K. = 0.3 mg/m<sup>3</sup> (total dust)  
Russia = 14.0 mg/m<sup>3</sup> (STEL)  
Thailand = 10.0 mg/m<sup>3</sup> (respirable); 30.0 mg/m<sup>3</sup> (total dust)

Note: Different countries apply quartz occupational exposure limits in different manners, depending on how they define "respirable" fraction, and mass percentage of a total mixture; consult local authorities for application.

---

---

**SECTION 16: OTHER INFORMATION**

---

---

Prepared by: Quality Engineering Department, Southern Clay Products, Inc.  
Date of issue: Revision 6: January 20, 2005

## BIBLIOGRAFÍA

1. AGUILAR E., Evaluación De Pinturas Anticorrosivas de Nanocompuestos a base de Resinas Epóxicas y Nanoarcillas, (Tesis, Facultad De Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción, ESPOL), Ecuador, 2006.
2. BAGHERZADEH M.R., MAHDAVI F., Preparation of epoxy – clay nanocomposite and investigation on its anti-corrosive behavior in epoxy coating, Elsevier, Iran, 2007.
3. BECKER O., VARLEY R., SIMON G., Thermal stability and water uptake of high performance epoxy layered silicate Nanocomposites, Elsevier, Australia, 2003.
4. BROWN J, CURLISS D, VAIA R, Thermoset-Layered Silicate Nanocomposites. Quaternary Ammonium Montmorillonite with Primary Diamine Cured Epoxies, EEUU, 2000, pág 3380,
5. CAMINO G., TARTAGLIONE G., FRACHE., MANFERTI C., COSTA G., Thermal and combustion behavior of layered silicate-epoxy nanocomposites, Elsevier, Italia, 2005.
6. DAE MIN K., YOUNG KIM M., CHOI K.Y., HEUNG LEE J., LEE S.G., Effect of Layered Silicates on the Crystallinity and Mechanical Properties

of HDPE/MMT Nanocomposite Blown Films, Polymer Bulletin, Korea, 2006, pág 104-105

7. DELOR-JESTIN F., DROUIN D., CHEVAL P.-Y., LACOSTE J., Thermal and photochemical ageing of epoxy resin – Influence of curing agents, Elsevier, Francia, 2005.
8. FRAGA L, Estudio Cinético, Dinamomecánico y Termogravimétrico del Sistema Epóxico BADGE (n=0)/m-XDA mediante las técnicas de Análisis Térmico: DSC, DMA y TGA. Construcción de un Diagrama TTT, Cap 2-3, 2001.
9. GILLHAM J., Formation and Properties of Thermosetting and High Tg Polymeric Materials, EEUU, 1986, pág 1430.
10. HANSMANN H., HOCHSCHULE WISMAR, Compendium “Composites” Epoxy Resins, ASM Handbook / extraction, 2003.
11. KENDALL D., Infrared Spectroscopy of Coatings, EEUU, pág 79.
12. KIM J., HU C., WOO R., SHAM M., Moisture barrier characteristics of organoclays-epoxy Nanocomposites, Elsevier, Hong Kong, 2004.
13. LAN T., PINNAVIA T., Clay Reinforced Epoxy Nanocomposites, Chem. Mater, EEUU, 1994, pág 2218.

14. OKADA A., KAWASUMI M., USUKI A., KOJIMA Y., KURAUCHI T., KAMIGAITO O., Mater Res Soc Proc, 1990.
15. PAINTER P., COLEMAN M., Fundamentos de Ciencia de Polímeros, Technomic Publishing Co., 1996, Cap 6.
16. PERUGACHI R., “Modificación a nivel nanomolecular de las Propiedades de las Arcillas pertenecientes al grupo Ancón de la Península de Santa Elena (PSE)” (Tesis, Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción, Escuela Superior Politécnica del Litoral, 2006)
17. RAMIS JUAN X., Estudio de la Eficiencia de Sistemas Químicos de Iniciación del curado de Resinas de Poliéster Insaturado, Cap 1 Pág 10, 1993.
18. RATNA D., MANOJ N. R., VARLEY R., SINGH RAMAN R. K., SIMON G., Clay-reinforced epoxy Nanocomposites, Polymer International, 2003, pág 1406.
19. ROSA PLA G., Aplicación de polímeros conductores en pinturas de imprimación.
20. SALAHUDDIN N., Layered silicate/epoxy Nanocomposites: synthesis, characterization and properties, PAT, Egipto, 2003, pág 257, 2003.

21. SUPRAKAS SINHA RAY, MASAMI OKAMOTO, Polymer layered silicate Nanocomposites: a review from preparation to processing, Elsevier, Japón, 2003, pág 1548.
22. TURI E., Thermal Characterization of Polymeric Materials, Academic Press Inc, 1981.
23. WU H., FAN J., Measurement of radiative thermal properties of thin polymer films by FTIR, Elsevier, Hong Kong, 2007, pág 124.
24. YE H.M., HUANG H.Y., CHEN C.L., SU W.F., YU Y.H., Siloxane – modified epoxy resin – clay nanocomposite coatings with advanced anticorrosive properties prepared by a solution dispersion approach, Elsevier, 2004, pág 2760.
25. ZHOU Y., PERVIN F., BISWAS M, RANGARI V., JEELANI S., Fabrication and characterization of montmorillonite clay-filled SC-15 epoxy, Elsevier, EEUU, 2005, pág 871.