

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL

Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas

Desarrollo de nanocompuestos de caucho y arcilla para aplicaciones en
guantes de protección personal en la industria eléctrica

PROYECTO INTEGRADOR

Previo la obtención del Título de:

Ingeniero Químico

Presentado por:

Ángel Gerardo Pacalla Guamán

Adriana Estefania Vargas Guzhñay

GUAYAQUIL - ECUADOR

Año: 2019

DEDICATORIA

Quiero dedicar este logro en primer lugar a Dios, por ser mi guía en cada paso que he dado.

A mis padres, por todo su esfuerzo y sacrificio, y por sus consejos y lecciones de vida que me han ayudado a crecer y superarme cada día.

A mis hermanos: Luis, Cristhian, Edison y Mercy, con quienes he compartido grandes momentos; gracias por ser fuentes de inspiración y ejemplo a seguir.

Ángel Pacalla

Dedicó orgullosamente este trabajo de tesis a mis padres: Susana y Ramón, y a mi hermana Catherine por siempre estar a mi lado apoyándome y alentándome para salir adelante y no dejarme vencer por los obstáculos que se presentan en el camino y así poder ahora culminar mi carrera universitaria. También se lo dedico a mi tío Arturo por su apoyo durante todo el proceso de la elaboración de tesis.

Adriana Vargas

AGRADECIMIENTOS

A Dios, por habernos guiado y dado las fortalezas necesarias para poder culminar nuestra carrera con éxito.

A nuestros padres y hermanos, por su constante apoyo y motivación en cada etapa de nuestras vidas.

A nuestros compañeros, por la amistad y los consejos brindados en nuestra carrera universitaria.

A nuestros docentes, por impartir sus conocimientos de la mejor manera y creer en la capacidad de cada estudiante.

Al Phd. Andrés Rigaíl y la Mgter. Jenny Venegas, por la constante guía y apoyo incondicional brindado para el desarrollo de esta tesis.

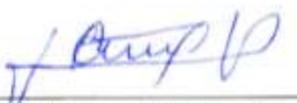
A toda la familia que conforma el LEMAT, por su colaboración para la finalización de este proyecto.

A cada persona que contribuyó a nuestro crecimiento personal y profesional, gracias por creer en nosotros y ser parte de nuestras vidas.

DECLARACIÓN EXPRESA

"Los derechos de titularidad y explotación, nos corresponde conforme al reglamento de propiedad intelectual de la institución; *Ángel Gerardo Pacalla Guamán* y *Adriana Estefania Vargas Guzhñay*, damos nuestro consentimiento para que la ESPOL realice la comunicación pública de la obra por cualquier medio con el fin de promover la consulta, difusión y uso público de la producción intelectual"


Ángel Gerardo
Pacalla Guamán

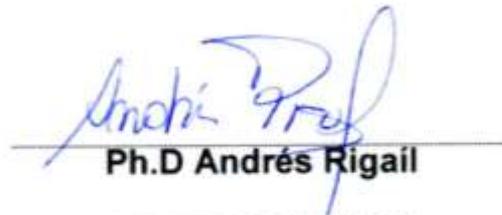

Adriana Estefania
Vargas Guzhñay

EVALUADORES



M.Sc Miriam Checa

PROFESOR DE LA MATERIA



Ph.D Andrés Rigail

PROFESOR TUTOR



Mgter. Jenny Venegas

PROFESOR CO-TUTOR

RESUMEN

El presente trabajo propone mejorar las propiedades dieléctricas de un compuesto de látex agregando organoarcillas en diferentes proporciones. Un correcto intercalado entre el látex y la organoarcilla provoca una morfología intercalada y/o exfoliada en la matriz polimérica, mejorando las propiedades físicas y químicas del nanocompuesto. Con esto, se desarrolla un material que puede ser utilizado como materia prima en la elaboración de elementos de protección personal para trabajos con alta tensión. Se sintetizaron nanocompuestos de látex (M10) y organoarcilla (C30B) con concentraciones definidas de 0.5, 1.0 y 2.0% phr. Para caracterizar molecularmente el material sintetizado se realizaron diferentes análisis, como la espectrometría infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), que determinó la presencia de los grupos funcionales de la C30B en los materiales estudiados. Para poder analizar la dispersión de la arcilla en la matriz polimérica se realizaron los ensayos de microscopía electrónica de barrido (MEB) y de difracción de rayos X (DRX) a las muestras estudiadas, obteniendo así una mejor dispersión con refuerzos de 0.5% phr de C30B, el cual presentó los mejores resultados con respecto a las propiedades mecánicas y térmicas. Los ensayos de tracción del nanocompuesto con 0.5% phr C30B mostraron un crecimiento del módulo de Young comparado con el látex sin organoarcilla y un aumento de su temperatura de degradación al 95% de 250°C a 325°C. Los ensayos de resistencia eléctrica mostraron un incremento desde 1.94 MΩ a 11.10 MΩ cuando se agrega un 2% phr C30B en el látex, alcanzando resistencias de hasta 4985V; siendo este voltaje superior a los materiales usados en trabajos domésticos (220V) o industriales (1300V).

Palabras claves: Nanopartícula, Cloisite 30B, Dieléctrico, Látex.

ABSTRACT

The present work proposes to improve the dielectric properties of a latex compound by adding organoclays in different proportions. A correct intercalation between the latex and the organoclay would cause an interfolded or exfoliated morphology in the polymeric matrix, improving the physical and chemical properties of the nanocomposite. With this, we developed a material that can be used as a raw material in the development of personal protection elements for high voltage work. Nanocomposites of latex (M10) and organoclay (C30B) were synthesized with defined concentrations of 0.5, 1.0 and 2.0% phr. To characterize molecularly the synthesized material, different analyzes were performed, such as Fourier Transform Infrared Spectrometry (FTIR), which determined the presence of the C30B functional groups in the materials studied. In order to analyze the correct dispersion of the clay in the polymer matrix, the scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD) tests were performed on the samples studied, obtaining better dispersion with 0.5% phr reinforcements of C30B, which presented the best results with respect to mechanical and thermal properties. The tensile tests of the nanocomposite with 0.5% phr C30B showed a growth of the Young's modulus compared to the latex without organoclay and an increase in its 95% degradation temperature from 250 °C to 325 °C. The electrical resistance tests showed an increase from 1.94 MΩ to 11.10 MΩ when a 2% phr C30B is added in the latex, reaching resistance of up to 4985V; being this voltage higher than the materials used in domestic (220V) or industrial (1300V).

Keywords: *Nanoparticle, Cloisite 30B, Dielectric, Polymers.*

ÍNDICE GENERAL

EVALUADORES.....	V
RESUMEN.....	VI
ABSTRACT.....	VII
ÍNDICE GENERAL.....	VIII
ABREVIATURAS.....	XI
SIMBOLOGÍA.....	XII
ÍNDICE DE FIGURAS.....	XIII
ÍNDICE DE GRÁFICAS.....	XIV
ÍNDICE DE CUADROS.....	XVI
ÍNDICE DE TABLAS.....	XVII
CAPÍTULO 1.....	I
1. Introducción.....	I
1.1 Descripción del problema.....	2
1.2 Justificación del problema.....	3
1.3 Objetivos.....	4
1.3.1 Objetivo General.....	4
1.3.2 Objetivos Específicos.....	4
1.4 Marco teórico.....	5
CAPÍTULO 2.....	12
2. Metodología.....	12
2.1 Tratamiento de los componentes.....	15
2.2 Preparación del caucho tratado (CT).....	15
2.3 Adición del agente reforzante.....	16
2.4 Curado de las muestras.....	17
2.5 Resistencia Eléctrica.....	18

2.6	Resistencia Térmica	18
2.6.1	Análisis Termogravimétrico (TGA)	18
2.6.2	Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)	19
2.7	Resistencia Mecánica	20
2.7.1	Tracción	20
2.8	Caracterización Molecular	21
2.8.1	Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)	21
2.8.2	Microscopia electrónica de barrido (SEM)	22
2.8.3	Difracción de Rayos X (DRX)	22
2.9	Materiales y Equipos utilizados	23
CAPÍTULO 3		24
3.	Análisis de resultados	24
3.1	Resultados de diseño experimental	24
3.2	Ensayos de resistencia eléctrica	27
3.3	Ensayos de resistencia térmica	28
3.3.1	Ensayo de TGA	28
3.3.2	Ensayo de DSC	33
3.4	Ensayos de resistencia mecánica	38
3.4.1	Ensayo de Tracción	38
3.5	Ensayos de caracterización molecular	44
3.5.1	Análisis de FTIR	44
3.5.2	Análisis de MEB	48
3.5.3	Análisis de DRX	52
CAPÍTULO 4		54
4.	Conclusiones Y Recomendaciones	54
4.1	Conclusiones	54

4.2	Recomendaciones	57
	BIBLIOGRAFÍA.....	58
	ANEXOS	63
	Anexo A: Diseño experimental.....	63
	Anexo B: Ensayos y análisis de las muestras.....	65

ABREVIATURAS

ESPOL	Escuela Superior Politécnica del Litoral
LEMAT	Laboratorio de Ensayos Meteorológicos y de Materiales
ASTM	American Society for Testing and Materials
ABS	Poli-acrilonitrilo-butadieno-estireno
ASEPLAS	Asociación Ecuatoriana de Plásticos
C30B	Cloisite 30B
CN	Caucho natural
CT	Caucho tratado
MBTS	Disulfuro de Benzotiacilo
TGA	Análisis Termogravimétrico
DRX	Difracción de Rayos X
FTIR	Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier
MEB	Microscopia Electrónica de Barrido
DSC	Calorimetría Diferencial de Barrido
SEM	Scanning Electron Microscope
EDAX	Energy Dispersive Analysis X-Ray
TEM	Microscopio Electrónico de Transmisión
MT2EtOH	Methyl, tallow, bis-2-hydroxyethyl

SIMBOLOGÍA

mg	Miligramo
V	Voltio
Å	Amstrong
phr	Partes por cien de caucho
min	Minuto
mm	Milímetro
M10	Caucho Natural Libre de Aditivos
°C	Grados Celsius
ml	Mililitro
ZnO	Óxido de zinc
S	Azufre
O	Oxígeno
N	Nitrógeno
H	Hidrógeno
Al	Aluminio
Zn	Zinc
Si	Silicio
Mg	Magnesio
C	Carbono
%	Porcentaje
rpm	Revoluciones por minuto
cm	Centímetro
mA	Miliamperios
uA	Microamperios
MΩ	Megaohmio
kN	Kilonewton
MPa	Megapascal
A	Absorbancia
%T	Porcentaje de transmitancia

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1	Proceso de intercambio de catiónico en la montmorillonita	6
Figura 1.2	Orientación de las moléculas surfactante en las galerías de silicatos en capas	7
Figura 1.3	Estructura química de la Cloisite 30B	7
Figura 1.4	Representación de las morfologías de un nanocompuesto	8
Figura 1.5	Estructura química del caucho natural.....	9
Figura 1.6	Estructura del caucho antes y después de la vulcanización	9
Figura 1.7	Estructura química del MBTS	10
Figura 2.1	Equipo de mezcla Flactek Speed Mixer	17
Figura 2.2	Estufa para el curado de las muestras.....	17
Figura 2.3	Sistema eléctrico para ensayos de resistencia eléctrica.....	18
Figura 2.4	Equipo para realización del ensayo de TGA.....	19
Figura 2.5	Equipo para realización del ensayo de DSC.....	19
Figura 2.6	Dimensiones de una probeta establecidas por la norma ASTM D638 para muestras de caucho.....	20
Figura 2.7	Equipo para la realización del ensayo de tracción	20
Figura 2.8	Probetas para realización de los ensayos de tracción	21
Figura 2.9	Equipo para la realización del ensayo de FTIR	21
Figura 2.10	Equipo para la realización del ensayo de SEM.....	22
Figura 2.11	Equipo para la realización del ensayo de DRX	23
Figura 3.1	MEB de Caucho tratado libre de Cloisite 30B.....	48
Figura 3.2	EDX de Caucho tratado libre de Cloisite 30B	48
Figura 3.3	MEB de Sistema CT 100% - C30B 0.5% phr.....	49
Figura 3.4	EDX de Sistema CT 100% - C30B 0.5% phr	49
Figura 3.5	MEB de Sistema CT 100% - C30B 1.0% phr.....	50
Figura 3.6	EDX de Sistema CT 100% - C30B 1.0% phr	50
Figura 3.7	MEB de Sistema CT 100% - C30B 2.0% phr.....	51
Figura 3.8	EDX de Sistema CT 100% - C30B 2.0% phr	51

ÍNDICE DE GRÁFICAS

Gráfica 3.1 Histograma de Aislamiento Eléctrico de los Sistema CT – C30B.....	27
Gráfica 3.2 TGA de Caucho tratado libre de Cloisite 30B - 3 mm de espesor	28
Gráfica 3.3 TGA de Sistema CT 100% - C30B 0.5% phr - 2 mm de espesor	29
Gráfica 3.4 TGA de Sistema CT 100% - C30B 0.5% phr - 3 mm de espesor	29
Gráfica 3.5 TGA de Sistema CT 100% - C30B 1.0% phr - 2 mm de espesor	¡Error!
Marcador no definido.	
Gráfica 3.6 TGA de Sistema CT 100% - C30B 1.0% phr - 3 mm de espesor	30
Gráfica 3.7 TGA de Sistema CT 100% - C30B 2.0% phr - 2 mm de espesor	31
Gráfica 3.8 TGA de Sistema CT 100% - C30B 2.0% phr - 3 mm de espesor	31
Gráfica 3.9 Ensayo TGA de las diferentes muestras analizadas	32
Gráfica 3.10 DSC de Caucho tratado libre de arcilla - 3 mm de espesor.....	33
Gráfica 3.11 DSC de Sistema CT 100% - C30B 0.5% phr - 2 mm de espesor.....	34
Gráfica 3.12 DSC de Sistema CT 100% - C30B 0.5% phr - 3 mm de espesor.....	34
Gráfica 3.13 DSC de Sistema CT 100% - C30B 1.0% phr - 2 mm de espesor...	¡Error!
Marcador no definido.	
Gráfica 3.14 DSC de Sistema CT 100% - C30B 1.0% phr - 3 mm de espesor.....	35
Gráfica 3.15 DSC de Sistema CT 100% - C30B 2.0% phr - 2 mm de espesor...	¡Error!
Marcador no definido.	
Gráfica 3.16 DSC de Sistema CT 100% - C30B 2.0% phr - 3 mm de espesor.....	36
Gráfica 3.17 DSC del proceso de calentamiento de las diferentes muestras analizadas	¡Error! Marcador no definido.
Gráfica 3.18 DSC del proceso de enfriamiento de las diferentes muestras analizadas	37
Gráfica 3.19 Tracción de Sistema CT 100% - C30B 0.5 % phr - 2 mm de espesor...	38
Gráfica 3.20 Tracción de Sistema CT 100% - C30B 0.5 % phr - 3 mm de espesor...	39
Gráfica 3.21 Tracción de Sistema CT 100% - C30B 1.0 % phr - 2 mm de espesor	¡Error! Marcador no definido.
Gráfica 3.22 Tracción de Sistema CT 100% - C30B 1.0 % phr - 3 mm de espesor...	40
Gráfica 3.23 Tracción de Sistema CT 100% - C30B 2.0 % phr - 2 mm de espesor...	41
Gráfica 3.24 Tracción de Sistema CT 100% - C30B 2.0 % phr - 3 mm de espesor...	41
Gráfica 3.25 Tracción de Sistema CT libre de arcilla - 3 mm de espesor	42

Gráfica 3.26 FTIR de Cloisite 30B	44
Gráfica 3.27 FTIR de Caucho tratado libre de Cloisite 30B	44
Gráfica 3.28 FTIR de Sistema CT 100% - C30B 0.5% phr	45
Gráfica 3.29 FTIR de Sistema CT 100% - C30B 1.0% phr	45
Gráfica 3.30 FTIR de Sistema CT 100% - C30B 2.0% phr	46
Gráfica 3.31 Ensayo FTIR de las diferentes muestras analizadas.....	46
Gráfica 3.32 Ensayo DRX para a) Caucho tratado y b) C30B	52
Gráfica 3.33 Ensayo DRX para los diferentes sistemas CT-C30B.....	52

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro 2.1 Esquema de la metodología a realizar	14
---	----

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Sistema de mezcla completa con diferentes composiciones	15
Tabla 2.2 Sistema caucho-nanoarcilla con diferentes espesores	16
Tabla 2.3 Equipos utilizados para el desarrollo del trabajo	23
Tabla 3.1 Muestras con sistema de Caucho - C30B (99.5%-0.5%)	24
Tabla 3.2 Muestras con sistema de Caucho - C30B.....	24
Tabla 3.3 Muestras con sistema de Caucho - C30B (100%-0.5%)	25
Tabla 3.4 Muestras con sistema de Caucho - C30B (99.5%-0.5%)	25
Tabla 3.5 Muestras con sistema de Caucho - C30B (99.5%-0.5%)	26
Tabla 3.6 Muestras con sistema de Caucho - C30B (100%-2%)	26
Tabla 3.7 Resultados de Aislamiento Eléctrico	27
Tabla 3.8 Grado de variación de la Temperatura con respecto al % Peso	32
Tabla 3.9 Ensayos de tracción CT 100% - C30B 0.5% - 2 mm espesor.....	38
Tabla 3.10 Ensayos de tracción CT 100% - C30B 0.5% - 3 mm espesor.....	39
Tabla 3.11 Ensayos de tracción CT 100% - C30B 1.0% - 2 mm grosor	40
Tabla 3.12 Ensayos de tracción CT 100% - C30B 1.0% - 3 mm grosor	40
Tabla 3.13 Ensayos de tracción CT 100% - C30B 2.0% - 2 mm grosor	41
Tabla 3.14 Ensayos de tracción CT 100% - C30B 2.0% - 3 mm grosor	42
Tabla 3.15 Ensayos de Sistema Caucho tratado libre de arcilla - 3 mm de espesor .	42
Tabla 3.16 Tabla de comparación de los diferentes sistemas	43
Tabla 3.17 Tabla de longitud de onda de grupos funcionales.....	47
Tabla 3.18 Tabla de datos de los ensayos DRX para las muestras analizadas	53

CAPÍTULO 1

1. INTRODUCCIÓN

La importancia de desarrollar nuevos compuestos con propiedades superiores a los materiales convencionales se ha convertido en un tema de investigación por parte de las industrias dedicadas a la producción de artículos para la seguridad industrial.

La implementación de nanocompuestos en la industria surge con Carter LW. en 1950, con el desarrollo de nanocompuestos de arcillas y aniones orgánicos para el reforzamiento de elastómeros. En 1963 Nahim y Backlund de Union Oil introdujeron arcillas a matrices de poliolefinas termoplásticas. En 1976 Fujiwara y Sakamoto de Unichika sintetizaron el nanocompuesto de poliamida y arcilla. (Chirinos Collantes, 2013)

A pesar de conocer la técnica de intercalación química de polímeros con nanopartículas orgánicamente modificadas con anterioridad, este campo fue ganando interés después de dos importantes acontecimientos, el primero en 1980 por parte de los investigadores de Toyota sobre estudios de matriz polimérica con refuerzos inorgánicos de poliamida 6/ montmorillonita, con la cual se obtuvo un incremento en las propiedades térmicas y mecánicas en sus diseños automovilísticos con pequeñas proporciones de silicato. El segundo fue una observación de Vaia, et al., en 1993 acerca de un mezclado de polímero fundido y silicato sin dependencia de solventes orgánicos. (Sánchez Mejía, 2012)

A lo largo de los años se han desarrollado diversos trabajos en este campo, entre los cuales destacan el de Su, et al., 2004, quienes consiguieron un nanomaterial de montmorillonita, poliestireno y Poli-acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) a partir de una mezcla de fundido, Modesti, et al., 2005; efectuaron un trabajo sobre la morfología y propiedades mecánicas del polipropileno a nano-escala. Villanueva, et al., 2009; realizó un trabajo acerca de la influencia de técnicas de intercalación de mezcla en la mejora de las propiedades termo-mecánicas del nanomaterial mediante el uso de un extrusor de doble tornillo.

Según (Cahueque Terreaux, 2012), la fabricación de guantes de látex se requiere de un polímero que comúnmente es el caucho natural y otros aditivos químicos como activadores, antioxidantes, agentes vulcanizantes, acelerantes y plastificantes, donde a partir de un proceso de inmersión o moldeado se logra obtener guantes con un grosor requerido acorde a los agentes físicos y químicos que debe resistir el material.

En este trabajo presentamos una propuesta metodológica que aspira a obtener y evaluar las características de un nanocompuesto frente a la corriente eléctrica, con la finalidad de mejorar las propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas a causa de la adición de un agente reforzante.

En base a lo expuesto anteriormente, se presenta el desarrollo de esta investigación, para incorporar dicha tecnología en la industria de equipos de protección personal dieléctricos, ofreciendo un mejor grado de seguridad del operario al realizar trabajos de alta tensión.

1.1 Descripción del problema

Los equipos de protección personal utilizados generalmente para trabajos con corriente eléctrica son importados y elaborados a partir de materiales que poseen altas propiedades dieléctricas. Polímeros como el caucho natural o sintético actúan como aislantes gracias a su composición estructural que impide el paso de la corriente. Dependiendo del tipo de trabajo que se realice, las exigencias de la estructura del material varían con respecto al nivel de voltaje; por ejemplo, en el sector doméstico cuyos trabajos alcanzan corrientes de hasta 220V, el uso de los equipos de protección personal no requiere tantas exigencias, como cuando se trata del sector industrial donde la corriente puede superar los 1300V.

Si bien estos tipos de materiales poseen la ventaja de actuar como barrera, su funcionalidad disminuye a medida que se aumenta la carga eléctrica. Para mantener las propiedades aislantes del látex, se aumenta el grosor del material evitando así el contacto entre el punto de energía y la persona; provocando una menor flexibilidad del guante, reduciendo así la maniobrabilidad del usuario.

Actualmente países de la región andina como Ecuador, Perú y Colombia no cuentan con industrias dedicadas a la fabricación de guantes dieléctricos, lo cual implica la necesidad de importarlos creando un oligopolio dominado por países desarrollados.

Los costos anuales de importación de guantes industriales alcanzan cifras de hasta \$1,2 millones según datos de importación obtenidos de la Asociación Ecuatoriana de Plásticos (ASEPLAS, 2018), esto ocurre porque en el país no se producen guantes de este tipo debido a la escasa información acerca de los métodos de elaboración de los guantes dieléctricos para los cuales sí existe la materia prima necesaria para su fabricación.

Por tal motivo, el desarrollo de este proyecto busca obtener un material nanocompuesto utilizando materia prima disponible en el país; para desarrollar una lámina para guantes dieléctricos; esta tecnología innovadora ayudará a reducir los costos de importación y permitirá que se priorice la generación de productos y servicios dentro del país.

1.2 Justificación del problema

El desarrollo de la investigación con el propósito de encontrar compuestos alternativos que mejoren las propiedades del material y reduzcan su costo de fabricación es una razón fundamental para la implementación de un proyecto innovador, ya que con el hallazgo de nuevos materiales compuestos que permitan sustituir los materiales tradicionales y que brinden una sostenibilidad para el desarrollo de nuevos productos se reducirán las importaciones y dará paso a nueva industria que a medida que se fortalezca podrá satisfacer la demanda de guantes dieléctricos tanto en el mercado interno como en el regional.

Con la producción nacional de guantes se solucionará un problema de abastecimiento de material de seguridad a la pequeña y gran industria, ya que estas tienen requerimientos de energía de alto voltaje y su operación exige equipos especializados para salvaguardar la integridad de los operarios.

En el ámbito metodológico los guantes dieléctricos elaborados con materia prima y tecnología local presentan innovaciones significativas como la incorporación de arcilla al látex lo cual provoca mayor eficiencia en la protección ante descargas, debido a que

mejora sus propiedades mecánicas y eléctricas producto de una mejor interacción interfacial cuando las partículas lleguen al nivel nano (Chirinos Collantes, 2013), correlativamente al mejorar la eficiencia se puede reducir el espesor del guante lo cual permite una mejor maniobrabilidad del usuario, a estos aspectos positivos hay que agregar que los costos del producto terminado serian inferiores a los importados.

La proyección social de un emprendimiento en la industria de guantes dieléctricos sería significativa pues se incrementarían fuentes de trabajo y a la vez se atendería la demanda regional de este recurso indispensable en la industria eléctrica.

A pesar de que existen muchas investigaciones relacionados al estudio de los nanocompuestos, la literatura muestra escasas aplicaciones en el campo de protección de dieléctrica, por tal motivo, el objetivo de este proyecto de investigación es desarrollar un film de matriz polimérica reforzada con nanoarcillas que puedan ser incorporadas en la elaboración de elementos de protección personal para trabajos de tensión, permitiendo mejoras en sus propiedades dieléctricas, mecánicas y térmicas.

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo General

Desarrollar un nanocompuesto de matriz polimérica y nanoarcilla a partir del mineral de montmorillonita para elementos de protección personal usados en trabajos con alta tensión.

1.3.2 Objetivos Específicos

1. Elaborar un film de caucho natural con refuerzos de 0.5, 1.0 y 2.0 de porcentaje en peso del nanocompuesto Cloisite 30B para elección de la composición más adecuada.
2. Caracterizar el grado de dispersión de las arcillas mediante Difracción de Rayos X y Microscopía Electrónica de Barrido para el análisis estructural de los nanocompuestos.
3. Analizar la variación de temperatura de los nanomateriales a partir del análisis termo-gravimétrico para determinar su estabilidad térmica.
4. Evaluar la tensión mecánica y resistividad eléctrica de los nanomateriales para comparar sus propiedades con respecto a los materiales tradicionales.

1.4 Marco teórico

Los materiales sintetizados a partir de la nanotecnología proporcionan nuevas y mejores características con respecto a la de los materiales originales, esto debido a que al modificar la geometría del material o combinar las nanopartículas con diferentes tipos de elementos se puede llegar a obtener una característica nueva la cual podrá tener un extenso campo para su aplicación. Una de las principales aplicaciones de la nanotecnología es en la síntesis de nanocompuestos que sirvan de refuerzos para la elaboración una matriz polimérica. (Dávila, y otros, 2011)

Las arcillas son rocas sedimentarias que contienen silicatos hidratados de aluminio, hierro o magnesio y diversas impurezas, de bajo costo por su gran abundancia en la naturaleza; cuentan con una estructura modificable químicamente, también facilitan el intercambio catiónico interlaminar gracias a la baja carga de las láminas. (Sánchez Mejía, 2012)

La arcilla montmorillonita ($\text{Al}_2(\text{OH})_2[\text{Si}_4\text{O}_{10}]$) es la más usada en la síntesis de nanocompuestos de matriz polimérica por su facilidad a modificar la unión laminar, otra arcilla que también se usa para la obtención de los nanocompuestos es la caolinita, la cual a pesar de tener un precio más accesible que la montmorillonita, presentan menos estudios en el campo por la dificultad de disgregación en la matriz polimérica. (Villanueva Redón, 2009)

La montmorillonita presenta la capacidad de absorber cationes debido a que la superficie interlaminar muestra una gran capacidad de cargar negativa, la cual será equilibrada por los cationes que fueron absorbidos. Las montmorillonitas se encuentran a una distancia interlaminar, denominada galería, de 9.5Å , la cual se expandirá hasta aproximadamente 20Å mediante un tratamiento superficial o intercambio catiónico. (Chirinos Collantes, 2013)

La cloisite sódica es una arcilla que forma parte de las montmorillonitas, que pasa a ser un compuesto orgánico e inorgánico denominado organoarcilla, mediante un intercambio catiónico se reemplazan los cationes inorgánicos como el sodio, potasio, entre otros, por

cationes orgánicas como los surfactantes y polielectrolitos. El surfactante más usado es el alquilamina primaria $CH_3 - (CH_2)_n - NH_3^+$.

Este proceso aparte de aumentar el distanciamiento interlaminar de las capas de silicato al incorporar moléculas de mayor tamaño también cambia la superficie de la arcilla de hidrofílica a hidrofóbica u organofílica. (Blanco Cárdenas, 2010)

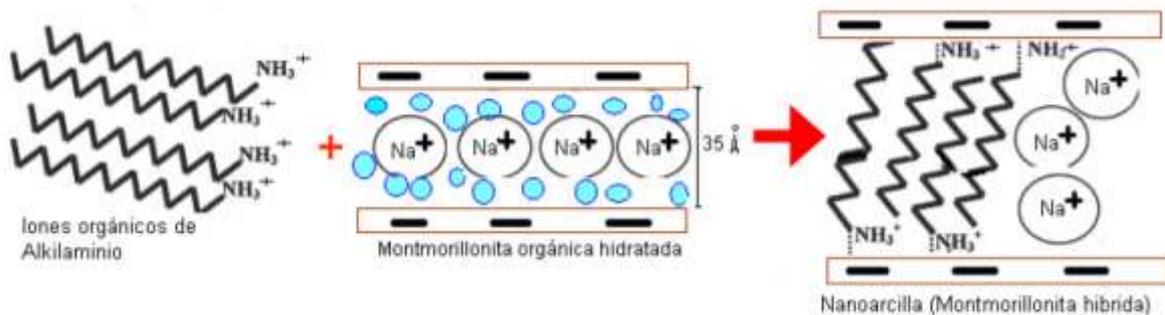


Figura 1.1 Proceso de intercambio de catiónico en la montmorillonita

Fuente: (Jarrín & Cedeño, 2009)

En base a la densidad de carga de la arcilla los iones alquilamonio pueden presentar diferentes estructuras interlaminares, como se puede visualizar en la figura 1.2. Cuando la densidad de carga es elevada los iones pueden presentar una orientación de bicapa lipídica en el interior de las capas de silicato a manera de parafina inclinada. (García del Cid, 2017).

Debido a que la carga negativa se origina en la capa de silicato, la parte positiva del ion alquilamonio se ubica en la superficie de la lámina y el resto de la cadena se dirige en el interior de las láminas. (Porta, 2007)

Las superficies de arcillas que presentan altas concentraciones de grupos hidroxilo producen atracciones laminares, causado por la formación de puentes de hidrógeno entre ellos. Por lo tanto, se debe evitar esta atracción ayudándose de un surfactante de carácter apolar que distancia las láminas de la arcilla. (Quiñones Jurado, 2009)

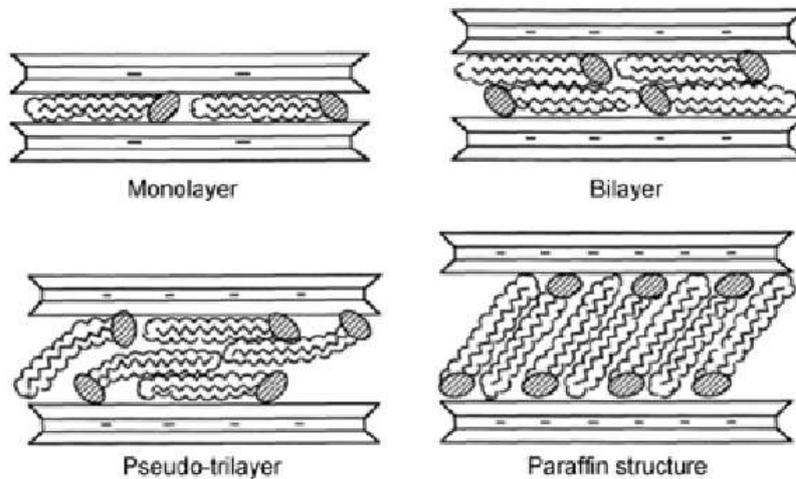
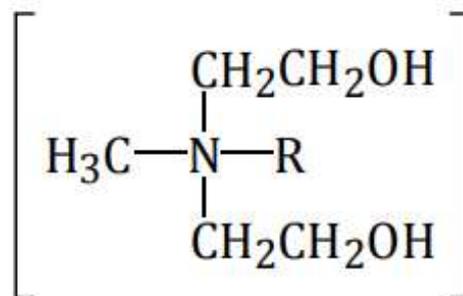


Figura 1.2 Orientación de las moléculas surfactante en las galerías de silicatos en capas
 Fuente: (Méndez García, 2015)

Cuando los cationes orgánicos provocan la expansión interlaminar de la arcilla, reducen la energía de cohesión, facilitando la intercalación del polímero. Mientras que, la adhesión interfacial del polímero y las láminas de la organoarcilla mejora, gracias a la reacciones entre los diferentes grupos funcionales. (Blanco Cárdenas, 2010)

La organoarcilla Cloisite 30B (C30B), se la obtiene modificando la Cloisite-Na⁺ con la sal amonio cuaternaria methyl, tallow, bis-2-hydroxyethyl (MT2EtOH). Esto aumenta el espaciado interlaminar hasta 18.5Å, lo que permite actuar en función de un aditivo reforzante de los termoplásticos mejorando el módulo de tracción y el retardo a la llama. (Nazir, y otros, 2016)



Donde R: (~ 65% C18; ~ 30% C16; ~ 5% C14)

Figura 1.3 Estructura química de la Cloisite 30B
 Fuente: (Velázquez Infante, 2012)

Existen tres tipos de distribución de polímeros de arcillas que son: tactoides o agregados, intercalado y exfoliada.

- Tactoide o agregados: cuando las arcillas no se expanden en el interior del polímero a causa de que ambos no son compatibles entre sí, formándose un compuesto de fases separadas donde la arcilla será rodeada por el polímero.
- Intercalado: se forma cuando la capa intermedia de arcilla está a moderada expansión. En esta formación, los espacios interlaminares se expanden moderadamente al mismo tiempo que el polímero se incorpora en el espaciamiento de la arcilla, pero manteniendo la pila en capas.
- Exfoliada: en este caso las láminas de la arcilla se encuentran separadas de manera aleatoria dentro de la fase de polímero continua, a causa de su alta afinidad entre polímero y arcilla. Este tipo de morfología de nanocompuesto es la adecuada ya que nos permite aprovechar al máximo el área superficial y muestra mejores propiedades en la matriz polimérica con respecto a las otras. (Sánchez Mejía, 2012)

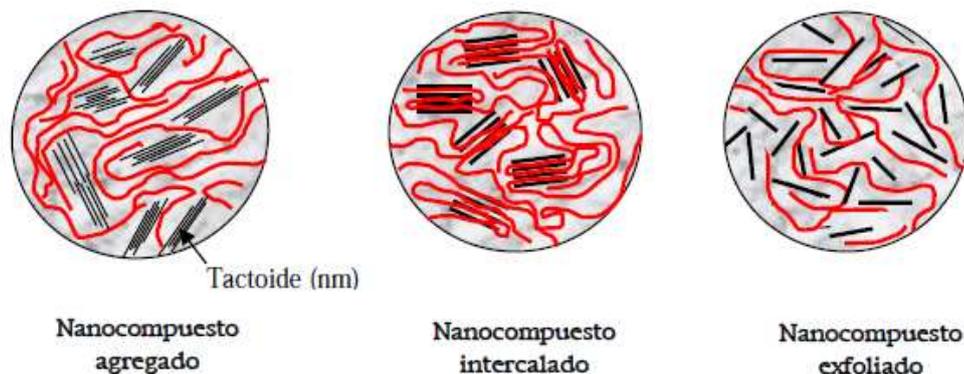


Figura 1.4 Representación de las morfologías de un nanocompuesto

Fuente: (Villanueva Redón, 2009)

En la formulación para la síntesis de un nanocompuesto de matriz polimérica se emplean diversos componentes como: El polímero, que servirá de base para la mezcla, sistema de vulcanización, conformado por el agente vulcanizante, acelerantes y activadores, y sistema reforzante como las arcillas y sílices.

El caucho natural (CN) es un hidrocarburo conformado principalmente por isopropeno, se lo obtiene del látex, sustancia lechosa extraída del árbol *Hevea Brasiliensis* de diferentes maneras, por ejemplo, coagulación, secado o aspersion que remueve el agua. Es un material que presenta una gran variedad de propiedades físicas, químicas y amplia elasticidad correspondiente a un biopolímero. (Cahueque Terreaux, 2012)

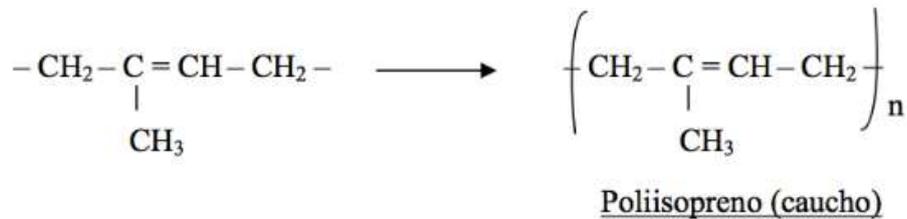


Figura 1.5 Estructura química del caucho natural

Fuente: (Cahueque Terreaux, 2012)

El caucho natural crudo (sin vulcanizar) es duro, quebradizo y pegajoso, por lo cual debe ser vulcanizado para formar un elastómero con propiedades idóneas para su uso como un incremento en la resistencia y extensibilidad. En el proceso de vulcanizado se realiza una mezcla de pequeñas proporciones de azufre y otros productos químicos, luego se somete a calentamiento. (Cahueque Terreaux, 2012)

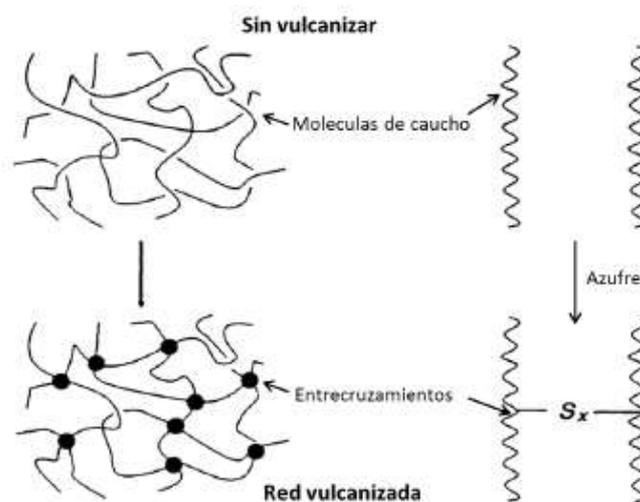


Figura 1.6 Estructura del caucho antes y después de la vulcanización

Fuente: (Urrego, Velásquez, Giraldo, & Posada, 2017)

El proceso de vulcanización se origina por los activadores, quienes influyen en la respuesta fisicoquímica de la mezcla; una vulcanización que no contiene acelerante

requiere de una temperatura de 140 °C por 3-5 horas, mientras que la incorporación de este, incluso a concentraciones menores a 0.5 phr reduce su tiempo de vulcanización a 1-3 minutos. Durante la vulcanización, el sistema de vulcanización forma la red entrecruzada entre las cadenas adyacentes del polímero en el compuesto. (Urrego Yepez, 2014)

Se ha encontrado que la relación aceptada como adecuada en la industria de los agentes activadores en la formulación con caucho natural para el sistema óxido de zinc/ácido esteárico son respectivamente 5.0/2.0 phr. (Urrego Yepez, 2014)

El compuesto que permitirá convertir el caucho en un material elástico a partir de la formación de retículos es el azufre (S), pero como la reacción entre el azufre y el caucho es lenta, se requiere del uso de disulfuro de benzotiacilo (MTBS), un acelerante que se influirá en las propiedades del material y reducirá en su envejecimiento. (Bellas García, 2012)

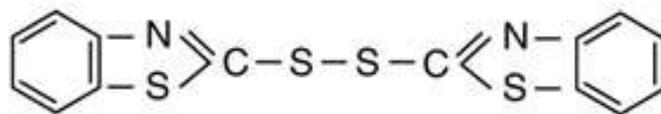


Figura 1.7 Estructura química del MBTS

Fuente: (Acelerante MBTS(DM), s.f.)

Para favorecer la dispersión de la organoarcilla y reducir la tendencia de adhesión al recipiente para curado se implementa el uso de ácido esteárico ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$) y en conjunto con el óxido de zinc (ZnO) favorecen la deformación del material y reducen la viscosidad en el mezclado.

La incorporación de nanopartículas en matrices poliméricas mejora las propiedades mecánicas, químicas y térmicas. Sin embargo, el saturar la matriz como mayor contenido de carga repercute en la distribución de las partículas en la estructura del nanocompuesto. (García Salazar, 2008)

Para evaluar los nanocompuestos de matriz polimérica se utilizan diversos ensayos que permitan viabilizar la mejoraría de las propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas del nanocompuesto por el uso de las organoarcillas. Los ensayos para medir la resistencia

mecánica del material a una fuerza reducida son de tracción y dureza; y para la evaluación de las propiedades del material en función de la temperatura son los análisis termogravimétrico (TGA). (Alava Villafuerte & Pacheco Condo, 2017)

Mediante la Difracción de Rayos X (DRX) y la Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) se puede identificar la composición del material. La Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) permitirá visualizar la dispersión de los componentes en la superficie del material y la Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) analizará el comportamiento del material antes y después de la transición vítrea. (Castillo Durán, 2014)

CAPÍTULO 2

2. METODOLOGÍA

A partir de una metodología de investigación de tipo cuantitativo, se realizó un diseño experimental variando las concentraciones del agente reforzante (Cloisite 30B), con el fin de validar la hipótesis planteada, la cual establece que, la incorporación de una adecuada cantidad de organoarcilla en una matriz polimérica mejora considerablemente las propiedades mecánicas, térmicas y dieléctricas en comparación con los materiales tradicionales.

Mediante la adición de un agente reforzante se obtuvo un producto con mejores propiedades tanto mecánicas como eléctricas con respecto a los cauchos convencionales utilizados en las industrias, permitiendo así, sintetizar un material que podrá ser utilizado como materia prima en la elaboración de equipos de protección personal. Para tales fines, se elaboraron diferentes formulaciones que permitan determinar la concentración de refuerzo óptimo mediante los análisis de resultados.

El proceso inició mediante la mezcla del caucho natural libre de aditivos (M10) con los agentes activantes: óxido de Zinc (99.9% pureza) y el ácido esteárico, reforzándolo con la nanoarcilla (Cloisite 30B) en 0.5%, 1.0% y 2.0% en peso respectivamente, junto con el agente vulcanizante: azufre (99.0% pureza) y el acelerante (MBTS). Con el fin de poder evaluar el material sintetizado, se realizó una mezcla sin agregar la nanoarcilla para poder comparar las propiedades mecánicas y eléctricas de la matriz polimérica pura y la matriz polimérica reforzada.

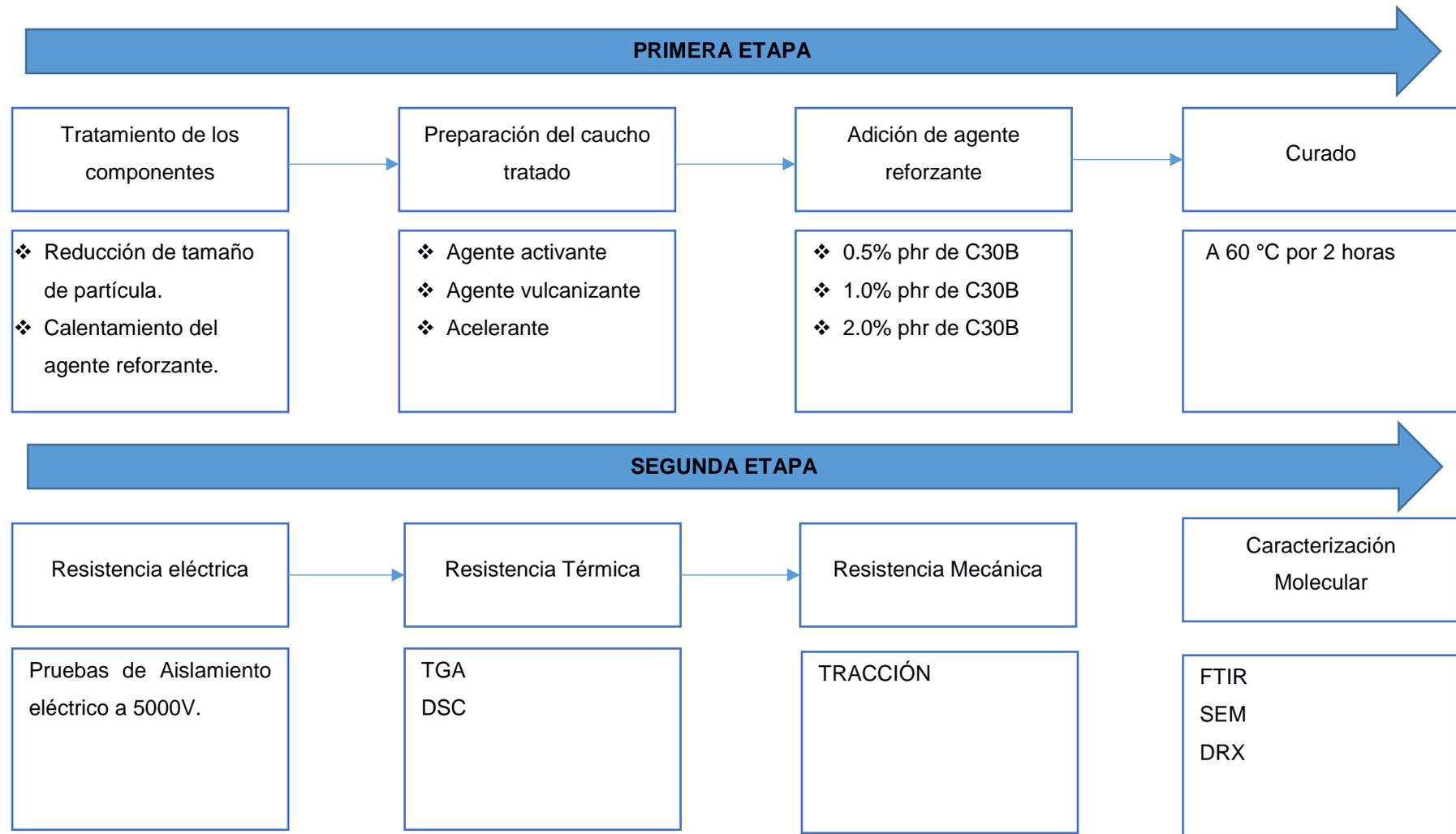
Como parte final del trabajo se realizó una evaluación de las propiedades del nuevo material para comprobar si los refuerzos de nanoarcilla Cloisite 30B utilizados a una composición definida en la matriz polimérica permitieron mejorar las propiedades mecánicas y eléctricas en comparación a los materiales tradicionales.

La metodología de trabajo comprendió 2 etapas:

- Preparación de los compuestos con diferentes composiciones
- Evaluación de los nanocompuestos de caucho-arcilla

La caracterización del material comprende el análisis de las siguientes propiedades:

1. Resistencia Eléctrica al flujo de electrones.
2. Resistencia Térmica del material a la oposición del flujo de calor.
3. Resistencia Mecánica a esfuerzos externos.
4. Caracterización molecular



Cuadro 2.1 Esquema de la metodología realizada

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Las mezclas realizadas se detallan a continuación:

Tabla 2.1 Sistema de mezcla completa con diferentes composiciones

Caucho Natural	Óxido de Zinc	Ácido esteárico	Cloisite 30B	Azufre	Acelerante: MBTS
100%	3%	2%	0.5%	0.5%	0.2%
100%	3%	2%	0.5%	0.5%	0.2%
100%	3%	2%	1.0%	0.5%	0.2%
100%	3%	2%	1.0%	0.5%	0.2%
100%	3%	2%	2.0%	0.5%	0.2%
100%	3%	2%	2.0%	0.5%	0.2%

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

2.1 Tratamiento de los componentes

Previo a la preparación de las muestras, se procedió a calentar la Cloisite 30B a una temperatura de 60°C por 2 horas, esto con el objetivo de eliminar la humedad presente en la nanoarcilla.

Se realizó una reducción del tamaño de partícula del ácido esteárico para permitir un correcto mezclado del reactivo con el caucho natural.

2.2 Preparación del caucho tratado (CT)

Partiendo de una composición inicial de: Óxido de zinc/Ácido esteárico 5:2 phr descrita en el trabajo de investigación de Urrego,2014; se realizó un diseño experimental con el fin de obtener un producto homogéneo, libre de residuos.

Para la obtención del caucho tratado final se utilizaron los siguientes reactivos con sus respectivas concentraciones:

- Caucho natural M10: Látex natural sin aditivos (100%)
- Óxido de Zinc: Agente activador (3.0%)
- Ácido Esteárico: Agente Activador (2.0%)
- Azufre: Agente Vulcanizante (0.5%)
- MBTS: Acelerante (0.2%)

La primera parte del mezclado comprende la adición de los agentes activadores: Óxido de zinc y Ácido esteárico a una velocidad de 2000 rpm por un tiempo de 30 segundos, posteriormente se agregó el acelerante (MBTS) y agente vulcanizante (azufre) bajo los mismos parámetros de mezclado.

2.3 Adición del agente reforzante

Se realizaron 6 diferentes muestras variando la concentración del agente reforzante nanoarcilla Cloisite 30B en 0.5, 1.0 y 2.0% en peso, obteniendo 2 diferentes espesores, 2 y 3 mm para cada composición establecida.

Tabla 2.2 Sistema caucho-nanoarcilla con diferentes espesores

Caucho tratado (%)	Cloisite 30B (% phr)	Espesor (mm)
100	0.5	2
100	0.5	3
100	1.0	2
100	1.0	3
100	2.0	2
100	2.0	3

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Las diferentes mezclas realizadas son colocadas en un mezclador a una velocidad de 2000 rpm durante un tiempo de 1 minuto, adicionando la carga por partes, para obtener una mezcla homogénea y una mejor distribución de las nanoarcillas en la matriz polimérica. Se comienza con la adición de los agentes activantes, seguido del agente vulcanizante y el acelerante, y finalizando con la adición del refuerzo.

Para una posterior comparación con respecto a las mejoras de las propiedades del caucho natural tratado y con reforzante, se realizó 1 muestra de film libre de nanoarcilla con un espesor de 3 mm.



Figura 2.1 Equipo de mezcla Flactek Speed Mixer

Fuente: ESPOL - LEMAT

2.4 Curado de las muestras

Las muestras fueron colocadas en moldes de vidrio de 15cmx15cm con espesores definidos de 2 y 3 mm para los posteriores análisis de caracterización. Se lo procede a curar en una estufa, a una temperatura de 60°C durante 2 horas.



Figura 2.2 Estufa para el curado de las muestras

Fuente: ESPOL - LEMAT

2.5 Resistencia Eléctrica

Los films de caucho-arcilla fueron colocados entre 2 placas de cobre que cumplen el papel de electrodos en el sistema montado (ver figura 2.3). Se ajustaron las placas de plexiglass de ambos lados del sistema hasta ejercer presión sobre el material, impidiendo la resistencia por aire. Mediante una aplicación de voltaje de 5000V a los electrodos se permitió el paso de electricidad a través del material hasta lograr su ruptura dieléctrica, es decir, la descomposición o perforación de la muestra, a una velocidad uniforme.

El aumento gradual de voltaje se definió en base a un tiempo de 5 minutos y la medición de lectura fue expresada en voltios por unidad de espesor. Finalmente, mediante la ley de Ohm, se cuantificó la intensidad de corriente que circula por el conductor, así como la resistencia del material con ayuda de un Megóhmetro.



Figura 2.3 Sistema eléctrico para ensayos de resistencia eléctrica

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

2.6 Resistencia Térmica

2.6.1 Análisis Termogravimétrico (TGA)

Mediante esta técnica se pudo monitorear el comportamiento del material sometido a una velocidad de calentamiento constante en una atmósfera controlada.

Con la ayuda de un analizador termogravimétrico (ver figura 2.4) se definieron las curvas termogravimétricas de cada muestra en el software TA Universal Analysis 2000, colocando aproximadamente 10 mg de muestra en un crisol de alúmina. Se procedió a elevar la temperatura de prueba hasta alcanzar los 600°C, a una velocidad de

calentamiento de 10 °C y en una atmosfera inerte generado por el ingreso del nitrógeno a 50 ml/min.



Figura 2.4 Equipo para realización del ensayo de TGA
Fuente: ESPOL - LEMAT

2.6.2 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

Se utilizó un analizador DSC, en donde se fijó un rango de temperatura de -100 °C hasta 100 °C para el respectivo análisis de las diferentes muestras, colocándola y cerrándola herméticamente en cápsulas de análisis con el fin de mantener la humedad en el interior del equipo. Se midió la variación de entalpia mediante un gráfico de flujo de calor frente a temperatura (termograma) con el uso del software TA Universal Analysis.



Figura 2.5 Equipo para realización del ensayo de DSC
Fuente: ESPOL - LEMAT

2.7 Resistencia Mecánica

2.7.1 Tracción

Mediante el uso de una troqueladora se realizaron los cortes para la obtención de las probetas de caucho-arcilla, a ser utilizadas en el ensayo de tracción basado en las dimensiones y formas establecidas por la norma ASTM-D638, para muestras de caucho, (ver figura 2.6). Se midió el ancho y espesor de cada probeta para el cálculo de esfuerzo de cada muestra. Utilizando una maquina universal de ensayos (ver figura 2.7) se aplicó un esfuerzo axial a una velocidad de 250 mm/min hasta provocar la ruptura del material, obteniendo así el grafico esfuerzo-deformación. Con el fin de conseguir datos que permitan validar los resultados, se realizaron 4 repeticiones para cada una de las muestras. Mediante el cálculo de pendiente de la gráfica se calcula el módulo de elasticidad, permitiendo así determinar la calidad y resistencia del material.

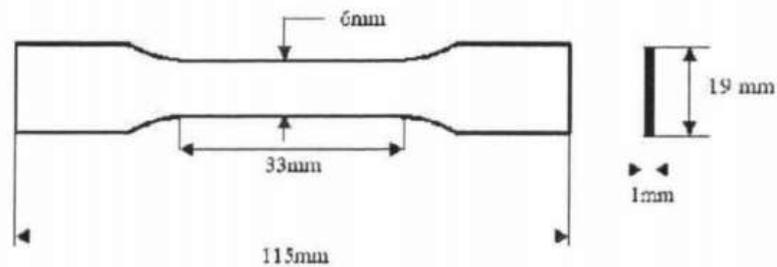


Figura 2.6 Dimensiones de una probeta establecidas por la norma ASTM D638 para muestras de caucho

Fuente: NORMA ASTM-D638



Figura 2.7 Equipo para la realización del ensayo de tracción

Fuente: ESPOL - LEMAT



Figura 2.8 Probetas para realización de los ensayos de tracción

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

2.8 Caracterización Molecular

2.8.1 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

Se analizó las vibraciones de ciertas moléculas provocadas por la absorción de radiación infrarroja del espectro electromagnético, colocando una muestra en una celda, para luego someterlo a una fuente de luz infrarroja. Se midió la cantidad de luz absorbida por la muestra mediante la diferencia entre la intensidad de luz antes y después de pasar por material. Con la ayuda de un espectrómetro, se estudió las vibraciones producidas por las moléculas a longitudes de ondas entre $650 - 4500 \text{ cm}^{-1}$, con una resolución de 4 cm^{-1} y con un número de 4 escaneos, traduciéndose en un espectro característico que permitió identificar el grupo funcional presente en el material.



Figura 2.9 Equipo para la realización del ensayo de FTIR

Fuente: ESPOL - LEMAT

2.8.2 Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Generando un ambiente de vacío en la columna de microscopio electrónico se dio paso a un haz de luz de electrones que escaneó la muestra, convirtiendo las señales eléctricas en imágenes tridimensionales reflejándolas en el software del equipo. Para complementar el estudio sobre la dispersión de la arcilla en la matriz polimérica, se realizó un análisis de Espectroscopia de Dispersión de Energía de Rayos X (EDX) para determinar los elementos químicos presentes en la matriz polimérica. Mediante el uso de un microscopio electrónico de barrido a 10.00 kV y junto a un detector ETD que operó a una distancia de 396X, se obtuvo la respectiva dispersión y concentración de cada elemento.



Figura 2.10 Equipo para la realización del ensayo de SEM

Fuente: ESPOL - LEMAT

2.8.3 Difracción de Rayos X (DRX)

Se analizó el ordenamiento periódico de los átomos en una estructura cristalina mediante el uso de un difractómetro, trabajando a 45 kV – 30 mA; con un tamaño de paso de 0.04 (2θ), un tiempo de paso de 20 segundos, con aberturas de 0.38 y 0.76 mm y una máscara de 40 mm. Se colocó la muestra en un porta-muestra de acero inoxidable con diámetro de 40 mm y se fijaron los parámetros de rejilla de difracción (1/4) y rejilla de incidencia (1/2); los rayos dispersados en distintos átomos llevan entre si un cierto desfase, interfiriendo en su trayectoria posterior, provocando una interferencia constructiva (ondas de fase) que se traduce como un pico en el difractograma.

Los patrones de difracción fueron analizados en el software X'Pert HighScore Plusse y posteriormente se compararon los difractogramas con lo de la arcilla Cloisite 30B pura.



Figura 2.11 Equipo para la realización del ensayo de DRX

Fuente: ESPOL - LEMAT

2.9 Materiales y Equipos utilizados

Se utilizó un conjunto de equipos especializados para la obtención y evaluación del material reforzado con organoarcilla descritos en la tabla que se encuentra a continuación:

Tabla 2.3 Equipos utilizados para el desarrollo del trabajo

EQUIPO	MARCA	MODELO
Mezclador	Flactek Speed Mixer	DAC 400 1 FVZ
Estufa	Quimis	Q317M
Megóhmetro	Megger	MIT 1020/2
Analizador termogravimétrico	TA instruments	Q600 SDT
DSC	TA Instrument	Q200
Maquina Universal de ensayos	Shimadzu	AG-IS
Espectrómetro	Perkin Elmer	Spectrum 100 FTIR
Difractómetro de Rayos X	Phillips	PANalytical X'Pert Pro
Microscopio electrónico de barrido	FEI Inspect	S50

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

CAPÍTULO 3

3. ANÁLISIS DE RESULTADOS

3.1 Resultados de diseño experimental

Tabla 3.1 Muestras con sistema de Caucho - C30B (100%-0.5%)

Muestra/Componentes	ZnO (%)	CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH (%)	S (%)	MBTS (%)
M1	5.00	2.00	0.30	0.30
M2	5.00	0.00	0.30	0.30
M3	0.00	2.00	0.30	0.30
M4	1.50	0.50	0.30	0.30
M5	1.50	0.00	0.30	0.30
M6	0.00	0.50	0.30	0.30
M7	2.00	2.00	0.50	0.50
M8	1.00	1.00	2.00	2.00

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Estas mezclas no presentaron una homogeneidad deseada, por la humedad que absorbió la Cloisite, el tiempo de espera en el que fue sometida la mezcla antes de introducirla a la estufa y por la forma del recipiente que fue usado para depositar la mezcla; así como el gran tamaño de partícula del ácido esteárico. Con la experimentación de estas primeras muestras se logró determinar el tamaño apropiado de partícula de los diferentes componentes y las condiciones óptimas para el proceso de mezclado y vulcanizado, siendo este, a una temperatura de 60°C por dos horas y su mezclado a 2000 rpm.

Tabla 3.2 Muestras con sistema de Caucho - C30B

Muestra/Componentes	ZnO (%)	CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH (%)	S (%)	MBTS (%)	C30B (%)
M10	2.00	1.50	1.050	0.500	2.00
M11	2.00	2.00	0.300	0.500	2.00
M12	2.00	2.00	0.300	0.300	2.00
M13	1.50	0.50	0.500	0.500	1.50
M14	3.00	3.00	0.500	0.500	2.00
M15	2.00	1.50	1.000	0.500	2.00
M16	1.25	0.25	0.075	0.075	0.50
M17	1.25	0.50	0.075	0.075	0.00
M18	1.50	0.50	0.300	0.300	0.00
M19	0.00	0.00	0.500	0.000	0.50

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Se pudo analizar el papel que cumple cada uno de los componentes en la mezcla; la ausencia de óxido de zinc en el compuesto provoca que el nanocompuesto se queme, influyendo en la coloración final del film; se obtuvo un material más blanco a mayor concentración de óxido de zinc. Cuando se adicionó un 3% de ácido esteárico, se generó porosidades en el fondo del film, mientras que su ausencia generó una superficie más lisa, lo que permitiría inferir que se debe al exceso de ácido esteárico. La forma de los recipientes (vidrio reloj) pudo afectar en el proceso de curado, debido a que las partículas tienden a ubicarse en el fondo del recipiente, afectando las propiedades físicas y químicas del nanocompuesto.

Tabla 3.3 Muestras con sistema de Caucho - C30B (100%-0.5%)

Muestra/Componentes	ZnO (%)	CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH (%)	S (%)	MBTS (%)
M30	5.0	2.0	0.3	0.3
M31	5.0	3.0	0.3	0.0
M32	1.0	2.0	0.3	0.3
M33	2.0	2.0	0.3	0.3
M34	3.0	2.0	0.3	0.3
M35	4.0	2.0	0.3	0.3
M36	3.0	2.0	0.3	0.3

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

En base a las características de distribución que presentaron las muestras M30 y M32 se pudo observar que el ácido esteárico debe estar entre 1.0% a 2.0%. La muestra M31 presentó formación de grumos tal vez por exceso de ácido esteárico, tamaño de partícula y tiempo de exposición antes del proceso de vulcanizada. El porcentaje de azufre que provoca una buena dispersión es del 0.3% y la concentración de MBTS debe ser inferior al 1% para permitir la manipulación del nanocompuesto.

Tabla 3.4 Muestras con sistema de Caucho - C30B (99.5%-0.5%)

Muestra/Componentes	ZnO (%)	CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH (%)	S (%)	MBTS (%)
M40	5.0	1.0	0.2	0.4
M41	5.0	2.0	0.2	0.4
M42	6.0	1.0	0.2	0.4
M43	6.0	2.0	0.2	0.4
M45	7.0	1.0	0.2	0.5
M46	7.0	3.0	0.2	0.5

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

El aumento del porcentaje de acelerante (MBTS) generó una mayor porosidad en la parte inferior del film y produjo un mayor contenido de humedad, lo que dificultó su extracción. La muestra que presentó mejores características fue la M42, donde su homogeneidad se ve influenciada por el tiempo de espera. Las muestras M45 y M46, presentaron características deficientes al variar solamente la composición de ácido esteárico.

Tabla 3.5 Muestras con sistema de Caucho - C30B (99.5%-0.5%)

Muestra/Componentes	ZnO (%)	CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH (%)	S (%)	MBTS (%)
M50	3.0	1.0	0.2	0.4
M51	3.0	2.0	0.2	0.4
M52	3.0	3.0	0.2	0.4
M53	3.0	1.0	0.2	0.4
M54	2.0	2.0	0.2	0.4
M55	2.0	3.0	0.2	5.0
M56	2.0	1.0	0.2	5.0

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Las muestras M50-M56 ayudaron a establecer un procedimiento de mezclado adecuado en el cual se parte de la adición de los agentes activantes (óxido de zinc y ácido esteárico) al caucho, posteriormente se procede a agregar el agente vulcanizante y el acelerante, como etapa final del mezclado se añade el refuerzo de C30B.

Tabla 3.6 Muestras con sistema de Caucho - C30B (100%-2%)

Muestra/Componentes	ZnO (%)	CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH (%)	S (%)	MBTS (%)
M60	1	0.5	0.3	0.25
M61	2	1	0.3	0.25
M62	4	2	0	0.50
M63	4	1	0	0.50
M64	3	1	0	0.50
M65	4	2	0.5	0.50
M66	3	2	0.5	0.20

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

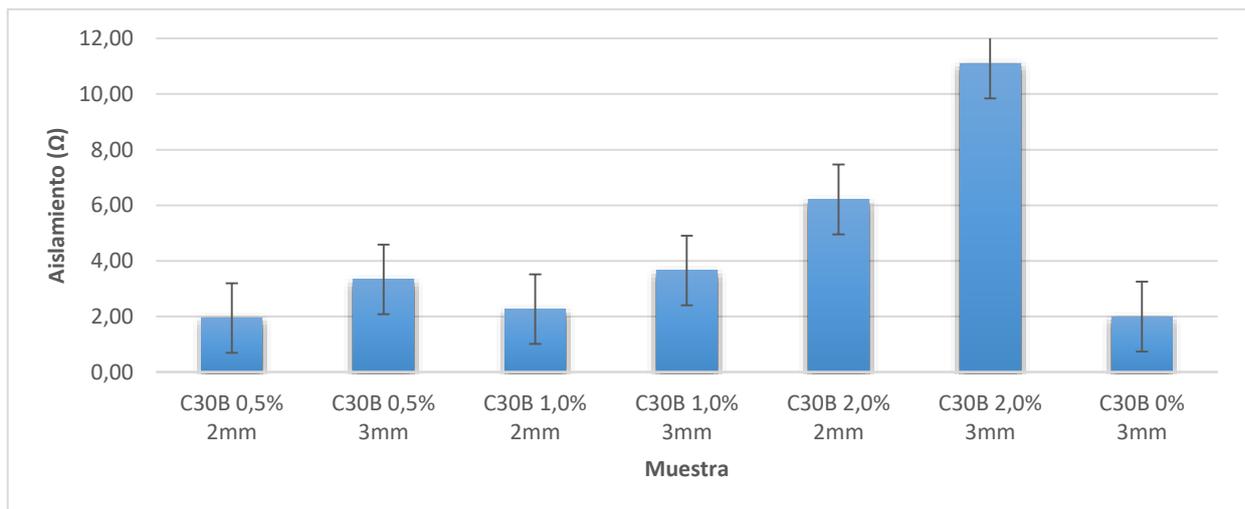
De las últimas muestras experimentales M60-M66 se estableció que la composición idónea fue M66, que presentó de manera visual una mezcla homogénea y una mejor dispersión de la arcilla.

3.2 Ensayos de resistencia eléctrica

Tabla 3.7 Resultados de Aislamiento Eléctrico

Muestra	Aislamiento (MΩ)					Corriente (mA)	Voltaje (V)	Mejora respecto a MG (%)
	1 min	2 min	3 min	4 min	5 min			
A: CT100% - C30B0.5% 2mm	9.30	4.55	2.62	1.98	1.94	1.57	3050	-
B: CT100% - C30B0.5% 3mm	9.17	4.91	3.89	3.47	3.33	1.31	4365	67.34
C: CT100% - C30B1.0% 2mm	16.30	5.88	3.20	2.23	2.26	1.51	3407	13.57
D: CT100% - C30B1.0% 3mm	40.80	17.70	10.80	6.37	3.65	1.27	4629	83.42
E: CT100% - C30B2.0% 2mm	41.00	20.30	12.60	8.65	6.21	0.79	4895	212.06
F: CT100% - C30B2.0% 3mm	98.00	66.90	32.70	18.90	11.10	0.45	4985	457.79
G: CT100% - C30B0.0% 3mm	9.60	4.620	2.71	2.06	1.99	1.57	3122	-

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



Gráfica 3.1 Histograma de Aislamiento Eléctrico de los Sistema CT – C30B

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

De acuerdo con los resultados de resistencia eléctrica descrito en la tabla 3.7, se evidencia que la adición de un agente reforzante a la matriz polimérica mejoró el aislamiento eléctrico. Al dispersarse la organoarcilla, el paso de la corriente no será de forma directa como en los materiales convencionales, sino que el nanocompuesto laminar genera un camino sinuoso en la matriz polimérica.

La muestra que no contiene refuerzo presentó un aislamiento eléctrico de 1.99 MΩ, mientras que la muestra con el 2% phr C30B con el mismo espesor, obtuvo un valor de 11.10 MΩ; mostrando un incremento de más del 457,79% como barrera eléctrica.

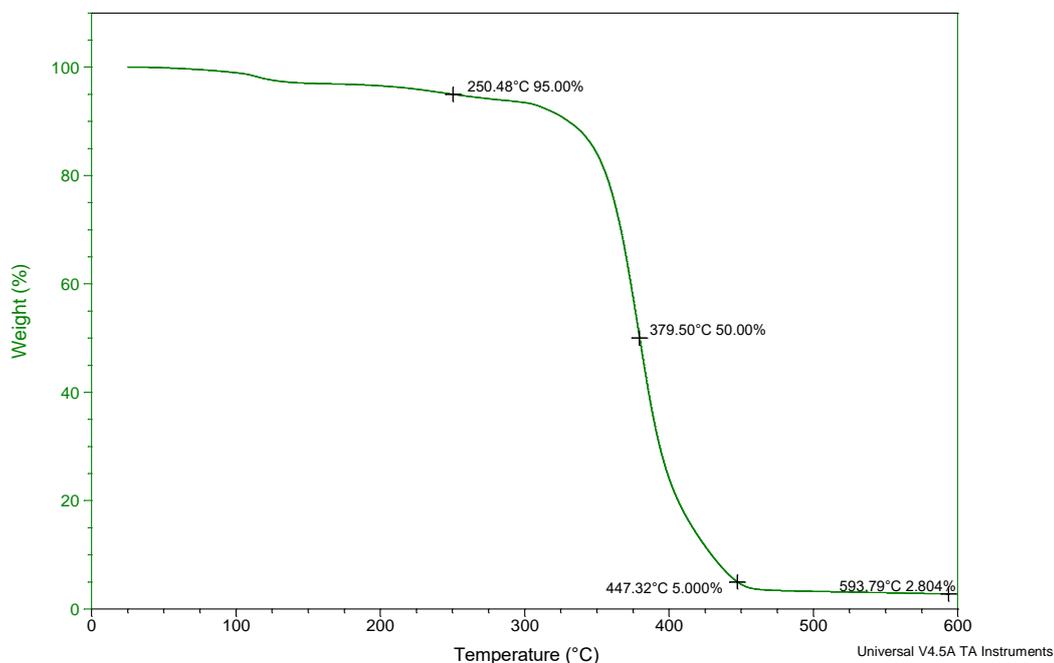
A partir de la gráfica 3.1 se pudo interpretar que el material soporta un nivel más alto de voltaje a mayor espesor y concentración del refuerzo. La muestra sin organoarcilla con un espesor de 3mm soportó un voltaje de 3122V, mientras que una muestra con 1% phr C30B y 2mm de espesor soportó 3407V, lo cual implica que, solo agregando una pequeña cantidad de agente reforzante, se logra reducir el espesor del film con iguales o mejores propiedades eléctricas.

En base a las características de las clases de guantes eléctricos fabricados con caucho natural estipulados en la norma ASTM D120, se pudo determinar que el nanocompuesto sintetizado cumple con los requisitos de voltaje categorizados para la clase 0, resistiendo un voltaje máximo de 4985V.

El material que mostró mejores propiedades eléctricas en base a los datos descritos en la tabla 3.7, corresponde a la muestra F (CT 100% - C30B 2.0% phr – 3 mm espesor), presentando los más altos valores de aislamiento eléctrico y voltaje.

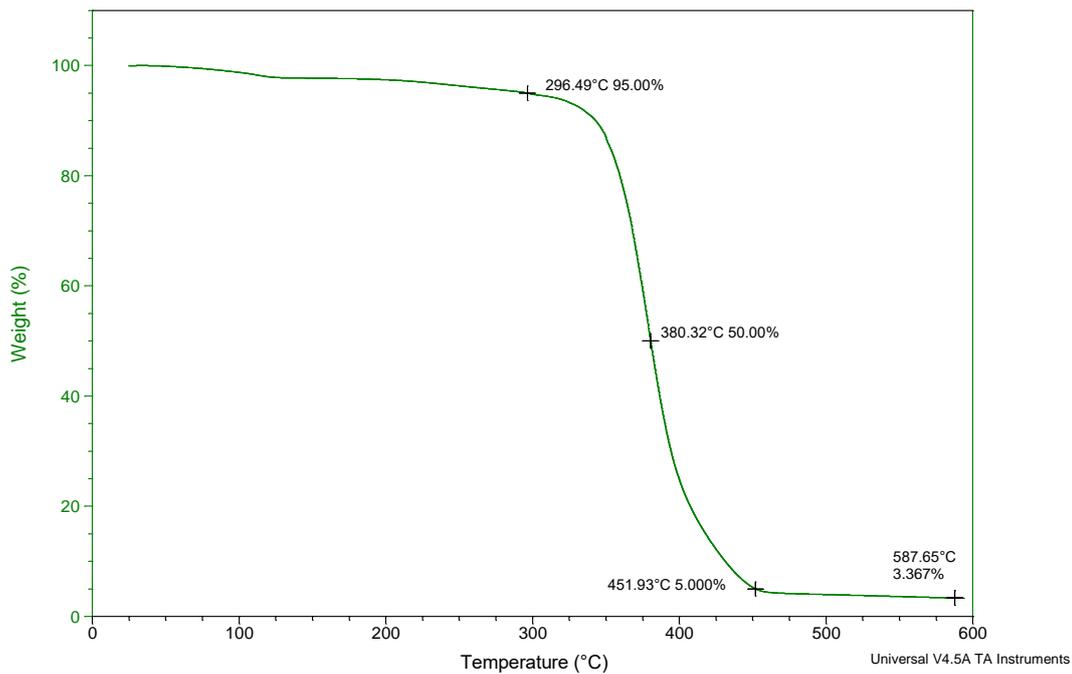
3.3 Ensayos de resistencia térmica

3.3.1 Ensayo de TGA

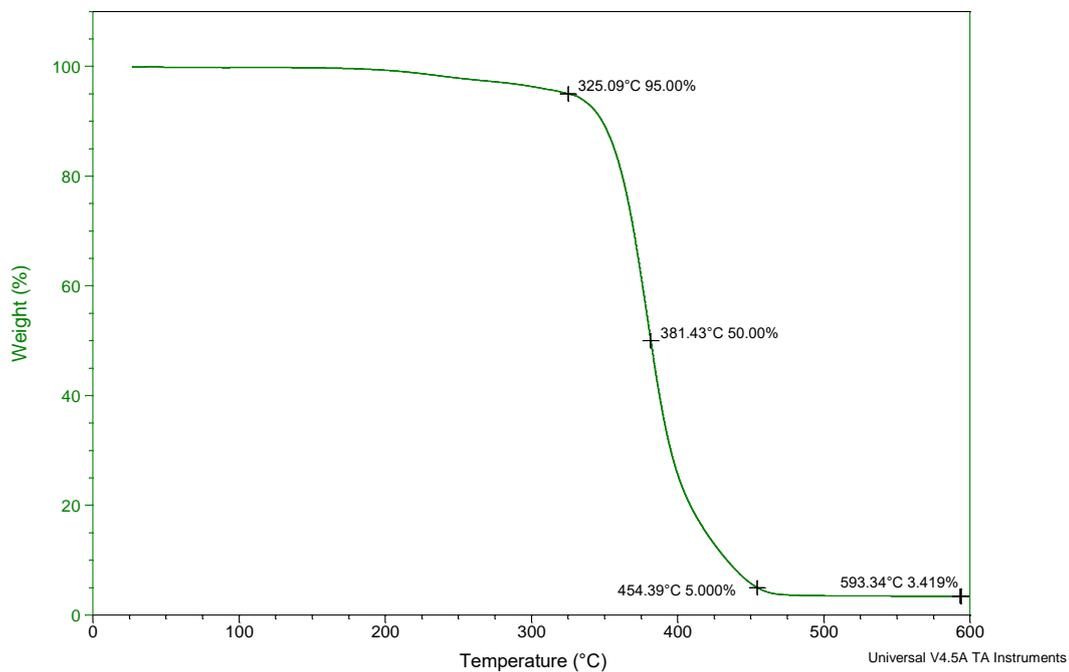


Gráfica 3.2 TGA de Caucho tratado, libre de Cloisite 30B - 3 mm de espesor

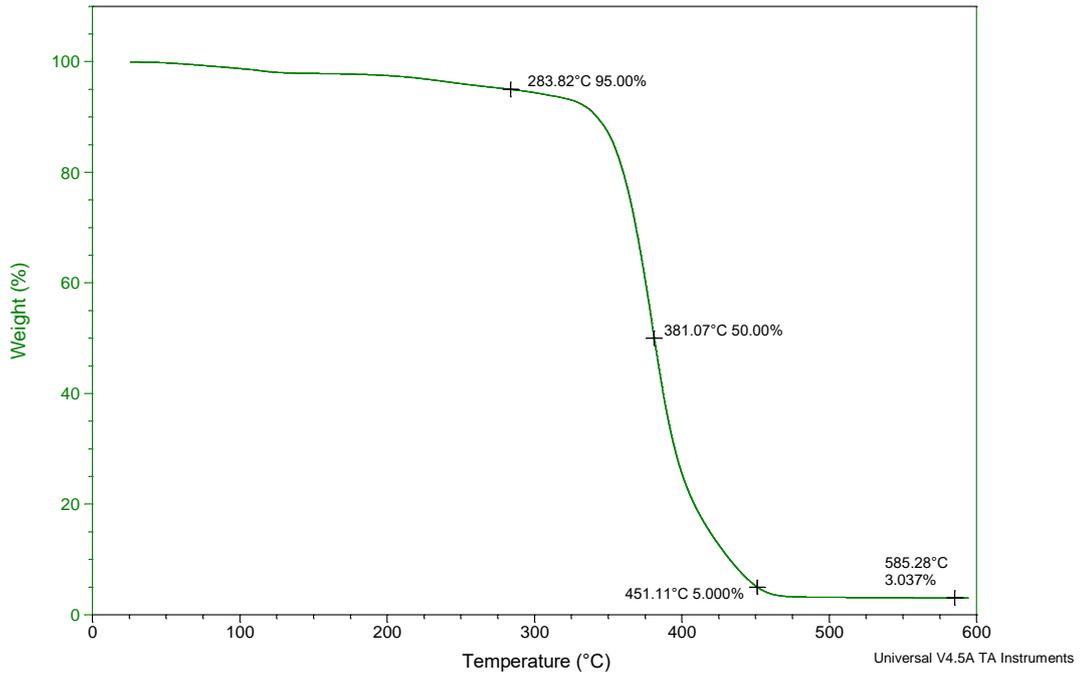
Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



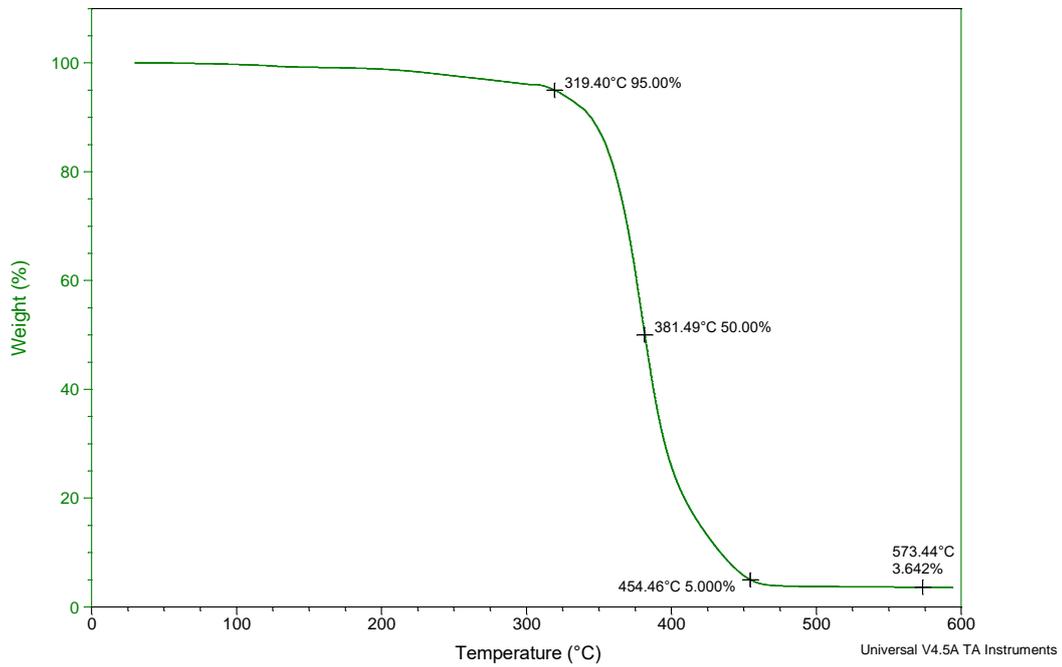
Gráfica 3.3 TGA de Sistema CT 100% - C30B 0.5% phr - 2 mm de espesor
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



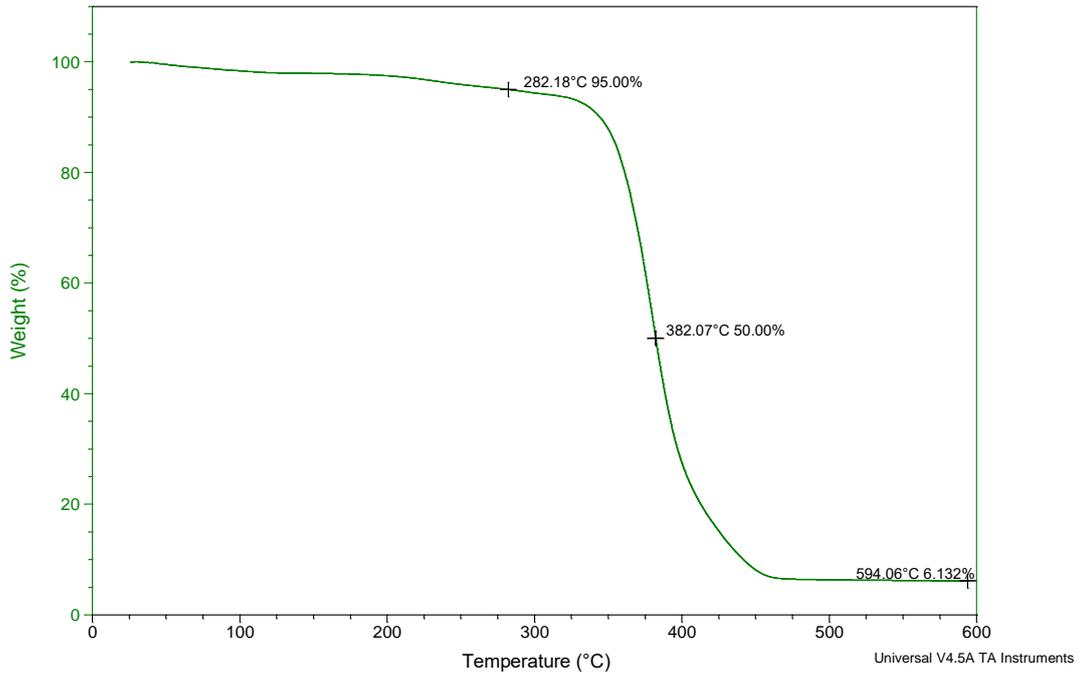
Gráfica 3.4 TGA de Sistema CT 100% - C30B 0.5% phr - 3 mm de espesor
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



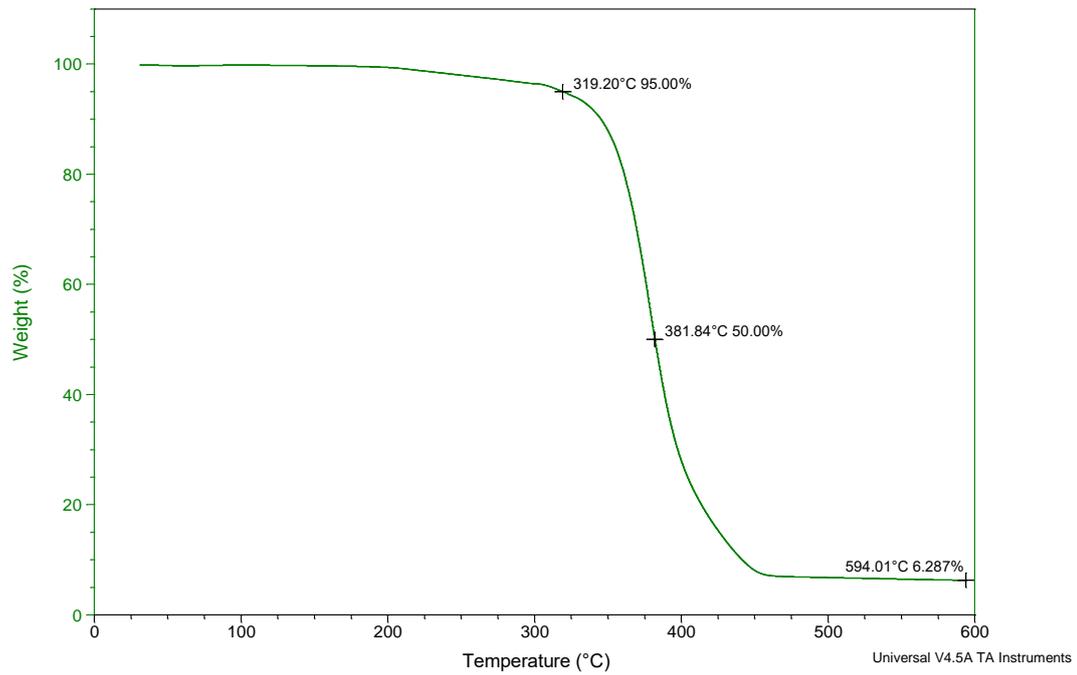
Gráfica 3.5 TGA de Sistema CT 100% - C30B 1.0% phr - 2 mm de espesor
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



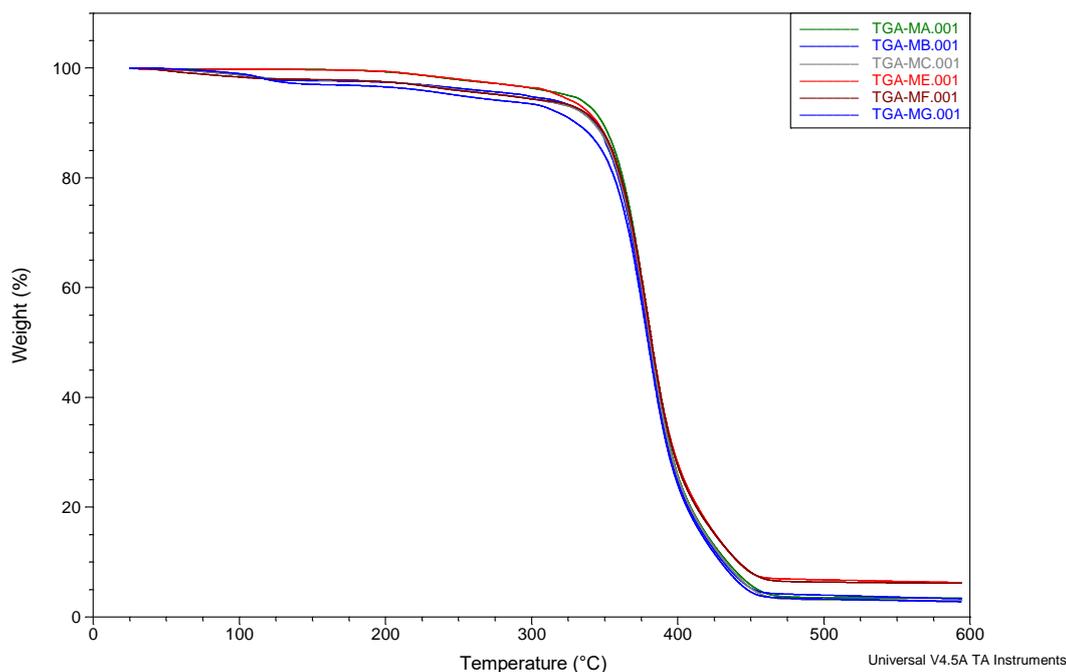
Gráfica 3.6 TGA de Sistema CT 100% - C30B 1.0% phr - 3 mm de espesor
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



Gráfica 3.7 TGA de Sistema CT 100% - C30B 2.0% phr - 2 mm de espesor
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



Gráfica 3.8 TGA de Sistema CT 100% - C30B 2.0% phr - 3 mm de espesor
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



Gráfica 3.9 Ensayo TGA de las diferentes muestras analizadas

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Tabla 3.8 Grado de variación de la Temperatura con respecto al % Peso

Muestra	Espesor (mm)	Temperatura de degradación (°C) a diferentes pesos (%)			Peso remanente (%)	Mejora respecto a MG (%)
		P1= 95%	P2= 50%	P3= 5%		
MA: CT 100% - C30B 0.5%	2	296.49	380.32	451.93	3.367	18.37
MB: CT 100% - C30B 0.5%	3	325.09	381.43	454.39	3.419	29.79
MC: CT 100% - C30B 1.0%	2	283.82	381.07	451.11	3.037	13.31
MD: CT 100% - C30B 1.0%	3	319.40	381.49	454.46	3.642	27.52
ME: CT 100% - C30B 2.0%	2	282.18	382.07	-	6.132	12.66
MF: CT 100% - C30B 2.0%	3	319.20	381.84	-	6.287	27.44
MG: CT 100% - C30B 0.0%	3	250.48	379.50	447.32	2.804	--

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

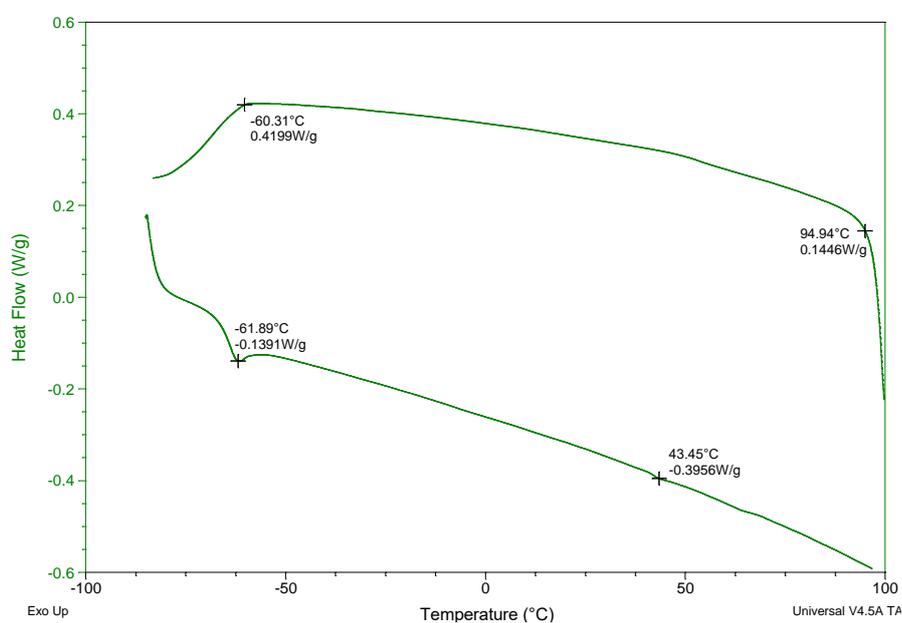
Al no presenciarse una pérdida de masa en el rango de 30 – 100 °C en los diferentes análisis termogravimétricos no se pudo atribuir la presencia de moléculas de agua, materiales volátiles o compuestos con bajo punto de ebullición presente en el material. En la tabla 3.8 se aprecia la existencia de una degradación térmica en el rango de: 170 – 490 °C obteniendo una pérdida de masa que supera al 96% de la masa total de la muestra, correspondiente a la descomposición de los grupos funcionales oxigenados

como el ácido esteárico y al proceso de pirólisis oxidativa provocado por la degradación polimérica propia del caucho. El porcentaje de peso remanente presente en la muestra correspondiente al 3% del peso total inicial puede deberse a la presencia de compuestos inorgánicos como el óxido de zinc.

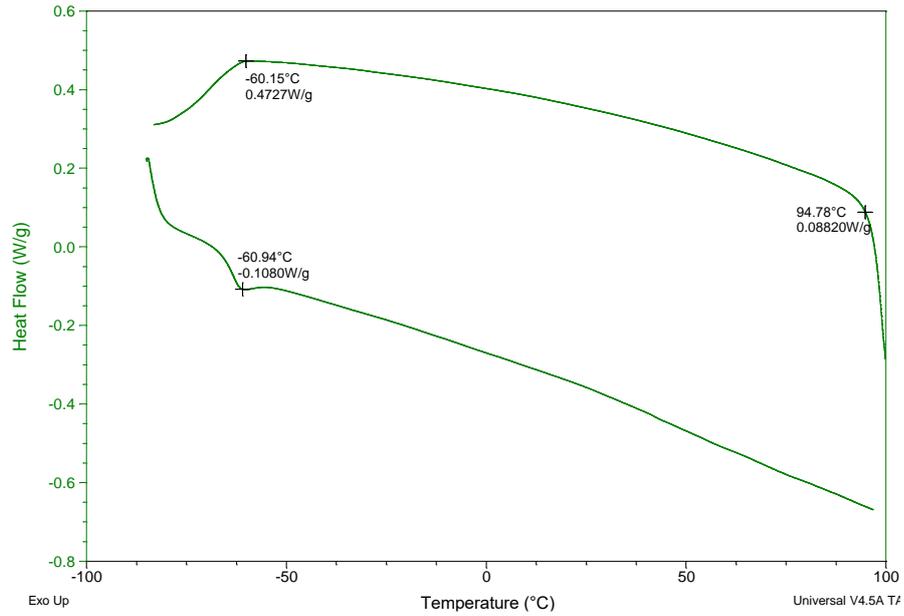
Las temperaturas de degradación a 95.0, 50.0 y 5.0% en peso, de las 7 muestras analizadas no presentaron una variación considerable entre ellas, a excepción de las muestras ME y MF que no reflejan datos de degradación para un porcentaje en peso remanente del 5%.

En la muestra sin organoarcilla, se obtuvo una temperatura de degradación a 95.0% en peso de 250°C, y con el 2% phr C30B se alcanzó hasta 319°C. Sin embargo, como se observó una mejor dispersión a un menor porcentaje de reforzante, con un 0.5% phr C30B se consiguió 325.09°C; logrando una mejora de 29.79% en la estabilidad térmica del material. Por consiguiente, la muestra con mejores propiedades térmica es la MB (CT 100% - C30B 0.5 % phr – 3 mm espesor).

3.3.2 Ensayo de DSC

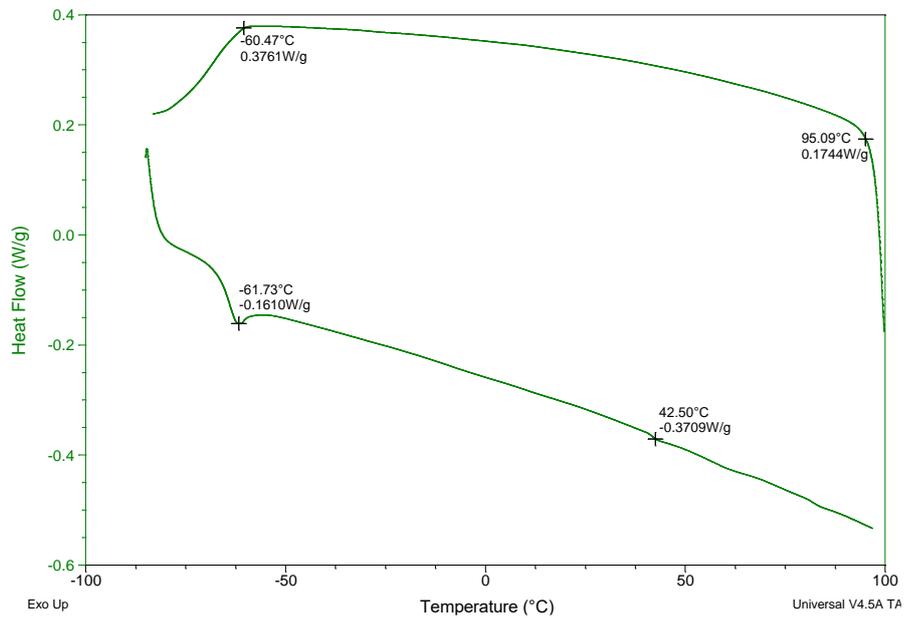


Gráfica 3.10 DSC de Caucho tratado libre de arcilla - 3 mm de espesor
Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



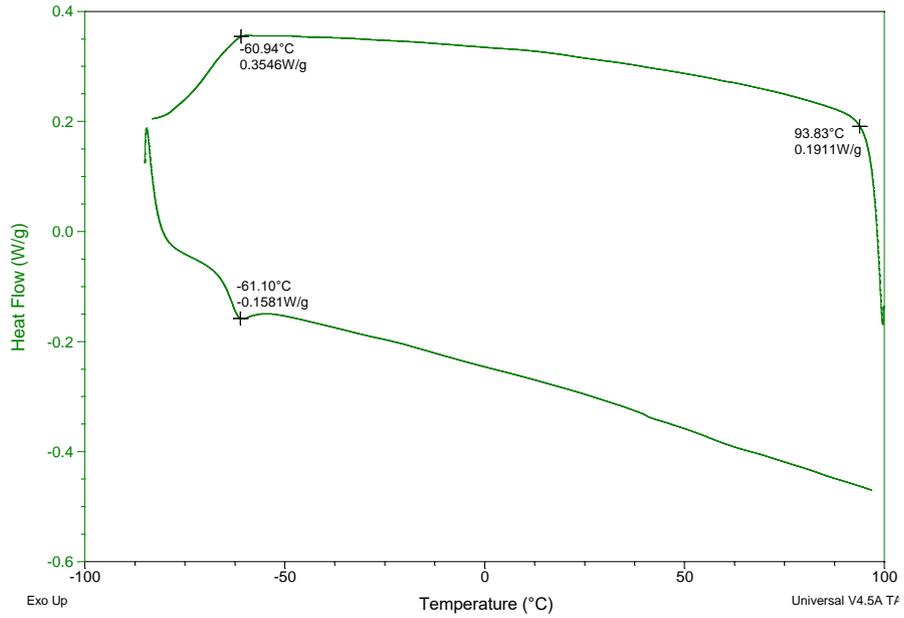
Gráfica 3.11 DSC de Sistema CT 100% - C30B 0.5% phr - 2 mm de espesor

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



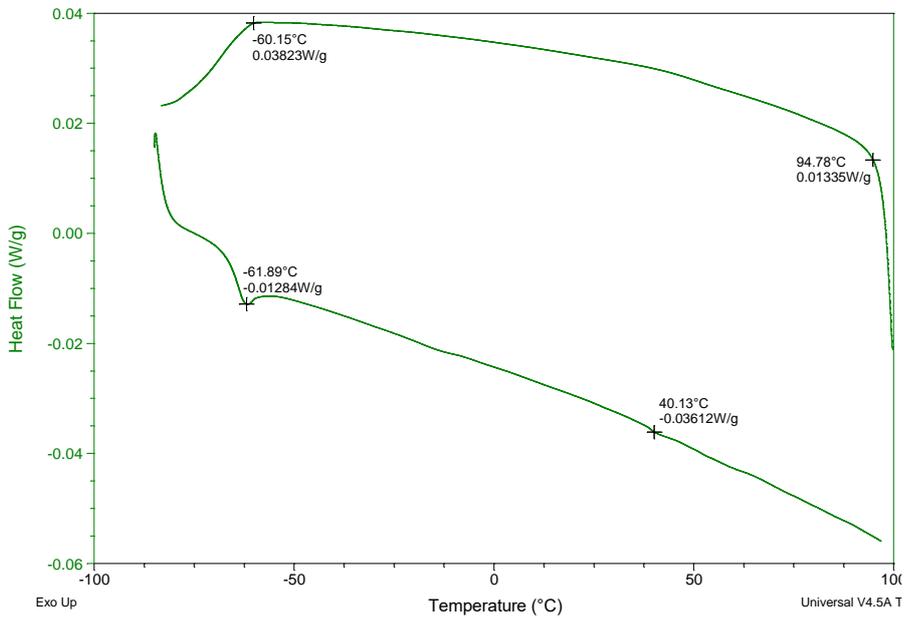
Gráfica 3.12 DSC de Sistema CT 100% - C30B 0.5% phr - 3 mm de espesor

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



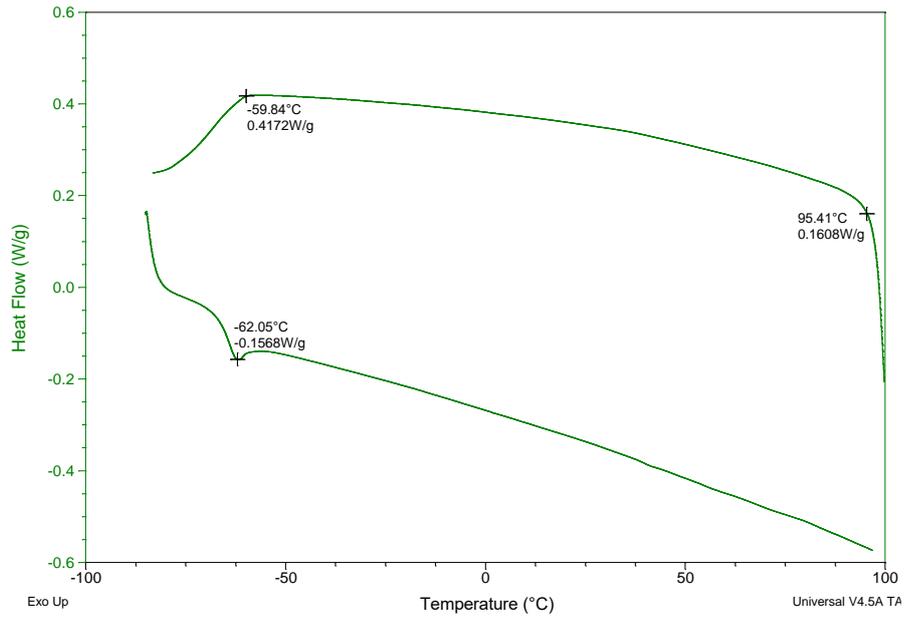
Gráfica 3.13 DSC de Sistema CT 100% - C30B 1.0% phr - 2 mm de espesor

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

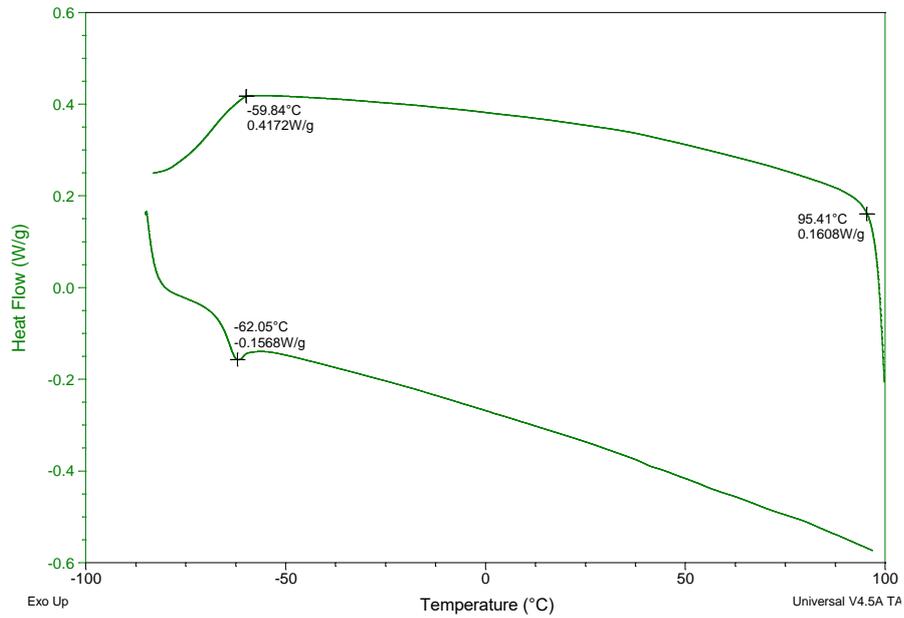


Gráfica 3.14 DSC de Sistema CT 100% - C30B 1.0% phr - 3 mm de espesor

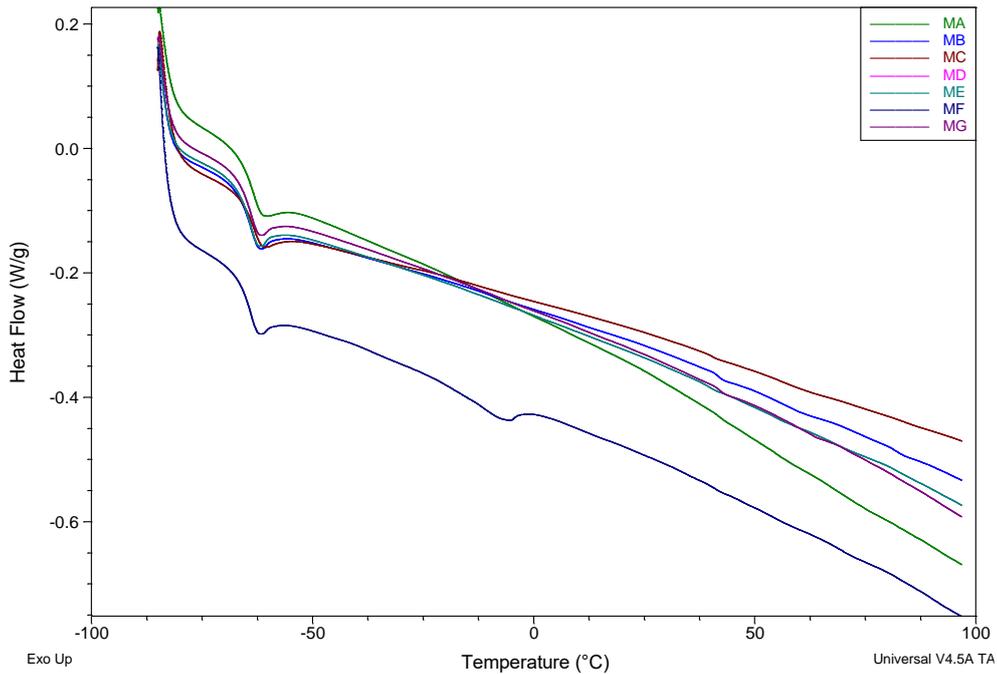
Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



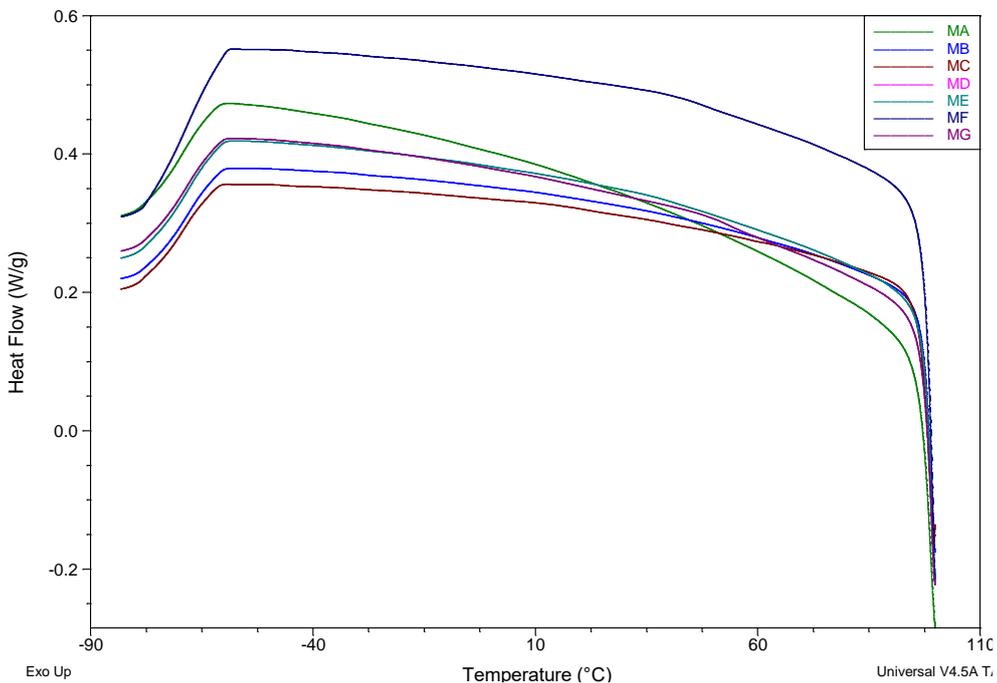
Gráfica 3.15 DSC de Sistema CT 100% - C30B 2.0% phr - 2 mm de espesor
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



Gráfica 3.16 DSC de Sistema CT 100% - C30B 2.0% phr - 3 mm de espesor
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



Gráfica 3.17 DSC del proceso de calentamiento de las diferentes muestras analizadas
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



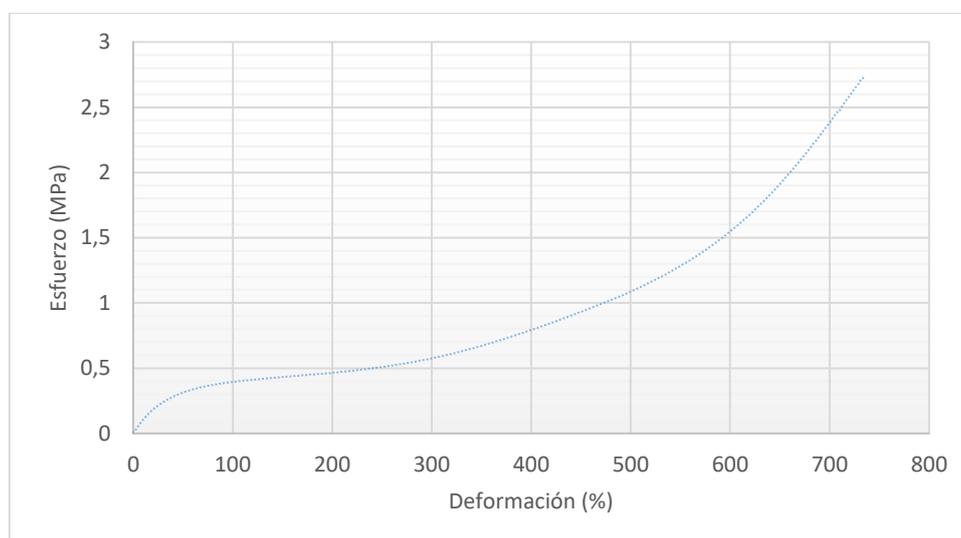
Gráfica 3.18 DSC del proceso de enfriamiento de las diferentes muestras analizadas
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

En cada caso, el material sintetizado no presentó una diferencia considerable en su temperatura de transición vítrea (rango de -61 a -62°C), al igual que en la energía calorífica requerida para lograr restablecerse (rango de -0.1 a -0.2 W/g).

Mediante el ensayo de DSC se observó que solo el nanocompuesto con 2% de C30B en su estructura graficada en la figura 3.16, posee una temperatura de cristalización a -5.82°C, punto que indica que el material alcanzó la energía suficiente para mantener una disposición ordenada. Mientras, nanocompuestos con el 0.5 y 1.0% C30B mantienen una estructura amorfa. La inclusión de la arcilla, si bien es cierto demostró una buena compatibilidad con el monómero, no influyó en la transición vítrea del polímero.

3.4 Ensayos de resistencia mecánica

3.4.1 Ensayo de Tracción



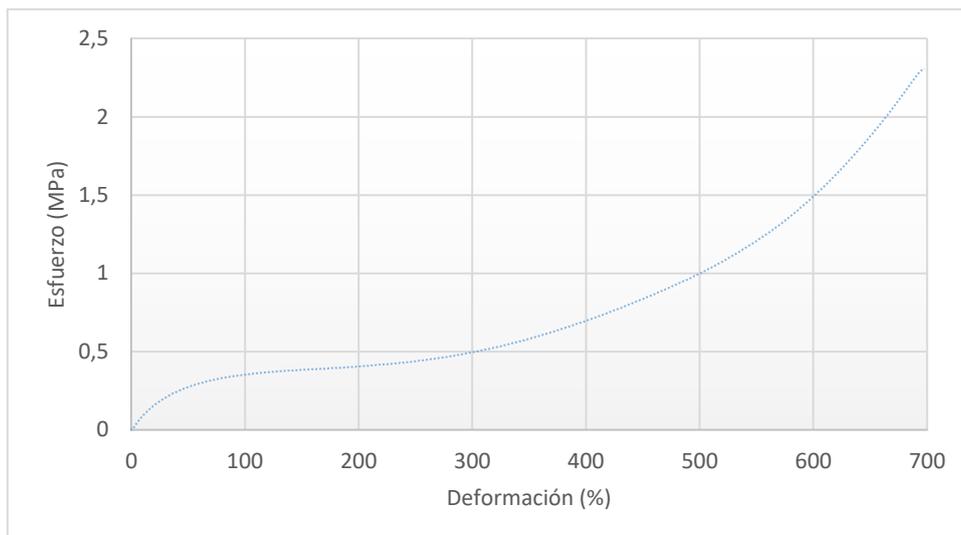
Gráfica 3.19 Tracción de Sistema CT 100% - C30B 0.5 % phr - 2 mm de espesor

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Tabla 3.9 Ensayos de tracción CT 100% - C30B 0.5% - 2 mm espesor

Prueba N°	Carga Máxima (kN)	Esfuerzo Máximo (MPa)	Deformación a la rotura (%)
1	0.0431	3.15	776
2	0.0428	3.22	782
3	0.0409	3.1	752
4	0.0431	3.23	772
Promedio	0.042475	3.175	770.5
Desviación Estándar	0.001059	0.06137318	13

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

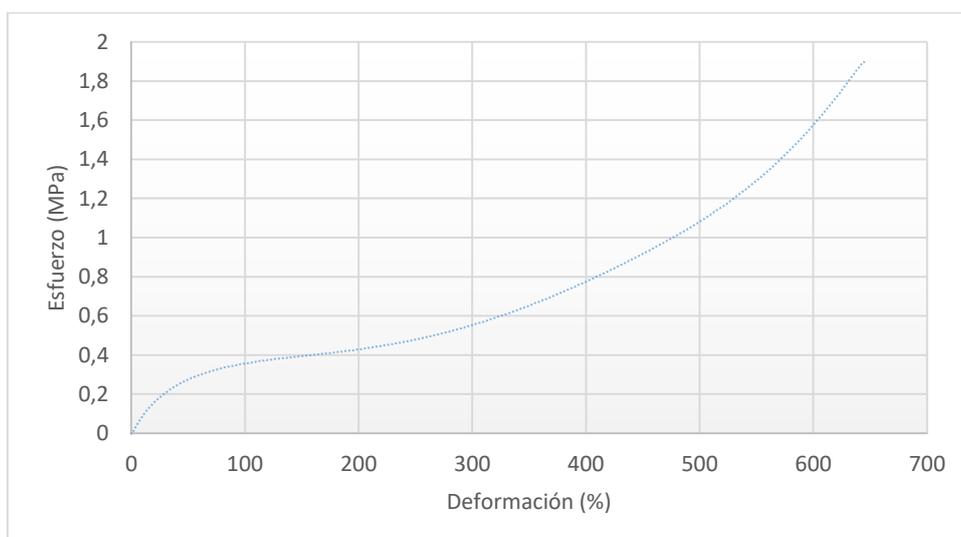


Gráfica 3.20 Tracción de Sistema CT 100% - C30B 0.5 % phr - 3 mm de espesor
Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Tabla 3.10 Ensayos de tracción CT 100% - C30B 0.5% - 3 mm espesor

Prueba N°	Carga Máxima (kN)	Esfuerzo Máximo (MPa)	Deformación a la rotura (%)
1	0.0767	3.37	845
2	0.0493	3.92	--
3	0.064	3.85	835
4	0.0336	3.67	746
Promedio	0.0559	3.7025	808.6667
Desviación Estándar	0.018611	0.24540782	54.50076

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

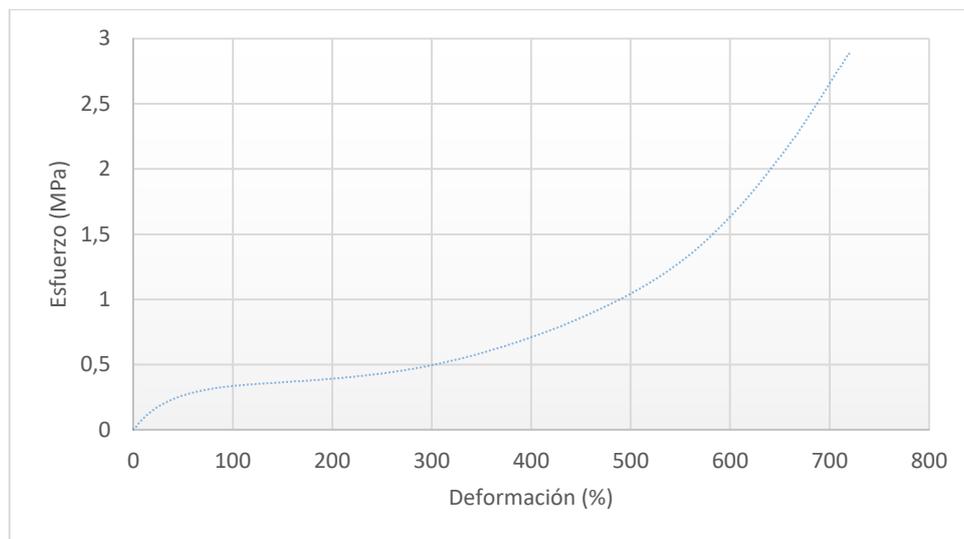


Gráfica 3.21 Tracción de Sistema CT 100% - C30B 1.0 % phr - 2 mm de espesor
Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Tabla 3.11 Ensayos de tracción CT 100% - C30B 1.0% - 2 mm grosor

Prueba N°	Carga Máxima (kN)	Esfuerzo Máximo (MPa)	Deformación a la rotura (%)
1	0.0351	2.31	724
2	0.0486	2.48	704
3	0.058	2.95	770
4	0.0405	3.04	745
Promedio	0.04555	2.695	735.75
Desviación Estándar	0.009983	0.35519947	28.31225

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



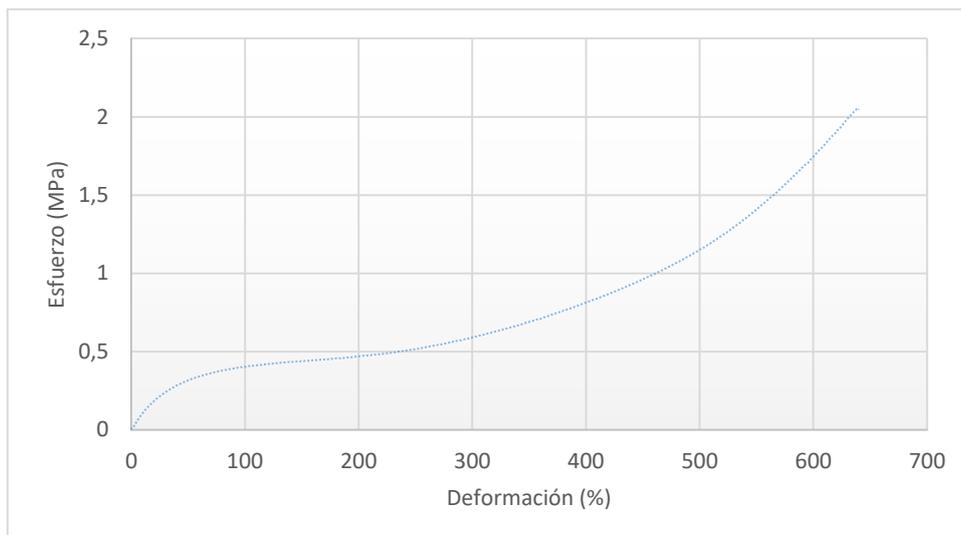
Gráfica 3.22 Tracción de Sistema CT 100% - C30B 1.0 % phr - 3 mm de espesor

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Tabla 3.12 Ensayos de tracción CT 100% - C30B 1.0% - 3 mm grosor

Prueba N°	Carga Máxima (kN)	Esfuerzo Máximo (MPa)	Deformación a la rotura (%)
1	0.061	4.28	751
2	0.0544	3.48	819
3	0.0573	3.97	765
4	0.0435	3.05	813
Promedio	0.05405	3.695	787
Desviación Estándar	0.007534	0.54163333	34.05877

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

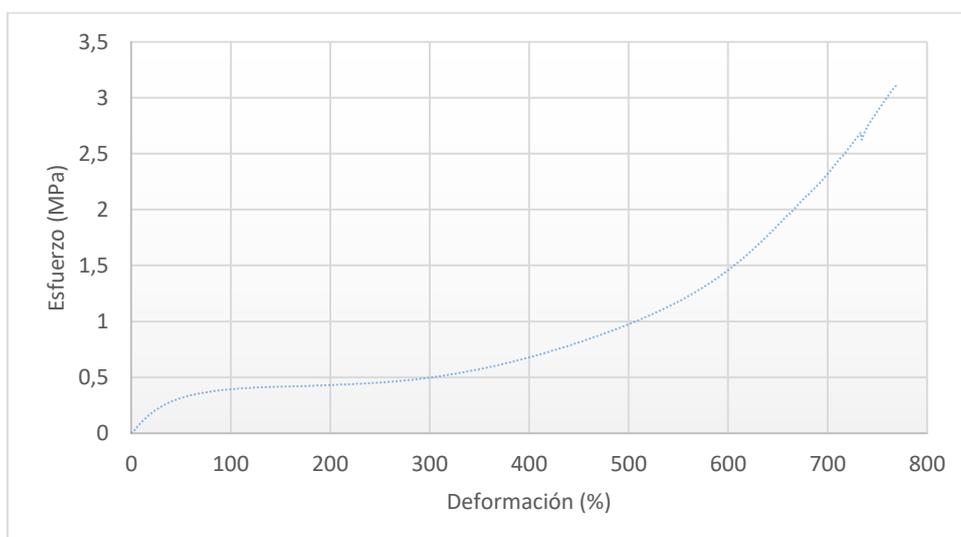


Gráfica 3.23 Tracción de Sistema CT 100% - C30B 2.0 % phr - 2 mm de espesor
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Tabla 3.13 Ensayos de tracción CT 100% - C30B 2.0% - 2 mm grosor

Prueba N°	Carga Máxima (kN)	Esfuerzo Máximo (MPa)	Deformación a la rotura (%)
1	0.0555	3.32	799
2	0.0381	2.38	707
3	0.0313	2.4	640
4	0.0372	2.94	674
Promedio	0.040525	2.76	705
Desviación Estándar	0.010429	0.45460606	68.37641

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

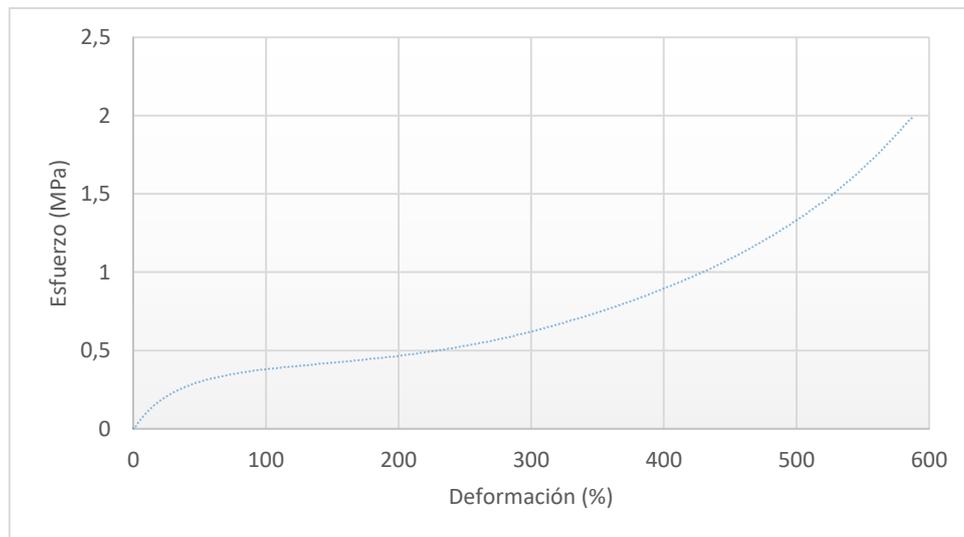


Gráfica 3.24 Tracción de Sistema CT 100% - C30B 2.0 % phr - 3 mm de espesor
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Tabla 3.14 Ensayos de tracción CT 100% - C30B 2.0% - 3 mm grosor

Prueba N°	Carga Máxima (kN)	Esfuerzo Máximo (MPa)	Deformación a la rotura (%)
1	0.0671	3.81	830
2	0.0489	3.23	815
3	0.0514	3.35	769
Promedio	0.0558	3.46333333	804.6667
Desviación Estándar	0.009866	0.306159	31.78574

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



Gráfica 3.25 Tracción de Sistema CT libre de arcilla - 3 mm de espesor

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Tabla 3.15 Ensayos de Sistema Caucho tratado libre de arcilla - 3 mm de espesor

Prueba N°	Carga Máxima (kN)	Esfuerzo Máximo (MPa)	Deformación a la rotura (%)
1	0.0322	2.65	692
2	0.0326	3.46	722
3	0.0289	3.51	668
4	0.0219	2.41	642
Promedio	0.0289	3.0075	681
Desviación Estándar	0.004952	0.56037934	34.11744

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Tabla 3.16 Tabla de comparación de los diferentes sistemas

Muestra	Espesor (mm)	Carga Máxima (kN)	Esfuerzo Máximo (MPa)	Deformación a la rotura (%)	Módulo de Elasticidad (MPa)
MA: CT 100% - C30B 0.5%	2	0.0425 (±0.0011)	3.175 (±0.061)	770.50 (±13.00)	1.2526 (±0.0559)
MB: CT 100% - C30B 0.5%	3	0.0559 (±0.0186)	3.703 (±0.245)	808.67 (±54.50)	1.2443 (±0.0412)
MC: CT 100% - C30B 1.0%	2	0.0456 (±0.0010)	2.695 (±0.355)	735.75 (±28.31)	1.1327 (±0.0542)
MD: CT 100% - C30B 1.0%	3	0.0541 (±0.0075)	3.695 (±0.542)	787.00 (±34.06)	1.1289 (±0.0342)
ME: CT 100% - C30B 2.0%	2	0.0405 (±0.0104)	3.008 (±0.455)	705.00 (±68.38)	1.1267 (±0.0390)
MF: CT 100% - C30B 2.0%	3	0.0558 (±0.0099)	3.463 (±0.306)	804.67 (±31.79)	1.1284 (±0.0421)
MG: CT 100% - C30B 0.0%	3	0.0289 (±0.0050)	2.760 (±0.560)	681.00 (±34.12)	1.1245 (±0.0389)

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Mediante los datos obtenidos en la tabla 3.16, se pudo visualizar un aumento en las propiedades mecánicas del material sintetizado con arcilla en comparación al sistema de caucho tratado libre del agente reforzante, lo que representa una buena compatibilidad entre la Cloisite 30B con la matriz polimérica.

La adición de un agente reforzante en la matriz polimérica provocó un aumento en el módulo de elasticidad del material de 1.2526 MPa a 0.5% phr C30B, 1.1357 MPa a 1.0% phr C30B y 1.1284 MPa a 2.0% phr C30B en comparación a un material libre de C30B que presentó un módulo de elasticidad de 1.1245 MPa.

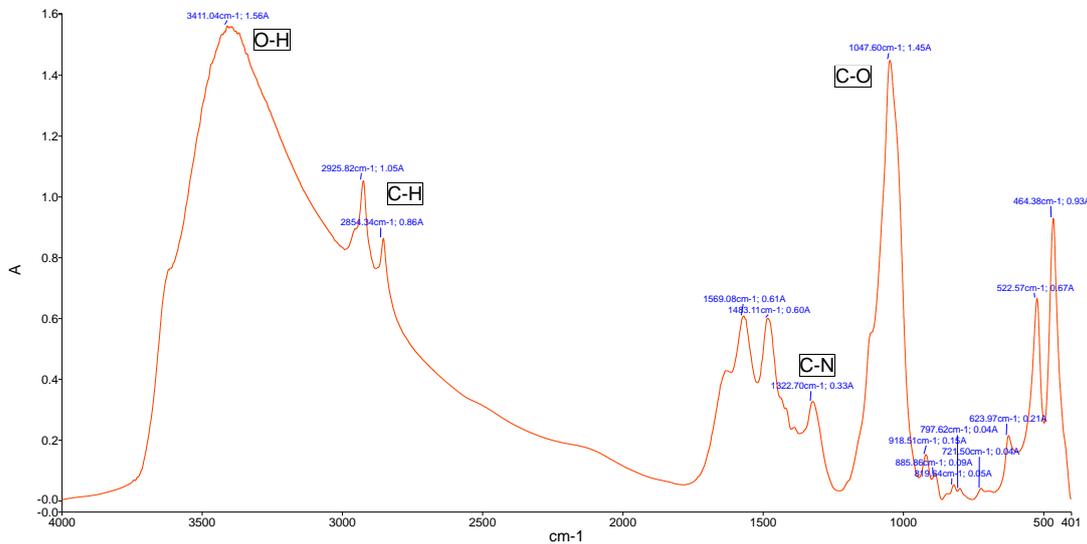
De igual modo se logró observar que la adición de la arcilla provoca que los esfuerzos máximos y deformación máxima de rotura aumenten en comparación a la muestra G, material libre de arcilla. Considerando las muestras de mismo espesor (3 mm), se notó una mejora significativa en su esfuerzo máximo con respecto a la muestra sin refuerzo de 2.760MPa a 3.703MPa con 0.5% phr C30B, a 3.695MPa con 1.0% phr C30B y a 3.463MPa con 2.0% phr C30B.

Por ello, se puede determinar que una menor concentración de agente reforzante provoca una mejor dispersión en la matriz polimérica, mejorando las propiedades mecánicas del material

El sistema que presentó mejores propiedades mecánicas en comparación a todos los sistemas analizados corresponde a la muestra B (CT 100% - C30B 0.5% phr – 3mm de espesor), presentando un esfuerzo máximo a la rotura de 3.7025 MPa y una deformación máxima de 808.67%.

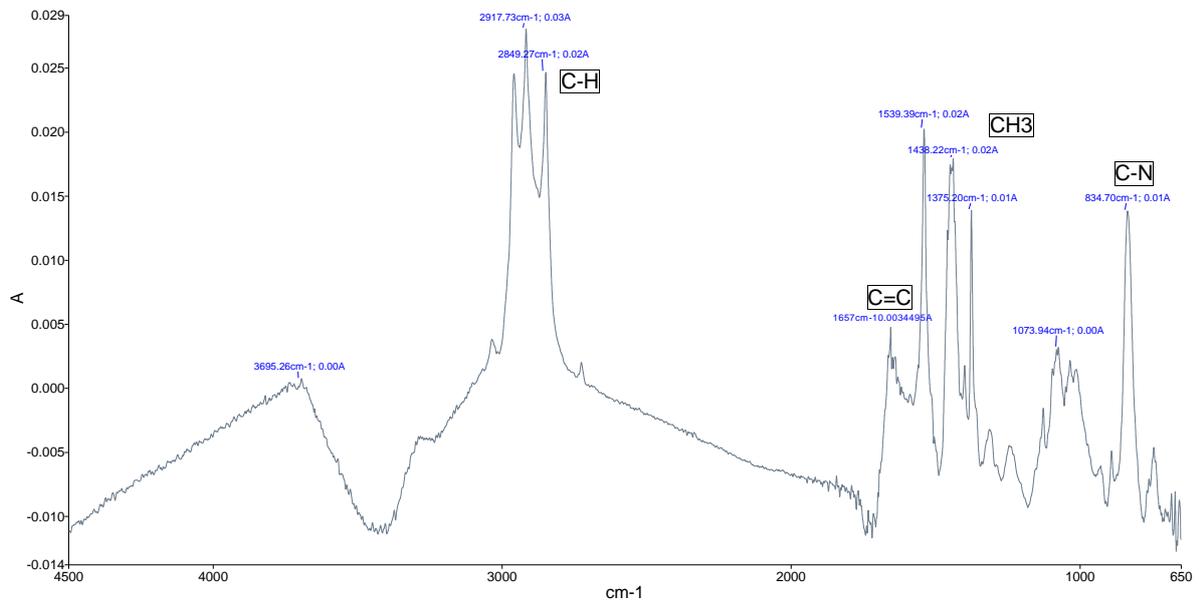
3.5 Ensayos de caracterización molecular

3.5.1 Análisis de FTIR



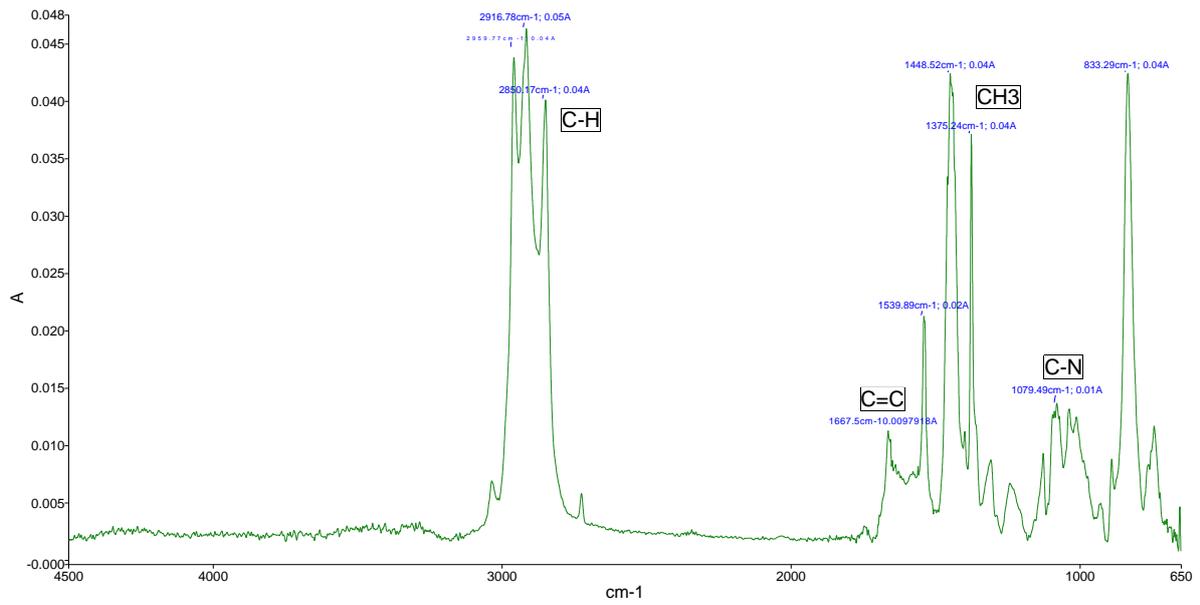
Gráfica 3.26 FTIR de Cloisite 30B

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

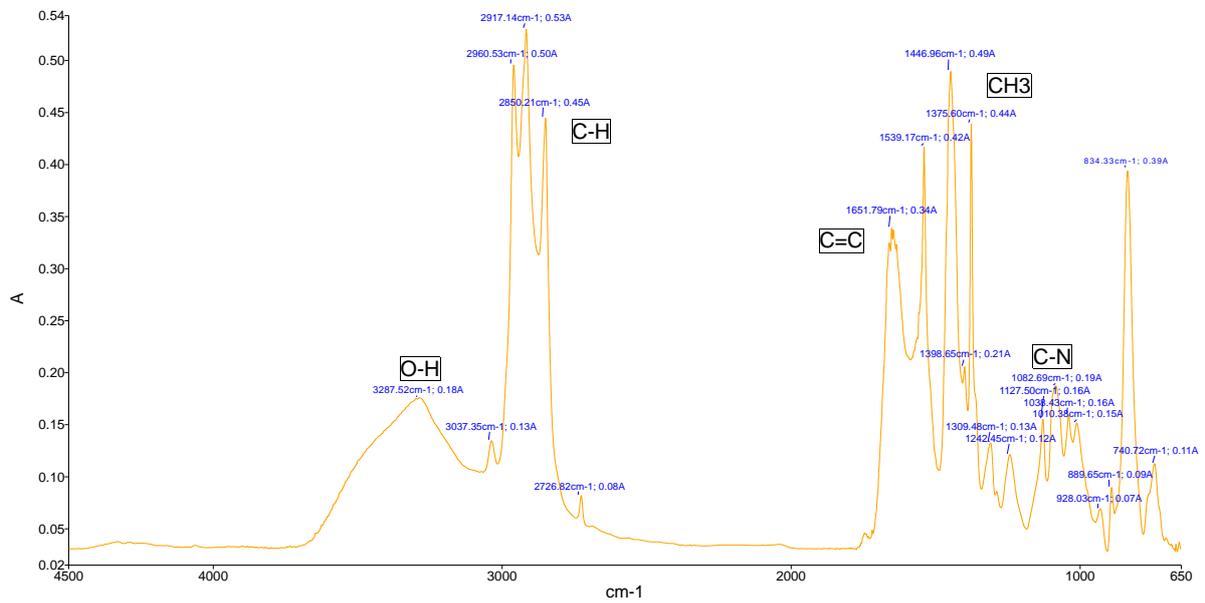


Gráfica 3.27 FTIR de Caucho tratado libre de Cloisite 30B

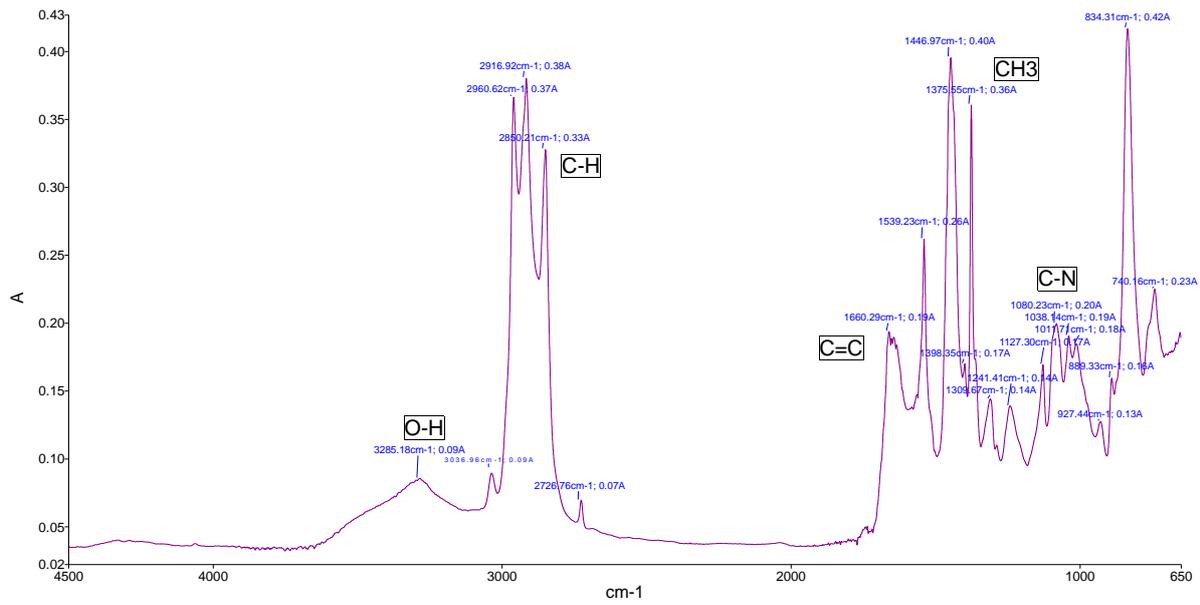
Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



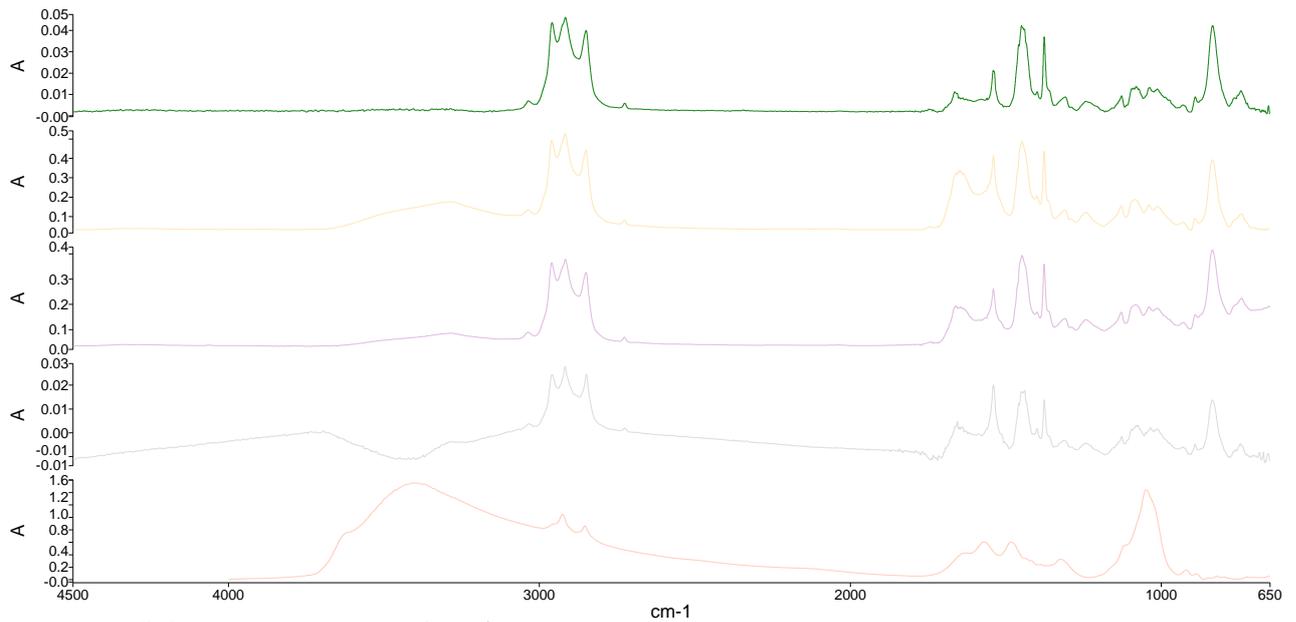
Gráfica 3.28 FTIR de Sistema CT 100% - C30B 0.5% phr
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



Gráfica 3.29 FTIR de Sistema CT 100% - C30B 1.0% phr
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



Gráfica 3.30 FTIR de Sistema CT 100% - C30B 2.0% phr
Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



Nombre	Descripción
CT 100% - C30B 0.5% phr	Muestra 009 Por Administrator Fecha viernes, enero 04 2019
CT 100% - C30B 1.0% phr	Muestra 010 Por Administrator Fecha viernes, enero 04 2019
CT 100% - C30B 2.0% phr	Muestra 011 Por Administrator Fecha viernes, enero 04 2019
Caucho tratado sin arcilla	Muestra 012 Por Administrator Fecha viernes, enero 04 2019
C30B	C30B

Gráfica 3.31 Ensayo FTIR de las diferentes muestras analizadas
Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Tabla 3.17 Tabla de longitud de onda de grupos funcionales

Grupo funcional/Sistema	Longitud de onda (cm ⁻¹)				
	C30B 100%	CT 100% - C30B 0%	CT 100% - C30B 0.5%	CT 100% - C30B 1.0%	CT 100% - C30B 2.0%
O-H	3411.04	-	-	3287.52	3285.18
N-H	3411.04	-	-	3287.52	3285.18
C-H	2925.82	2917.73	2916.78	2917.14	2916.92
	2854.34	2849.27	2850.17	2850.21	2850.21
C-N	1316.20	1073.94	1079.49	1082.69	1080.23
C-O	1047.60	-	-	-	-
C=C	-	1657.00	1667.50	1651.79	1660.29
CH₃	-	1539.39	1448.52	1446.96	1446.97

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Al aplicar un agente reforzante en el caucho tratado se generaron picos en la sección de 3200 a 3400 cm⁻¹ característicos del grupo polar O-H en su estructura, promoviendo una mejora en la interacción polímero-arcilla en matrices poliméricas, como se pudo visualizar en las gráficas 3.28, 3.29 y 3.30. En la gráfica 3.28 que posee un 0.5% phr de C30B no se apreció picos característicos en el rango perteneciente al grupo funcional OH, esto debido al bajo contenido de Cloisite 30B en el caucho tratado al igual que la gráfica 3.27 que no posee el agente reforzante en su matriz polimérica.

También se determinó que en las 3 muestras analizadas existía la presencia de hidrocarburos alifáticos en el rango de frecuencia de: 1300 – 1500 cm⁻¹; así mismo se pudo establecer picos en el rango de frecuencia de: 1000 – 1350 cm⁻¹ característicos del grupo aminos. Se visualizó la existencia del grupo alqueno en los espectros de todas las muestras analizadas en el rango de frecuencia de: 1600 – 1680 cm⁻¹, propios del compuesto de látex utilizado.

La variación en la longitud de onda que presentaron los mismos grupos funcionales en las diferentes muestras analizadas descritas en la tabla 3.17 permitió identificar una interacción de la arcilla y el polímero. En la gráfica 3.31, se evidenció gran similitud en los enlaces atómicos entre las muestras analizadas, se destacan las bandas características de los grupos funcionales de C-H, C=C Y C-N, característicos de un polímero. Finalmente, se pudo comprobar que a una mayor concentración de agente reforzante en la matriz polimérica los picos de los diferentes grupos funcionales pertenecientes a la Cloisite 30B presentan una mayor intensidad en sus bandas.

3.5.2 Análisis de MEB

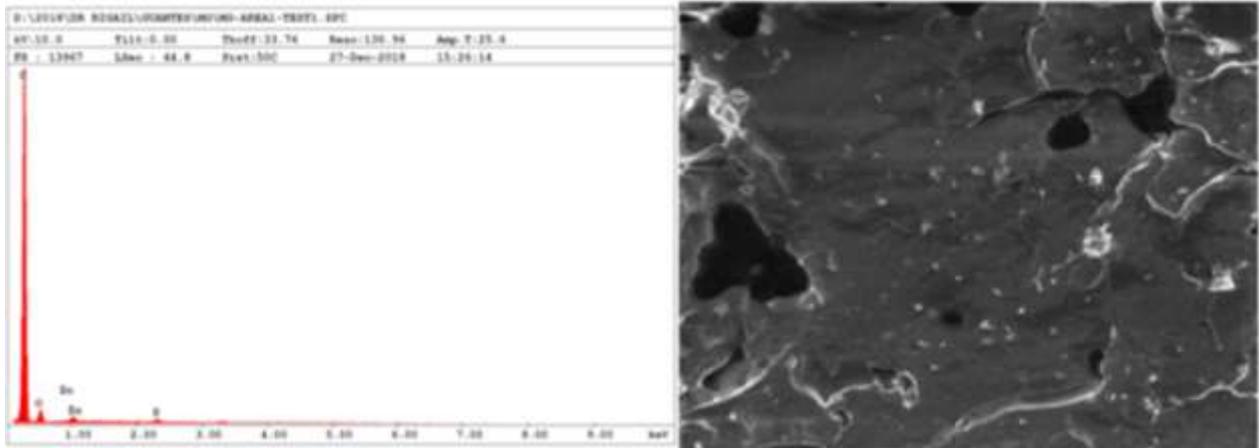
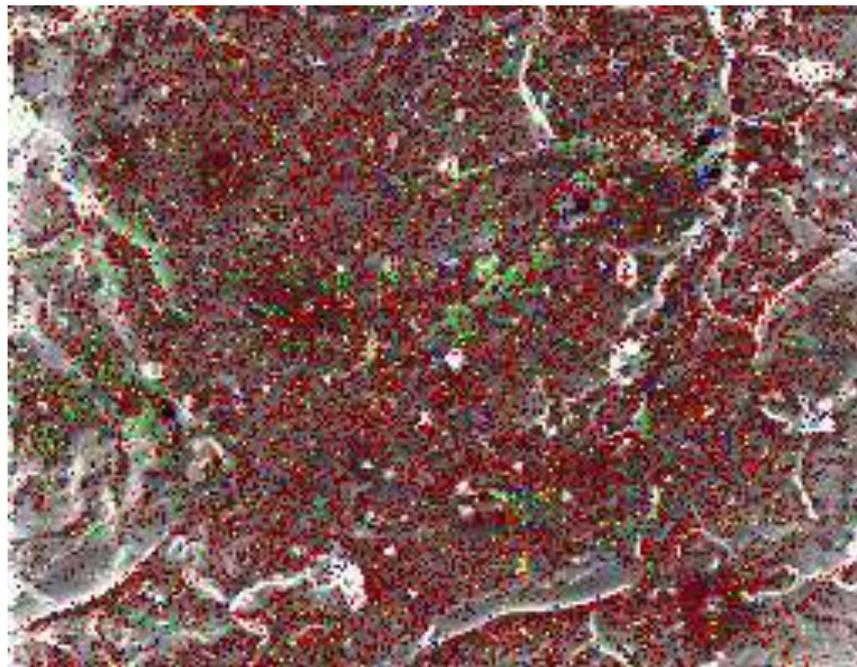


Figura 3.1 MEB de Caucho tratado libre de Cloisite 30B

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



SE C O Zn S

Figura 3.2 EDX de Caucho tratado libre de Cloisite 30B

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

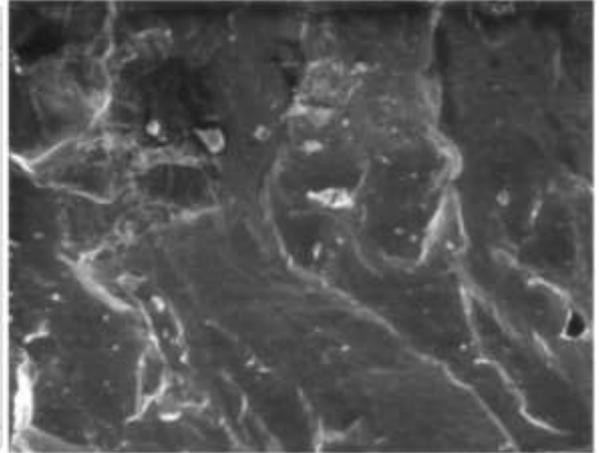
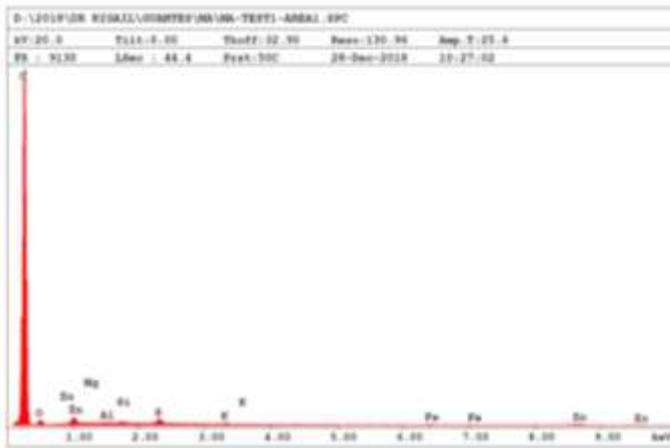
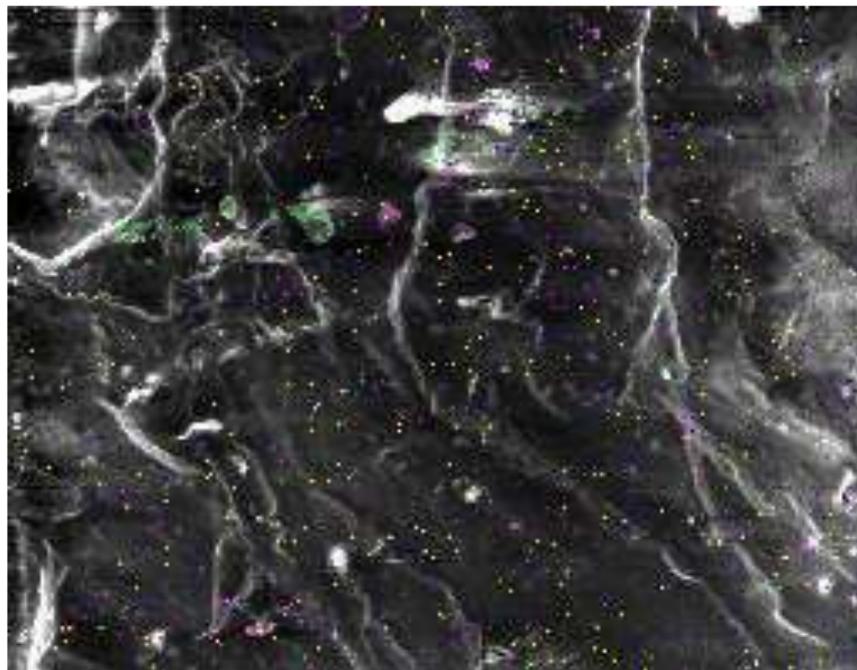


Figura 3.3 MEB de Sistema CT 100% - C30B 0.5% phr
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



SE Mg Al Si Fe

Figura 3.4 EDX de Sistema CT 100% - C30B 0.5% phr
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

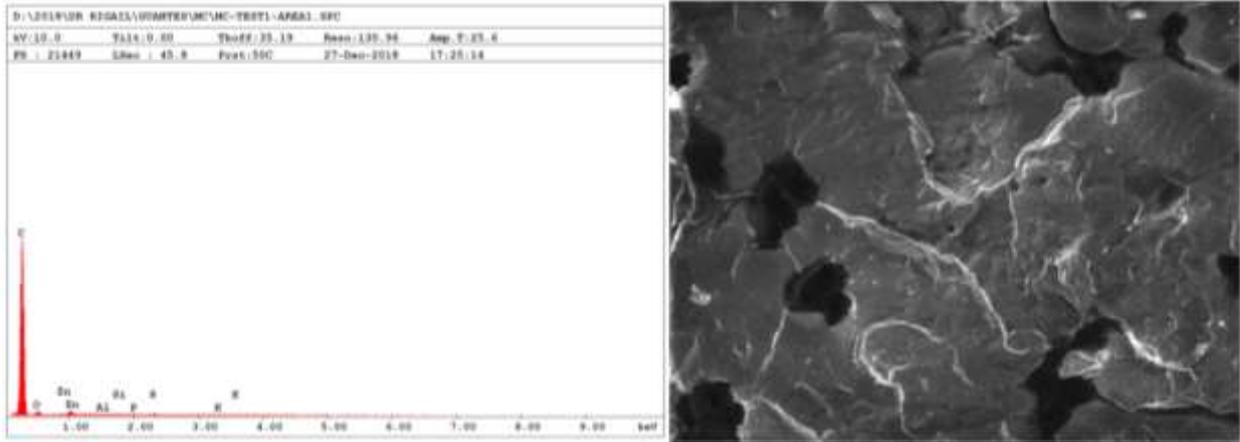
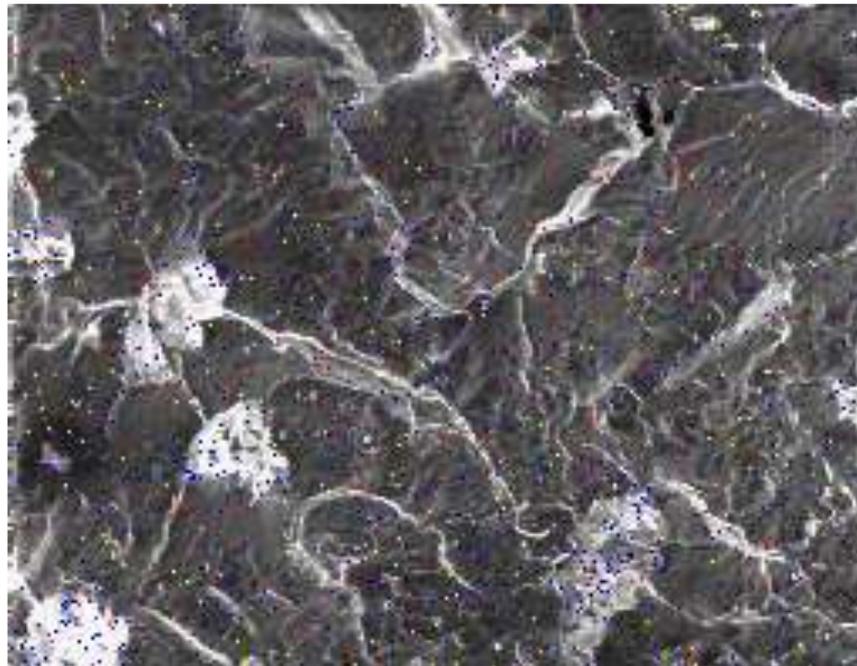


Figura 3.5 MEB de Sistema CT 100% - C30B 1.0% phr
Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



SE Zn Al Si S

Figura 3.6 EDX de Sistema CT 100% - C30B 1.0% phr
Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

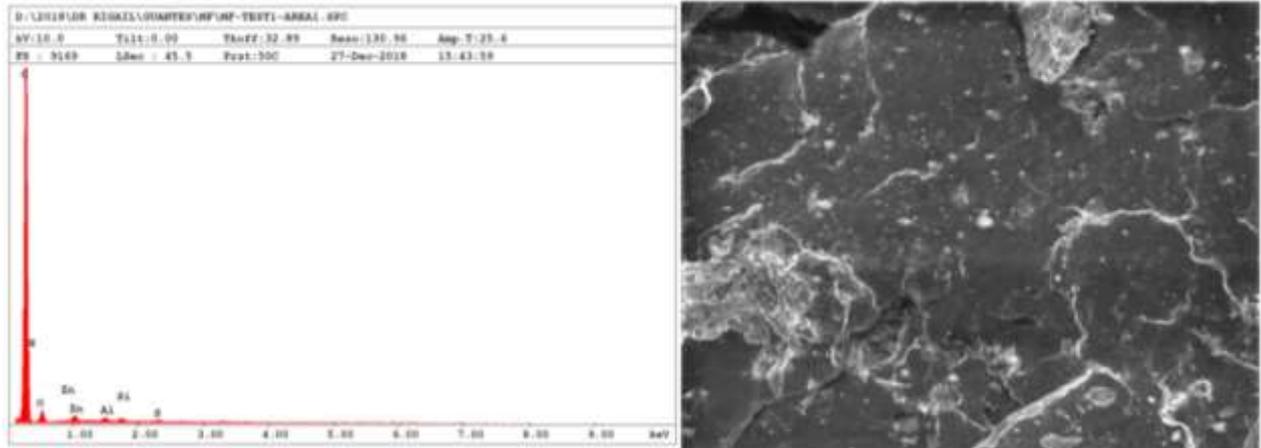
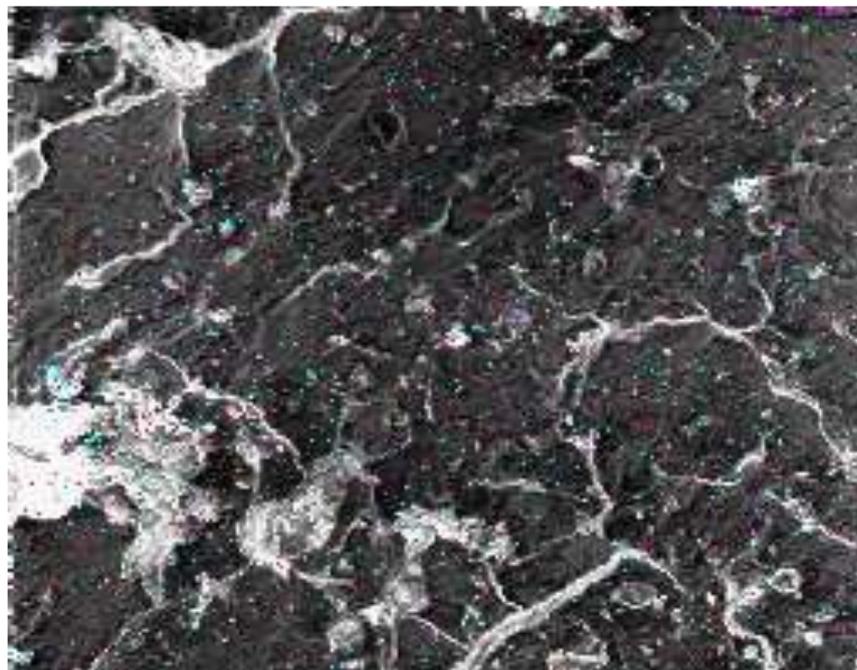


Figura 3.7 MEB de Sistema CT 100% - C30B 2.0% phr
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



SE Al Si S

Figura 3.8 EDX de Sistema CT 100% - C30B 2.0% phr
 Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

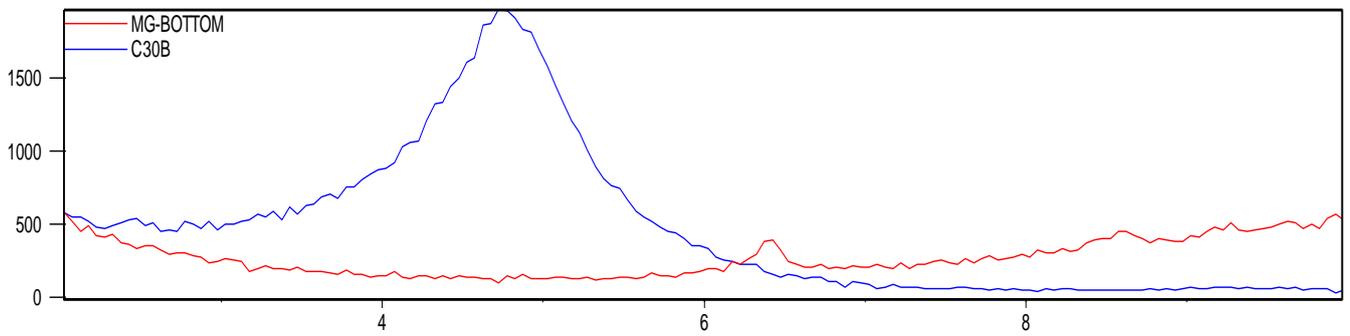
A partir de una muestra libre de nanoarcilla, se determinaron los elementos existentes en la matriz polimérica como el Carbono, Azufre, Zinc y Oxígeno. Mediante un análisis de MEB y EDX realizadas a los sistemas de Caucho tratado con refuerzos de 0.5, 1.0 y 2.0% phr de Cloisite 30B se determinó la presencia de los elementos de Silicio y Aluminio en los sistemas de Caucho tratado-Nanoarcilla propios de la Cloisite 30B.

En base a estos resultados semi cuantitativos se pudo establecer que la nanoarcilla y la matriz polimérica utilizada son compatibles entre sí permitiéndonos a su vez visualizar

una distribución intercalada y/o exfoliada de la organoarcilla en la superficie de la muestra. No se estableció una diferencia significativa en la distribución de la nanoarcilla en las 3 diferentes composiciones de Cloisite 30B, ya que en todos los sistemas existe una distribución homogénea de todos los elementos antes mencionados.

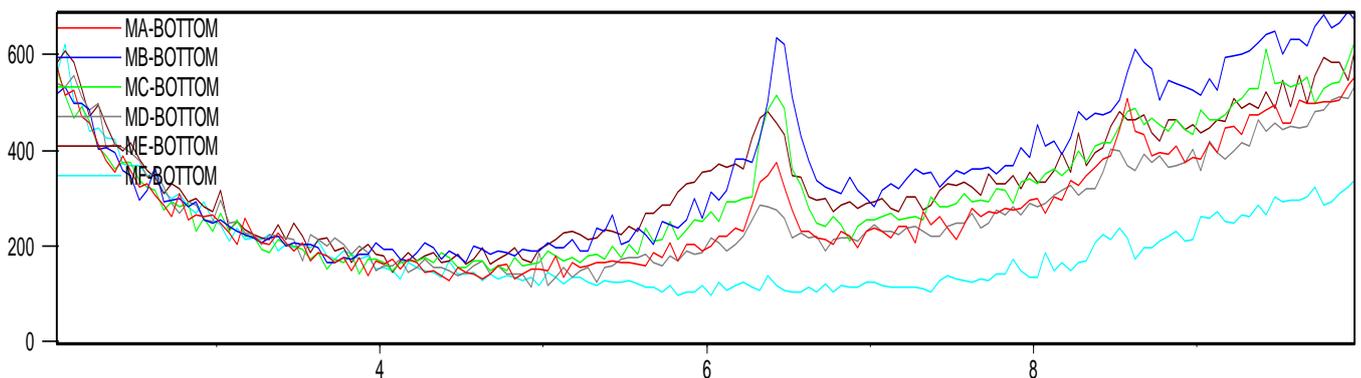
La presencia de elementos como hierro, magnesio y fósforo en las diferentes muestras pudo ser provocada a impurezas existentes en los envases de mezclado o moldes de vidrio utilizados para el curado de los films.

3.5.3 Análisis de DRX



Gráfica 3.32 Ensayo DRX para a) Caucho tratado y b) C30B

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



Gráfica 3.33 Ensayo DRX para los diferentes sistemas CT-C30B

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

Tabla 3.18 Datos de los ensayos DRX para las muestras analizadas

Muestra	Desplazamiento interlaminar (Å)	Angulo difracción (θ)	Intensidad
MA: CT 100 % - C30B 0.5 % - 2mm	13.7451	6.425	376
MB: CT 100 % - C30B 0.5 % - 3mm	13.7314	6.432	635
MC: CT 100 % - C30B 1.0 % - 2mm	13.7451	6.425	514
MD: CT 100 % - C30B 1.0 % - 3mm	13.9398	6.335	285
ME: CT 100 % - C30B 2.0 % - 2mm	13.8557	6.374	482
MF: CT 100 % - C30B 2.0 % - 3mm	13.8557	6.374	138
MG: CT 100 % - C30B 0.0 % - 3mm	13.7725	6.412	392

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

En la gráfica 3.32 se visualizó un pico característico de la Cloisite 30B en el intervalo de 4-7, con una distancia interlaminar de 18.52 Å, mientras que en el caso del compuesto de látex M10 esquematizado en la gráfica 3.32 se observa que el látex puro no presentó picos en el rango 1-6. Cuando se adicionan los agentes vulcanizantes al compuesto de látex, se observó un pico propio del látex M10, el mismo que persiste en todas las muestras. Sin embargo, no se ve el pico característico de la arcilla a 4.75 θ, lo que indica que la organoarcilla se dispersó correctamente o que no hay la suficiente cantidad de arcilla para que el equipo la pueda detectar y la intensidad sea muy elevada.

La tabla 3.18 muestra que el distanciamiento interlaminar de todas las muestras analizadas con adición de agente reforzante a la matriz polimérica se redujo de 18.5 Å a 13.75 Å aproximadamente, lo que indica que la Cloisite 30B pudo colapsar sus laminas, produciendo que en los ensayos de DRX se pueda dificultar la identificación de picos a la izquierda.

En base a los análisis de DRX realizados, se puede apreciar que la muestra MB sistema CT 100% - C30B 0.5 % phr – 2 mm espesor mostró la mejor intercalación entre las láminas de la organoarcilla, ya que presenta un mayor distanciamiento interlaminar.

CAPÍTULO 4

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1 Conclusiones

En el estudio del nanocompuesto de matriz polimérica y nanoarcilla se tuvo como punto de partida el desarrollo un film con propiedades superiores a los materiales convencionales utilizados en trabajos con alta tensión. Para ello, se aplicó toda una metodología que ayudó al desarrollo del proyecto en fases, con la finalidad de obtener resultados que nos llevaran a un análisis y de esta manera definir conclusiones, las que se detallan en las siguientes líneas.

1. Mediante un diseño experimental, se determinó la composición adecuada y el papel que cumple cada elemento requerido en la obtención del nanocompuesto caucho-arcilla. También se estableció el procedimiento a desarrollar para conseguir una adecuada homogeneidad en la mezcla y las posibles falencias durante el proceso de obtención del film, como se señala a continuación.

Con ayuda de los resultados alcanzados en las experimentaciones M1-M8 y M10-M19, se concluyó que la temperatura requerida en el proceso de vulcanizado es de 60 °C, por un lapso de 2 horas. Mediante la cual el nanocompuesto presentará una estructura ordenada y compacta. De igual modo, para las condiciones de mezclado, la velocidad de agitación (2000rpm) otorga al material una estructura intercalada y/o exfoliada de la arcilla en el polímero, por la dispersión de las partículas en la superficie de la matriz. Mientras, que con los ensayos M50-M56 se logró establecer la manera de adicionar los compuestos en el caucho durante el proceso de mezclado para evitar la formación de grumos.

2. La experimentación tenía como objetivo el desarrollo de un nanocompuesto de matriz polimérica y nanoarcilla destinados a ser utilizados como materia prima para la elaboración de elementos de protección personal de trabajos con alta tensión (15000V), no obstante, el resultado fue un material que presentó un aislamiento

eléctrico de 4985V, para ser utilizado en trabajos domésticos (220V) o industriales(1500V).La diferencia de estos valores implica que el nanocompuesto puede ser considerado como materia prima para guantes dieléctricos, puesto que cumple la normativa de tensión ASTM D120, que los categoriza como clase 0.

Se pudo demostrar que un mayor volumen de carga en la matriz polimérica provoca una mejora en las propiedades dieléctricas del material. El aumento en la concentración del agente reforzante causa un incremento en el aislamiento eléctrico, debido al camino sinuoso provocado por el nanocompuesto laminar. El material sintetizado con un refuerzo del 2.0% de C30B y con un espesor de 3 mm presentaron los mejores resultados de aislamiento eléctrico. De esta manera, con lo descrito anteriormente, se confirma la hipótesis planteada.

3. Del mismo modo, la adición de la Cloisite 30B en la matriz polimérica mejora las propiedades mecánicas y térmicas del material hasta su determinado punto de saturación con respecto al material sin refuerzo, esto debido a que bajas concentraciones de organoarcilla muestran una mejor dispersión de esta, alcanzando una alta superficie de interacción con estructuras intercaladas y/o exfoliadas.

A base de los análisis termogravimétricos, las propiedades térmicas del material aumentan considerablemente cuando se le añade una baja concentración de Organoarcilla (0.5% phr) en su estructura interna. El primer punto de degradación bajo estas condiciones presenta una temperatura superior a los materiales con una mayor concentración de agente reforzante (1.0% y 2.0% phr) en su matriz polimérica, lo que implica una mayor seguridad frente a trabajos con rangos de temperatura elevada.

De igual manera, por medio de un análisis de DSC se confirmó una mejora en la resistencia térmica del material sintetizado con respecto al material sin refuerzo, pues estas originan mayor resistencia a la descomposición térmica y mayor temperatura de cristalización a causa del alto contenido de puentes de hidrógenos.

Por otro lado, en el caso de las propiedades mecánicas, la presencia de organosilicato en el material sintetizado aumenta el módulo elástico de la matriz polimérica. De igual manera, la deformación a la rotura y el esfuerzo máximo del material aumenta con la adición del organosilicato brindando una mejor sostenibilidad frente a deformaciones elásticas del material.

4. Mediante ensayos de DRX, se pudo observar un desplazamiento de la señal del material sintetizado con agente reforzante hacia ángulos de difracción mayores en comparación con el material sin refuerzo y la C30B. Cabe destacar, que el distanciamiento laminar es inversamente proporcional al ángulo de difracción, por ello se puede concluir que el espaciamiento interlaminar de la arcilla en las muestras analizadas, sorpresivamente se redujo después de la polimerización, causado por un colapso de las láminas de silicato de la arcilla. Mayores concentraciones de agentes reforzantes en la matriz polimérica presentan intensidades de picos bajas o nulas, esto debido a la pérdida de la estructura cristalina de la arcilla lo que implica que el material posee una morfología intercalada y/o exfoliada.
5. Para corroborar la morfología intercalada y/o exfoliada del material se realizó un análisis de MEB, en el cual se comprobó la dispersión de los elementos presentes en la superficie de la matriz del polímero. Sin embargo, los ensayos EDX mostraron la presencia de algunos agregados (tactoides) coexistiendo con laminillas intercaladas y/o exfoliadas, lo cual pudo generar una incertidumbre en los ensayos de evaluación de las características finales del material. De igual forma, se puede visualizar que la presencia de agregados es mayor en los materiales que poseen más organoarcillas en su estructura.
6. Con base a los resultados obtenidos en los análisis de FTIR se puede determinar, la correcta dispersión de la arcilla en la matriz polimérica para las diferentes proporciones de refuerzo, debido a la presencia de grupos funcionales propios de la Cloisite 30B, variaciones en los fenómenos de estiramiento y flexión, y al desplazamiento de la longitud de onda de todos los grupos funcionales en los sistemas caucho-arcilla.

4.2 Recomendaciones

Para futuros trabajos, se recomienda aumentar la concentración del agente reforzante en la matriz polimérica hasta antes de alcanzar su punto de percolación, esto con el fin de aumentar las mejoras con respecto a las propiedades dieléctricas del material.

Se debe aumentar el tiempo de mezclado cuando se agregue una carga mayor al 0.5% phr C30B en látex, para favorecer la distribución de las partículas en su estructura, de igual manera se debe reducir la velocidad de agitación para evitar que el material se solidifique por el aumento de temperatura.

Se puede considerar trabajar con caucho natural u otro compuesto de látex que posea una mayor temperatura de cristalización, para que se pueda aumentar el tiempo de mezclado y la velocidad de agitación, con el fin de obtener una mejor distribución de la organoarcilla.

Previo al proceso de mezclado, se debe calentar la Cloisite 30B a una temperatura de 60°C por un lapso de 24 horas, con la finalidad de evitar la humedad que pueda llegar a afectar en la síntesis del material y posterior evaluación de las propiedades finales del mismo.

Además de los análisis de SEM, FTIR y DRX se requiere el desarrollo de un ensayo microscópico más preciso, como el análisis de Microscopio Electrónico de Transmisión (TEM) que permitirá una mejor evaluación de la distribución de la arcilla en la matriz polimérica.

Para los ensayos DRX no es recomendable limpiar la muestra con alcohol, en vista que altera la formación de los picos, resultados obtenidos por el programa.

BIBLIOGRAFÍA

- Alava Villafuerte, M., & Pacheco Condo, Y. (2017). *Desarrollo de nanocompuestos bio-elastoméricos epóxicos libres de solventes para aplicaciones industriales (Tesis de Pregrado)*. Escuela Superior Politécnica del Litoral (ESPOL), Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas, Guayaquil, Ecuador.
- Amarasiri, A., Ratnayake, U. N., De Silva, U. K., Walpalage, S., & Siriwardene, S. (2013). Natural rubber latex-clay nanocomposite: use of montmorillonite clay as an alternative for conventional CaCO₃. *Journal of the National Science Foundation of Sri Lanka*, 41(4), 293-302. doi:<http://dx.doi.org/10.4038/jnsfsr.v41i4.6258>
- ASTM D 1048. (s.f.). "Standard Specification for Rubber Insulating Blankets". Obtenido de <https://www.astm.org/Standards/D1048.htm>
- ASTM D 120. (s.f.). "Standard Specification for Rubber Gloves". Obtenido de <http://www.astm.org>.
- ASTM D 638. (s.f.). "Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics". Obtenido de <http://www.dept.aoe.vt.edu/~aborgolt/aoe3054/manual/expt5/D638.38935.pdf>
- Bellas García, R. M. (2012). *Formulación y Caracterización de Materiales Compuestos Integrados por una Matriz de Caucho Estireno-Butadieno (SBR) Reforzada con Nanoarcilla (Tesis Doctoral)*. Universidade da Coruña, Departamento de Física, Grupo de Polímeros, La Coruña, España.
- Beltran Morales, J., & Cerna Najera, A. (2016). *Propuesta para la dispersión de arcilla montmorillonita en resina epóxica (Tesis de Pregrado)*. Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas (ESIQIE), Departamento de Evaluación y Seguimiento Académico, Ciudad de México.
- Blanco Cárdenas, A. (2010). *Estudio de la dispersión y exfoliación de nanopartículas inorgánicas y modificación de polietileno con ácido itacónico aplicando ultrasonido durante la extrusión reactiva (Tesis de Maestría)*. Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA), Saltillo, México.
- Cabrera Rodríguez, B., & Humala Avila, V. (2018). *Análisis del valor de corriente debido a sobretensiones en guantes dieléctricos aplicados a media tensión (Tesis de Pregrado)*. Universidad Politécnica Salesiana, Carrera de Ingeniería Eléctrica, Cuenca, Ecuador.

- Cahueque Terreaux, R. (2012). *Diseño de una línea de inmersión para la producción de guantes a partir de látex natural en Guatemala (Tesis de Pregrado)*. Universidad Rafael Landívar, Departamento de Ingeniería Química Industrial, Guatemala.
- Carretero, J., Retsos, H., Verdejo, R., Toki, S., Hsiao, B. S., Giannelis, E. P., & López, M. A. (2008). Effect of Nanoclay on Natural Rubber Microstructure. *Journal of the American Chemical Society (ACS)*, 41(18), 6763-6772. doi:10.1021/ma800893x
- Carretero, J., Verdejo, R., Arroyo, M., & Lopez, M. A. (2009). Nuevos avances en el desarrollo de nanocompuestos elastoméricos. *Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, S2(1), 33-34. Obtenido de www.polimeros.labb.usb.ve/RLMM/home.html
- Castillo Durán, C. (2014). *Preparación y Estudio de Propiedades en Nanocompuestos de Caucho Natural con Refuerzo Híbrido de Montmorillonita y Nanotubos de Carbono de Pared Múltiple (Tesis de Grado)*. Universidad de Chile, Departamento de Química Orgánica y Fisicoquímica, Santiago, Chile.
- Castro, G. (2008). *Materiales y Compuestos Para La Industria Del Neumático*. Universidad de Buenos Aires, Departamento de Ingeniería Mecánica F.I.U.B.A., Buenos Aires, Argentina.
- Chirinos Collantes, H. (2013). *Nanocompuesto de caucho natural reforzado con arcilla* (1era ed.). Lima, Perú: Editorial Universitaria de la Universidad Nacional de Ingeniería.
- Cova Sánchez, M. (2015). *Desarrollo de nuevas formulaciones de látex sintético reforzado con nanopartículas (Tesis de Pregrado)*. Universidad Simón Bolívar , Sartenejas, Venezuela.
- Dávila, J., Galeas, S., Guerrero, V., Pontón, P., Rosas, N., Sotomayor, V., & Valdivieso, C. (2011). *Nuevos materiales: aplicaciones estructurales e industriales* (1era ed.). Quito, Ecuador: Editorial Imprefepp.
- De Sousa, F., & Scuracchio, C. H. (2012). Vulcanization behavior of NBR with organically modified clay. *Journal of Elastomers and Plastics*, 44(3), 263-272. doi:10.1177/0095244311424722
- Fernández, C., & Yebra, A. y. (2011). Técnicas de análisis pra el estudio de nanocompuestos de matriz polimérica. *Iniciación a la investigación: Universidad de Jaén*, 6(4).

- García Cubas , J., & Gildemeister Agreda, S. (2015). *Reforzamiento con arcilla de un nanocompuesto para modificar y reforzar las propiedades físico - químicas de caucho natural (Tesis de Pegrado)*. Universidad Nacional de Trujillo, Trujillo, Perú.
- García del Cid, M. A. (2017). *Nanocompuestos epoxi-arcilla: Influencia del tipo de arcilla, contenido de entrecruzante y adición de termoplástico en las propiedades (Tesis de Pregrado)*. Universidad Politécnica de Madrid, Departamento de Ciencias y Técnicas Fisicoquímicas, Madrid, España.
- García Salazar, M. (2008). *Estudio del efecto del uso de polietileno funcionalizado con aminas sobre las características morfológicas y físico-mecánicas de nanocompuestos a base de polietileno (Tesis de Maestría)*. Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA), Saltillo, México.
- González, N., Custal, M., Lalaouna, S., Riba, J. R., & Armelin, E. (2016). Improvement of dielectric properties of natural rubber by adding perovskite nanoparticles. *European Polymer Journal*, 75, 210-222. Obtenido de <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0014305715301026>
- Hin Haron, M. (2010). *Polypropylene reinforced with nanoclay cloisite®30B: Study on mechanical properties (Degree of Bachelor)*. University of Malaysia Pahang, Faculty of Chemical & Natural Resources Engineering.
- Ibarra Alonso, M. (2010). *Elaboración de Nanocompuesto PE-ardilla, a partir del Polietileno (Tesis de Maestría)*. Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA), Saltillo, México.
- Ivanoska-Dacikj, A., Bogoeva-Gaceva, G., Buzarovska, A., Gjorgjiev, I., & Raka, L. (2014). Preparation and properties of natural rubber/organo-montmorillonite: from lab samples to bulk material. *Macedonian Journal of Chemistry and Chemical Engineering*, 33(2), 249-265.
- Jarrín, E., & Cedeño, A. (2009). *Evaluación De Pinturas Anticorrosivas De Nanocompuestos A Base De Resinas Epóxicas Y Nanoarcillas (Tesis de Grado)*. Escuela Superior Politécnica del Litoral (ESPOL), Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción, Guayaquil, Ecuador.
- Jayaraj, S., Egodage, S., & Walpalage, S. (2016). Incorporation of nanoclay into field latex to develop nanoclay filled dry rubber compounds. *Journal of the National Science Foundation of Sri Lanka*, 45(2), 121-132. doi:<http://dx.doi.org/10.4038/jnsfsr.v45i2.8178>

- Joly, S., Garnaud, G., Ollitrault, R., & Bokobza, L. (2002). Organically Modified Layered Silicates as Reinforcing Fillers for Natural Rubber. *Journal of the American Chemical Society*, 14(10), 4202-4208. doi:10.1021/cm020093e
- Ludueña, L. (2006). Obtención de nanocompuestos de matriz polimérica biodegradable y arcilla comercial. *Revista SAM*, 3(3). Obtenido de <https://ri.conicet.gov.ar/handle/11336/41704>
- Macêdo, J., Corrêa, C., Reis, N., Rezende, E., Evangelista, J., & Ferrareso, L. (Mayo de 2015). Estudio de la inflamabilidad del nanocompuesto polimérico poliestireno/caolinita. *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 16(3), 173-179.
- Méndez García, J. (2015). *Efectos de la compatibilización de aditivos del tipo glicidil metacrilato en propiedades finales de sistemas híbridos polipropileno/órganomontmorillonita mezcladas en fundido (Tesis de Maestría)*. Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C., Mérida, Yucatán, México. Obtenido de <https://cicy.repositorioinstitucional.mx/jspui/handle/1003/1193>
- Nalini, R., Nagarajan, S., & Reddy, B. S. (2013). Polypropylene-blended organoclay nanocomposites – preparation, characterisation and properties. *Journal of Experimental Nanoscience*, 8(4), 480-492. doi:<https://doi.org/10.1080/17458080.2011.597436>
- Nazir, M., Kassim, M., Mohapatra, L., Gilani, M., Raza, M., & Majeed, K. (2016). Characteristic Properties of Nanoclays and Characterization of Nanoparticulates and Nanocomposites. En M. Jawaid, A. Qaiss, & R. Bouhfid, *Nanoclay Reinforced Polymer Composites: Nanocomposites and Bionanocomposites* (1era ed., págs. 35-55). Singapur: Editorial Springer Science+Business. doi:10.1007/978-981-10-1953-1
- Neira, G., Barrera, M., & Mejía, I. (2007). Preparación de nanocompuestos de polímero/silicato usando bentonitas colombianas modificadas. *Scientia Et Technica*, XIII(36), 591-595.
- Porta, G. (2007). *Obtención y caracterización mecánica de películas multicapas en base EVOH para envases de alimentos (Trabajo de fin de carrera)*. Universitat Politècnica de Catalunya (UPC), Departamento de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica, Barcelona, España. Obtenido de <https://upcommons.upc.edu/handle/2099.1/4516>

- Quiñones Jurado, Z. (2009). *Modificación e incorporación de nanoarcillas en la polimerización in situ de ϵ -caprolactama (CPL) vía extrusión reactiva (Tesis Doctoral)*. Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA), Saltillo, México.
- Sahu, R. K., & Patra, K. (July de 2014). Characterisation of Tensile Behaviour of a Dielectric Elastomer at Large Deformation. *Journal of The Institution of Engineers (India)*, 95, 207-212. doi:10.1007 / s40032-014-0119-z
- Sánchez Mejía, S. (2012). *Procesamiento en Fundido de Nanocompuestos de ABS/Montmorillonita (Tesis de Posgrado)* . Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S.C. (CIMAV), Departamento de Ingeniería y Química de Materiales, Chihuahua, México.
- Urrego Yopez, W. (2014). *Efecto del sistema de vulcanización en la cinética de reacción y en las propiedades físico químicas de un caucho natural colombiano*. Escuela de Administración, Finanzas e Instituto Tecnológico (EAFIT), Grupo de investigación en materiales de ingeniería, Medellín, Colombia.
- Urrego, W., Velásquez, S., Giraldo, D., & Posada, J. (2017). Revisión-Efecto del sistema de vulcanización en la red entrecruzada y en la reacción química de vulcanización del caucho natural. *Revista EIA*, 14(28), 99-115. doi:<https://doi.org/10.24050/reia.v14i28.1144>
- Velázquez Infante, J. (2012). *Relación estructura-propiedades de films de nanocompuestos de PLA (Tesis Doctoral)*. Universitat Politècnica de Catalunya (UPC), Departamento de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica, Barcelona, España.
- Villanueva Redón, M. (2009). *Materiales Nanocompuestos Basados en Polietileno y Filosilicatos. Laminas Obtenidos por Mezclado en Fundido. Estructura y Propiedades (Tesis Doctoral)*. Universitat Jaume I, Departamento de Ingeniería de Sistemas Industriales y Diseño, Castellón, España.
- Zakir, K., Sharif, N., Dafader, N. C., Haque, M. E., & Sarwaruddin, A. M. (2013). Physicochemical, Thermomechanical, and Swelling Properties of Radiation Vulcanised Natural Rubber Latex Film: Effect of Diospyros peregrina Fruit Extracts. *Journal of Polymer Science*. doi:10.1155/2013/621352

ANEXOS

ANEXO A: DISEÑO EXPERIMENTAL



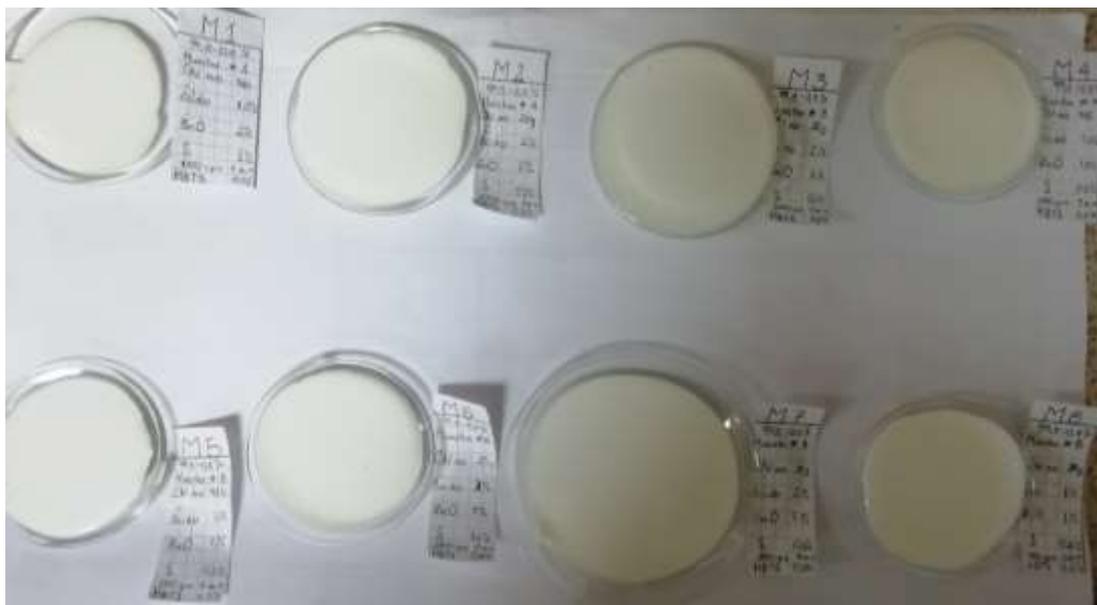
a)



b)

Anexo A1: Proceso de preparación de la muestra a) Curado y b) Secado

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



Anexo A2: Muestras de experimentación M1 – M8

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



Anexo A3: Visualizaciones de la muestra M10-M20

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas





Anexo A4: Muestras de la experimentación M30-M37
Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

ANEXO B: ENSAYOS Y ANÁLISIS DE LAS MUESTRAS



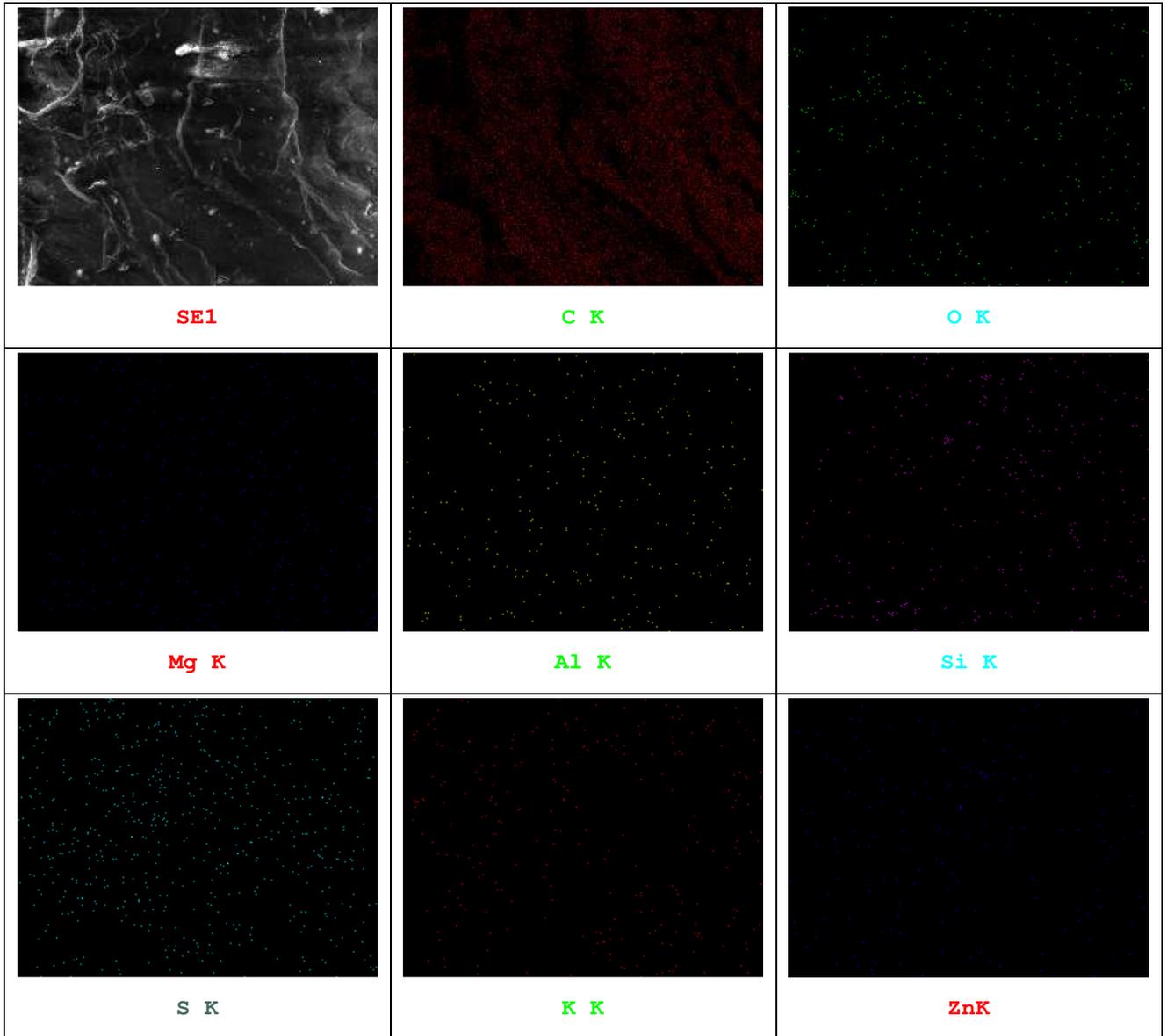
Anexo B1: Films MA (0.5% phr C30B-2 mm) y MB (0.5% phr C30B-3 mm)
Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



Anexo B2: Probetas para los ensayos de tracción muestra MA
Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas

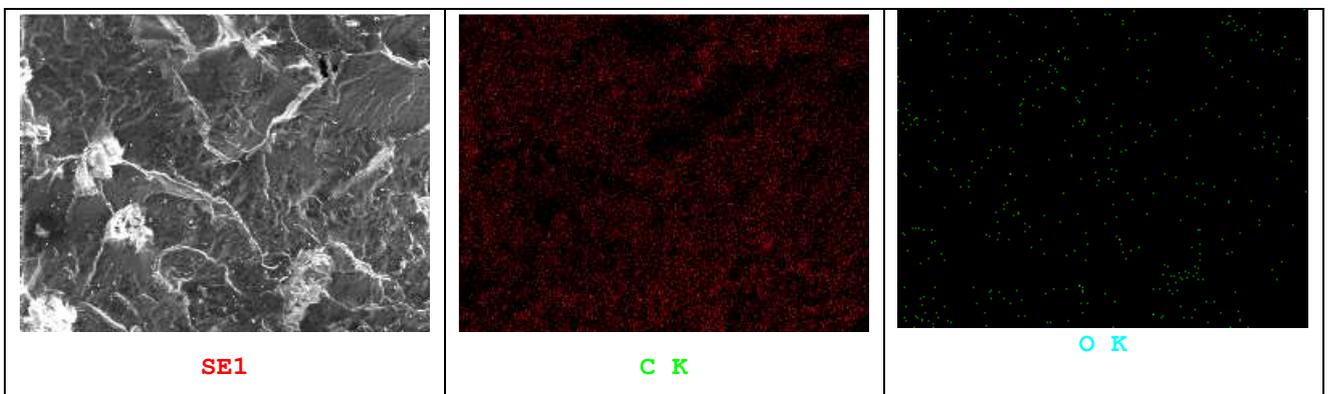


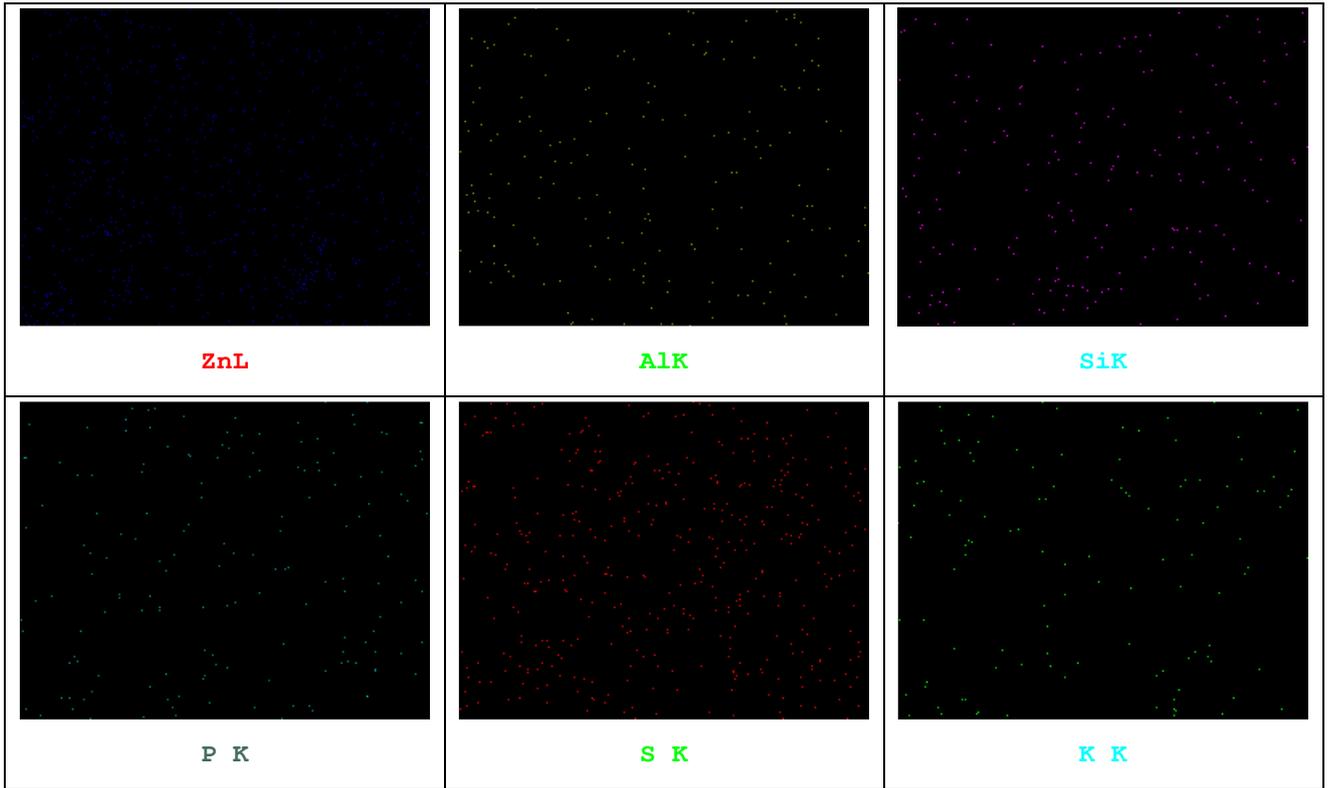
Anexo B3: Ensayos de resistencia eléctrica muestra MB
Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



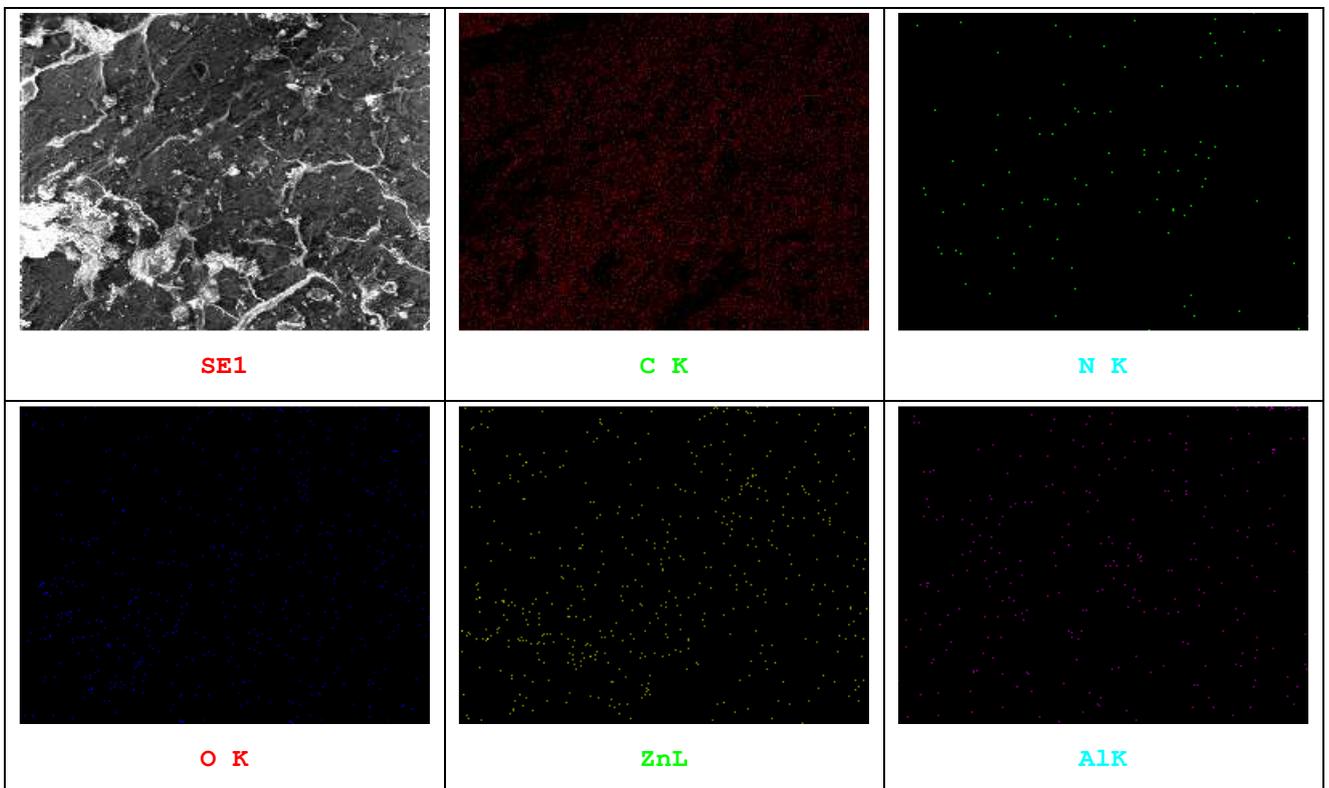
Anexo B4: EDX de elementos presentes CT100% - 0.5%C30B

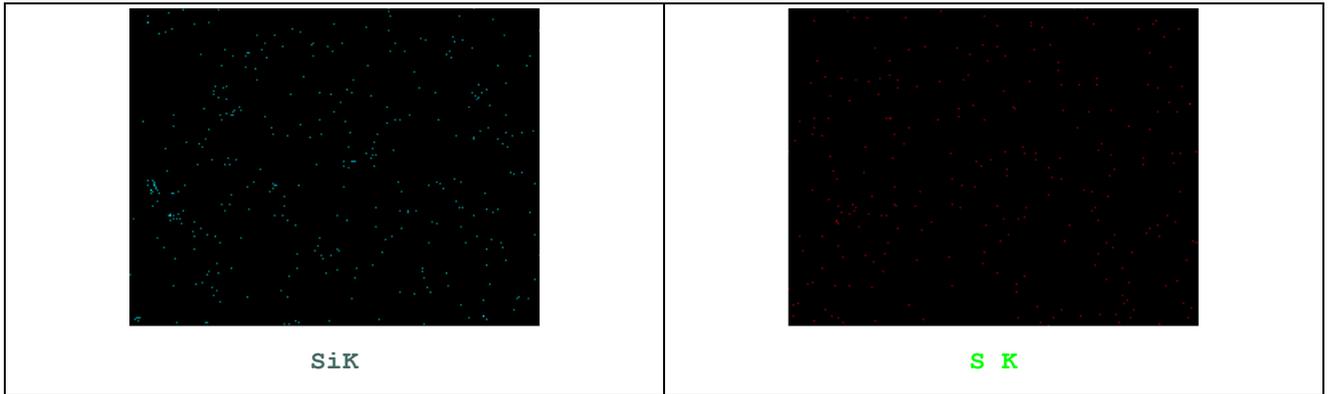
Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas





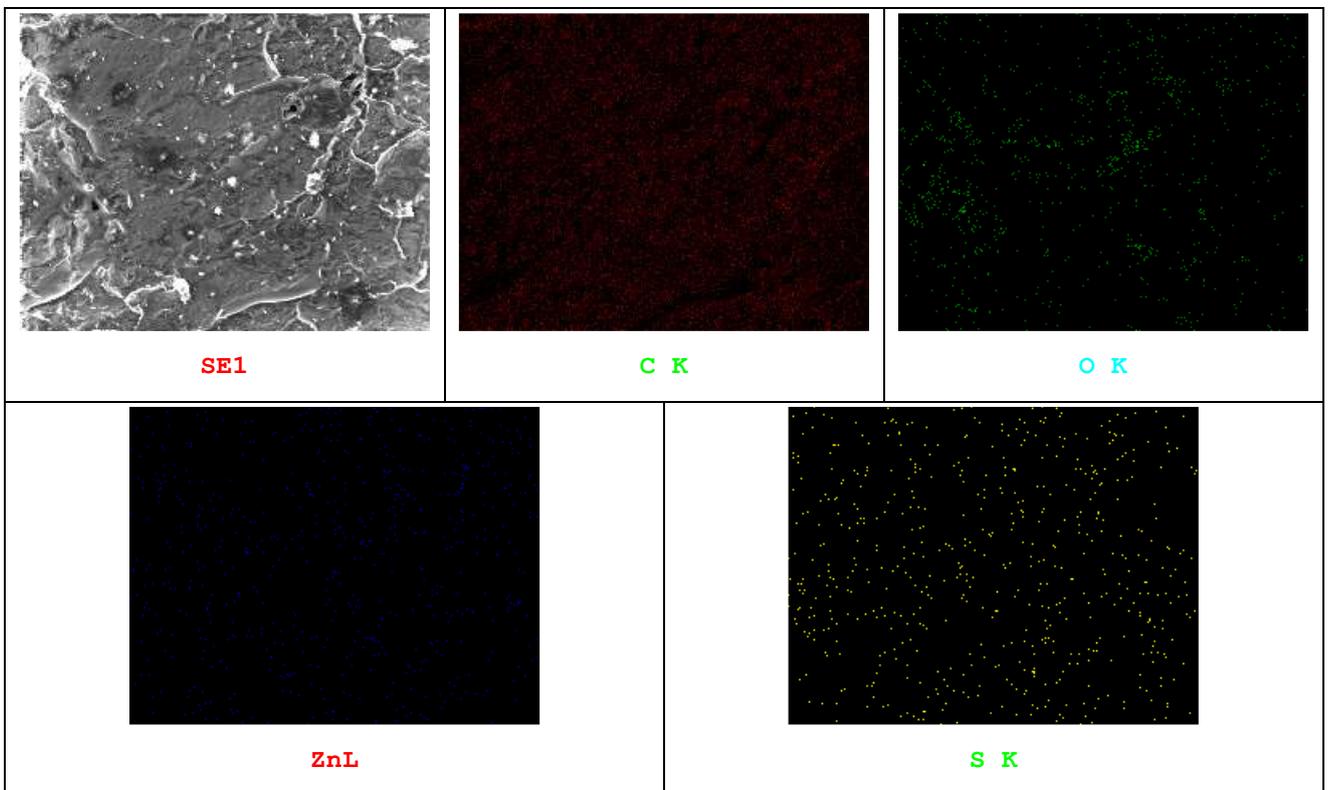
Anexo B5: EDX de elementos presentes CT100% - 1.0%C30B
Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas





Anexo B6: EDX de elementos presentes CT100% - 2.0%C30B

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas



Anexo B7: EDX de elementos presentes C30B

Fuente: Ángel Pacalla y Adriana Vargas