

# APLICACIÓN DE NUEVAS ORGANOARCILLAS EN EL DESARROLLO DE PINTURAS EPOXICAS ANTICORROSIVAS

Marco Guevara Sánchez <sup>(1)</sup>, Marcelo Tomala Láinez <sup>(2)</sup>, Andrés Rigail Cedeño, M.Sc <sup>(3)</sup>.

Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción

Escuela Superior Politécnica del Litoral (ESPOL)

Campus Gustavo Galindo, Km 30.5 vía Perimetral

Apartado 09-01-5863. Guayaquil-Ecuador

M.Sc. Materials Science, especialización en Polímeros,

University of Connecticut, 2003, Profesor de la ESPOL desde 2003<sup>(3)</sup>.

[miguevara@espol.edu.ec](mailto:miguevara@espol.edu.ec) <sup>(1)</sup>, [ftomala@espol.edu.ec](mailto:ftomala@espol.edu.ec) <sup>(2)</sup>, [arigail@espol.edu.ec](mailto:arigail@espol.edu.ec) <sup>(3)</sup>

## Resumen

*En los actuales momentos la tecnología de los recubrimientos ha tenido un avance muy grande debido a las diferentes investigaciones que se realizan en todo el mundo, especialmente a nivel nanométrico por lo que se han enfocado en la necesidad de desarrollar nuevos materiales poliméricos de alto desempeño. Estos materiales los cuales han sido modificados a nivel nanométrico son requeridos para fabricar recubrimientos con características mecánicas, térmicas y anticorrosivas únicas y superiores a los del compuesto original, serán necesarias para resistir condiciones ambientales agresivas. Este tipo de desafíos han atraído a investigadores e industrias de todo el mundo hacia el nuevo campo de los polímeros híbridos "orgánicos-inorgánicos". Para este proyecto se utilizan 2 tipos de arcillas tipo montmorillonita tratadas con un surfactante o inhibidor volátil de corrosión. Se fabricarán mezclas con un porcentaje de 3% de nanoarcilla a tres concentraciones diferentes de VCI: 0,1 CEC, 0,5 CEC y 1 CEC. Posteriormente se evaluarán sus propiedades térmicas mediante un Análisis Termogravimétrico (TGA) y por Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), luego se analizará los cambios en la estructura molecular mediante Espectrografía Infrarroja por Transformadas de Fourier (FTIR) y finalmente se comprobara si existió una intercalación o exfoliación de las nanoarcillas en la matriz polimérica mediante la Difractometría de Rayos X (XRD). Con este proyecto, se espera optimizar el rendimiento en uso de las pinturas anticorrosivas y así obtener un mayor beneficio alargando la vida útil de las mismas y por ende la vida útil de las estructuras a las cuales protegen.*

**Palabras Claves:** Nanométrico, polímeros híbridos, montmorillonita, nanoarcilla.

## Abstract

*At the present time the coating technology has advanced very large due to the different research being conducted around the world, especially at nanometric level so have focused on the need to develop new high-performance polymeric materials. These materials which have been modified nanometer level are required to produce coatings with mechanical, thermal and corrosion unique and superior to the parent compound, will be needed to resist harsh environmental conditions. Such challenges have attracted researchers and industry around the world to the new field of polymer hybrid "organic-inorganic". For this project uses two types of montmorillonite type clay treated with a surfactant or volatile corrosion inhibitor. Mixtures will be produced at a rate of 3% nanoclay at three different concentrations of VCI: 0.1 CEC, 0.5 CEC and CEC 1. Subsequently evaluate their thermal properties by thermogravimetric analysis (TGA) and Differential Scanning Calorimetry (DSC), then analyze the changes in molecular structure by Infrared Spectroscopy Fourier Transform (FTIR) and finally see if there was an intercalation or exfoliation of nanoclay in the polymer matrix by X-ray diffraction (XRD). This project is expected to optimize performance in use of antifouling paints and get a greater benefit extending the life of the same and therefore the life of the structures that protect.*

**Keywords:** Nanometer, hybrid polymers, montmorillonite, nanoclay.

## 1. Introducción

Se puede establecer que la nanotecnología es el diseño, caracterización y aplicación de estructuras, dispositivos y sistemas complejos mediante el control de la forma, el tamaño y las propiedades de la materia a escala nanométrica puesto que el termino nanotecnología abarca un amplio rango de

herramientas, técnicas y potenciales aplicaciones. El prefijo nano en ciencia y tecnología quiere decir ( $10^{-9}$ ). Se puede establecer dos tipos de nanotecnologías para producir materiales nanoestructurados tal como el **Top-down** o de arriba-abajo y el **Bottom-up** o de abajo-arriba.

La aplicación de nanoarcillas como aditivos en recubrimientos es un campo muy prometedor con un

gran potencial de desarrollo tecnológico en el campo de nanocompuestos de polímeros. De las investigaciones previas en pinturas anticorrosivas se determinó un gran potencial para mejorar su rendimiento anticorrosivo. Este proyecto de graduación pretende utilizar un nuevo tipo de organoarcillas tratadas con un surfactante llamado Carboxilato de amina.

El presente proyecto de graduación consiste en la elaboración de Nanocompuestos de resinas epóxicas, reforzadas con arcillas tipo montmorillonitas modificadas a nivel nanométrico con un inhibidor volátil de corrosión. Lo que se busca es desarrollar un procedimiento para la elaboración de films con estas arcillas, para encontrar las concentraciones óptimas con el fin de mejorar las propiedades finales, como las propiedades de barrera de los nanocompuestos que se mejoran con una correcta dispersión de las nanoarcillas dentro de una matriz epóxica, lo cual es indispensable para producir recubrimientos que sean más resistentes contra la corrosión.

Las nanopartículas más utilizadas hasta la fecha son las derivadas del mineral natural montmorillonita; que son materiales de naturaleza hidrofílica, tratadas superficialmente con sales de amonio o en nuestro caso un surfactante llamado Carboxilato de amina para hacer la organoarcilla compatible con los materiales poliméricos. El mineral disperso forma plaquetas con una alta relación de aspecto, las cuales actúan como buenas barreras al flujo de gases y vapores.

Los nanocompuestos poliméricos fueron desarrollados en los laboratorios de investigación y desarrollo de Toyota. Por ello, las primeras aplicaciones de estos novedosos materiales fueron en el campo automotriz (21). Por definición, los nanocompuestos son materiales bifásicos, donde al menos uno de ellos se encuentra dentro del rango nanométrico ( $10^{-9}$ m). Los nanocompuestos poliméricos son en esencia, polímeros reforzados con partículas, las cuales pueden ser esféricas (3 dimensiones nanométricas), tubulares (2 dimensiones nanométricas) y laminares (1 dimensión en el rango nanométrico). Esta última, es la forma más adecuada para obtener un máximo rendimiento.

No obstante, el mayor inconveniente es que la mezcla física entre un polímero convencional y las partículas de arcilla no forma a priori un nanocompuesto. Dependiendo de la naturaleza de los componentes, se pueden obtener tres tipos básicos de nanocompuestos, (1) los cuales pueden ser aglomerado, intercalado y exfoliado. Para la elaboración de Nanocompuestos es necesaria una correcta dispersión de las nanoarcillas en la matriz

epóxica, lo cual se logra mediante la Polimerización in-situ que se aplica en nuestro caso.

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

## 2. Materiales y Métodos.

### Materiales y Equipos.

Los reactivos y materiales necesarios para fabricar nanocompuestos basados en resinas epóxicas y nanoarcillas son: Resina epóxica EPON 828, compuesto derivado a partir de un difenol, conocido químicamente como DGEBA. Agente de Curado Jeffamine D230 por HUNSTMAN CORPORATION. Arcilla Cloisite Na, por Southern Clay Products Inc, es una arcilla natural tipo montmorillonita. Nanoarcilla Cloisite 20A, es una arcilla natural tipo montmorillonita modificada con una Sal de Amonio Cuaternario (2M2HT, dimethyl, dihydrogenated tallow, Amonio cuaternario). Surfactante Carboxilato de amino (RM- 210), es un inhibidor de corrosión orgánico, que ha sido utilizado en pinturas, desengrasantes, fundas plásticas, limpiadores para metales, de aspecto sólido cristalino.

Los equipos y accesorios necesarios para fabricar y aplicar los nanocompuestos en los moldes de polietileno y sobre las placas de teflón son: Balanza Electronica, con una precisión de 0.1 mg (0.0001 g). Agitador Magnético, con estabilizador de temperatura a 30 °C. Agitador mecánico a un rango de velocidad de 60 rpm.

### Procedimientos.

Una vez obtenidos todos los materiales, reactivos, equipos y accesorios antes nombrados se procede a fabricar los nanocompuestos basados en resinas epóxicas y nanoarcillas, pero antes de proceder a fabricar los nanocompuestos se realiza un tratamiento a las arcillas tipo cloisite Na y cloisite 20A, es decir nuestro proyecto se divide en dos partes la cuales se detallan a continuación:

- La primera parte destinada a mostrar el tratamiento que se realiza a las arcillas tipo cloisite Na y cloisite 20A.
- La segunda parte encaminado a la fabricación de los compuestos tradicionales y los nanocompuestos.

Todos los nanocompuestos serán curados en una estufa a una temperatura de 30°C en un ambiente controlado.

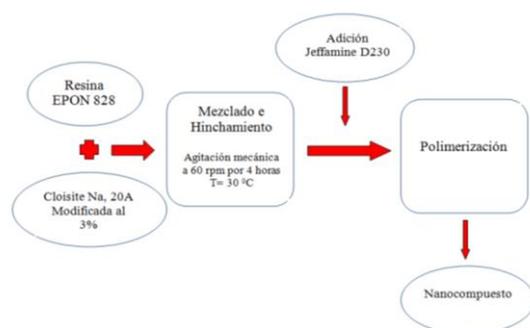
La primera parte de este proyecto hace referencia al lavado que se realiza solamente a la Cloisite 20A debido a que esta presenta iones Cloruro en su estructura, los cuales son necesarios eliminar. Luego de realizar este lavado se procede a tratar o modificar las cloisites Na y 20A con el Surfactante Carboxilato de Amina mediante el método seco. Las organoarcillas obtenidas con este método se pueden apreciar en la siguiente tabla.

**Tabla 1.** Tipos de Nanoarcillas

Modificadas	
CNa 1 CEC CA	C20A 1CEC CA
CNa 0.5 CEC CA	C20A 0.5 CEC CA
CNa 0.1 CEC CA	C20A 0.1 CEC CA
No Modificadas	
Cloisite Na	Cloisite 20A (lavada)

La segunda parte de nuestro proyecto está enfocado a la fabricación de los compuestos tradicionales y de los nanocompuestos, para la fabricación de los compuestos tradicionales (sin refuerzo) se usó la resina EPON 828 y el agente curador Jeffamine D230. La relación de mezcla que utilizamos para la fabricación de los compuestos fue de un Phr 32, es decir necesitamos 32 partes de Jeffamine D230 para que reaccionen con 100 partes por peso de la resina EPON 828. Se fabricaron un total de tres compuestos, de los cuales dos son circulares con un diámetro de 32 mm y un espesor de 0.5 mm, y un rectangular de 60 x 15 mm. Este compuesto tradicional se lo denominó como “Epoxy Amine”.

Un esquema básico describiendo la secuencia usada para fabricar los nanocompuestos se ilustra en la Figura 1 mostrada a continuación.



**Figura 1.** Esquema del proceso de fabricación de los nanocompuestos.

Para la fabricación de los nanocompuestos se usó la resina EPON 828, el agente curador Jeffamine D230, y las cloisites Na, 20A modificadas y sin modificar con el carboxilato de amina, es decir los tipos de nanoarcillas representadas en la tabla 1. El procedimiento para la elaboración de todas las muestras de Nanocompuestos es el mismo, independiente del tipo de nanoarcilla y de las cantidades a utilizar.

Las relaciones de mezcla entre el epóxico y el curador que se utilizaron para la preparación de los nanocompuestos fueron de 22, 32, 42 y 52 phr. Para la relación de mezcla de 32 phr, se mezcló el epóxico con 0.1, 0.5 y 1 CEC-CA – Na y 20A, y con su respectiva cantidad de amina. Luego para los 22, 32, 42 y 52 phr mezclamos el epóxico solamente con el 0.5 CEC-CA – Na y 20A, y con sus respectivas cantidades de aminas. Cabe recalcar que solamente para la relación de mezcla de 32 phr se utilizó la cloisite Na y 20A sin modificar.

Una vez pesadas ambas partes la resina epoxica y la organoarcilla, se procedió a calentar la resina epóxica hasta 30°C, con el fin de disminuir su viscosidad, este calentamiento se lo realizo a baño María, luego se añadió el porcentaje requerido de nanoarcilla, y se mezclaron mediante un agitador mecánico a bajas revoluciones de 60 rpm por 4 horas, el proceso de mezcla se realizó en un vaso de precipitación de 100 ml. Una vez terminado el proceso de mezcla se dejó reposar durante una hora a temperatura ambiente de laboratorio que fue de 21 °C con el propósito de que se remueva las burbujas producidas durante la mezcla. Luego se añadió la relación estequiométrica de agente de curado a la mezcla epóxico-nanoarcilla, al igual que con el compuesto tradicional, este proceso se lo realizó a una temperatura ambiente de laboratorio de 21.5 °C por 15 minutos, luego de este último proceso de mezcla se dejó reposar por 10 minutos.

Una vez preparadas las mezclas, se procedió a aplicarlas en los moldes hechos de polietileno los cuales tenían como base una placa de teflón, el curado de estos compuestos y nanocompuestos se lo realizo en una estufa a 30 °C durante 18, 36, 72 y 168 horas, tiempo en el cual estos compuestos y nanocompuestos fueron caracterizados.

Para cada nanocompuesto se fabricó un total de tres muestras, de las cuales dos son circulares con un diámetro de 32 mm y un espesor de 0.5 mm, y una rectangular de 60 x 15 mm.

A continuación se puede apreciar una tabla con los diferentes tipos de nanocompuestos fabricados con su respectiva denominación.

**Tabla 2.** Nanocompuestos fabricados.

Phr	Nanocompuestos
22	Epoxy Amine (Na o 20A) 0.5 CEC CA
32	Epoxy Amine (Na o 20A)
	Epoxy Amine (Na o 20A) 1CEC CA
	Epoxy Amine (Na o 20A) 0.5 CEC CA
42	Epoxy Amine (Na o 20A) 0.1CEC CA
52	Epoxy Amine (Na o 20A) 0.5 CEC CA

**Pruebas a realizarse.**

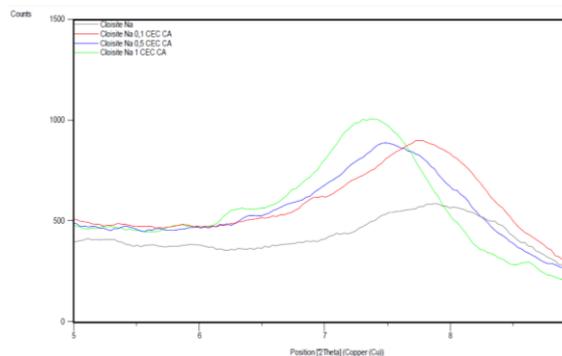
Se evaluarán sus propiedades térmicas mediante un Análisis Termogravimétrico (TGA) y por Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), luego se analizará los cambios en la estructura molecular mediante Espectrografía Infrarroja por Transformadas de Fourier (FTIR) y finalmente se comprobara si existió una intercalación o exfoliación de las nanoarcillas en la matriz polimérica mediante la Difractometria de Rayos X (XRD).

**3. Análisis de Resultados**

**3.1 Análisis XRD.**

**Análisis de la Cloisite Na y de los nanocompuestos formados con esta arcilla.**

El XRD se utilizo para determinar las posiciones, forma e intensidad de los planos de difracción de las partículas laminares de las arcillas tratadas y de los nanocompuestos elaborados. En la Figura 2 se muestra la comparación de la arcilla Cloisite Na con los diferentes tratamientos a 0.1, 0.5, y 1 CEC, de carboxilato de amino, se observa un leve desplazamiento hacia la izquierda de las arcillas tratadas, indicando que cuando aumenta la concentración de CA, hay un pequeño incremento en el espacio basal, lo que podría ser vista como una pequeña intercalación, hay un leve cambio entre la Cloisite Na Pura y la tratada a 1 CEC CA, con espacios basales de 11.25 Å y 12 Å respectivamente, por lo cual a esta concentración se obtiene el mayor incremento. Este resultado puede estar relacionado con un mayor grado de intercambio de los cationes sódicos por el surfactante.



**Figura 2.** XRD de la cloisite Na, a 0,1CEC/0,5CEC/1CEC CA en el rango de 5° a 9° (2θ).

El espectro de difracción de rayos X compara el efecto de cada concentración de CEC CA en epoxy amine curado a 30 °C durante 7 días en un horno. A menor cantidad de CA se intercalan mejor los monómeros epoxicos en las capas. El d-spacing se incrementa cuando la cantidad de CA disminuye en el sistema, tal como ocurre con el nanocompuesto Epoxy amine Na 0.1 CEC CA, y tal como se observa en la siguiente tabla.

**Tabla 3.** d-spacing de Epoxy-Amine CNa

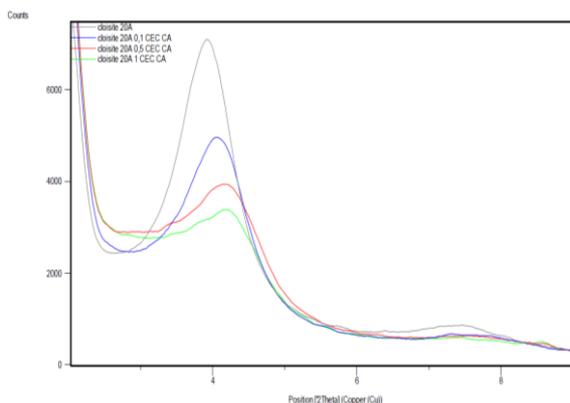
	# Picos	d-spacing (Å)	Posición 2 (Theta)
Epoxy amine	1	--	--
Epoxy-amine Na	1	≈ 13.5	6.54
Cloisite Na		11.24	
Epoxy-amine Na 0.1 CEC CA	1	14.3	6.16
Cloisite Na – 0.1 CEC CA		11.38	
Epoxy-amine Na 0.5 CEC CA	1	13.8	6.38
Cloisite Na- 0.5 CEC CA		11.78	
Epoxy-amine Na 1 CEC CA	1	12.4	7.11
Cloisite Na 1 CECA CA		12.01	

El incremento en la cantidad de CA debería saturar la intragaleria y dificultaría el ingreso de los monómeros epoxídicos en la intragaleria. Por esta razón, menos cantidad de CA permite que más monómeros epoxi se pre intercalen en las arcillas y no haya suficiente incremento del espacio basal d-spacing, como resultado se está creando un compuesto convencional en este sistema de epoxy amina CNa y pobres sistemas intercalados están ocurriendo cuando los sistemas incluyen CA.

### Análisis de la Cloisite 20A y de los nanocompuestos formados con esta arcilla.

En la figura 3 se encuentra la cloisite 20A lavada y con los diferentes tratamientos a 0.1, 0.5, y 1 CEC, de carboxilato de amino, se puede observar una ligera disminución en el espacio interlaminar de la cloisite 20A debido al tratamiento realizado. En la zona entre 2° y 3,5° en las cloisites tratadas a 0.5 y 0.1 CEC CA se presencia una interacción entre el carboxilato de amino y la cloisite 20A, debido a que se observó que a medida que aumenta la cantidad de CA se va creando un ligero pico en dicha zona.

Se puede apreciar la disminución del espacio basal de la cloisite 20A que va de 22.48967 Å a 21.74755 Å, 21.17392 Å, y 21.10387 Å correspondiente a los tratamientos de 0.1, 0.5, y 1 CEC respectivamente, estos valores comparados con el de referencia indicarían que no ha existido una afinidad significativa.

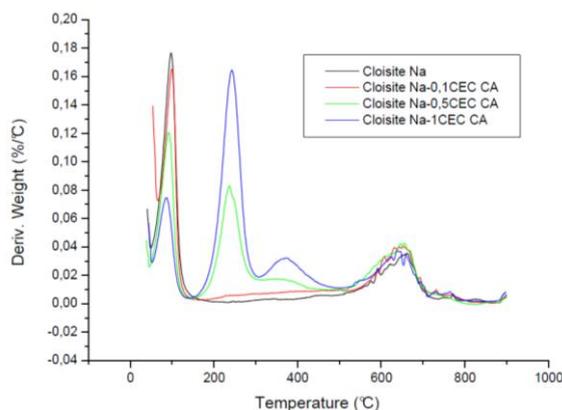


**Figura 3.** XRD de la cloisite 20A, a 0,1CEC/ 0,5CEC/ 1CEC CA en el rango de 5° a 9° (2θ).

### 3.2 Análisis Termo Gravimétrico (TGA).

#### Análisis de la Cloisite Na y de los nanocompuestos formados con esta arcilla.

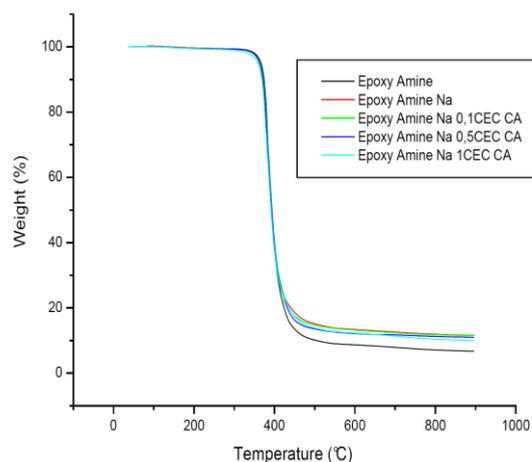
La figura 4 muestra la derivada de %W/°C de las curvas de TGA. Los resultados muestran que hay una menor degradación de masa tan pronto como la cantidad de CA es mayor. Por lo tanto, hay menor absorción de agua cuando la concentración de CA es mayor y la hidrofobicidad de la arcilla se incrementa también. La degradación que ocurre alrededor de los 250 °C se debe al CA presente en el CNA. Como era de esperar, hay más cantidad de la degradación de la masa cuando la arcilla tiene la mayor concentración de CA. Sin embargo, todavía hay una pequeña cantidad de pérdida de masa entre 300 y 400 °C. Esto se debe a un insertado de CA en las capas de la Cloisite Na.



**Figura 4.** Derivadas de las curvas de descomposición térmica de todas las cloisite Na

En la tabla 4 se muestran todas las temperaturas de Degradación Td de los nanocompuestos Na, como se observa en la tabla se ha tomado el valor de la temperatura cuando el nanocompuesto a perdido el 5% de su masa debido a que en varios artículos a este valor la pintura se empieza a degradar y se lo ha tomado como referencia para nuestro proyecto.

En la figura 5 se observa el TG del compuesto epoxi-amino el cual al perder el 5% de su masa tiene una temperatura de degradación de 366.84 °C, lo cual nos sirve como referencia para la comparación con los nanocompuestos.



**Figura 5.** TGA de los nanocompuestos fabricados con cloisite Na y CA

**Tabla 4.** Temperatura de degradación Td de los diferentes compuestos

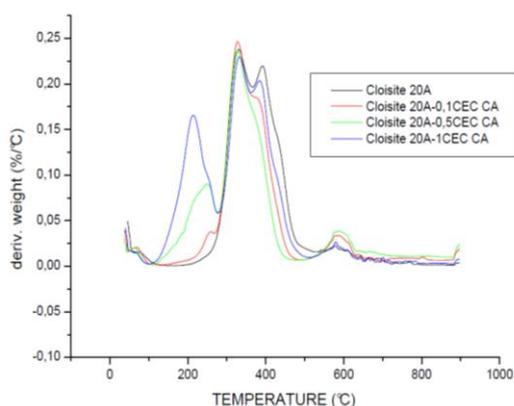
	Perdida de masa (%)	Td(°C)
Epoxy Amine	5	366,84
Epoxy Amine Na	5	363,7
Epoxy Amine Na 0,1 CEC CA	5	364,11

Epoxy Amine Na 0,5 CEC CA	5	362,90
Epoxy Amine Na 1 CEC CA	5	359,36

### Análisis de la Cloisite 20A y de los nanocompuestos formados con esta arcilla.

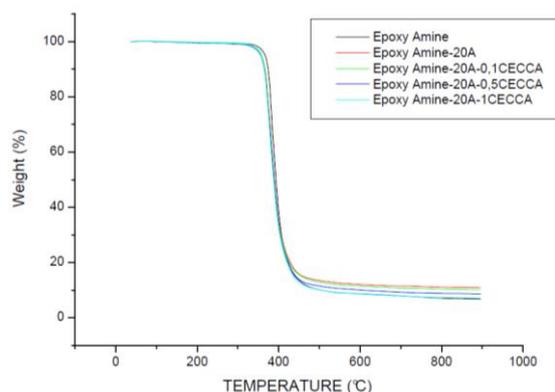
En la figura 6 se muestra la derivada de %W/°C de las curvas de TGA, se observa que alrededor de 100°C no existe pico indicando la no presencia de agua, debido a esto el ingreso del CA a las capas de la arcilla es más fácil porque este es químicamente parecido al alquilamonio por las cadenas de CH.

La presencia de picos entre 200 y 300 °C se debió al surfactante CA que se encuentra en la superficie de la cloisite 20A, valores entre 300 y 500 °C se deben a los surfactantes presente en las capas de la arcilla los cuales pueden ser el carboxilato de amino intercalado observado en el XRD y el surfactante propio de las organoarcillas observándose que la cloisite 20A presenta dos degradaciones debido al alquilamonio a 330.43 °C y 391.43 °C que al aumentar el CA no existe un cambio alguno en su temperatura de descomposición y que muestra una disminución en la segunda curva indicando que existe una reacción entre el CA y el alquilamonio mostrando una degradación de una mezcla entre ellas como se observa en la tabla. A temperaturas mayores de 600 °C ocurre la deshidroxilación de las láminas de la cloisite 20A.



**Figura 6.** Derivadas de las curvas de descomposición térmica de todas las cloisite 20A.

A continuación se muestra una tabla con las temperaturas de Degradación térmica de todos los nanocompuestos, y un grafico que los representa.



**Figura 7.** TGA de los nanocompuestos fabricados con cloisite 20A y CA.

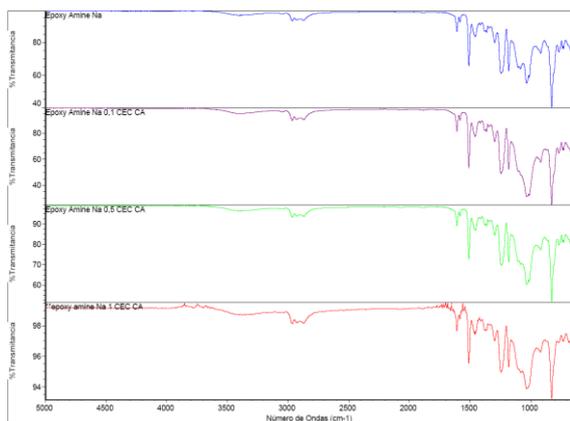
**Tabla 5.** Temperatura de degradación Td de los diferentes nanocompuestos.

	Perdida de masa (%)	Td(°C)
Epoxy Amine	5	366,84
Epoxy Amine 20A	5	357,52
Epoxy Amine 20A 0,1 CEC CA	5	357,66
Epoxy Amine 20A 0,5 CEC CA	5	355,75
Epoxy Amine 20A 1 CEC CA	5	356,54

### 3.3 Espectrometría de Rayos Infrarrojos de los nanocompuestos. (FTIR).

#### Nanocompuestos fabricados con la cloisite Na.

En la figura 8 se muestran los espectros en forma apilada del compuesto tradicional CT y todos los Nanocompuesto, como se puede observar los picos de la arcilla Na no pueden ser observados en los Nanocompuestos debido a que estos tienen bandas similares. Es muy difícil determinar si el anillo epoxico a 915 cm<sup>-1</sup> posee un cambio significativo a medida que cambia la concentración de CA. Esto no determina que exista un efecto de conversión epoxi-amino en la intra o extragaleria. Sin embargo, se puede concluir que el CA no participa en la conversión epoxi-amino. Los otros picos característicos no muestran cambio alguno, como se ve en la tabla 6.



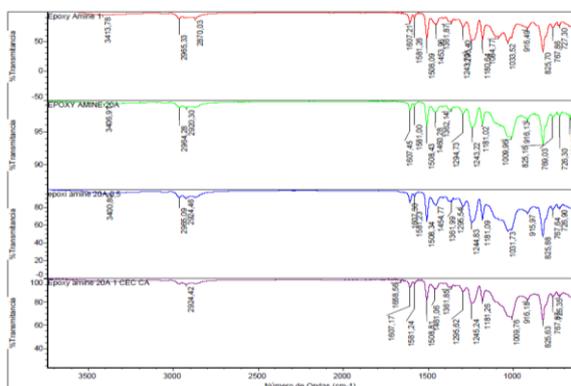
**Figura 8.** Espectroscopia FTIR del compuesto tradicional y los nanocompuestos con la cloisite Na

**Tabla 6.** Datos obtenidos del espectro de los nanocompuestos de la cloisite Na.

Número de Onda (cm-1)	Asignación tentativa
2965	CH3 asymmetric stretch
2928	CH2 asymmetric stretch
2869	CH3 symmetric stretch
1607	C=C of aromatic ring of DGEBA
1508	C=C of aromatic ring of DGEBA
1244	C-O-C of epoxy ring + aromatic ether
1180	CH of aromatic ring of DGEBA
916	epoxy ring of DGEBA
825	CH of aromatic ring of DGEBA

### Nanocompuestos fabricados con la cloisite 20A.

En la Figura 9 se muestran los espectros en forma apilada del compuesto tradicional CT y todos los Nanocompuesto, como se puede observar, también es muy difícil determinar si el anillo epoxico a 915 cm-1 posee un cambio a medida que cambia la concentración de CA, lo que indica que el CA no participa en la conversión epoxi-amino. Los otros picos característicos no muestran cambio alguno, como se ve en la tabla 7.



**Figura 9.** Espectroscopia FTIR del compuesto tradicional y los nanocompuestos con la cloisite 20A

**Tabla 7.** Datos obtenidos del espectro de los nanocompuestos de la cloisite 20A.

Número de Onda (cm-1)	Asignación tentativa
2965	CH3 asymmetric stretch
2928	CH2 asymmetric stretch
2869	CH3 symmetric stretch
1607	C=C of aromatic ring of DGEBA
1508	C=C of aromatic ring of DGEBA
1244	C-O-C of epoxy ring + aromatic ether
1180	CH of aromatic ring of DGEBA
916	epoxy ring of DGEBA
825	CH of aromatic ring of DGEBA

### 3.4 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).

#### Nanocompuestos fabricados con la cloisite Na.

En la tabla 8 se puede apreciar la temperatura de transición vítrea (Tg) el cual es la temperatura a la cual se produce el congelamiento de las moléculas del compuesto normal y de los demás nanocompuestos. Se toma como referencia 83.30 que es el Tg del compuesto normal, como se puede ver se ha producido un leve cambio del Tg con la cloisite Na a una temperatura de 84.93°C que no es significativo y al agregarle las proporciones de CA a la mezcla se produce una disminución del mismo hasta unos 84.67°C a 0.1 CEC luego a 0.5 CEC este valor disminuye a 83.79 °C y finalmente a 1 CEC aumenta hasta 84.63 °C, aunque se ve un cambio en el Tg este no es muy significativo comparado con el valor del compuesto normal lo que indicaría que el CA no ha tenido efecto alguno para este tipo de mezcla en el valor de Tg.

**Tabla 8.** Temperatura de transición vítrea Tg del compuesto tradicional y de los diferentes nanocompuestos.

	Tg(°C)
Epoxy Amine	83,30
Epoxy Amine Na	84,93
Epoxy Amine Na 0,1 CEC CA	84,67
Epoxy Amine Na 0,5 CEC CA	83,32
Epoxy Amine Na 1 CEC CA	84,79

#### Nanocompuestos fabricados con la cloisite 20A.

En la tabla 9 se puede apreciar la temperatura de transición vítrea (Tg) del compuesto normal y de los demás nanocompuestos. Se toma como referencia 83.30 que es el Tg del compuesto normal, como se puede apreciar se ha producido una disminución del Tg con la cloisite 20A a una temperatura de 66°C indicando que la dispersión de la arcilla no ha sido buena, pero al agregarle las proporciones de 0.1, 0.5 y 1 CEC CA a la mezcla se produce un aumento del mismo hasta unos 75.69°C, 75.69 °C y 77.85 °C

respectivamente comparado con el nanocompuesto anterior produciéndose una mejoría pero sin llegar a los niveles de temperatura del compuesto normal, lo que podría haber pasado es que como las moléculas del CA son pequeñas estas pueden estar actuando como un plastificante lo que provoca que el Tg tenga un valor menor.

**Tabla 8.** Temperatura de transición vítrea Tg del compuesto tradicional y de los diferentes nanocompuestos.

	Tg(°C)
Epoxy Amine	83,30
Epoxy Amine 20A	66,52
Epoxy Amine 20A 0,1 CEC CA	75,69
Epoxy Amine 20A 0,5 CEC CA	75,69
Epoxy Amine 20A 1 CEC CA	77,85

#### 4. Conclusiones

En la arcilla cloisite Na el incremento del espacio basal no fue significativo debido a las cadenas cortas del surfactante o modificador orgánico.

Con la red epoxi-amina se observó que a menor incremento de CA mejor se intercala la red epoxi amina en los planos de la arcilla obteniéndose a 0.1 CEC un espacio basal de 14.3 Å.

El análisis TGA para los nanocompuestos con la cloisite Na mostraron que la temperatura de degradación no sufre cambio alguno indicando que esta no es influenciada tanto por la cloisite como por el CA.

No se pudo apreciar los picos de la arcilla Na en la estructura molecular de los Nanocompuestos mediante Espectroscopia FT-IR debido a que estos tienen bandas similares.

En el análisis DSC la temperatura de transición vítrea tampoco se vio afectada por la cloisite Na o por el CA.

Con el CA la cloisite 20A obtuvo una disminución de su espacio basal de 22.48967 Å en la cloisite lavada a 21.10387 Å de la cloisite tratada a 1 CEC pero existe apariencia de otro pico a mayor espacio basal como una extensión de la base del pico.

El Análisis TGA se observó que al aumentar el CA no existe un cambio alguno en su temperatura de degradación.

El análisis de FTIR nos indica ligeras variaciones de longitudes de onda de los grupos funcionales debido a cambios en la estructura de la arcilla Cloisite 20A.

En el análisis DSC la temperatura de transición vítrea se vio afectada por la cloisite 20A o por el CA disminuyéndola no de una manera significativa. A través del análisis de XRD se logró determinar el espacio basal de la cloisite Na la cual fue de 11.24837 Å. Con el CA se mostró un ligero aumento a 12.00859 Å a 1CEC.

#### 5. Referencias

- [1] Edgar A. Franco Urquiza, María Lluïsa MasPOCH Rulduà, "Estructura general de las arcillas utilizadas en la preparación de nanocompuestos poliméricos", Centre Català del Plàstic, Universitat Politècnica de Catalunya (UPC), Julio-Septiembre 2009, Vol. XII, pag. Disponible en: [www.ingenierias.uanl.mx](http://www.ingenierias.uanl.mx)
- [2] Abeiga P., Pérez J., Tapia A., Investigación De Organoarcillas a Base De Mezcla De Aminas. (Tesis, Instituto de Ciencias Químicas, Escuela Superior Politécnica del Litoral, 2011).
- [3] Baquerizo L., Estudio de la Relación Estructura - Propiedades de Barrera en Nanocompuestos a base de Resinas Epóxicas y Arcillas. (Tesis, Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción, Escuela Superior Politécnica del Litoral, 2008).
- [4] Charles Vest (ex-presidente del MIT) National Nanotechnology Initiative - Leading to the next industrial revolution. Disponible en [www.astp.gov/galleries/NSTC%20Reports/NNI2000.pdf](http://www.astp.gov/galleries/NSTC%20Reports/NNI2000.pdf).
- [5] Mendoza G., Rodríguez J., "La Nanociencia y la Nanotecnología: una revolución en curso". División de Materiales Avanzados, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, México. Perfiles latinoamericanos Vol. 29, 2007. Pg. 168,169. Disponible en: [uaslp.academia.edu/.../La\\_nanociencia\\_y\\_la\\_nanotecnologia\\_una\\_revolucion\\_en\\_curso](http://uaslp.academia.edu/.../La_nanociencia_y_la_nanotecnologia_una_revolucion_en_curso).
- [6] AGUILAR E., Evaluación de Pinturas Anticorrosivas de Nanocompuestos a base de Resinas Epoxicas y Nanoarcillas, (Tesis, Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción, Escuela Superior Politécnica del Litoral, 2006)

---

Andrés Rigail Cedeño, M.Sc  
Visto Bueno del Director de Tesis  
Fecha:

---

Marcelo Tomalá Láinez  
Tesisista FIMCP

---

Marco Guevara Sánchez  
Tesisista FIMCP