



---

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**  
**FACULTAD DE QUÍMICA**

***“Efectos de la degradación hidrolítica en nanocompuestos de  
ABS reciclado y montmorillonita expandida con ésteres  
líquidos”***

**TESIS**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE**

**INGENIERA QUÍMICA**

**PRESENTA**

**NAVILLE LIMÓN HERNÁNDEZ**



**MÉXICO, D.F.**

**2013**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

**JURADO ASIGNADO:**

**PRESIDENTE:**      **Profesor:**    MARCO ANTONIO URESTI  
**VOCAL:**            **Profesor:**    CARLOS GUZMÁN DE LAS CASAS  
**SECRETARIO:**    **Profesor:**    ALFREDO MACIEL CERDA  
**1ER. SUPLENTE:** **Profesor:**    FRANCISCO LÓPEZ SERRANO RAMOS  
**2do. SUPLENTE:** **Profesor:**    ANGEL ENRIQUE CHÁVEZ CASTELLANOS

**SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:**

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES, CIUDAD  
UNIVERSITARIA.

**ASESOR DEL TEMA:**

DR. ALFREDO MACIEL CERDA

**SUSTENTANTE:**

NAVILLE LIMÓN HERNÁNDEZ

## **AGRADECIMIENTOS**

A mi padre que siempre me ha dado el impulso, el coraje y el apoyo para realizar este sueño, este logro es de los dos, gracias por todo papá.

A mi madre que aunque no está físicamente aquí, me ha acompañado e inspirado para llegar a este punto de mi vida, donde quiera que te encuentres, gracias mami.

A mi alma máter, la UNAM, por brindarme las herramientas necesarias para ser alguien exitoso y enseñarme las maravillas del mundo a través de la ciencia.

Al IIM por abrirme las puertas para poder culminar esta etapa de mi vida.

A mi asesor el Dr. Alfredo Maciel, por siempre tener la disposición de orientarme y enseñarme lo que necesito para ser una mejor estudiante, y sobre todo por brindarme la confianza y el apoyo propios de un amigo.

A todas las personas involucradas en la realización de este proyecto, Adriana Tejeda, el Ing. Carlos Flores, Ernesto Sánchez, Damaris Cabrero, el Dr. Omar Novelo, y Antonio Sánchez porque sin cada uno de ellos, este trabajo no hubiera sido posible.

A la Dra. Patricia Santiago del Instituto de Física y a Patricia Pérez por la ayuda para la preparación de las muestras para el microscopio de transmisión.

A la Dra. Magdalena Trujillo de la Facultad de Ingeniería, por el apoyo para el procesamiento del polímero, y en especial a Víctor E. Hdez., Miguel Aparicio y a David Arcadia por todo el tiempo invertido en este trabajo.

A mi compañero y mejor amigo de la carrera, Diego, gracias por compartir todas las risas, desvelos, trabajos, estudios y sobre todo por tu amistad, sin ti este ciclo de mi vida no hubiera sido para nada lo mismo, te quiero.

A mis amigos Aline y Javier por siempre estar ahí; a Celeste por toda su ayuda en la realización de este proyecto, me facilitaste mucho las cosas, gracias; a Luis por todo el apoyo, los consejos y vivencias, eres parte muy importante de mi vida. A ustedes por ser la familia que necesité a lo largo de estos años.

Y por último, a Fernando, por siempre alentarme a dar lo mejor de mí a pesar de todas las dificultades, gracias por todo tu amor y estos maravillosos años a tu lado.

*Dedicado a mi padres*

*Cristian y Lety*

*"El futuro tiene muchos nombres. Para los débiles es lo inalcanzable. Para los temerosos lo desconocido. Para los valientes es la oportunidad."- Víctor Hugo*

# ÍNDICE DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS .....	VII
ÍNDICE DE FIGURAS .....	VIII
RESUMEN.....	X
<b>1. INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>2</b>
1.1 OBJETIVO E HIPÓTESIS.....	3
<b>2. ANTECEDENTES.....</b>	<b>5</b>
2.1. MARCO TEÓRICO .....	5
2.2. ACRILONITRILLO-BUTADIENO-ESTIRENO (ABS).....	8
2.2.1. Estructura.....	9
2.2.2. Producción.....	10
2.2.3. Procesamiento.....	11
2.2.4. Aplicaciones y propiedades.....	11
2.3. ARCILLAS.....	12
2.3.1. Montmorillonita.....	13
2.4. NANOCOMPUESTOS.....	15
2.4.1. Nanocompuestos poliméricos.....	16
2.4.1.1. Preparación de nanocompuestos.....	18
2.4.1.1.1. Intercalación por fusión.....	19
2.5. PROCESAMIENTO DE POLÍMEROS.....	19
2.5.1. Extrusión.....	19
2.5.2. Inyección.....	22
2.6. DEGRADACIÓN DE POLÍMEROS.....	24
2.6.1. Tipos de degradación.....	24
2.6.1.1. Degradación hidrolítica.....	25
2.7. CARACTERIZACIÓN DE POLÍMEROS.....	26
2.7.1. Difracción de rayos X.....	26
2.7.1.1. Ley de Bragg.....	27
2.7.2. Análisis térmico.....	28
2.7.2.1. Temperatura de transición vítrea.....	28
2.7.2.2. Calorimetría diferencial de barrido (DSC).....	30
2.7.3. Propiedades mecánicas.....	31
2.7.3.1. Comportamiento esfuerzo-deformación típico.....	31
2.7.3.2. Resistencia a la tracción.....	32
2.7.4. Microscopía electrónica de transmisión (TEM).....	34
2.7.5. Microscopio electrónico de barrido (SEM).....	36
<b>3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....</b>	<b>40</b>
3.1. MATERIAS PRIMAS Y EQUIPO UTILIZADO.....	40
3.2. DIAGRAMA EXPERIMENTAL .....	42
3.3. SECADO DE MATERIA PRIMA .....	42
3.4. MODIFICACIÓN DE LA MMT CON ACETATOS .....	43

3.5.	MEZCLADO EN ESTADO FUNDIDO (EXTRUSIÓN).....	44
3.6.	MOLIENDA.....	44
3.7.	MOLDEO POR INYECCIÓN .....	45
3.8.	HIDRÓLISIS.....	45
3.9.	PRUEBAS MECÁNICAS .....	46
3.11.	DIFRACCIÓN DE RAYOS X .....	47
3.12.	MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN .....	47
3.13.	MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO .....	48
4.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	50
4.1.	SELECCIÓN DE PARÁMETROS DE EXTRUSIÓN.....	50
4.2.	SELECCIÓN DE INTERCALANTE .....	50
4.3.	ANÁLISIS TÉRMICO .....	53
4.4.	DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	55
4.5.	PROPIEDADES MECÁNICAS.....	59
4.5.1.	<i>Resistencia a la Tensión</i> .....	60
4.5.2.	<i>Deformación en el punto de rotura</i> .....	62
4.5.3.	<i>Módulo de Young</i> .....	63
4.6.	MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO .....	65
4.7.	MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN .....	70
5.	CONCLUSIONES .....	74
6.	GLOSARIO DE TÉRMINOS .....	76
7.	BIBLIOGRAFÍA.....	78
8.	APÉNDICES.....	85



## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Agentes externos y tipos de degradación .....	23
Tabla 2. Análisis Químico de la Montmorillonita.....	39
Tabla 3. Propiedades Físicas de la Montmorillonita .....	39
Tabla 4. Intercalantes utilizados .....	42
Tabla 5. Muestras extrudidas.....	43
Tabla 6. Parámetros de inyección.....	44
Tabla 7. Pruebas mecánicas realizadas .....	45
Tabla 8. Expansión del plano $d_{001}$ (distancia interplanar) de la montmorillonita con diferentes intercalantes .....	50
Tabla 9. Tg de muestras con y sin hidrólisis .....	52
Tabla 10. Distancias interlaminares de las muestras antes y después de la hidrólisis.....	58
Tabla 11. Propiedades mecánicas de las muestras a 0 ciclos de hidrólisis .....	58
Tabla 12. Propiedades mecánicas de las muestras a 20 ciclos de hidrólisis .....	59
Tabla 13. Propiedades mecánicas de las muestras a 30 ciclos de hidrólisis .....	59

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Estructura del ABS .....	9
Figura 2. Alternativas generales para la obtención de resinas ABS.....	10
Figura 3. Estructura de la Montmorillonita .....	14
Figura 4. Tipos de compuestos polímero-arcilla.....	17
Figura 5. Estructura intercalada .....	18
Figura 6. Estructura exfoliada.....	18
Figura 7. Extrusora husillo simple .....	21
Figura 8. Partes de una inyectora .....	23
Figura 9. Un haz de rayos X forma el ángulo $\theta$ con un conjunto de planos con espaciado interplanar $d$ .....	27
Figura 10. Tg en polímeros termoplásticos en función del volumen específico ....	29
Figura 11. Termograma diferencial que muestra los tipos de cambios encontrados en materiales poliméricos. ....	31
Figura 12. Curvas de esfuerzo deformación típicas para plásticos .....	32
Figura 13. Ensayo de tracción típico .....	33
Figura 14. Partes TEM .....	36
Figura 15. Microscopio electrónico de barrido.....	38
Figura 16. Corte de muestras para SEM.....	48
Figura 17. Difractograma de la Montmorillonita pura.....	51
Figura 18. Difractograma de la MMT con el intercalante P .....	52
Figura 19. Difractograma de la MMT con el intercalante Q .....	53
Figura 20. Termograma muestra “3P” sin hidrólisis.....	54
Figura 21. Termograma muestra “3P” a 30 ciclos de hidrólisis. ....	55
Figura 22. Difractograma muestra “0” ABS reciclado .....	56
Figura 23. Difractograma de la muestra de ABS con 3% de MMT. ....	56
Figura 24. Difractograma de la muestra de ABS con 5% de MMT. ....	57
Figura 25. Difractograma de la muestra de ABS con 5% de MMT/intecalante P ..	58
Figura 26. Efecto de la concentración de MMT .....	61
Figura 27. Efecto de la degradación por hidrólisis en la tensión .....	61

Figura 28. Efecto de la concentración de MMT en la deformación en el punto de rotura .....	62
Figura 29. Efecto de la degradación por hidrólisis en la deformación en el punto de ruptura .....	63
Figura 30. Efecto de la concentración de MMT en el Módulo de Young .....	64
Figura 31. Efecto de la degradación por hidrólisis en el módulo de Young .....	64
Figura 32. Ruptura ABS reciclado a X100.....	65
Figura 33. Ruptura muestra 5% a X100 .....	66
Figura 34. Ruptura muestra 3P, X10K .....	67
Figura 35. Superficie muestra ABS reciclado .....	67
Figura 36. Superficie muestra 5%, X2500 .....	68
Figura 37. Superficie muestra 3P, X2500.....	68
Figura 38. Hidrólisis muestra ABS reciclado, X35 .....	69
Figura 39. Hidrólisis muestra con 5% de MMT, X35 .....	69
Figura 40. Hidrólisis muestra 3P, X35 .....	70
Figura 41. Microscopias muestra "5P" a X30K.....	71
Figura 42. Microscopía muestra "5P" a X12K .....	72
Figura 43. Difractograma muestra 3P, 0 ciclos.....	85
Figura 44. Difractograma muestra 3Q, 0 ciclos .....	85
Figura 45. Difractograma muestra con 3% MMT, 30 ciclos .....	86
Figura 46. Difractograma muestra 5% MMT, 30 ciclos.....	86
Figura 47. Difractograma muestra 3P, 30 ciclos.....	87
Figura 48. Difractograma muestra 3Q, 30 ciclos .....	87
Figura 49. Termograma muestra 3%MMT, 0 ciclos.....	88
Figura 50. Termograma muestra 3%MMT, 30 ciclos.....	88
Figura 51. Termograma muestra 5%MMT, 0 ciclos.....	89
Figura 52. Termograma muestra 5%MMT, 30 ciclos.....	89
Figura 53. Termograma muestra 3Q, 0 ciclos .....	90
Figura 54. Termograma muestra 3Q, 30 ciclos .....	90

## RESUMEN

Actualmente el campo de la nanotecnología ha crecido enormemente y por ello ha adquirido una gran importancia, debido a la generación de nuevos materiales nanocompuestos, los cuáles poseen propiedades mejoradas respecto a los materiales que ya se conocen en la actualidad. Es por eso que este proyecto se centra en la obtención de un nanocompuesto de ABS con montmorillonita, que será expandida con ésteres líquidos, para lograr un material con alta resistencia a la degradación hidrolítica, y mejorar algunas de sus propiedades mecánicas con respecto al polímero base.

La modificación de la arcilla se realizó con una mezcla manual de dicho material con propilenglicol monometil éter acetato y por otro lado, con 2-etoxietil acetato. El procesado del material se realizó extruyendo la arcilla expandida y el ABS, donde se llevó a cabo la intercalación de arcilla por el polímero, para obtener así un nanocompuesto. Posteriormente se inyectó el nuevo material en un molde que cumple con la norma ASTM D-638 para así poder realizar el proceso de hidrólisis, que consistió en sumergir las probetas de tracción en agua desionizada durante ciclos de 20 y 30 días, a temperaturas aproximadas de 23 y 80°C. Una vez finalizado este proceso, el material obtenido se caracterizó mediante pruebas térmicas (DSC), ensayos de tensión, difracción de rayos X, y, finalmente, microscopía electrónica tanto de transmisión, como de barrido.

En general se obtuvieron mejores propiedades mecánicas y mayor resistencia a la degradación hidrolítica. Respecto a las propiedades mecánicas hubo un mejoramiento del material de aproximadamente un 13% en el módulo de Young y 74% de incremento en la deformación en el punto de rotura. Por microscopía de transmisión se encontró que el nanocompuesto obtenido presenta una estructura exfoliada-intercalada, con la formación de algunos cúmulos de arcilla. El SEM proporcionó información de que las probetas con hidrólisis presentan formaciones cavernosas en mayor medida que las que no se sometieron a dicho proceso.

El material obtenido, está pensado para el posible almacenamiento de agua para calentadores solares, sin embargo sus usos podrían ser más extensos ya que el material aparte de poseer buenas propiedades, tendrá un fácil procesamiento y su costo es reducido debido al uso de materiales reciclados.

# CAPÍTULO I

## INTRODUCCIÓN

## 1. INTRODUCCIÓN

La creación de nuevos materiales siempre ha tenido nuevas fronteras que superar. La nanotecnología es un campo que ha generado muchos nuevos materiales con mejores propiedades. Dentro del campo de la nanotecnología, los nanocompuestos constituyen una parte muy importante, específicamente los nanocompuestos poliméricos, los cuales tuvieron sus inicios con un material de poliamida-6/montmorillonita, producido en el centro de investigación de Toyota en 1987 y desde entonces, este tipo de materiales han atraído gran interés tanto industrial como académico. Las propiedades que han presentado mejoras son: el módulo elástico, las propiedades mecánicas y la resistencia al calor. También se ha disminuido la permeabilidad de gas y su flamabilidad.

En los primeros nanocompuestos de ABS se logró dispersar la arcilla de manera homogénea a través del método de intercalación directa. Los trabajos posteriores lograron mejoras en estabilidad térmica y en la resistencia a la flama. Las mejoras en las propiedades térmicas han sido obtenidas cuando se preparan nanocompuestos por solución y cuando se usan aminas y anhídrido maléico. El aumento en las propiedades mecánicas se ha conseguido con arcillas funcionalizadas, y de acuerdo a la cantidad de arcilla en el nanocompuesto, no obstante en algunas condiciones, la adición de las arcillas modificadas ocasiona descenso en estas propiedades. En otros trabajos se ha encontrado que durante la formación de los nanocompuestos de ABS/MMT, el polímero sufre cierto grado de degradación, sin embargo esto no afecta las propiedades mecánicas, térmicas y reológicas. En trabajos más recientes, la modificación de las arcillas con aminas y la mezcla de ABS con otros polímeros permiten el incremento del módulo elástico y la resistencia a la tensión del nanocompuesto.

El presente trabajo es un proyecto que surge de la necesidad de obtener un nanocompuesto con alta resistencia a la degradación hidrolítica, a partir de ABS reciclado y montmorillonita. La modificación de la arcilla en cuestión se llevó a cabo con la ayuda de dos ésteres líquidos, propilenglicol monometil éter acetato y

el 2-etoxietil acetato, puesto que es un proceso muy sencillo y de bajo costo, a diferencia del uso de aminos por ejemplo, que es un proceso tardado y costoso.

La formación del nanocompuesto se llevó a cabo vía extrusión, puesto que es la forma más común y apropiada industrialmente; cabe mencionar que el material obtenido de este estudio podría ser utilizado para sustituir depósitos de acero para agua de calentadores solares y así disminuir su costo de producción.

## **1.1 OBJETIVO E HIPÓTESIS**

### **Objetivo**

La obtención de un nanocompuesto de ABS con montmorillonita expandida que tenga una buena resistencia a la degradación hidrolítica, y que a su vez mejore las propiedades mecánicas del polímero base.

### **Hipótesis**

- La montmorillonita que se utilizará se habrá de expandir considerablemente al ser mezclada con los ésteres líquidos.
- Por medio de la intercalación en estado fundido (extrusión), se obtendrá el nanocompuesto polimérico.
- El uso de la arcilla modificada mejorará las propiedades mecánicas del polímero, y proporcionará, por ende, una mayor resistencia a la degradación hidrolítica.



# CAPÍTULO II

## ANTECEDENTES

## **2. ANTECEDENTES**

### **2.1. Marco teórico**

Desde el primer nanocompuesto de poliamida-6/montomorillonita, producido en el centro de investigación de Toyota en 1987, los nanocompuestos polímero/arcilla han sido intensamente investigados y han atraído gran interés, tanto industrialmente como académicamente, porque han mostrado grandes mejoras en las propiedades del material, cuando se comparan con el polímero virgen o incluso con los convencionales micro y macro compuestos.

Durante este periodo de tiempo (1987-2013) muchos nanocompuestos polímero/arcilla fueron sintetizados y reportados.

En el año 2000 Wook y colaboradores crearon un nuevo nanocompuesto híbrido de ABS/MMT, por la intercalación directa a través de la polimerización por emulsión, que mostró una dispersión homogénea de las partículas de MMT en la matriz del copolímero [1].

En 2002 Wang y colegas estudiaron la preparación y propiedades térmicas de nanocompuestos de ABS/MMT, por medio de intercalación en estado fundido y los resultados arrojaron que se forma un nanocompuesto tanto intercalado como exfoliado. Además, este material mejora la formación de carbón y la estabilidad térmica de la matriz de ABS [2].

Shaofeng Wang y colaboradores, en 2003, hicieron un estudio sobre la inflamabilidad y estabilidad térmica de los nanocompuestos de ABS/OMMT. Variaron el tamaño de partícula de la arcilla y encontraron que a mayor tamaño de partícula, el nanocompuesto presentó mayor retardancia al fuego [3]. Asimismo, en este año; los mismos investigadores desarrollaron un nanocompuesto combinando dos polímeros, policarbonato (PC) y ABS con MMT que dió como resultado un nanocompuesto de estructura intercalada, con mejor estabilidad térmica de la matriz polimérica [4].

Una vez más Shaofeng Wang y colaboradores, desarrollaron en 2004 el nanocompuesto de ABS/MMT con retardancia a la flama, a este nanocompuesto le agregaron retardantes de fuego, como el decabromodifenil (DB) y óxido de antimonio (AO), los cuales mostraron una menor liberación de calor y un índice limitante de oxígeno (LOI) mayor que un retardante de flama convencional de ABS [5].

En el año 2005, Zong y colegas estudiaron la degradación térmica de nanocompuestos de PC/ABS/MMT, la cual mostró que tienen una alta estabilidad térmica, y baja flamabilidad [6]. Li y Shimizu presentaron un estudio de un nanocompuesto de poliamida 6 (PA6)/ABS/arcilla que mostró una gran mejora de propiedades mecánicas con respecto a la misma mezcla, pero sin la inclusión de la arcilla [7]. En el mismo año, Behzad Pourabas y Vahid Raeesi prepararon nanocompuestos de ABS/MMT con THF, mediante un método solvente/no solvente, que demostró que las propiedades térmicas de los nanocompuestos son mejoradas [8]; en 2006 Haiyun Ma y colaboradores elaboraron un nanocompuesto de ABS/OMT, con un injerto de anhídrido maléico, el cual también mostró mejoría en propiedades térmicas [9].

Para el 2007 Ying Xia y copartícipes desarrollaron un nanocompuesto de ABS con montmorillonita funcionalizada (FMMT) que resultó en un material superior en cuanto a propiedades mecánicas se refiere, con respecto a un nanocompuesto de ABS/OMMT [10]. En este mismo año, Aalaie y Rahmatpour concluyeron, de acuerdo a pruebas mecánicas, que el módulo de los nanocompuestos de ABS/MMT aumenta de acuerdo al aumento de la carga de arcilla, pero la resistencia y la tensión, así como las propiedades de impacto, disminuyen [11]. También en 2007 Patiño et al prepararon nanocompuestos de ABS con diferentes contenidos de acrilonitrilo (AN); y probaron que se obtiene una mejor dispersión e intercalación y/o exfoliación cuando se utiliza un ABS con mayor contenido de AN [12].

Nuevamente Patiño y colegas, en 2008, hicieron nanocompuestos de ABS/arcilla. Se usó montmorillonita y tres tipos de cloisita, así como dos ABS con

diferente contenido de AN. Esta vez, los resultados obtenidos arrojaron que las mejores propiedades como estabilidad térmica y retardancia al fuego, fueron los nanocompuestos que utilizaron cloisitas [13]. En el mismo año, Tiwari y Natarajan probaron la formación de nanocompuestos de ABS con OMMT y laponitas, lo que dio como resultado que, aunque los nanocompuestos con laponitas fueron exfoliados, los nanocompuestos intercalados de OMMT mostraron un mayor aumento en el módulo [14].

En 2009 Karahaliou y Tarantili hicieron estudios de degradación durante el reprocesamiento por extrusión de nanocompuestos de ABS/MMT, lo cual mostró que el reprocesamiento de este material induce a la formación de productos de oxidación, pero las propiedades mecánicas, reológicas y térmicas permanecen casi estables [15]. Kim, Cho y Ha, en el mismo año, prepararon un estudio de nanocompuestos de ABS/arcilla, pero enfocados en el efecto que tiene la cantidad de hule en el ABS, lo que arrojó como resultado que con un 35% en peso de hule en el nanocompuesto se obtienen las más altas propiedades de tracción y resistencia al impacto [16].

En 2010 Cai y colaboradores realizaron nanocompuestos de ABS con MMT, modificándola de dos distintas maneras: una con el uso de hexadecil trifenil fosfonio bromida (P16) y la otra con cetil piridio clorida (CPC). Para la primera se forma una estructura intercalada y para la segunda una estructura intercalada-exfoliada, la cual aumenta las propiedades de estabilidad térmica, decrece la flamabilidad y mejora las propiedades mecánicas [17].

Sánchez e Ibarra en 2011, realizaron un nanocompuesto de ABS/MMT vía extrusión capilar con un solo tornillo, al que se le realizaron pruebas de reometría capilar, que dieron como resultado, de acuerdo a las curvas de viscosidad, un fuerte adelgazamiento por corte, conforme se aumenta el contenido de arcilla [18].

También se han hecho mezclas de polímeros con organomontmorillonita, como por ejemplo, en 2012 Wein Yan y colaboradores, crearon un nanocompuesto de ABS-PA6 (poliamida 6) y OMMT que tiene un aumento en el

módulo y resistencia a la tensión a mayor concentración de OMMT. Por otro lado, la inclusión de ésta tiene un efecto casi despreciable en la resistencia al impacto de la mezcla ABS-PA6 [19]. En el presente año, 2013, Mojarrad y colegas realizaron un estudio parecido acerca de esta mezcla de polímeros con OMMT, pero enfocándose principalmente en las propiedades reológicas y morfológicas. Se llegó al resultado de que conforme aumenta el contenido de nanoarcilla, también lo hace el módulo de almacenamiento ( $G'$ ), el módulo de pérdida ( $G''$ ) y la viscosidad compleja ( $\eta^*$ ) [20].

En general se han realizado estudios sobre nanocompuestos de ABS/MMT centrándose principalmente en las propiedades térmicas. Es importante mencionar que la gran totalidad de los trabajos sobre estos nanocompuestos coinciden en la utilización de la intercalación en estado fundido y en el uso de la OMMT, la cual ya existe comercialmente, y se modifica por intercambio de iones con amonio, o cualquier ion *onio* que contenga al menos una larga cadena alquílica.

Hasta la fecha no se han publicado artículos que hablen específicamente sobre la degradación hidrolítica y cómo es que ésta afecta a los nanocompuestos de ABS/MMT.

## **2.2. Acrilonitrilo-Butadieno-Estireno (ABS)**

El ABS es uno de los termoplásticos de dos fases con una estructura amorfa más importantes en la industria. Los polímeros de ABS se forman de tres monómeros, el acrilonitrilo, butadieno y estireno. Los componentes del polímero tienen composiciones químicas diferentes y coexisten como dos fases separadas cuya compatibilidad es controlada por su estructura y su microestructura química.

La fase continua (matriz) se conforma de copolímeros de estireno y acrilonitrilo. Un elastómero a base de butadieno forma la fase dispersa que es distribuida en la fase continua y tiene una morfología característica.

Las normas ASTM D1788 definen al ABS como un plástico que contiene al menos 13% de acrilonitrilo, 5% de butadieno, y 15% de estireno.

Comparado con otros termoplásticos de ingeniería, el ABS ofrece una procesabilidad y apariencia superiores, así como bajo costo, acompañado de un buen balance de propiedades ingenieriles, incluyendo buena estabilidad dimensional y una alta resistencia y rigidez.

Las propiedades físicas, químicas y mecánicas de las resinas de ABS dependen de los siguientes parámetros:

- Peso molecular y su distribución, tanto de las cadenas de polímero individual como de las cadenas del copolímero.
- Tamaño y distribución de las partículas de hule.
- Proporciones de acrilonitrilo, butadieno y estireno en cada una de las dos fases del polímero.
- Grado de injertado de copolímero de SAN sobre las partículas de hule.
- Grado de adhesión entre las partículas de hule y la matriz vítrea.
- Adición de modificadores a una o ambas fases.

### 2.2.1. Estructura

La estructura de esta resina está estrechamente relacionada con la forma en que el polímero se produce, aunque hasta la fecha no se ha encontrado una relación causa-efecto entre las propiedades y las condiciones de reacción.

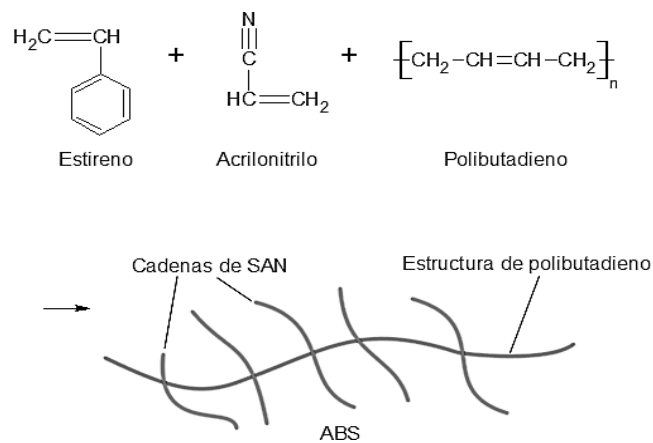


Figura 1. Estructura del ABS

## 2.2.2. Producción

Los polímeros de ABS pueden ser producidos por dos métodos generales, cada uno de los cuáles genera un tipo diferente de plástico. En el tipo A, los polímeros de ABS son producidos por una mezcla mecánica de un copolímero de acrilonitrilo-estireno (SAN) con un elastómero a base de butadieno (hulenitrilo). La producción de tipo B, involucra un injerto de estireno y acrilonitrilo sobre polibutadieno, también este tipo de producción contiene un copolímero de acrilonitrilo-estireno y polibutadieno sin injertar.

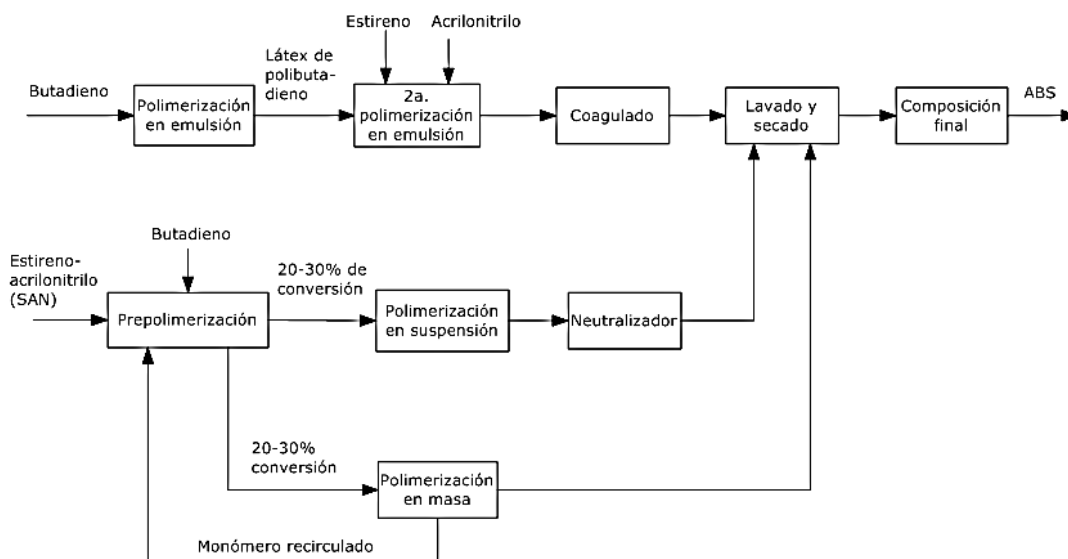


Figura 2. Alternativas generales para la obtención de resinas ABS

El ABS se produce ya sea por emulsión o por un proceso en masa. El proceso de emulsión es más complicado pero da mayor flexibilidad que el proceso en masa. En el proceso de emulsión, el primer paso es generar partículas de hule en un látex (dispersión acuosa) por polimerización en emulsión de butadieno, ya que las partículas producidas de esta manera, son muy pequeñas, éstas pueden necesitar un paso de aglomeración, con el fin de incrementar su tamaño. Después, el estireno y acrilonitrilo son copolimerizados en la presencia látex de caucho. Parte del copolímero de SAN es injertado en el hule. Pasos adicionales de mezcla con SAN, ya sea en forma de látex o en forma sólida (en un extrusor), completan el proceso de síntesis. Por otro lado, el proceso continuo en masa requiere un

diseño de reactor más especializado y equipamiento de bombeo especial (bombas de engranajes) para impulsar el material a través de severos pasos de reacción; sin embargo, el proceso es más eficiente en cuanto al costo y menos contaminante, además de que produce un polímero más limpio que el proceso en emulsión [54].

Los plásticos de ABS son producidos en un amplio rango de grados, incluyendo medio y alto impacto, resistentes al fuego, retardantes de llama, y de bajo y alto brillo. También están disponibles de acuerdo a grados de moldeo por inyección, soplado, extrusión, para termoformado o formado en frío, y en una gran variedad de grados para moldeo de espuma.

### **2.2.3. Procesamiento**

Los polímeros de ABS son procesables por todas las técnicas comúnmente usadas con los termoplásticos. Estos son ligeramente higroscópicos y deben de ser secados durante 2 a 4 hrs a una temperatura de entre 82 a 93°C antes de ser procesados, de lo contrario, aunque la humedad no afecta considerablemente propiedades mecánicas, la apariencia si puede verse afectada en gran medida. El ABS comienza a fundirse cerca de los 175°C y la viscosidad en estado fundido cae constantemente a medida que la temperatura aumenta. Por encima de los 290°C, el ABS se descompone por medio de reacciones de despolimerización y oxidación, por lo que generalmente es inadecuado para procesamiento.

### **2.2.4. Aplicaciones y propiedades**

El ABS es utilizado en miles de aplicaciones, su combinación de apariencia superficial de alta calidad, dureza, fuerza, rigidez, resistencia química y su excelente procesabilidad, lo hacen un material único lo cual permite la producción de partes muy complejas y es usado en muchas áreas del mercado como: accesorios, transportación, construcción, negocios y electrónicos, telecomunicaciones, recreación, equipaje, muebles, etc.



El ABS es una excelente opción para usarse en aleaciones y mezclas, de hecho, existen muchas de ellas disponibles en el mercado actualmente. Cuando los plásticos son combinados, las características positivas de cada uno se mantienen o hasta se incrementan, mientras que las negativas pueden ser reducidas.

ABS-policarbonato (ABS-PC) y ABS-policloruro de vinilo (ABS-PVC) son buenos copolímeros establecidos. Más recientes innovaciones han resultado en ABS-estireno-anhídrido maléico (ABS-SMA) y ABS-poliámida (ABS-PA), entre otras.

### **2.3. Arcillas**

Las arcillas corresponden a un amplio grupo de minerales. Sin embargo, en química, todos los minerales arcillosos pueden ser descritos de una manera muy simple como silicatos hidratados.

Los minerales arcillosos se dividen en cuatro grupos principales, con base en las diferentes estructuras en capas. Esto incluye el grupo de las kaolinitas, el grupo de las montmorillonitas/esmectitas, el grupo de las illitas y, finalmente, el grupo de las cloritas.

Una característica importante de las arcillas es su habilidad para hincharse y moldearse en agua y retener la forma del recipiente que las contiene cuando estas se secan.

Las partículas arcillosas puede absorber o perder agua en respuesta a la simple humedad del medio ambiente; cuando el agua es absorbida, ésta llena los espacios entre las capas de silicato apiladas.

La estructura de las arcillas es percibida como una estructura en capas, cada capa está compuesta de dos tipos de formas estructurales: octaédricas y tetraédricas. Las dos hojas juntas forman una capa, y muchas capas pueden unirse en un cristal arcilloso por cationes intercapa, fuerzas de Van der Waals, fuerzas electrostáticas o por puentes de hidrógeno.

La gran variedad de minerales arcillosos puede ser descrita por los arreglos de formas tetraédricas y octaédricas. Una arcilla con una relación 1:1 está formada por una hoja octaédrica y otra tetraédrica. Una arcilla que contiene una relación 2:1 está formada por dos hojas tetraédricas y una octaédrica intercaladas (montmorillonita es un ejemplo de esta relación); y por último la relación 2:1:1, que está compuesta de una hoja octaédrica adyacente a una capa 2:1 como la anterior.

Arcillas y materia orgánica en general proveen la propiedad característica llamada capacidad catiónica de intercambio (CEC). Esta es la capacidad de mantener cationes (generalmente  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  y  $\text{H}^+$ ) y se describe como la cantidad que se tiene de iones cargados positivamente por la superficie del mineral arcilloso cargado negativamente

### **2.3.1. Montmorillonita**

La familia montmorillonita es un hidroxisilicato de magnesio y aluminio, con otros posibles elementos.

Se caracteriza por una composición química inconstante debido a las sustituciones isomórficas. Es soluble en ácidos y se expande al contacto con agua. Estructuralmente se compone por una capa central que contiene aluminio y magnesio coordinados octaédricamente en forma de óxidos e hidróxidos. Dicha capa central está rodeada por otras dos capas. Las capas externas están formadas por óxidos de silicio coordinados tetraédricamente.

Las capas reales en la montmorillonita se superponen y mantienen un orden local, pero se produce, a la vez, un desplazamiento irregular.

La escasa cohesión de las capas, según Norrish, les garantiza un alto grado de hinchamiento y dispersión en soluciones acuosas hasta las capas unitarias elementales. Entre las capas estructurales del mineral se sitúan los cationes de intercambio; en el medio acuoso, éstos son solvatados. Las dimensiones de los

cationes determinan la separación de las capas. Éstos pueden ser tanto orgánicos, como inorgánicos  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ .

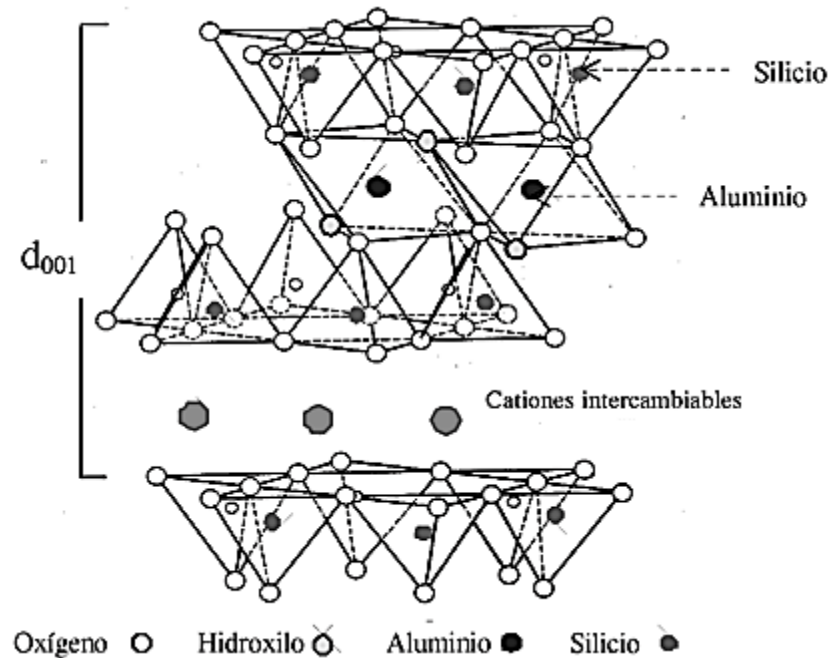


Figura 3. Estructura de la Montmorillonita

Los cationes de intercambio realizan la función de compensadores electrostáticos, ya que las situaciones isomorfas en las subredes tetraédricas y octaédricas provocan un desequilibrio energético. Junto con sus moléculas de agua, los cationes de intercambio se disponen según Foster, en determinado orden en la proporción de 0.5 a 1.2 moléculas por cada célula elemental.

Se supone que las moléculas de agua se distribuyen en los espacios interlaminares en forma de capas monomoleculares. Digamos, por otra parte, que la distribución laminar de las moléculas de agua se contrapone a los conceptos sobre la distribución irregular de los campos energéticos en la lámina y la superficie de la partícula del mineral.

La clasificación de los minerales de las montmorillonitas fue realizada por Ross y Hindriks.

En general, este grupo de minerales arcillosos posee un amplio intervalo de variación de la estructura en función de las condiciones de su formación: temperatura, presión, soluciones de cationes. Conforme a ello, el conjunto de los cristales, vistos en el microscopio, y sus propiedades son inestables. Se pueden ver montmorillonitas de finas escamas, que se hinchan fácilmente con el agua y pierden nitidez en su configuración, de escamas alargadas que se hinchan con dificultad, y de escamas gruesas que se hinchan con escasa capacidad de hinchamiento.

Las montmorillonitas son capaces de absorber grandes cantidades de sustancias orgánicas, por ejemplo, de colorantes orgánicos, de aminas alifáticas y proteínas.

Una característica muy importante de este tipo de arcilla es que se pueden modificar con una sustancia orgánica, para preparar las llamadas organoarcillas mediante el proceso de intercalación. Esto es posible debido a su hidrofiliidad, a su alta capacidad de hinchamiento, de absorción y de su alta capacidad de intercambio iónico. Además tiene una gran área de contacto superficial. La montmorillonita es, además, abundante en la naturaleza. De acuerdo a lo descrito anteriormente, la montmorillonita es uno de los materiales más usados para la preparación de nanocompuestos, específicamente poliméricos.

#### **2.4. Nanocompuestos**

En un nanocompuesto, al menos uno de los materiales se encuentra en escala nanométrica, es decir de  $10^{-9}$  m. Los materiales usados para la producción de nanomateriales son principalmente arcillas, hollín y cenizas. Estas nanopartículas se pueden clasificar en lamelares, fibrilares, esféricas, entre otras.

Dependiendo de la naturaleza de la matriz, los nanocompuestos se pueden clasificar como poliméricos, metálicos o cerámicos.

Otra manera de definir un nanocompuesto es que este es un material sólido polifacético donde una o varias de las fases tiene al menos una dimensión espacial, con un valor menor a los 100 nanómetros o que se conforma de estructuras dispersas a escala nanométrica entre las distintas fases con cierto grado de orden. En un sentido más amplio, se le puede dar el nombre de nanocompuesto a los materiales formados por la combinación de una *fase dispersa nanodimensional dentro de una fase continua* o matriz siendo cualesquiera la naturaleza de las fases continua y dispersa.

Los nanocompuestos presentan una mejora muy interesante respecto a los compuestos tradicionales desde el punto de vista estructural, de las propiedades mecánicas, o desde el punto de vista de las propiedades funcionales.

Además los nanocompuestos constituyen una parte muy importante dentro de la nanotecnología, debido a que este campo está generando muchos interesantes nuevos materiales con nuevas propiedades.

#### **2.4.1. Nanocompuestos poliméricos**

En los nanocompuestos poliméricos comúnmente se utilizan los silicatos laminares como fase dispersa, usualmente se utilizan filosilicatos como la montmorillonita, la hectorita y la saponita, puesto que su estructura se presenta en forma de láminas con interespacios que tienen la característica de expandirse cuando se lleva a cabo un intercambio de iones entre la superficie de la arcilla y moléculas con un momento dipolar grande, para así admitir la entrada de las moléculas del polímero dentro de las galerías y así permitirse la formación del nanocompuesto.

De acuerdo al nivel de dispersión del mineral en el polímero, tres tipos de mezclas polímero-arcilla pueden formarse: el compuesto convencional, nanocompuesto intercalado y el nanocompuesto exfoliado.

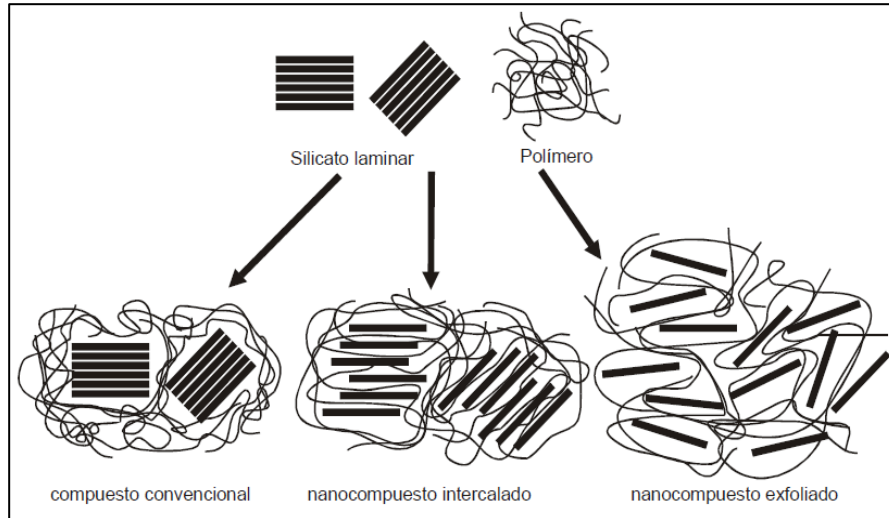
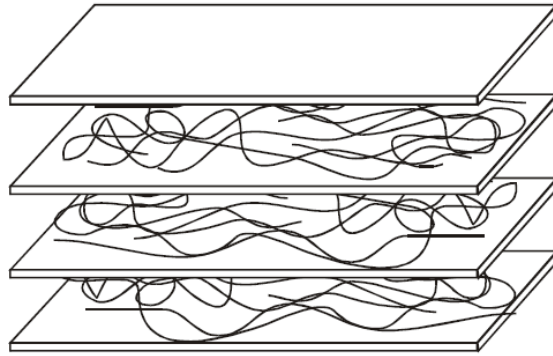


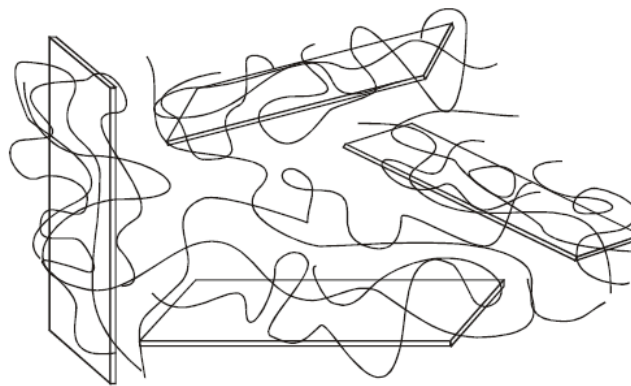
Figura 4. Tipos de compuestos polímero-arcilla

El compuesto convencional se caracteriza por que sus fases son totalmente separadas puesto que la intercalación no se lleva a cabo y por lo tanto no se genera un nanocompuesto. Por otro lado, dos tipos de nanocompuestos se generan de la mezcla de las dos fases, el primero es un *nanocompuesto intercalado*, en este, las láminas de la arcilla se abren para que el polímero se intercale, pero estas continúan de una manera ordenada, lo cual indica que hay una miscibilidad limitada de las dos especies y se forma así una estructura formada por estratos poliméricos e inorgánicos, como lo muestra la figura 5.



*Figura 5. Estructura intercalada*

Finalmente, en el nanocompuesto exfoliado, se lleva a cabo una deslaminación por parte de la arcilla, lo cual permite una mayor dispersión de la misma en la matriz polimérica.



*Figura 6. Estructura exfoliada*

#### **2.4.1.1. Preparación de nanocompuestos**

Muchas estrategias se han considerado para preparar nanocompuestos polímero-arcilla. Cuatro principales procesos son los que destacan: exfoliación – adsorción, polimerización in situ, intercalación por fusión, e intercalación directa por síntesis.

#### **2.4.1.1.1. Intercalación por fusión**

Hasta ahora el método de intercalación por fusión es el más común utilizado por sus ventajas, especialmente desde el punto de vista comercial y de capacidad de producción en masa. Es un método muy simple y en el cual se utiliza un polímero termoplástico que se lleva a temperaturas superiores a la temperatura de transición vítrea en la cual se dispersan las partículas de arcilla. El silicato laminar se mezcla con la matriz polimérica en estado fundido. Mediante el calentamiento y la aplicación de fuerza de corte durante la mezcla, se puede producir intercalación y en algunos casos deslaminación de la arcilla, dependiendo del grado de penetración del polímero en el silicato.

Como se mencionó anteriormente, este método representa una gran ventaja, pues es en el que se utiliza más fácilmente por la vía industrial, puesto que para esta técnica se usan máquinas comunes para el procesamiento de polímeros como las extrusoras e inyectoras. Una de las desventajas podría ser en encontrar un sistema arcilla-compatibilizante-polímero adecuado para la formación del nanocompuesto; además de que cabe mencionar, solo es utilizable para polímeros de alta calidad.

### **2.5. Procesamiento de polímeros**

. Las técnicas que se utilizan para procesar polímeros, dependen en gran medida de la naturaleza del mismo, en particular si es termoplástico o termoestable. La mayoría de las técnicas son utilizadas para conformar polímeros termoplásticos.

#### **2.5.1. Extrusión**

El proceso de extrusión se utilizó en escala industrial desde comienzos del siglo XIX para fabricar tuberías de plomo; sin embargo, el uso de la extrusión en otras aplicaciones tales como extrusión de productos cerámicos, pastas alimenticias, barras de hielo, electrodos de carbono, minas de grafito para lapiceros, vidrio y otros materiales.



Actualmente este proceso se utiliza para la granulación de materiales termoplásticos, aplicación de revestimientos delgados de papel, tela, cartón, para formar la envoltura aislante de alambres y cables eléctricos, y también en la fabricación de películas, láminas mangueras, tubos y artículos laminados de materiales con y sin sustancias de relleno, espumosos y no espumosos. Se emplean igualmente para la desgasificación, coloración, deshidratación, mezclado, plastificación simple y química de termoplásticos y materiales plásticos reactivos.

Prácticamente, casi todos los plásticos son extrudidos en algún momento, desde que se obtienen en la planta química de polimerización hasta que experimentan el proceso de transformación en artículos de consumos.

En las máquinas actuales de extrusión de plásticos la característica más destacada es el uso del tornillo de Arquímedes que gira en el interior de un cilindro, aunque desde luego se usan también máquinas basadas en principios diferentes.

Se puede definir la extrusión como el proceso de obtención de piezas con longitudes ilimitadas mediante el conformado del material al obligarlo a pasar a través de una boquilla bajo condiciones controladas. El proceso implica tres aspectos, el de transporte de material hacia la boquilla, el del fundido del material y el de su conformado al pasar a través de ésta.

La realización práctica de los procesos de extrusión se ha ejecutado con dos tipos de máquinas extrusoras, que han dado nombre a los dos procesos de extrusión, los cuales son, extrusión con pistón y extrusión con tornillo.

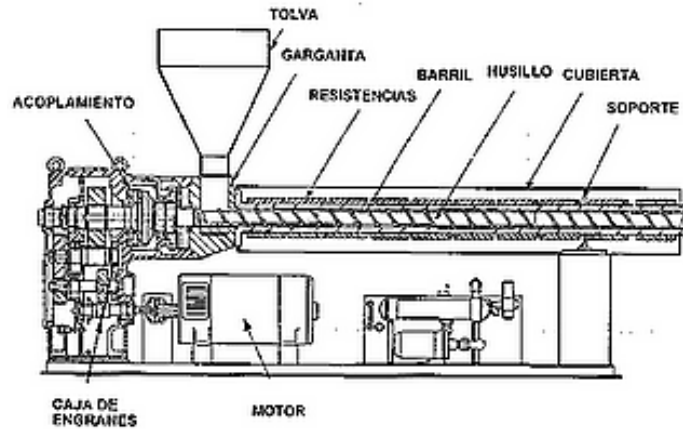


Figura 7. Extrusora husillo simple

Los parámetros principales de una extrusora de husillo son: el diámetro del husillo, la relación de su longitud al diámetro (L:D) y la velocidad de giro del husillo. En este tipo de extrusoras, el termoplástico atraviesa tres estados físicos: sólido, conglomeración del material sólido con la masa caliente, y, finalmente se transforma en masa fundida.

Aunque la extrusora puede realizar diferentes funciones, lo más importante es que se comporte como un elemento de transporte de polímero fundido; además, debe proporcionar suficiente presión al polímero fundido para que el extrudido pueda salir por la boquilla de modo constante y uniforme.

Cabe mencionar que la extrusora más usada es la de tornillo o husillo simple y tiene como características las siguientes:

1. Extrudir a presión controlada, con presiones de trabajo hasta  $350 \text{ Kg/cm}^2$
2. Trabajar el material plástico de manera tan eficaz con el tornillo que solo se necesite poco o ningún calor externo (extrusión adiabática).
3. Obtener altas velocidades del tornillo, y manejar así más cantidad de material, en el menor tiempo de residencia en el cilindro de la máquina, para un mayor rendimiento en la operación.
4. Relación longitud/diámetro en el tornillo de por lo menos 20:1, 24:1 y hasta 30:1.

5. Eliminación de los volátiles y aire atrapado mediante respiraderos.
6. Facilidad de control y reproductibilidad de las condiciones de extrusión gracias al empleo de mejor instrumentación.
7. Manipulación de nuevos polímeros que necesitan elevadas temperaturas de operación del orden de 325°C y presiones de 350 Kg/cm<sup>2</sup>.

### **2.5.2. Inyección**

En esencia, el moldeo por inyección es un proceso mediante el cual un termoplástico sólido es calentado hasta que este alcanza un estado de fluidez, después este es transferido bajo presión (inyección) dentro de un espacio hueco cerrado (cavidad del molde), y después enfriado en el molde hasta que nuevamente alcance el estado sólido, conformando así una forma de acuerdo a la cavidad del molde.

De una manera más técnica y completa, el proceso de moldeo por inyección consiste en que los materiales termoplásticos son calentados en una cámara plastificadora y bajo la acción de un émbolo o árbol inyector que los obliga a salir de la cámara, que contiene un torpedo o dilatador y de éste a una tobera que se une a un buje; éste alimenta los canales que conducen a las cavidades del molde a través de las bocas. Los moldes están a una temperatura muy inferior a la de la cámara plastificadora y enfrían suficientemente el material para que el ciclo se complete en menos de un minuto.

Los moldes se montan en platos, uno de los cuales es estacionario, sostenido firmemente por el marco de la máquina inyectora, mientras que el otro se mueve por encima de los postes-guía o pernos guías, que constituyen la rama de la prensa. El plato móvil recibe su fuerza de cierre de medios mecánicos o hidráulicos. La fuerza de cierre es mantenida en los moldes durante la operación de inyectar el material termoplástico a la cavidad y la refrigeración del material. Al final del ciclo se abren los moldes y extraen las piezas de las cavidades que les han dado forma. Todas estas operaciones están sincronizadas escalonadamente

mediante dispositivos reguladores especiales, los cuales, de ajustárseles como es debido, establecen un ciclo moldeador semiautomático.

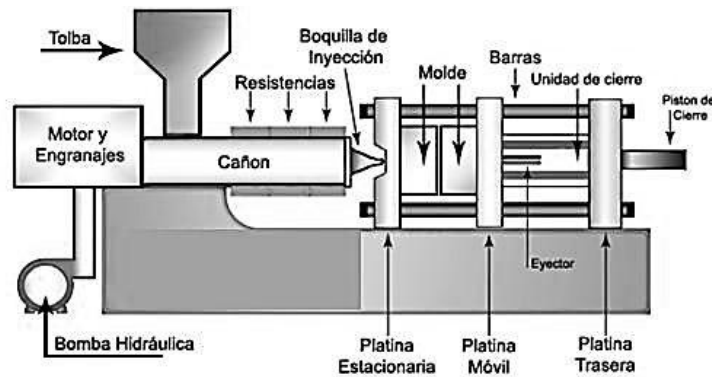


Figura 8. Partes de una inyectora

La inyección por moldeo es un proceso cíclico, el cual abarca los siguientes pasos:

- Calentamiento y fundición del material de proceso
- Mezclado y homogeneización del ahora material líquido
- Inyección de la masa fundida dentro de la cavidad del molde
- Enfriamiento y solidificación de la masa fundida en la cavidad del molde
- Expulsión de la parte terminada proveniente del molde.

En otras palabras, el proceso del moldeo por inyección, requiere que el material se someta a dos cambios de fase durante el ciclo. Los pellets de plástico sólido son primero calentados para formar una masa líquida viscosa para inyectarla después dentro del molde, en el cuál, la masa fundida es convertida de nuevo al estado sólido por enfriamiento en el molde.

La importancia del moldeo por inyección en la industria del plástico se ve retratada en la gran cantidad de material que es fabricado por este proceso, se estima que más de una tercera parte de los 30 mil millones de libras de todos los plásticos producidos anualmente en los Estados Unidos en años recientes.

## 2.6. Degradación de polímeros

Los materiales poliméricos también experimentan deterioro mediante interacciones con el ambiente. Sin embargo, para referirse a estas interacciones no deseadas, se utiliza el término degradación. La degradación polimérica es fisicoquímica, es decir, implica fenómenos físicos y químicos que conducen a una modificación de la estructura o apariencia del polímero, además es importante mencionar que con la degradación, el peso molecular del polímero disminuye o se reduce.

Los dos tipos de cambios en el polímero se presentan de la siguiente manera:

**Físicos.** Decoloración, pérdida de brillo superficial, formación de grietas, superficies un tanto grasosas, erosión superficial y pérdida de propiedades, como la resistencia a la tracción y a la deformación.

**Químicos.** Rotura de cadenas, cambios en sustituyentes laterales, reacciones de entrecruzamiento, etc.

### 2.6.1. Tipos de degradación

A continuación se presentan los diferentes agentes externos que provocan los distintos tipos de degradación

*Tabla 1. Agentes externos y tipos de degradación*

Agente externo	Tipo de degradación
Luz solar	Fotodegradación
Calor	Degradación térmica
Agentes atmosféricos	Degradación oxidativa
Humedad	Degradación hidrolítica
Hongos y microorganismos	Biodegradación
Luz+oxígeno	Fotodegradación oxidativa
Calor+oxígeno	Degradación termoxidativa
Luz+humedad	Degradación fotohidrolítica

Este trabajo solo se enfocará el estudio en el tipo de degradación hidrolítica, la cual se tratará más extensamente a continuación.

#### **2.6.1.1. Degradación hidrolítica**

Cuando el material polimérico entra en contacto con un medio acuoso, en este caso el agua, ésta penetra en la matriz del material y, a consecuencia de esto éste, se hincha (no todos los polímeros reaccionan así). También ocurre la ruptura de puentes de hidrógeno intermoleculares, la hidratación de las moléculas y, por último, la hidrólisis de los enlaces menos estables.

Esta ruptura por hidrólisis de los grupos funcionales puede ocurrir tanto en la cadena principal del polímero como en sustituyentes laterales. Como ya se había mencionado, el concepto de degradación polimérica va ligado directamente con la disminución del peso molecular del material, por lo que es necesario que la cadena principal se rompa por varios puntos.

#### ***Factores que influyen en la degradación hidrolítica de los polímeros:***

- a) *Naturaleza de los grupos funcionales.* Hay una relación estrecha entre la sensibilidad del grupo a la hidrólisis y la degradabilidad del polímero. Algunos de los grupos funcionales más sensibles a la hidrólisis son los ésteres, las amidas y los carbonatos.
- b) *Permeabilidad al agua y solubilidad (hidrofílicos-hidrofóbicos).* Depende del carácter hidrofílico de los grupos funcionales, del número de éstos, y de su accesibilidad. Cuando la velocidad de absorción de agua es superior a la velocidad de hidrólisis, ocurre una degradación en masa, y al revés, tiene lugar una degradación superficial (Heller, 1985).
- c) *Factores fisicoquímicos.* Intercambio iónico, fuerza iónica, pH. La rapidez de degradación del polímero depende del medio de incubación, si existe un cambio de pH en el medio el proceso pudiera ser activado, o por el contrario ralentizado.
- d) *Cristalino-amorfo.* La morfología del polímero es de gran trascendencia, ya que una fase amorfa es mucho más accesible al agua que una cristalina.

- e) *Temperatura de transición vítrea (Tg)*. Reed en 1981 demostró que la velocidad de hidrólisis aumenta de forma significativa cuando el polímero se encuentra por encima de su Tg.
- f) *Peso molecular y estructura química*. Como ya se mencionó, existen algunos grupos funcionales más propensos a la hidrólisis que pudieran encontrarse dentro de la estructura general del polímero. Asimismo, mientras menor sea el peso molecular del material, mayor será su vulnerabilidad a la hidrólisis.
- g) *Aditivos*. Ácidos, básicos, plastificantes, fármacos, etc.

## **2.7. Caracterización de polímeros**

La caracterización de polímeros abarca, desde su estructura microscópica, hasta sus propiedades útiles como materiales. La composición y estructura química, el tamaño y forma macromoleculares, la morfología en estado sólido, el comportamiento frente a temperatura, frente a esfuerzos o en flujo, las reacciones que pueden sufrir, etc., son todos aspectos de la caracterización de polímeros.

### **2.7.1. Difracción de rayos X**

Las longitudes de onda de algunos rayos X son más o menos iguales a la distancia entre planos de átomos de sólidos cristalinos. Cuando una radiación electromagnética incide sobre una superficie provista de un gran número de elementos espaciados regularmente a intervalos aproximadamente iguales a la longitud de onda de la radiación, se produce el fenómeno de difracción. Este fenómeno *consiste en la separación del rayo incidente en una serie de haces que se dispersan en todas direcciones*. El dispositivo que produce éste fenómeno se llama rejilla de difracción.

Este espaciado es del orden de Å, que es la misma magnitud de la longitud de onda de los rayos X, éstos últimos pueden ser difractados por el sólido que actúa como rejilla de difracción. Los elementos de la rejilla son las partículas

constituyentes del sólido y más precisamente sus electrones, que al recibir la radiación la re-emiten haciendo las veces de nuevas fuentes de radiación.

La difracción de rayos X es una técnica de caracterización y es también la herramienta más poderosa y confiable para estudiar la dispersión de la arcilla dentro de la matriz del polímero, que es el objetivo de este estudio, la formación de nanocompuestos exfoliados, utilizando para esto la ley de Bragg.

### 2.7.1.1. Ley de Bragg

Físicamente el proceso consiste en la dispersión de los rayos x por las nubes electrónicas que rodean a los átomos del cristal. El patrón observado es el resultado de la interferencia constructiva y destructiva de la radiación dispersada por todos los átomos, y la analogía con la reflexión ordinaria es el resultado de la ordenación atómica en un cristal.

Puesto que hay muchos planos paralelos implicados en la dispersión de los rayos X, las reflexiones procedentes de los planos sucesivos interferirán entre sí, y habrá interferencia constructiva sólo cuando la diferencia de longitud de camino entre los rayos procedentes de planos sucesivos es igual a un número entero de longitudes de onda.

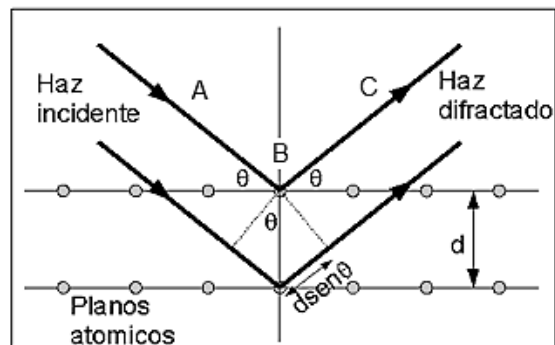


Figura 9. Un haz de rayos X forma el ángulo  $\theta$  con un conjunto de planos con espaciado interplanar  $d$ .

En la figura 9, los rayos X de longitud de onda  $\lambda$  inciden, formando un ángulo  $\theta$ , sobre un conjunto de planos con espaciado  $d$ . El rayo incidente sobre el



segundo plano recorre una distancia  $AB+BC$  mas allá que el rayo incidente sobre el primer plano. Estos dos rayos estarán en fase solamente si

$$AB+BC=n\lambda$$

En donde  $n$  es un entero. Se deduce por geometría elemental que

$$AB=BC=dsen\theta$$

Por consiguiente,

$$2dsen\theta=n\lambda$$

**Ley de Bragg**

### **2.7.2. Análisis térmico**

La importancia de los métodos termoanalíticos no solo residen en el hecho de que la propiedades térmicas de los polímeros son importantes para productores y usuarios, sino también en que las propiedades tecnológicas de los plásticos dependen de su historia térmica en gran medida.

Mediante el análisis térmico se pueden medir diferentes propiedades de los polímeros, tales como la flamabilidad y estabilidad térmica, grado de cristalización, degradación térmica y la temperatura de transición vítrea, que es la que más interesa para el objeto de este estudio, por lo que resulta conveniente definirla.

#### **2.7.2.1. Temperatura de transición vítrea**

La temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) se puede entender de forma bastante simple cuando se entiende que en esa temperatura el polímero disminuye su porcentaje de elongación de forma drástica.

Se entiende que es una zona intermedia de temperatura entre el estado fundido y el estado rígido del material. Por encima de la  $T_g$ , los enlaces secundarios de las moléculas son mucho más débiles que el movimiento térmico

de las mismas, por ello el polímero se torna gomoso y adquiere cierta elasticidad y capacidad de deformación plástica sin fractura. Este comportamiento es específico de polímeros termoplásticos amorfos o semicristalinos, y no ocurre en polímeros termoestables.

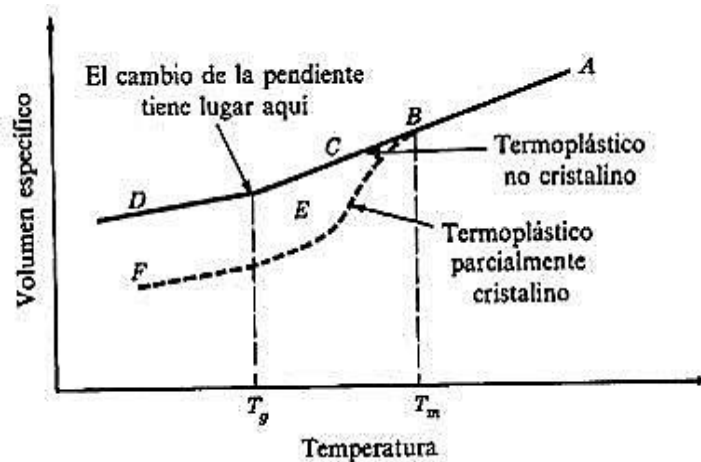


Figura 10.  $T_g$  en polímeros termoplásticos en función del volumen específico

Debe resaltarse que la  $T_g$  real de una muestra depende de muchos factores, incluyendo los tratamientos previos de la muestra y el método y condiciones de la determinación.

*$T_g$  es un valor de extrema importancia en ingeniería de polímeros, pues indica la temperatura de trabajo del plástico y por ende determina si un plástico concreto puede ser utilizado para una aplicación dada.*

El que un material se halle por debajo o por encima de la  $T_g$  es importante en la descripción de sus propiedades y sus usos finales.

Las herramientas mas importantes para la obtención de las propiedades térmicas de los materiales incluyen el análisis termogravimétrico (TGA), la calorimetría de barrido diferencial (DSC), el análisis térmico diferencial (DTA), el análisis termomecánico dinámico (DMTA), el análisis mecánico térmico (TMA) y la cromatografía gaseosa de pirólisis (PGC). De las técnicas mencionadas

anteriormente, las más comunes para la medición de la Tg son DSC y TMA, éste último es mucho más sensible para detectar transiciones térmicas que la DSC.

### **2.7.2.2. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)**

La DSC es una técnica de calorimetría de desequilibrio, muy parecida a la DTA, en la que se mide el flujo de calor hacia y desde el polímero en función del tiempo o de la temperatura.

Los equipos de DSC disponibles actualmente miden el flujo de calor manteniendo un equilibrio térmico entre la referencia y las muestras; esto se hace alterando la corriente que pasa a través de los calentadores de ambas cámaras. Por ejemplo, una muestra de referencia y una muestra se calientan a una rapidez determinada hasta que la muestra empieza a consumir o emitir calor. Si se trata de un suceso endotérmico, la temperatura de la muestra será menor que la de referencia. Los circuitos están programados para proporcionar temperatura constante para los compartimientos de la muestra y de la referencia. Se suministra por tanto una corriente adicional al compartimiento de la muestra para elevar la temperatura hasta la de referencia. Se registra la corriente necesaria para mantener temperatura constante entre la muestra y la referencia. El área bajo la curva resultante en una medida directa del calor de transición.

El tamaño de muestra puede ir desde 0.5mg hasta 10g. El diagrama resultante de dibujar  $\Delta T$  o  $d\Delta Q/dt$  en función de la temperatura se denomina *termograma*.

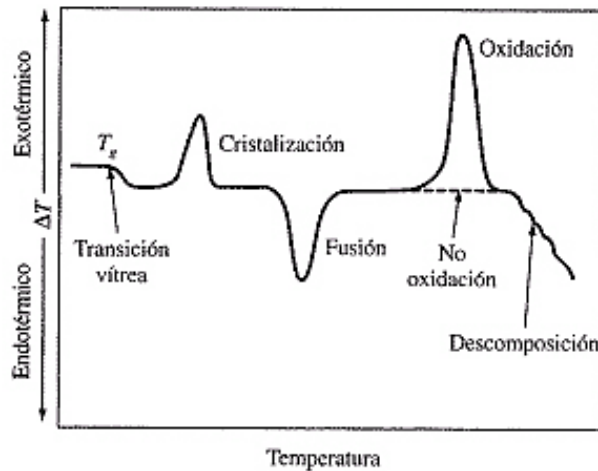


Figura 11. Termograma diferencial que muestra los tipos de cambios encontrados en materiales poliméricos.

### 2.7.3. Propiedades mecánicas

Para conocer el comportamiento mecánico de los materiales, se realizan habitualmente ensayos de tracción, compresión o flexión, donde se evalúa la resistencia del plástico a ser deformado y la magnitud de esa deformación en el punto donde se rompe el material, si es el caso y el módulo elástico. El módulo elástico es una medida de la rigidez de un material. También, se mide el punto donde cambia su comportamiento, pasando de elástico, a plástico. El comportamiento mecánico de los plásticos reforzados depende del tipo de carga que contengan. En un ensayo mecánico se obtienen curvas de esfuerzo-deformación característicos de cada material.

#### 2.7.3.1. Comportamiento esfuerzo-deformación típico

El cociente del esfuerzo aplicado y la deformación se denomina módulo de Young. Esta relación también se llama módulo de elasticidad. Corresponde a la parte lineal de la curva esfuerzo-deformación. Se calcula como se muestra a continuación:

$$\text{Módulo de Young} = \frac{\text{esfuerzo (Pa)}}{\text{deformación unitaria } \left(\frac{\text{mm}}{\text{mm}}\right)}$$

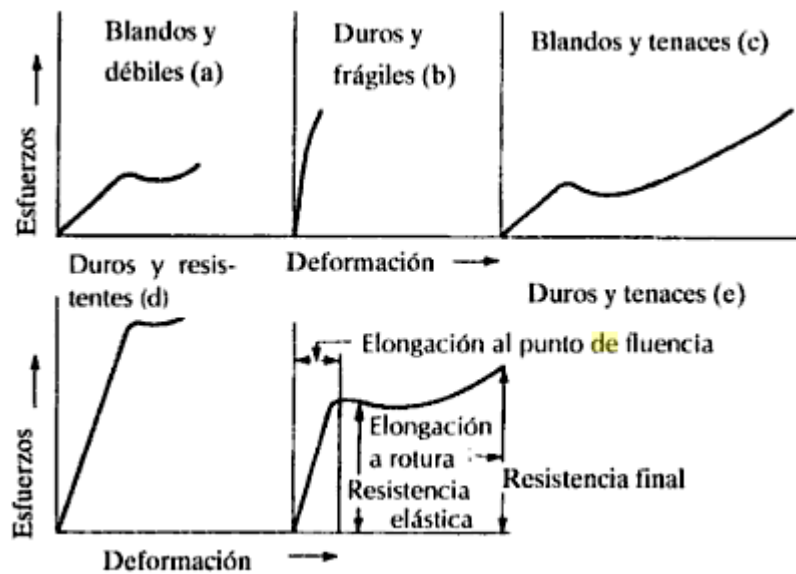


Figura 12. Curvas de esfuerzo deformación típicas para plásticos

Valores elevados del módulo de Young indican que el material es rígido, resistente al alargamiento. Muchos polímeros sintéticos tienen su módulo de Young comprendido en el intervalo general alrededor de  $10^5$  psi. Particularmente, como se ve en la figura 12, los copolímeros ABS son ejemplos de polímeros duros y resistentes de clase (d), que experimentan un alargamiento moderado antes del punto de fluencia, seguido de una deformación irreversible.

### 2.7.3.2. Resistencia a la tracción

La resistencia a la tracción puede determinarse al aplicar una fuerza al material de ensayo hasta que se rompa. Se define mediante la siguiente relación:

$$\begin{aligned} \text{Resistencia a la tracción (Pascales)} \\ &= \frac{\text{fuerza necesaria para romper la muestra (N)}}{\text{área de la sección transversal (m}^2\text{)}} \end{aligned}$$

La resistencia a la tracción, que es la medida de la capacidad de un polímero a resistir los esfuerzos de estiramiento, normalmente se mide mientras se aplica una deformación a una probeta. Las condiciones de prueba y las medidas de los especímenes están establecidas en la norma ASTM-D638. Estas probetas de ensayo deben cumplir unas condiciones normalizadas de humedad (50%) y temperatura (23°C) antes del ensayo y durante el mismo.

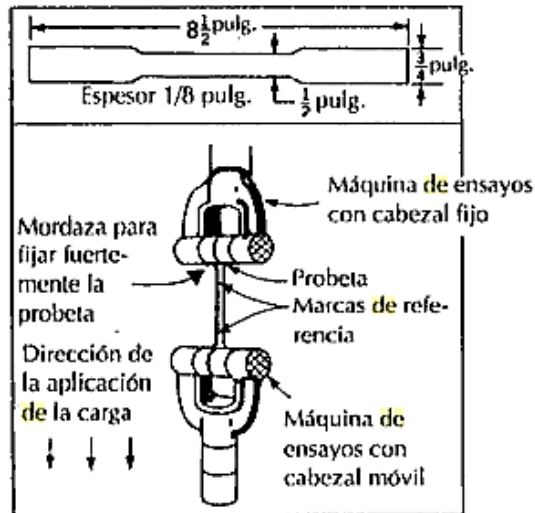


Figura 13. Ensayo de tracción típico

Para medir la resistencia a la tracción, los dos extremos de la probeta se sujetan en las mordazas del aparato de ensayo que se muestra en la figura 13. Una de las mordazas está fija, mientras que la otra se desplaza a una rapidez constante. El esfuerzo y la fuerza aplicada se representan en una gráfica en función de la deformación y del alargamiento. La resistencia a tracción máxima es igual al esfuerzo necesario para causar rotura, dividido por el área de la sección transversal mínima de la probeta sujeta a ensayo. El área total bajo la curva esfuerzo-deformación es una medida de la tenacidad total.

La deformación por estiramiento es la deformación de una probeta de ensayo causada por la aplicación de cargas determinadas. En concreto, es la variación de longitud de la muestra dividida por la longitud inicial. Un alargamiento o deformación recuperable se llama deformación elástica.

La fluencia es el alargamiento irreversible causado por la aplicación de una fuerza durante un cierto periodo de tiempo. El alargamiento se mide mediante el ensayo de tracción. El porcentaje de alargamiento es igual a la variación dimensional dividida por la longitud original de la muestra y multiplicado por 100, es decir:

$$\%E = \frac{\Delta l}{l} 100$$

#### **2.7.4. Microscopía electrónica de transmisión (TEM)**

La microscopía electrónica de transmisión sirve para estudiar todo tipo de materiales siempre y cuando cuenten con la preparación adecuada y tengan dimensiones dentro del intervalo nanométrico o incluso sub-micrométrico. Por sus características, es una herramienta importante para la caracterización estructural de materiales nanoestructurados, de los cuales se puede obtener no solo información morfológica, sino también cristalográfica y de composición química, con la ayuda de la espectroscopía de dispersión de energía de rayos-X (EDS). La principal función del microscopio electrónico de transmisión es el estudio de los metales, minerales y el estudio de las células a nivel molecular; a diferencia del SEM, el cual realiza estudio a nivel superficial, el TEM permite analizar la estructura interna de la muestra de interés.

Respecto al tema que compete, este microscopio también permite la realización de análisis sobre la estructura de la dispersión de arcillas en nanocompuestos y sobre la degradación enzimática de muestras poliméricas.

En el TEM, los electrones transmitidos con y sin dispersión se utilizan para crear imágenes de transmisión convencionales, de campo oscuro y alta resolución, lo que nos da información acerca de la estructura interna de las muestras, tamaño y distribución de partículas, su red cristalina, interfases y defectos puntuales de la red atómica, etc.

El microscopio electrónico de transmisión utiliza un haz de electrones que traspasan la muestra que se desea aumentar, pues estos tienen una longitud de onda mucho menor que la de la luz visible y esto permite que nos muestren estructuras mucho más pequeñas; una parte de los electrones rebotan o son absorbidos por el objeto y otros lo atraviesan, lo que forma una imagen aumentada de la muestra. Para la utilización de este microscopio es necesario que las muestras sean cortadas en capas muy finas, no mayores de un par de miles de angstroms, a lo que se le conoce como microtomía.

En el TEM, los electrones se producen generalmente en un filamento, normalmente de tungsteno, parecido al de una bombilla, mediante un proceso conocido como emisión termiónica o bien mediante emisión de campo. Los electrones emitidos se aceleran entonces con ayuda de un potencial eléctrico (medido en V, o voltios) y se focalizan mediante lentes electrostáticas o electromagnéticas.

Las partes principales del microscopio electrónico de transmisión son:

- Cañón electrónico
- Condensadores
- Plataforma para la colocación de la muestra
- Objetivo
- Lente intermedia
- Lente de proyección
- Cámara de observación
- Cámara fotográfica



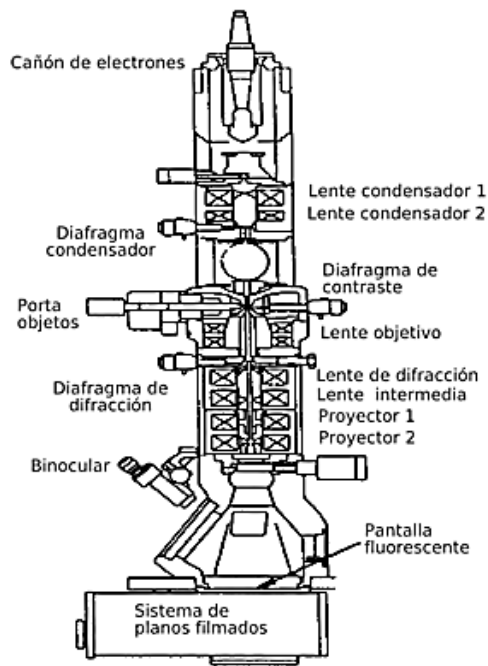


Figura 14. Partes TEM

### 2.7.5. Microscopio electrónico de barrido (SEM)

El microscopio electrónico de barrido (SEM) es un instrumento que permite la observación y caracterización superficial de materiales inorgánicos y orgánicos, entregando información morfológica del material analizado. A partir de él se producen distintos tipos de señal que se generan desde la muestra y se utilizan para examinar muchas de sus características. Con él se pueden realizar estudios de los aspectos morfológicos de zonas microscópicas de los distintos materiales con los que trabajan los investigadores de la comunidad científica y las empresas privadas, además del procesamiento y análisis de las imágenes obtenidas. Las principales utilidades del SEM son la alta resolución ( $\sim 100 \text{ \AA}$ ), la gran profundidad de campo que le da apariencia tridimensional a las imágenes y la sencilla preparación de las muestras.

A diferencia de un microscopio óptico que utiliza fotones del espectro visible, la imagen entregada por el SEM se genera por la interacción de un haz de electrones que “barre” un área determinada sobre la superficie de la muestra.

El microscopio electrónico de barrido puede estar equipado con diversos detectores, entre los que se pueden mencionar: un detector de electrones secundarios para obtener imágenes de alta resolución SEI (Secondary Electron Image), un detector de electrones retrodispersados que permite la obtención de imágenes de composición y topografía de la superficie BEI (Backscattered Electron Image), y un detector de energía dispersiva EDS (Energy Dispersive Spectrometer), que permite colectar los Rayos X generados por la muestra y realizar diversos análisis e imágenes de distribución de elementos en superficies pulidas [47].

La imagen topográfica es una contribución principalmente de los electrones secundarios (SE) que son los electrones que emite la muestra por dispersión inelástica del haz incidente y son aquellos electrones que cuentan con una energía menor a 50 eV. Este es un valor arbitrario aunque el 90% de los electrones secundarios son emitidos a menos de 10 eV. Sin embargo los electrones retrodispersos están dentro de este intervalo de energía y tienen una variación energética amplia en el caso de un haz incidente de baja energía. La emisión de electrones secundarios es sensible a las condiciones superficiales de la muestra. En una superficie limpia (y si tenemos un alto vacío en la cámara) los electrones secundarios tendrán mayor energía.

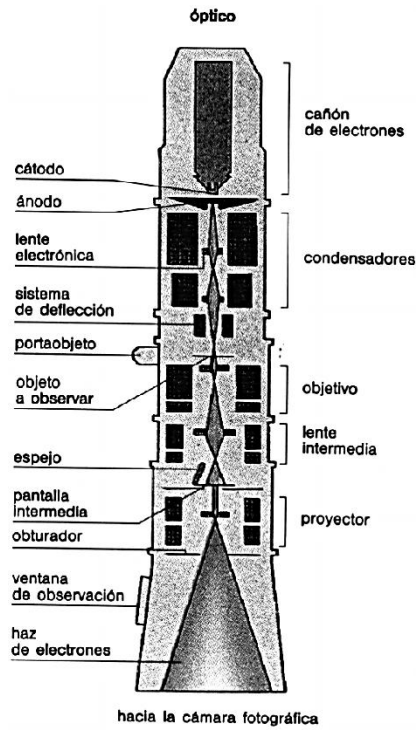


Figura 15. Microscopio electrónico de barrido

### **Aplicaciones del SEM**

Las aplicaciones del microscopio electrónico de barrido son muy variadas, y van desde la industria petroquímica o la metalurgia hasta la medicina forense. Sus análisis proporcionan datos como textura, tamaño y forma de la muestra.

CAPÍTULO III  
PROCEDIMIENTO  
EXPERIMENTAL

### 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El procedimiento experimental de este trabajo fue llevado a cabo, en su mayoría, en el Instituto de Investigaciones en Materiales (IIM) y en el Anexo de la Facultad de Ingeniería conocido como DIMEI (División de Ingeniería Mecánica e Industrial), específicamente en el laboratorio de Procesamiento de Polímeros, donde se realizaron las extrusiones e inyecciones necesarias. Ambos lugares ubicados dentro de Ciudad Universitaria de la UNAM en la Ciudad de México.

#### 3.1. Materias primas y equipo utilizado

##### Materias Primas:

- ABS virgen marca BASF con nombre Terluran GP-22 color natural.
- ABS de color natural reciclado de la compañía “Plásticos Los Delfines, S.A. de C.V.” grado inyección.
- Montmorillonita PGN sódica de la compañía Nanocor.

Tabla 2. Análisis Químico de la Montmorillonita

Elemento	% Peso	Elemento	% Peso	Elemento	% Peso
O	48.7	Si	29.65	Ca	0.2
Na	3.21	P	0.03	Ti	0.1
Mg	1.65	S	0.06	Mn	0.02
Al	12.35	K	0.04	Fe	3.99

Tabla 3. Propiedades Físicas de la Montmorillonita

CEC(meq/100g)±10%	120
pH	9-10
Gravedad Específica(g/cm <sup>3</sup> )	2.6
Tamaño Promedio de partículas(μm)	16-22
Máxima humedad (%)	12

- Acetato de Butilo 99.5% marca Tecsiquim S.A. de C.V. código BT0715-6
- Acetato de Amilo marca Sigma-Aldrich con número de catálogo W504009.
- Propilenglicol monometil éter acetato 99% marca Sigma-Aldrich con número de catálogo 484431

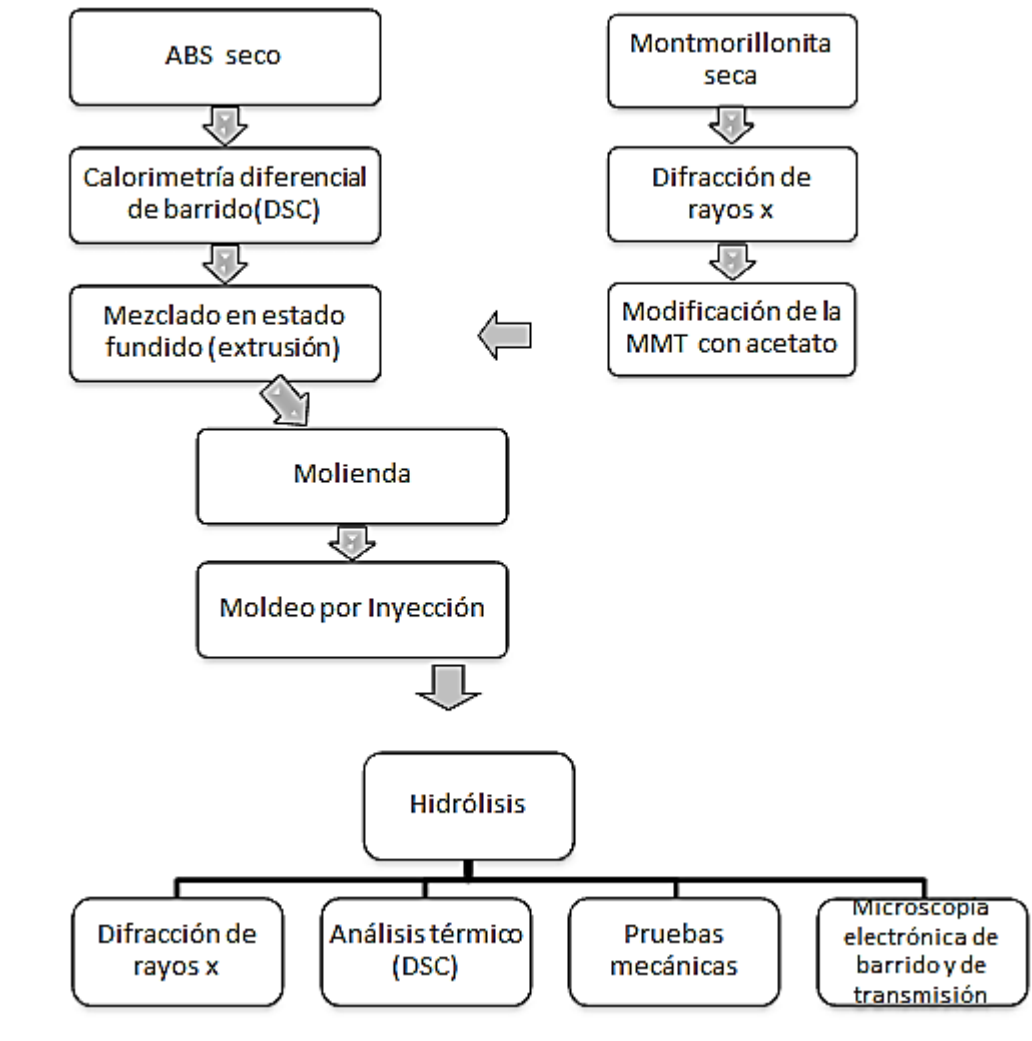
- 2-Etoxietil acetato 98% marca Aldrich con número de catálogo 109967

**Equipo utilizado:**

- Extrusor de husillo simple marca Nieto, con L/D de 21.
- Horno de secado marca Riossa con medidas interiores de 40x35x30 cm
- Molino de cuchillas de baja velocidad de la marca Colortronic, modelo M82L.
- Máquina inyectora marca DEMAG Ergo Tech 50-270. Fuerza de cierre 50 ton.
- Máquina de pruebas mecánicas universal, marca Instron, modelo R5500.
- Equipo de difracción de rayos X marca Brucker AXS. Modelo D8 Advance, con monocromador de grafito. Software DIFF. Plus B\_S 200.
- Analizador térmico marca TA instruments, modelo SDT Q600, con una resolución de 0.0061°C y precisión de  $\pm 2\%$ .
- Equipo para recubrir muestras para microscopía electrónica de la marca JEOL; Fine Coat Ion Sputter JFC-110.
- Equipo de microscopía electrónica de barrido marca Cambridge/Leica modelo Estereo Scan 440, utilizando un voltaje de 20 kilovolts con un detector de electrones retrodispersados.
- Microscopio electrónico de transmisión JEOL 1200EX, con detector EDS para análisis químico, detector EELS para elementos ligeros, capa de televisión y sistema de barrido.

A continuación se muestra un esquema, a grandes rasgos, del procedimiento experimental llevado a cabo.

### 3.2. Diagrama experimental



### 3.3. Secado de materia prima

La arcilla (montmorillonita) y el polímero (ABS) deben someterse a un secado en un horno, con la finalidad de eliminar la humedad presente en ambos materiales, puesto que son higroscópicos y el agua presente en ellos pudiera ocasionar degradación en el polímero durante el procesamiento.

La Montmorillonita (MMT) se secó a una temperatura de 130-134°C, durante 2 horas y media. El secado se realizó en una charola de metal recubierta con teflón. Posteriormente al secado, la arcilla se guardó en una bolsa de papel.

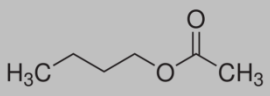
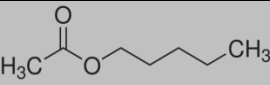
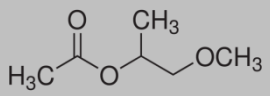
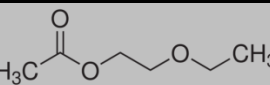
El secado del ABS reciclado se realizó en el mismo horno a una temperatura de 80-85°C. El tiempo de secado, al igual que para la MMT, fue 2 horas y media. Al finalizar el secado de dicho material, éste se almacenó en bolsas de plástico cerradas. Se eliminó el aire manualmente en cada bolsa.

### 3.4. Modificación de la MMT con acetatos

La modificación de la MMT se llevó a cabo al hacer la mezcla física del acetato en cuestión directamente con la arcilla en una relación 1:1 peso: volumen. Esto es, un gramo de arcilla en un mililitro de disolvente. Una vez depositadas las cantidades correctas en un vaso de precipitados, se mezclan manualmente con un agitador, con el fin de que el disolvente moje completamente la montmorillonita. Es importante hacer toda la operación en una campana puesto que el olor de los acetatos es muy penetrante. Una vez realizada la modificación, la MMT tomará el nombre de montmorillonita expandida (MMTE) y está lista para ser mezclada en la proporción adecuada con el polímero, para la realización del mezclado en estado fundido.

Los intercalantes utilizados se muestran en la tabla 4.

Tabla 4. Intercalantes utilizados

Intercalante	Identificación de sustancia	Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	Peso molecular (g/mol)	Punto de ebullición (°C)	Fórmula
Acetato de Butilo	M	0.88	116.16	124-126	
Acetato de amilo	S	0.87	130.2	149	
Propilenglicol monometil éter acetato	P	0.97	132.16	145-146	
2-etoxietil acetato	Q	0.975	132.16	156	



### 3.5. Mezclado en estado fundido (extrusión)

Se preparan muestras de 1kg de la siguiente manera:

Tabla 5. Muestras extrudidas

Muestra	ABS rec. (%p/p)	gp22 (%p/p)	MMT (%p/p)	MMTE (%p/p)
gp22 <sup>1</sup> 0 <sup>2</sup>	----- 100	100 -----	----- -----	----- -----
3 5	97 95	----- -----	3 5	----- -----
3P 5P	97 95	----- -----	----- -----	3 5
3Q 5Q	97 95	----- -----	----- -----	3 5

Las muestras están dadas en porcentaje en peso, por ejemplo, una muestra con 3% de MMTE quiere decir que, como cada muestra es de 1000 g, contiene 30g de MMTE y 970g de ABS.

Todas las extrusiones se realizaron en un extrusor de husillo simple a una velocidad de 48rpm y una temperatura de dado de 180°C. El dado empleado fue el de tipo anular con un radio anular interno de 2.75mm, un radio anular externo de 3.35mm y una longitud de boquilla de 4.18mm.

### 3.6. Molienda

La molienda se realizó con un molino de cuchillas de baja velocidad. La muestra, ya molida, salió por la parte baja del molino, que se depositó en un cajón, se recogió toda la muestra y se guardó en bolsas para posteriormente realizar nuevamente un secado del material, con las mismas condiciones anteriores.

<sup>1</sup> gp22 se refiere al ABS virgen que lleva este nombre de identificación en la compañía BASF

<sup>2</sup> 0 se refiere a la muestra que solo contiene polímero reciclado como se aprecia en la tabla

### 3.7. Moldeo por inyección

La inyección se llevó a cabo bajo los siguientes parámetros:

Tabla 6. Parámetros de inyección

Tiempo control del ciclo (s)	100
Presión de Inyección (Bar)	1800
Velocidad de inyección (mm/s)	70
Tiempo de presión posterior (s)	5
Presión posterior (Bar)	300
Tiempo de enfriamiento <sup>3</sup> (s)	40-100
Revoluciones (rpm)	120
Temperatura (°C)	220

Para realizar la inyección se depositaron las muestras previamente molidas y secadas en la tolva de la maquina inyectora bajo los parámetros anteriormente establecidos, se utilizó un molde de probetas de tracción.

### 3.8. Hidrólisis

Las probetas se sumergieron durante 12 horas a 85°C y, posteriormente, otras 12 horas a temperatura ambiente (23°C), en agua desionizada, lo que conformó un ciclo. Las muestras fueron sometidas a 20 y 30 ciclos de hidrólisis. Se introdujeron 10 probetas de cada muestra, 5 por cada periodo de ciclos de hidrólisis. El equipo que se utilizó fue una parrilla de calentamiento con agitación.

---

<sup>3</sup> Este parámetro presenta un intervalo debido a que conforme pasa el tiempo de inyección, el molde se calienta y no eyecta las piezas debido a la temperatura, por lo que a medida que pasa el tiempo, también se tiene que ir aumentando el tiempo de enfriamiento y así la inyección ocurra automatizada completamente.

### 3.9. Pruebas mecánicas

Estas pruebas se realizaron de acuerdo a la norma ASTM-D638 [44] en una máquina de pruebas mecánicas universal, marca Instron, modelo R5500. Las pruebas se realizaron a una velocidad de cruceta de 50 mm/min. Para tener una mayor percepción de todas las pruebas realizadas se muestra una tabla a continuación:

Tabla 7. Pruebas mecánicas realizadas<sup>4</sup>

Muestra	No. probetas	Muestra	No. probetas
gp22	5	3	5
gp22-20	5	3P-20	5
gp22-30	5	3P-30	5
0	5	5P	5
0-20	5	5P-20	5
0-30	5	5P-30	5
3	5	3Q	5
3-20	5	3Q-20	5
3-30	5	3Q-30	5
5	5	5Q	5
5-20	5	5Q-20	5
5-30	5	5Q-30	5

### 3.10. Pruebas térmicas

Para la realización del análisis por calorimetría diferencial de barrido (DSC), se utilizó un analizador térmico marca TA INSTRUMENTS, modelo SDT Q600 con una resolución de 0.001°C y una precisión de  $\pm 2\%$  [18]. El intervalo de calentamiento fue desde 23°C hasta 300°C, a una rapidez de 10°C/min, en una atmósfera de nitrógeno.

Las muestras que se examinaron mediante este método fueron el gp22 y el ABS reciclado. Posteriormente se examinaron también las muestras sin hidrólisis,

<sup>4</sup> El guion y el número que procede a cada nombre de muestra se refiere al número de ciclos de hidrólisis, los que no son precedidos por lo mencionado, no fueron sometidos a hidrólisis.

y, por último, las muestras más representativas con hidrólisis, para conocer su temperatura de transición vítrea.

### **3.11. Difracción de rayos X**

El propósito de la realización de esta prueba fue, en primera instancia, el de conocer la distancia interplanar de la MMT con los diferentes intercalantes y, por otro lado, saber si se produjo una intercalación del polímero en las galerías de la arcilla.

Las muestras que se sometieron a difracción de rayos X fueron las mezclas que se obtuvieron de las extrusiones y las sometidas a ciclos de hidrólisis (casos más representativos). El intervalo de valores de  $2\theta$  que se usó fue de 2 a 80 grados, con un cambio de inclinación del haz respecto a la muestra de  $2^\circ/\text{min}$ . Se usó análisis de polvos [42].

Las muestras se colocan sobre un portamuestras de vidrio, de un diámetro de 5cm y con una cavidad rectangular de 2x2.5 cm y 2mm de profundidad. Para el caso de las mezclas de solventes con MMT, éstas se colocan en la cavidad del portamuestras y se presionan contra otro vidrio hasta alcanzar una superficie plana [43].

### **3.12. Microscopio electrónico de transmisión**

Para la realización de esta prueba, se seleccionó una de las muestras con mayor concentración de arcilla y que a su vez presentara las mejores propiedades mecánicas. Las muestras se prepararon por ultramicrotomía, la cual tuvo lugar en el Instituto de Física de Ciudad Universitaria. En la ultramicrotomía que se realizó se utilizaron cuchillas de vidrio y se realizó a temperatura ambiente, se obtuvieron pequeñas rebanadas muy finas del material de 50nm de grosor. Una vez que se obtuvieron las pequeñas rebanadas, se colocaron sobre rejillas de cobre y se llevaron de vuelta al IIM para ser analizadas en el microscopio; las imágenes que se obtuvieron fueron tomadas entre X12K y X30K.

### 3.13. Microscopio electrónico de barrido

El fin del análisis con el microscopio electrónico de barrido (SEM), fue la visualización topográfica de las muestras tras la realización de las pruebas mecánicas, tanto a muestras sin hidrolizar, como a las que si se sometieron a este proceso.

Las muestras seleccionadas fueron de acuerdo a los casos más representativos (muestras sin hidrólisis y con 30 días de hidrólisis para cada una), las cuales fueron las siguientes:

- ABS reciclado
- 5% MMT
- 3P

La preparación de las muestras se llevó a cabo al realizar cortes en las probetas de tracción de la siguiente manera:

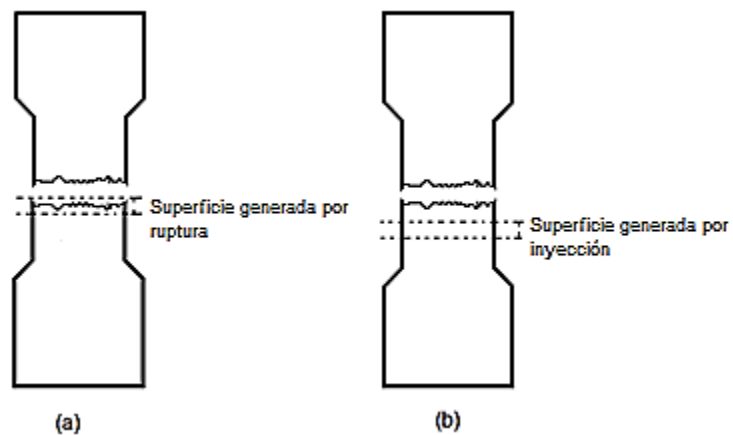


Figura 16. Corte de muestras para SEM. a) Superficie generada por ruptura, b) superficie generada por inyección [18].

Como se muestra en la figura 16, este corte (a) se hizo con una segueta, el grosor fue de aprox. 5 mm y después se lijo hasta quitar todos los desperfecto; el corte (b), se realizó de la misma manera con una segueta aprox. de 5 mm, pero esta vez, cuidando no lijar en la parte superficial de la muestra. Una vez que se obtuvieron los cortes mencionados, se procedió a dorar las muestras.

CAPÍTULO IV  
RESULTADOS Y  
DISCUSIÓN

## **4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

### **4.1. Selección de parámetros de extrusión**

De acuerdo a la literatura, la temperatura de extrusión del ABS debe de encontrarse entre los 200 y 240°C [34-37] en el dado, pero como el polímero que se usó es reciclado, se decidió utilizar una temperatura más baja, debido a que un polímero reciclado disminuye sus propiedades con respecto a un polímero virgen.

Así que, la temperatura de extrusión por la que se decidió optar fue de 180°C en el dado, además de que Ramírez en 2011 realizó un experimento similar con esta misma temperatura [42].

Por otro lado, la velocidad del husillo fue 48 rpm basada en el trabajo de Ramírez, puesto que en esas condiciones el nanocompuesto formado, presentó mejor apariencia, además de que a esa velocidad todavía se podía controlar más fácilmente el perfil a la salida del dado.

### **4.2. Selección de intercalante**

La selección del Intercalante se basó en dos aspectos principales: la distancia interplanar de la MMT y la temperatura de ebullición, que tiene que ser cercana a la temperatura de extrusión (180°C). En ambos casos, entre mayor sea la distancia interplanar de la MMT y la  $T_{eb}$  más cercana a la temperatura de extrusión, el intercalante será más adecuado.

Para determinar la distancia interplanar lograda con los diferentes intercalantes, se realizaron pruebas de difracción de rayos X a los intercalantes. Además, en 2011, Ramírez [42], utilizó acetato de amilo, por lo que se incluyó como uno de los cuatro posibles candidatos para la elaboración del nanocompuesto, para comparar con este trabajo previo; cuya única diferencia, reside en que el moldeo del nanocompuesto realizado por Ramírez, se hizo por compresión.

Como se muestra en la tabla 8, las distancias interplanares más altas fueron logradas con propilenglicol monometil éter acetato, y al 2-etoxietil acetato, por lo que estos dos intercalantes fueron usados en las etapas posteriores de este proyecto.

Tabla 8. Expansión del plano  $d_{001}$  (distancia interplanar) de la montmorillonita con diferentes intercalantes

Intercalante	Distancia interplanar (Å)	T <sub>eb</sub> (°C)	Abreviatura y/o distinción
Montmorillonita	9.85	-----	-----
Acetato de butilo	13.0198	124-126	M
Acetato de amilo	11.0409	149	S
Propilenglicol monometil éter acetato	16.49	145-146	P
2-etoxietil acetato	13.42	156	Q

De tal manera que con una mayor expansión de las galerías de la arcilla, se propicia que en estos espacios, el polímero pueda intercalarse y de esta manera formar el nanocompuesto.

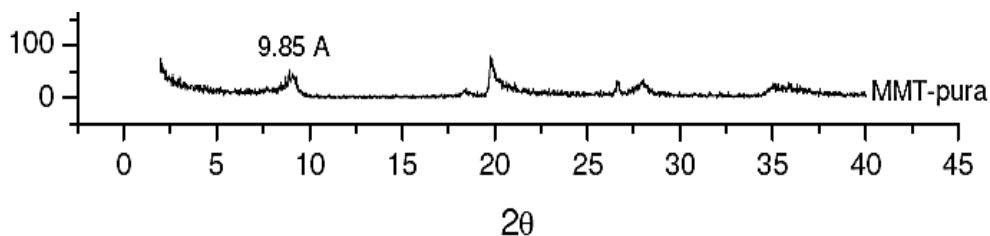


Figura 17. Diffractograma de la Montmorillonita pura, el pico se encuentra a  $2\theta=8.72$  [43].

En la figura 17 se muestra el diffractograma de la MMT pura, cuyo pico característico se encuentra ubicado a  $2\theta=8.72$  con una distancia interlaminar de  $9.85 \text{ \AA}$ , asimismo, en la figura 18 se muestra el diffractograma de la MMT con intercalante P, donde se encuentra señalada la distancia interlaminar de  $16.49 \text{ \AA}$ ,



ubicado en un valor de  $2\theta=5.35$ . Por su parte, en la figura 19 se muestra el difractograma de la MMT con el intercalante Q, el cual presenta una distancia interplanar de 13.42 Å, que corresponde a un valor de  $2\theta=6.58$ .

Cabe mencionar que se presenta claramente un desplazamiento en el valor de  $2\theta$  en el pico característico de la MMT al agregar los intercalantes, es decir, el ángulo  $2\theta$  disminuye.

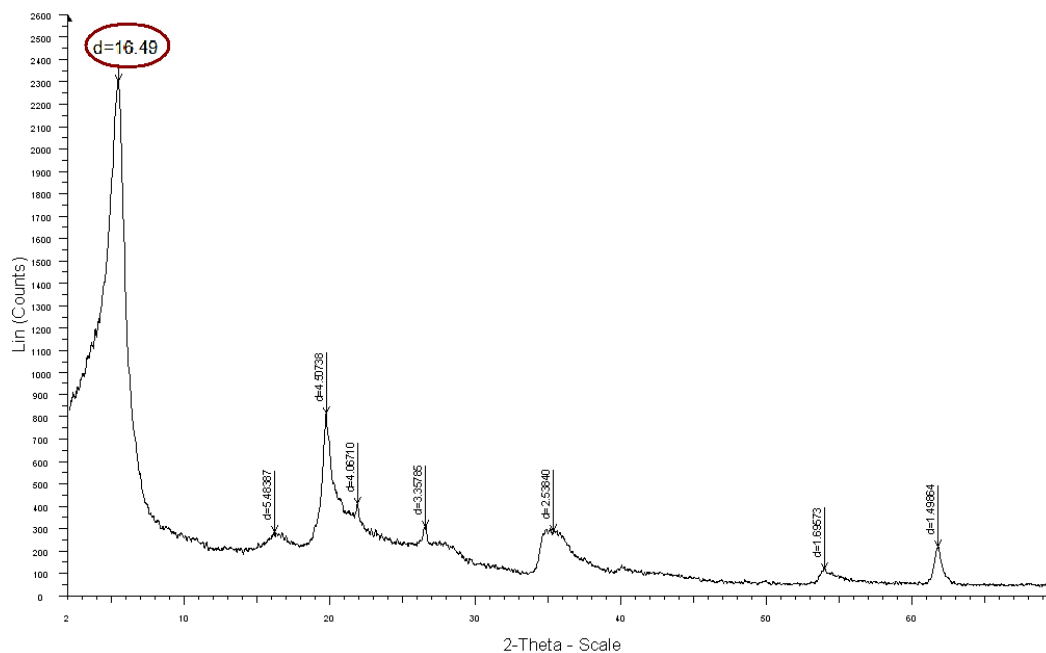


Figura 18. Difractograma de la MMT con el intercalante P

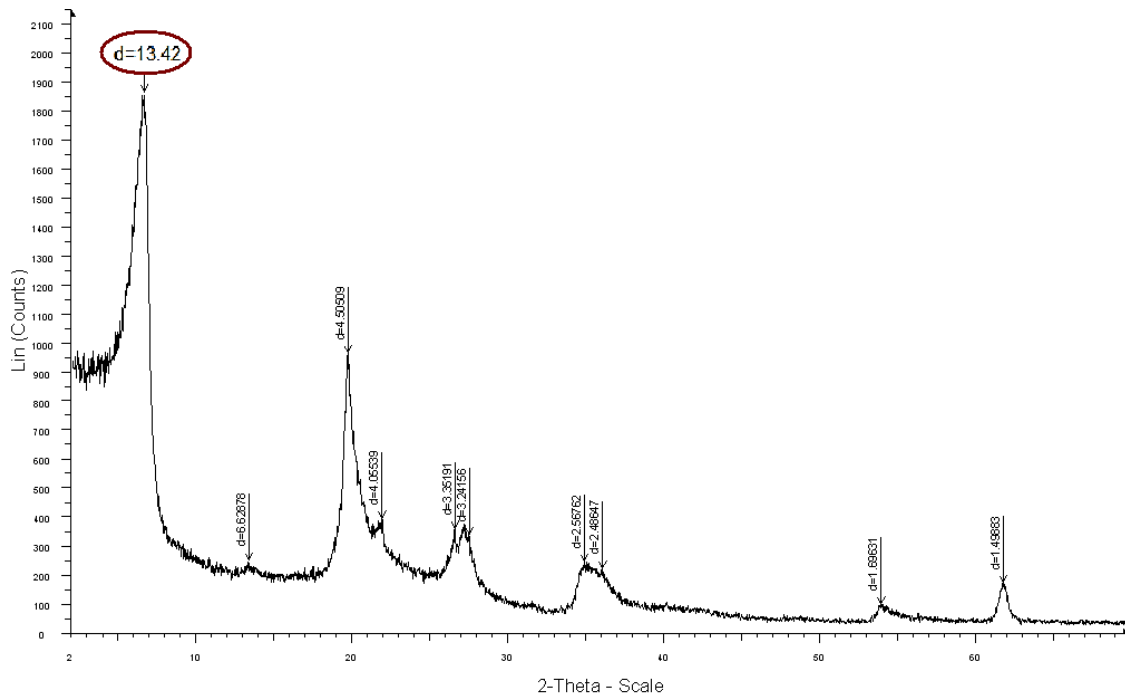


Figura 19. Difractograma de la MMT con el intercalante Q

### 4.3. Análisis térmico

Con el análisis térmico por calorimetría diferencial de barrido (DSC) se analizaron todas las muestras antes y después de la hidrólisis a 30 días, con el fin de encontrar cambios en la Tg debido a la degradación hidrolítica.

Tabla 9. Tg de muestras con y sin hidrólisis.

Muestra	Tg(°C) sin hidrólisis	Tg(°C) 30 días hidrólisis
ABS reciclado	102.14	105.32
3%	104.61	108.35
5%	103.41	109.51
3p	86.95	99.89
3q	93.86	95.04

En la tabla 9 se muestran los valores de Tg antes y después de la hidrólisis para cada una de las muestras. Se puede observar que la degradación hidrolítica no afecta negativamente las propiedades térmicas de las muestras, por el contrario, se observa un aumento en Tg en todos los especímenes.

El aumento de Tg no presenta un cambio significativo en las muestras de ABS reciclado, con 3% de MMT y con 3% de MMT con el intercalante Q, por otro lado, la muestra con 5% de MMT presenta un aumento de 6°C y la de 3% MMT con el intercalante P un aumento bastante significativo de 12°C. Esto podría deberse al tipo de intercalante.

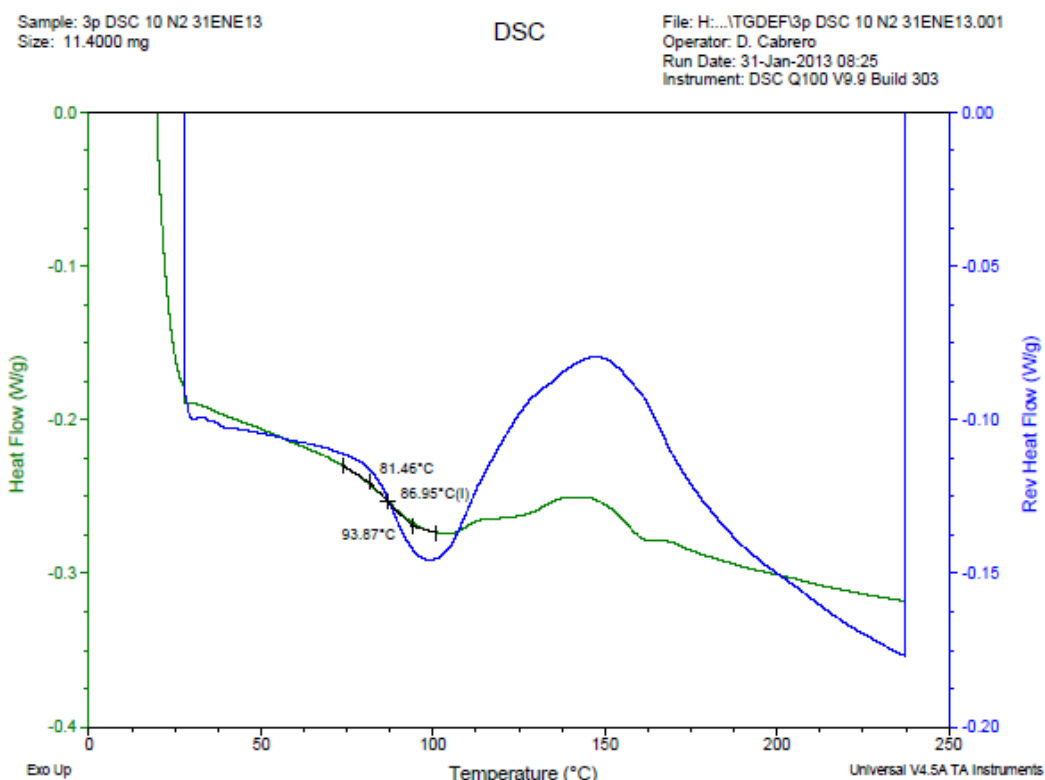


Figura 20. Termograma muestra "3p" sin hidrólisis

De la tabla también se puede observar que las muestras con intercalante presentan una menor Tg; las muestras con la inclusión de la MMT sin intercalante presentan mayores Tg en relación con el polímero solo, por lo que se puede decir que las propiedades térmicas al incluir el intercalante, no mejoraron.

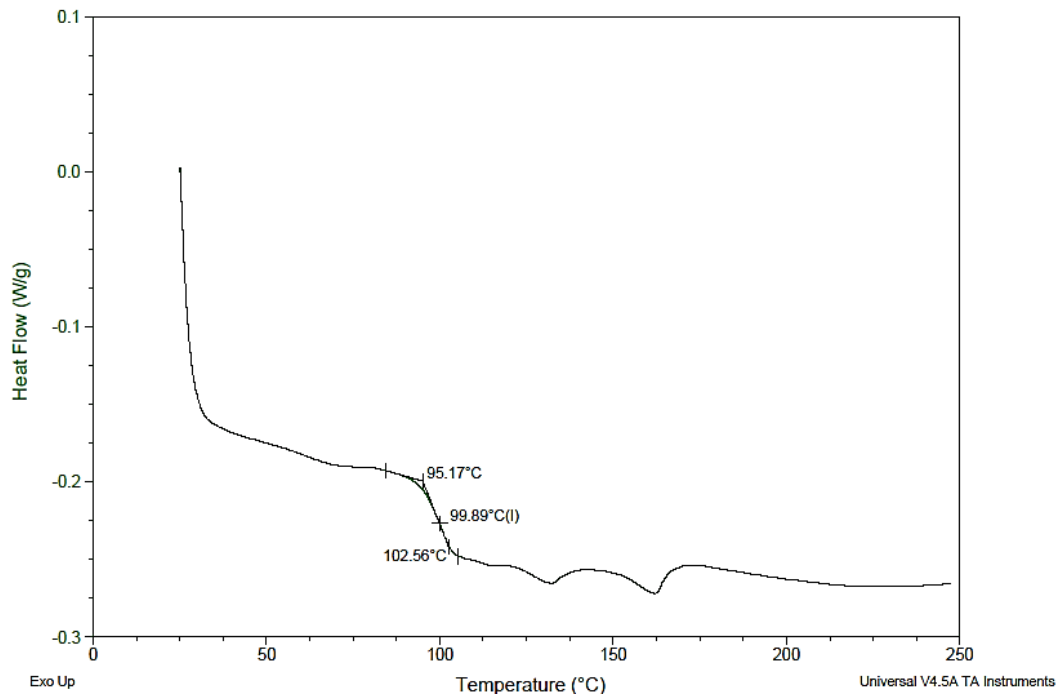


Figura 21. Termograma muestra "3p" a 30 ciclos de hidrólisis.

En las figuras 20 y 21 se muestran los termogramas correspondientes a la muestra 3p sin hidrólisis y con 30 ciclos de hidrólisis respectivamente. En el primero, la línea azul representa el flujo de calor reversible. Esta línea se incluye cuando los cambios en pendiente de la curva no son tan acentuados y sirve de guía para determinar de manera más exacta la temperatura de transición vítrea del material.

#### 4.4. Difracción de rayos X

El difractograma del ABS reciclado, sin ninguna inclusión de arcilla, se puede observar en la figura 22, y, claramente, se muestra que no presenta ninguna difracción cristalina.

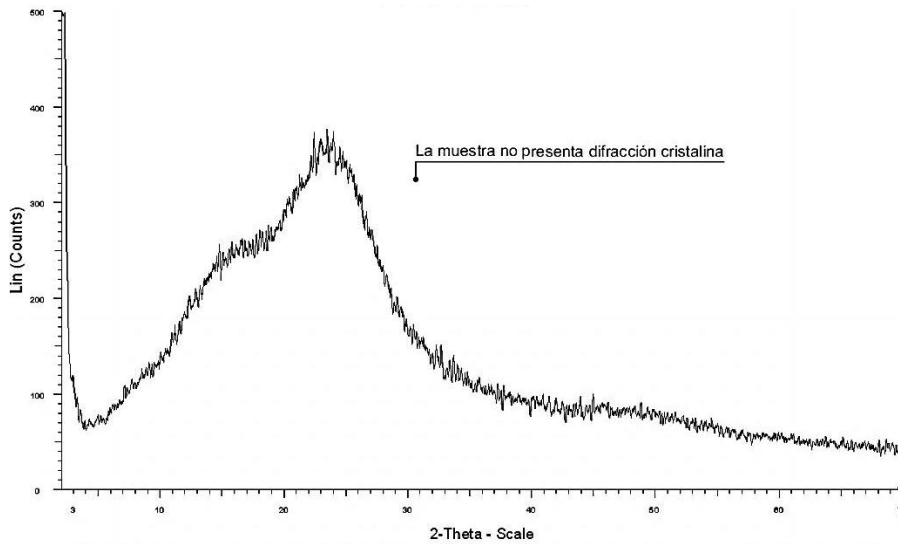


Figura 22. Difractograma muestra "0" ABS reciclado

Posteriormente se realizó el análisis por rayos x a las muestras de ABS con MMT sin intercalante. En la figura 23 se muestra el difractograma de la mezcla con 3% de arcilla, en la cual apenas se alcanza a observar un pico a un valor de  $2\theta=8.248$  y una  $d_{001}=12.45$ , el cual corresponde a la arcilla.

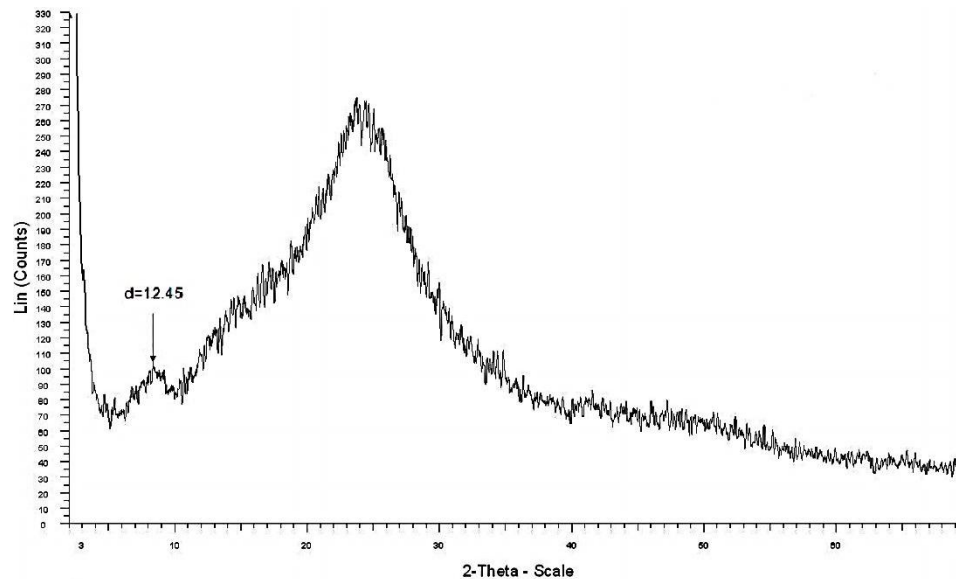


Figura 23. Difractograma de la muestra de ABS con 3% de MMT.

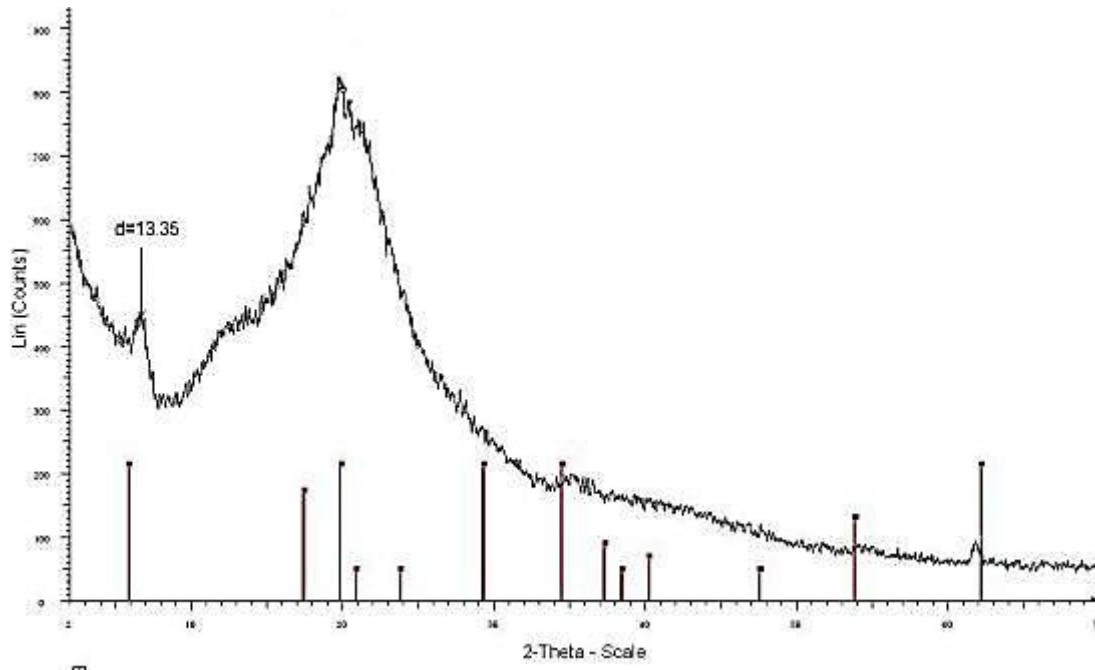


Figura 24. Difractograma de la muestra de ABS con 5% de MMT.

En la figura 24 se muestra el difractograma del espécimen con 5%, de MMT, cuya  $d_{001}=13.35$ , por lo que se puede ver que mientras mayor es la cantidad de arcilla, mayor es el espaciamiento de las láminas de la MMT. Es decir, hay una mejor intercalación del polímero en las galerías de la arcilla.

Otra cosa que se sabe a partir de estos difractogramas es que sí se formó una mezcla sin necesidad de agregar el intercalante, aunque no se puede decir que se formó un nanocompuesto, puesto que de ser así, el pico de la MMT se tendría que ver mucho más desplazado a la izquierda o no verse.

En la figura 25 se puede observar el difractograma de la muestra 5P, la cual contiene 5% de MMT y el intercalante P. En este caso se percibe que el pico característico de la MMT solo está ligeramente desplazado hacia la izquierda con respecto a las muestras sin intercalante, ubicado en  $2\theta=6.705$ , con una  $d_{001}=15.31$

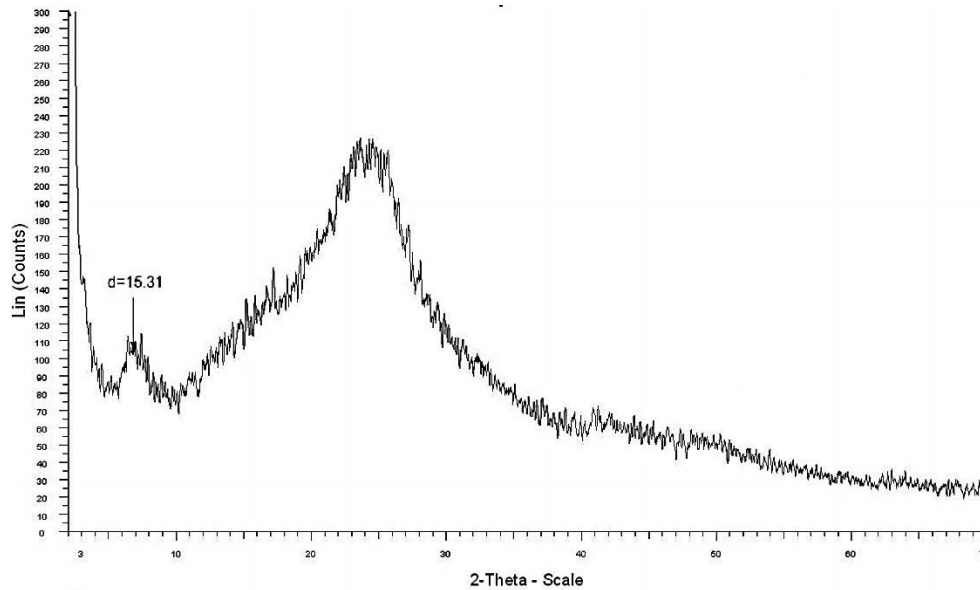


Figura 25. Difractograma de la muestra de ABS con 5% de MMT con el intercalante P

Como ya se mencionó, se hubiese esperado ver el pico correspondiente a la distancia interlamilar de la arcilla mucho más desplazado a la izquierda en la figura 25, respecto al que mostraron las muestras sin intercalante y así poder afirmar que se formó un nanocompuesto de naturaleza exfoliada. En algunas muestras no se presentó difracción cristalina aunque sí hubiera contenido de arcilla; esto podría deberse a que las muestras se encuentran exfoliadas y que el alcance del difractómetro no es suficiente para encontrar un ángulo de difracción. Esto se verificó mediante un análisis con el microscopio electrónico de transmisión.

Asimismo, se hicieron pruebas a 30 ciclos de hidrólisis de las muestras, las cuales se encuentran resumidas en la tabla 10.

Tabla 10. Distancias interlaminares de las muestras antes y después de la hidrólisis.

Muestra	Descripción	Distancia Interplanar [Å]	
		"0" ciclos de hidrolisis	"30" ciclos de hidrólisis
0	ABS recuperado	-----	-----
GP22	ABS virgen	-----	-----
3	ABS recuperado/ 3% MMT	12.45	13.04
5	ABS recuperado/ 5% MMT	13.35	13.29
3p	ABS recuperado/ 3% MMT /propilenglicol monometil éter acetato	no se aprecia	no se aprecia
5p	ABS recuperado/ 5% MMT / propilenglicol monometil éter acetato	15.31	no se aprecia
3q	ABS recuperado/ 3% MMT /2-etoxietil acetato	no se aprecia	12.8
5q	ABS recuperado/ 5% MMT /2-etoxietil acetato	no se aprecia	no se aprecia

#### 4.5. Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas consideradas en este trabajo fueron, la tensión en la carga máxima, la deformación en el punto de ruptura, y el módulo de Young.

Tabla 11. Propiedades mecánicas de las muestras a 0 ciclos de hidrólisis

Muestra	Concentración MMT	Tensión en la carga máxima [MPa]	% Deformación en el punto de rotura	Módulo de Young [MPa]
gp22	0%	44	8	1153
ABS	0%	46	11	1141
ABS/MMT	3%	36	6	1056
ABS/MMT	5%	45	10	1114
P	3%	40	6	1198
P	5%	32	4	1156
Q	3%	38	5	1166
Q	5%	36	5	1193



Tabla 12. Propiedades mecánicas de las muestras a 20 ciclos de hidrólisis

Muestra	Concentración MMT	Tensión en la carga máxima [MPa]	% Deformación en el punto de rotura	Módulo de Young [MPa]
gp22	0%	33	9	1045
ABS	0%	39	9	1110
ABS/MMT	3%	35	8	1054
ABS/MMT	5%	38	7	1161
P	3%	33	10	1183
P	5%	26	10	1005
Q	3%	31	10	1162
Q	5%	28	10	1087

Tabla 13. Propiedades mecánicas de las muestras a 30 ciclos de hidrólisis

Muestra	Concentración MMT	Tensión en la carga máxima [MPa]	% Deformación en el punto de rotura	Módulo de Young [MPa]
gp22	0%	35	10	1090
ABS	0%	40	7	1042
ABS/MMT	3%	34	7	1076
ABS/MMT	5%	37	8	1155
p	3%	33	11	1175
p	5%	27	9	1075
q	3%	30	12	1119
q	5%	27	8	1088

En las tablas 11, 12 y 13, se muestran los valores de las propiedades mecánicas de todas las muestras a sus diferentes ciclos de hidrólisis. Para tener un mejor análisis de las propiedades en cuestión se estudiarán por separado.

#### 4.5.1. Resistencia a la Tensión

En la figura 26 se observa cómo es que las mezclas se comportan de acuerdo a la cantidad de arcilla en ellas. La tendencia de la mayoría de estas es a disminuir la tensión conforme se aumenta la cantidad de MMT. Los casos que muestran una tendencia diferente son las muestras sin intercalante, sobre todo en las que no fueron sometidas a degradación hidrolítica, puesto que se observa que cuando tienen una concentración de 5% de arcilla, su tensión vuelve a subir.

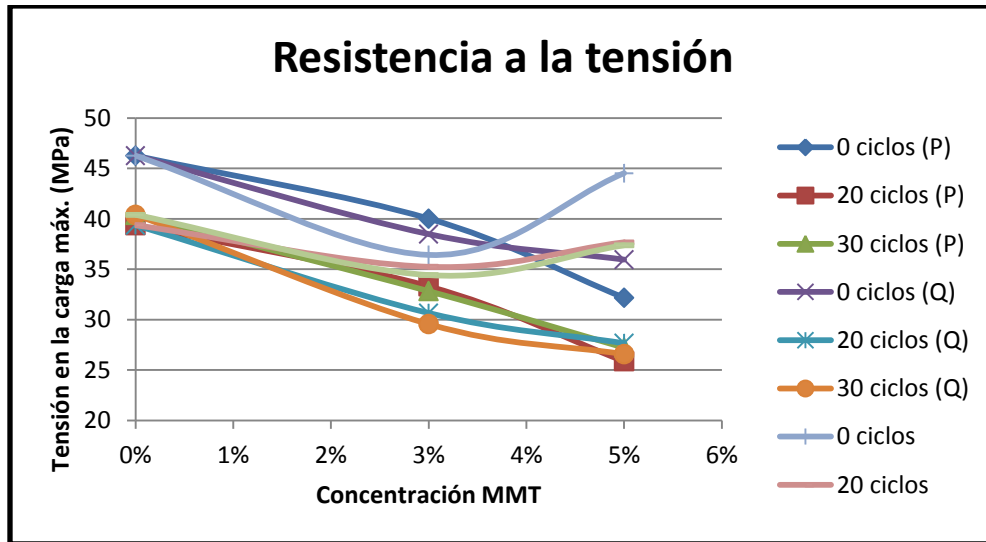


Figura 26. Efecto de la concentración de MMT en la tensión en la carga máxima

Respecto a la degradación hidrolítica, en la figura 27 se muestra que la tensión decae cuando las muestras se someten a hidrólisis. Además, las muestras con intercalante presentan los valores más bajos de tensión, mientras que el ABS reciclado presenta los valores más altos, por lo que se puede decir que esta propiedad no presentó una mejoría al adicionar MMT y los intercalantes.

El material virgen gp22 incluso muestra valores más bajos que el ABS reciclado y que la muestra con 5% de MMT.

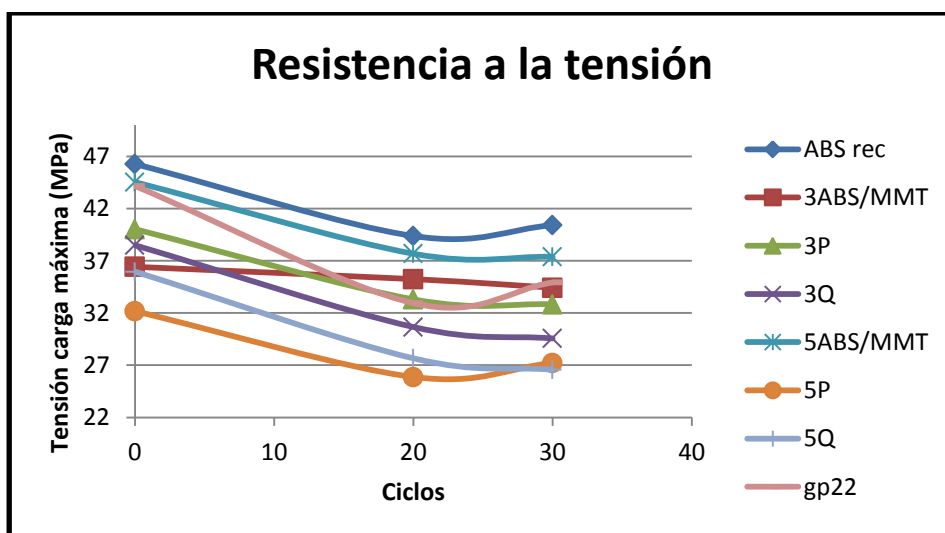


Figura 27. Efecto de la degradación por hidrólisis en la tensión en la carga máxima

#### 4.5.2. Deformación en el punto de rotura

La deformación en el punto de rotura, según la figura 28, presenta un máximo a una concentración de 3% de MMT para la mayoría de las muestras, excepto para las que no contienen intercalante en la formulación y en las muestras sin hidrólisis. En general, se puede decir que la inclusión del intercalante tiene un efecto positivo para esta propiedad.

En la figura 29, la mejoría más notable es que a los 30 ciclos, todas las muestras con intercalante se encuentran por encima de las que no lo tienen, e incluso por encima del ABS reciclado; a los 20 ciclos, ocurre lo mismo, además de que los valores de deformación del material virgen gp22 también se ven superados.

En resumen, la inclusión del intercalante ayuda a incrementar los valores de deformación conforme se incrementan también los ciclos de hidrólisis. Con una concentración de 3% de MMT, estos valores presentan un máximo para los dos intercalantes con respecto al material virgen, al material reciclado y a las muestras sin intercalante.

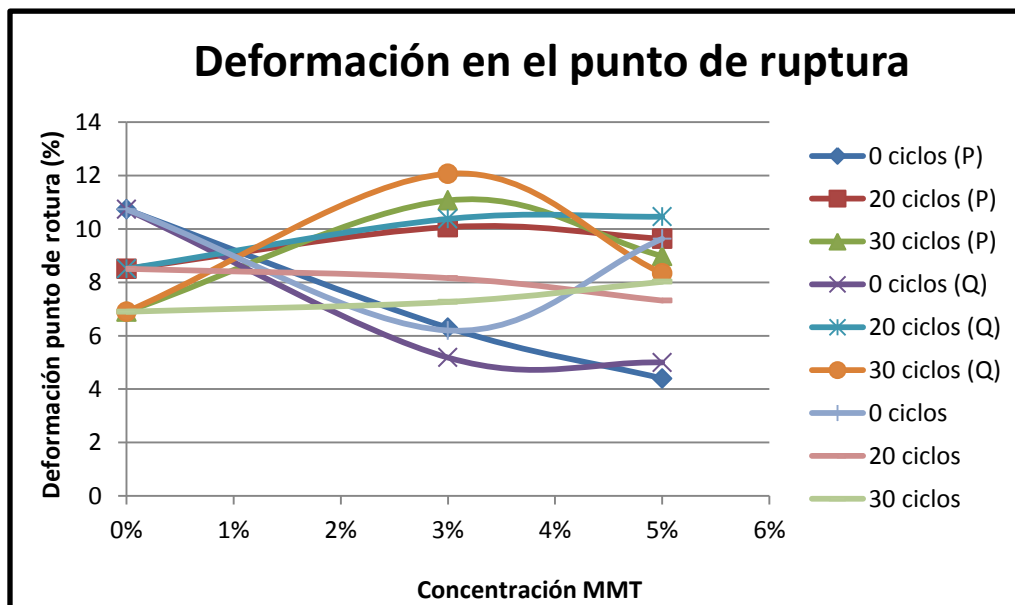


Figura 28. Efecto de la concentración de MMT en la deformación en el punto de rotura

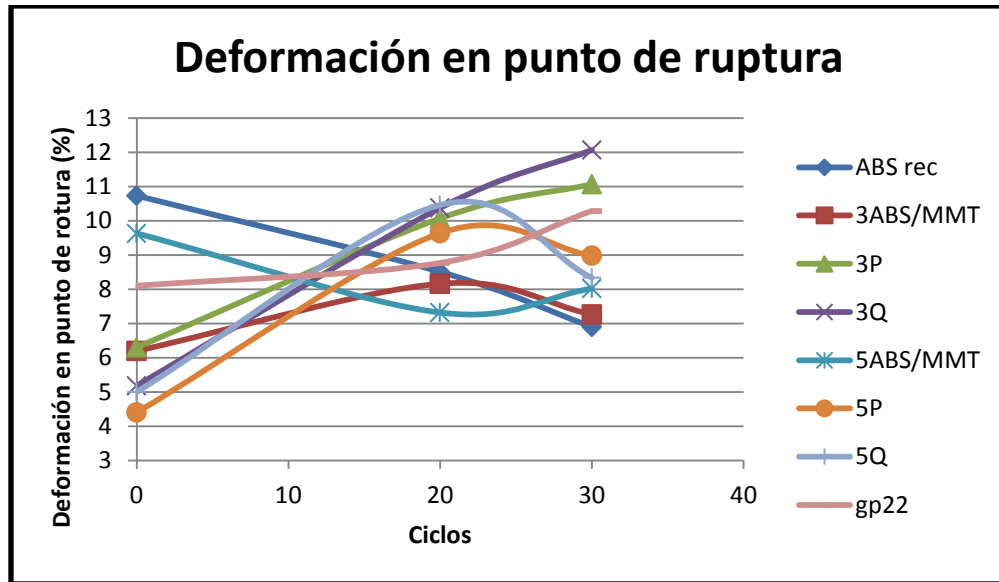


Figura 29. Efecto de la degradación por hidrólisis en la deformación en el punto de ruptura

Con esta propiedad, se obtuvieron los mejores resultados, a 20 ciclos se obtuvo una mejora de hasta 23%, pero la mejoría más sobresaliente, fue a los 30 ciclos en las muestras de 3p con un 60% y de 3q con un 74%.

#### 4.5.3. Módulo de Young

Respecto al módulo de Young, de acuerdo a la figura 30, se observa que, a una concentración de 3% de MMT, todas las muestras con intercalantes presentan valores mayores que los de las muestras sin intercalante.

En la figura 31, los valores del módulo de Young a 0 ciclos de hidrólisis de las muestras de ABS reciclado y MMTE con intercalantes son mayores a los del gp22, ABS reciclado y las muestras sin intercalante. A 20 ciclos, las muestras con los valores más altos son 3P y 3Q y la muestra con 5% de MMT, superando nuevamente al gp22 y el ABS reciclado. En los 30 ciclos, todas las muestras tienen valores más altos que el polímero base, lo cual es un excelente resultado para las expectativas de este proyecto.

En general, la muestra 3p mostró el mejor comportamiento, pues además de que presenta los valores más altos en módulo de Young, éstos los conserva

prácticamente estables a lo largo de los ciclos hidrolíticos. La muestra contiene 3% de MMT con propilenglicol monometil éter acetato.

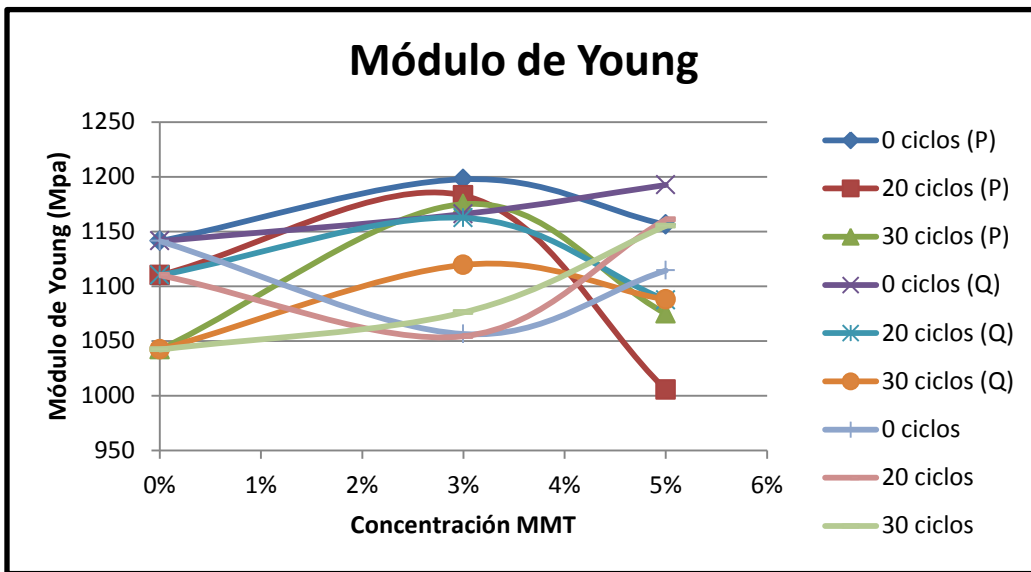


Figura 30. Efecto de la concentración de MMT en el Módulo de Young

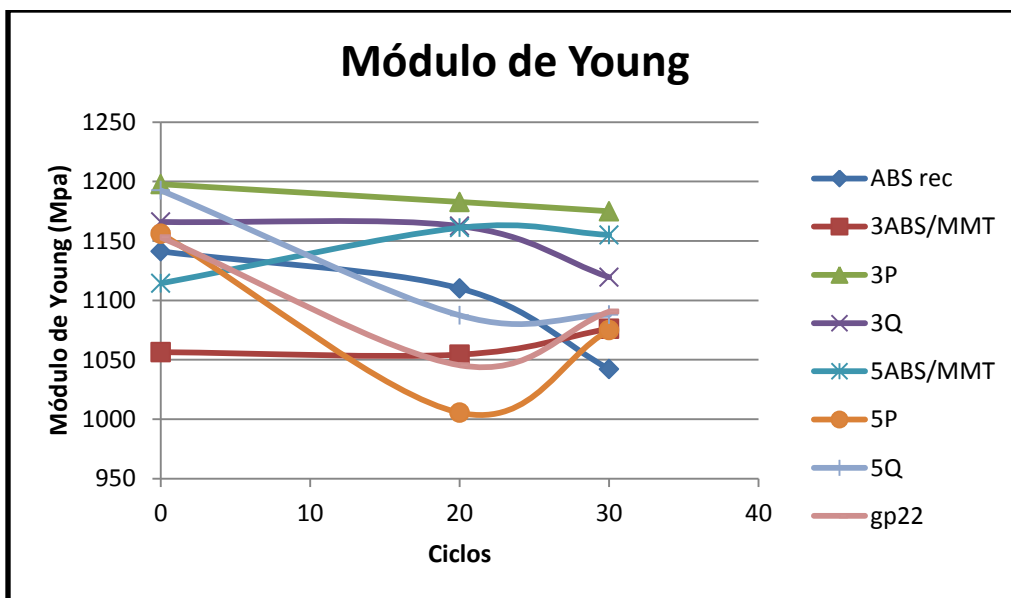


Figura 31. Efecto de la degradación por hidrólisis en el módulo de Young

Finalmente, en el módulo de Young se encontró que a 0, 20 y 30 ciclos de hidrólisis, hubo mejorías de hasta un 13%.

#### 4.6. Microscopía electrónica de barrido

En este apartado, se muestran micrografías de las muestras más representativas de la superficie de ruptura generada por el ensayo de tensión, donde se aprecia cómo afecta la degradación hidrolítica en la superficie de las muestras.

En la superficie generada por fractura en el ensayo de tensión del ABS reciclado sin hidrolizar, en la figura 32(a), se presentan varios planos de fractura, lo que indica que la energía para su fractura fue alta. Por su parte, las micrografías de las muestra con hidrólisis en la figura 32(b) tiene una superficie más regular, con aristas suavizadas y, aunque la fractura se propagó por diferentes planos, no hay gran diferencia entre ellos, por lo que se esperaría que esta muestra fuese de menor rigidez que la anterior.

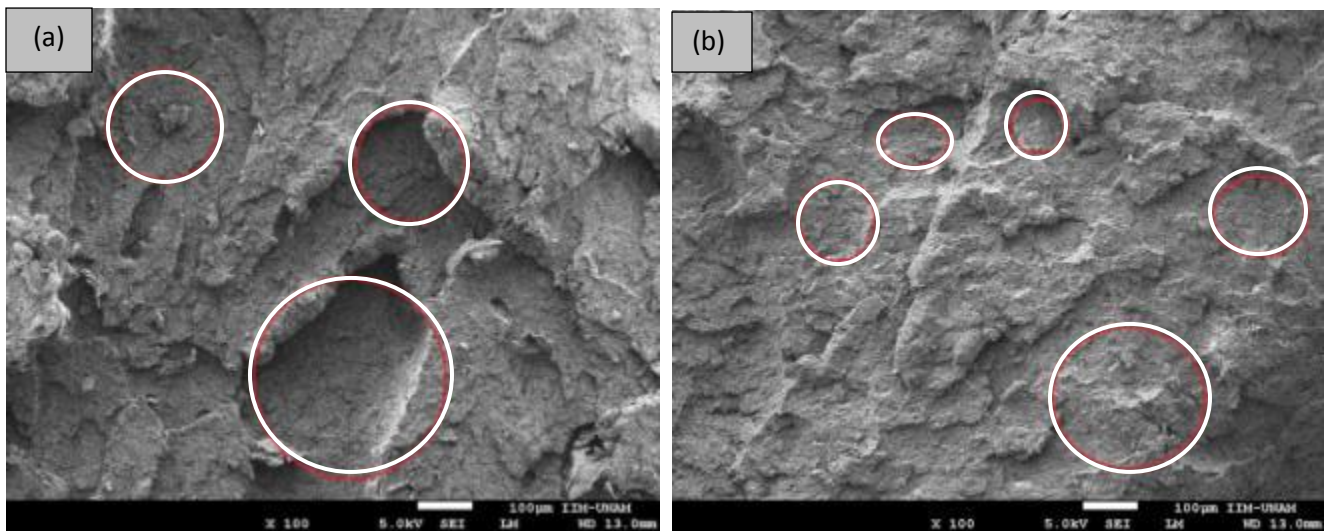
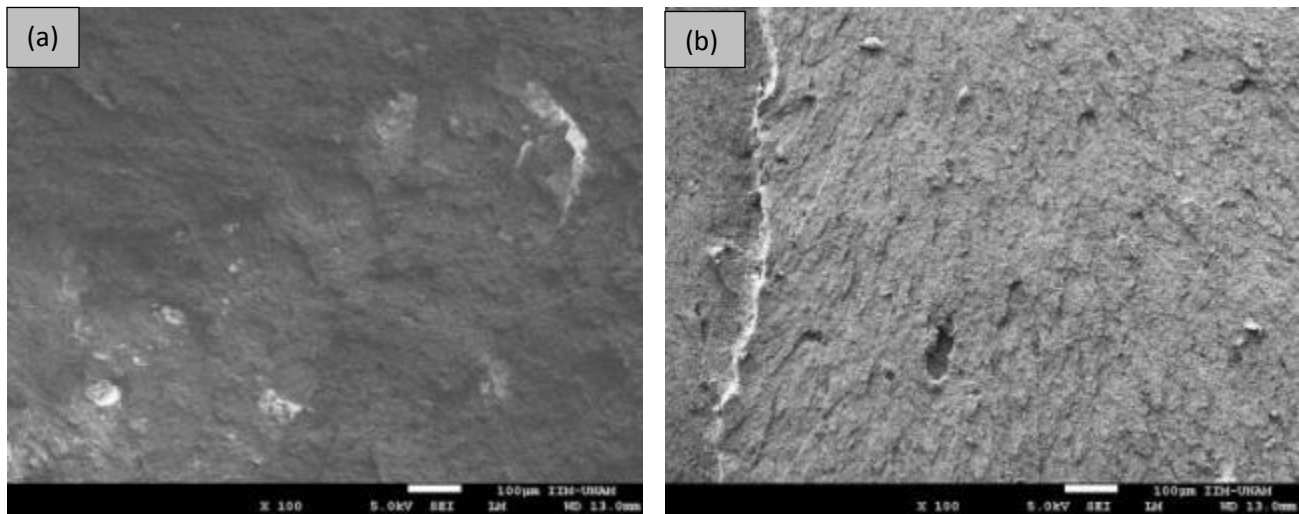


Figura 32. Ruptura ABS reciclado a x100. (a) sin hidrólisis. (b) 30 ciclos hidrólisis

La muestra con un 5% de MMT, figura 33(a), presentó una fractura con solamente suaves cambios de planos, pero la muestra que se sometió a hidrólisis, figura 33(b), muestra la propagación de la fractura en prácticamente un solo plano.



*Figura 33. Ruptura muestra 5% a x100. (a) sin hidrólisis. (b) 30 ciclos hidrólisis*

La muestra 3P, figura 34(a,b) muestra unas imágenes a 10,000 aumentos; la superficie se muestra con microdominios. Se sabe que el ABS es un copolímero con microdominios de hulenitrilo, con una fase continua formada por el copolímero SAN [42]. En la figura 34(a), los microdominios permanecen unidos a la matriz aún después de la ruptura por tensión. Sin embargo, en la imagen 34(b), se encuentran espacios vacíos lo que sugiere que las partículas fueron desprendidas por la deformación en tensión aplicada. La adhesión entre las fases disminuyó probablemente debido a la hidrólisis a la cual fueron sometidas. En esta misma imagen se puede observar en la parte inferior izquierda señalado en un círculo, uno de los microdominios de hulenitrilo alargado por el esfuerzo y desprendido totalmente de la matriz original.

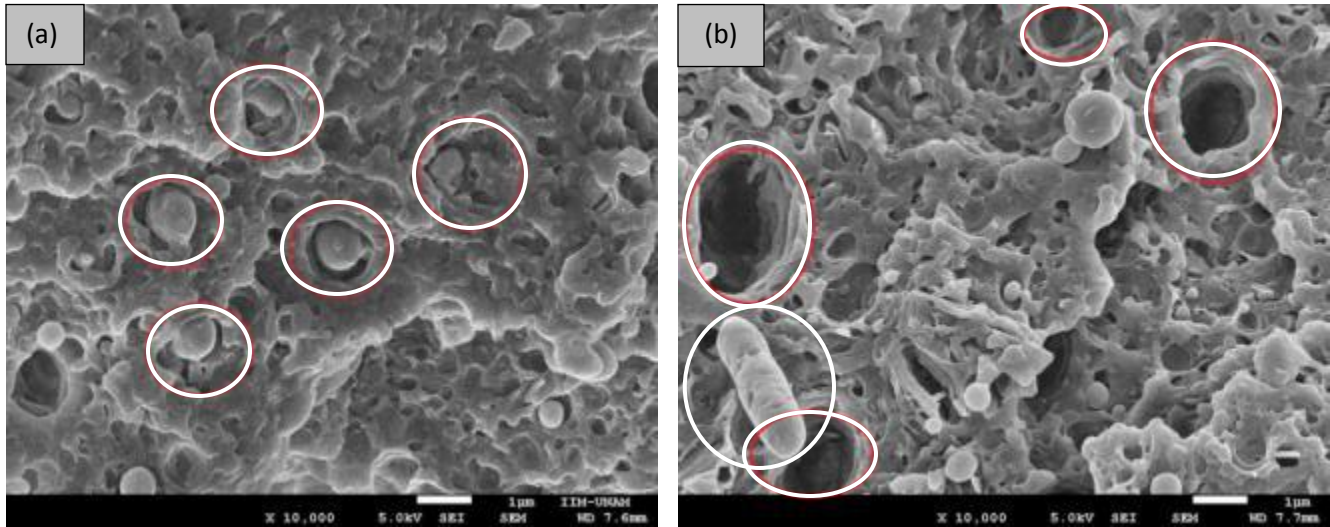


Figura 26. Ruptura muestra 3p, x10k. (a) sin hidrólisis. (b) 30 ciclos hidrólisis

En las siguientes figuras 35, 36 y 37, se muestran las superficies de las muestras de ABS reciclado, 5% y 3P, antes y después de la hidrólisis. Las muestras sin hidrólisis presentan defectos producidos durante el proceso de inyección. En contraste, en las 3 imágenes de las muestras sometidas a hidrólisis, claramente las superficies se ven más deterioradas con la presencia de grietas alargadas y algunos huecos en la superficie.

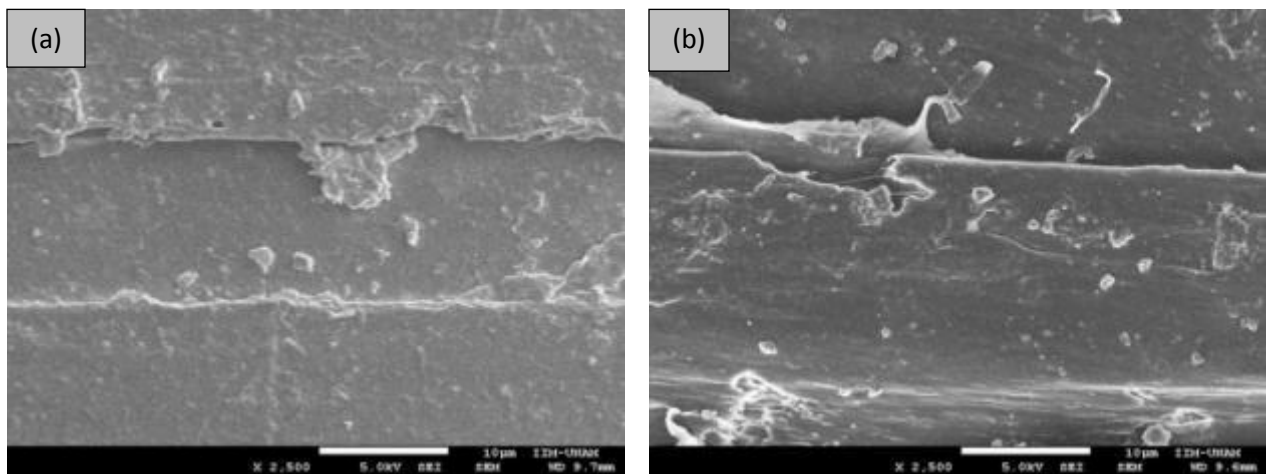


Figura 35. Superficie muestra ABS reciclado, x2500. (a) sin hidrólisis. (b) 30 ciclos hidrólisis



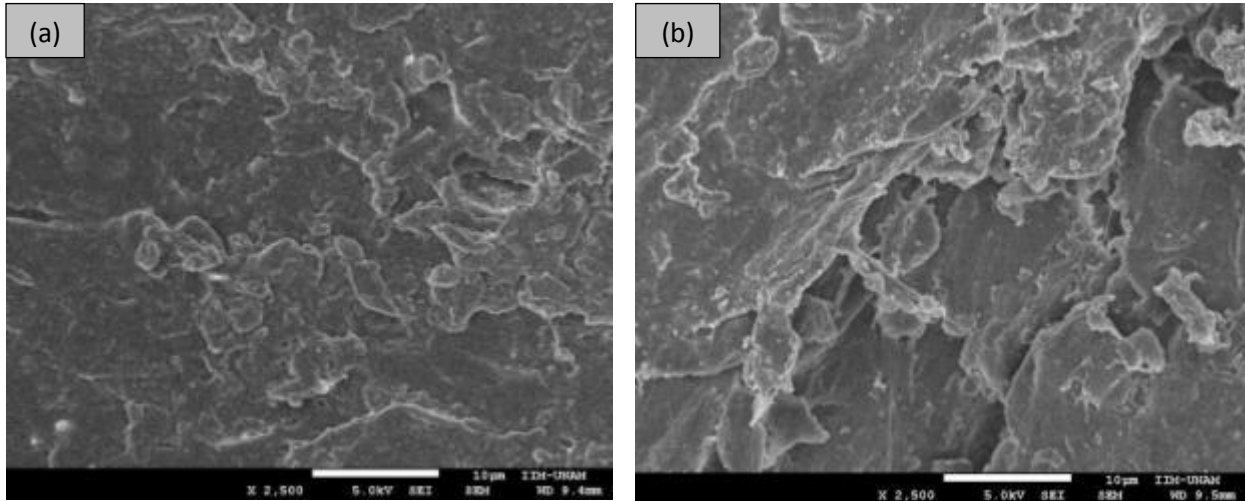


Figura 36. Superficie muestra 5%, x2500. (a) sin hidrólisis. (b) 30 ciclos hidrólisis

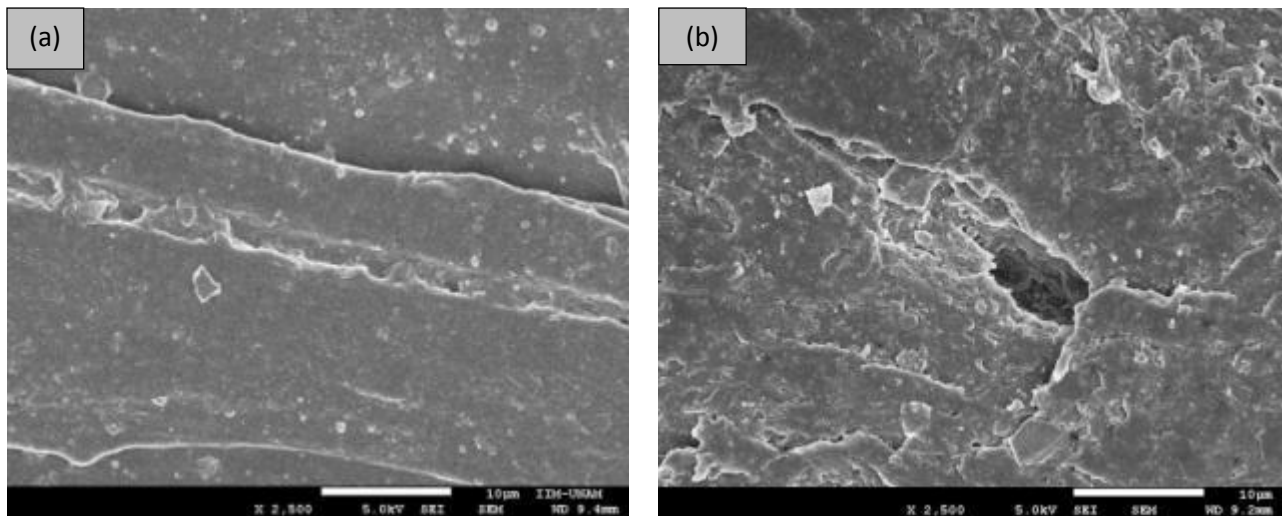


Figura 37. Superficie muestra 3p, x2500. (a) sin hidrólisis. (b) 30 ciclos hidrólisis

A continuación se muestran imágenes de las 3 muestras principales, ABS reciclado, 5% de MMT y 3P, donde se observa la profundidad a la que llegó el efecto de la hidrólisis en las probetas, tras 30 ciclos hidrolíticos.

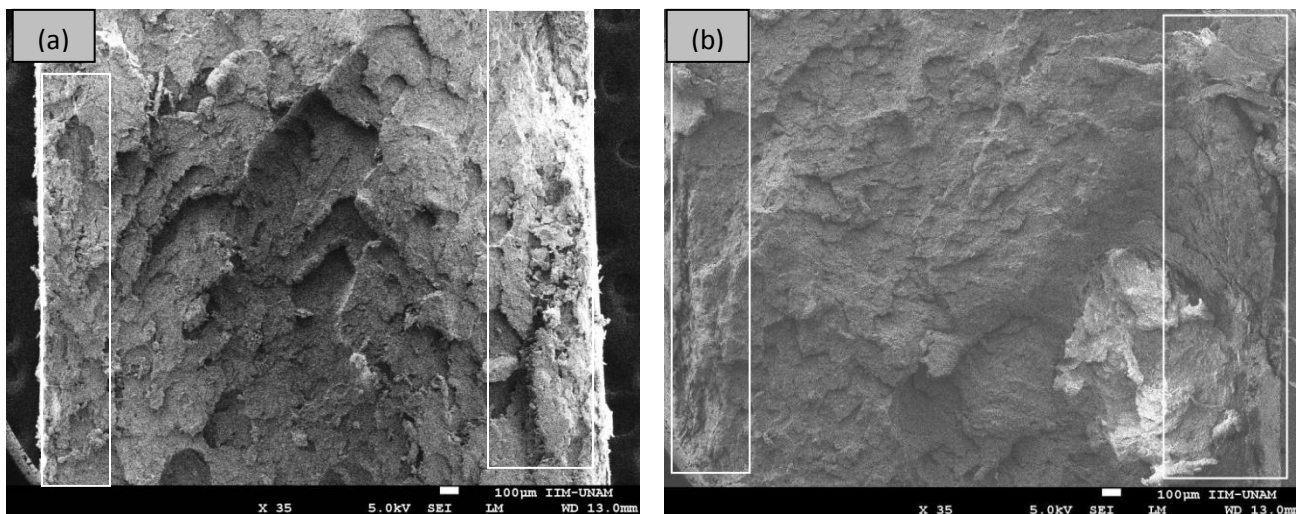


Figura 38. Hidrólisis muestra ABS reciclado, x35. (a) sin hidrólisis. (b) 30 ciclos hidrólisis

En la figura 38(b) se señalan con rectángulos los bordes de la muestra del ABS reciclado, en donde se muestran pequeños huecos, formados por el efecto de hidrólisis, la cual llegó a una profundidad de  $417\mu\text{m}$ ; por su parte en la figura 38(a) estas formaciones no aparecen.

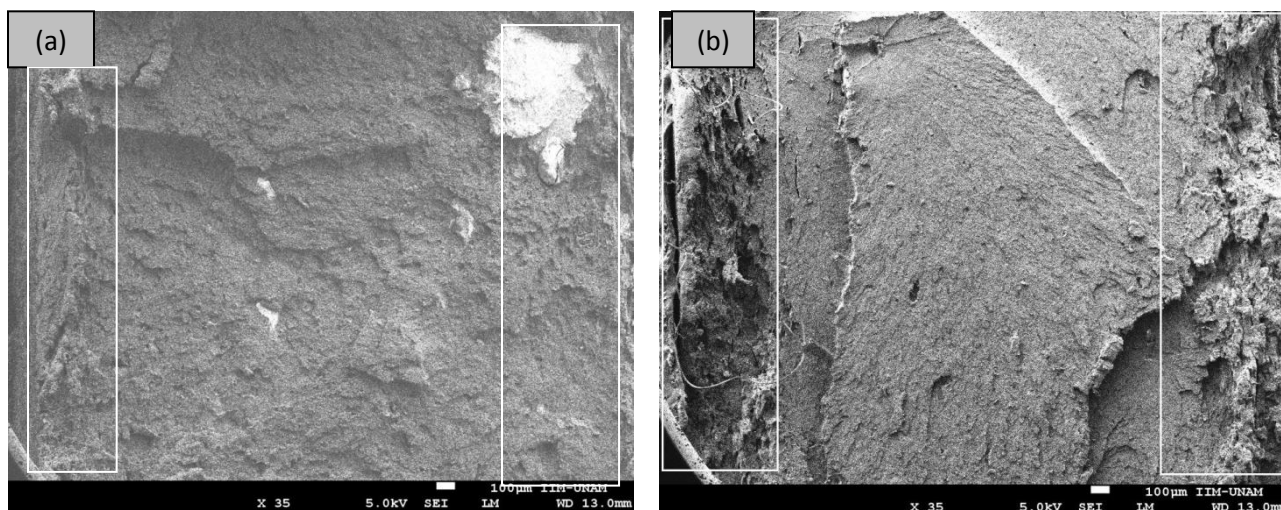


Figura 39. Hidrólisis muestra con 5% de MMT, x35. (a) sin hidrólisis. (b) 30 ciclos hidrólisis

En la figura (39) en la imagen (b), se aprecia más claramente el efecto de la hidrólisis en la superficie de la muestra. La penetración del agua, en este caso, llegó a una profundidad de aproximadamente  $533\mu\text{m}$ . Por otro lado, en la imagen

39(a) estas formaciones no se presentaron en los bordes, por lo que de esta manera se puede afirmar que el cambio en la imagen 39(b) se debe a la degradación hidrolítica.

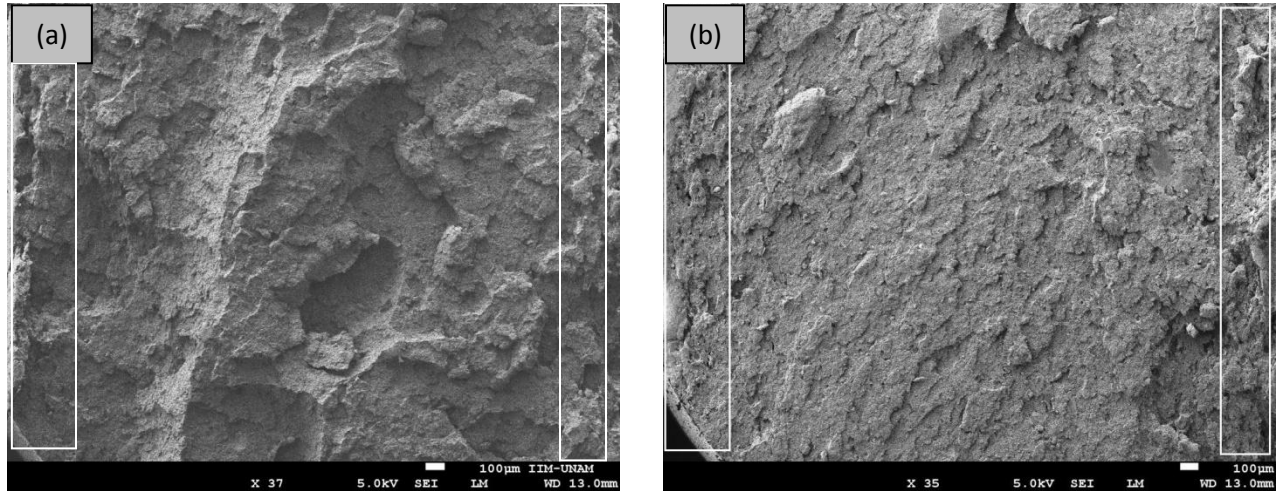


Figura 40. Hidrólisis muestra 3P, x35. (a) sin hidrólisis. (b) 30 ciclos hidrólisis

Por último, en la figura 40(b), se aprecia de una manera más tenue la formación de pequeños huecos en los bordes de la muestra. La profundidad a la que el agua penetró fue de 333  $\mu\text{m}$ , mientras que en la imagen 40(a), estas pequeñas formaciones no aparecen.

La degradación hidrolítica alcanzó a afectar más profundamente a la muestra con 5% de arcilla, mientras que la muestra con intercalante fue la que mostró una mejor resistencia a la hidrólisis, lo cual coincide con las pruebas mecánicas.

#### 4.7 Microscopio electrónico de transmisión

Este análisis se hizo para examinar la estructura interna del material, más específicamente, para constatar la formación del nanocompuesto y determinar de qué naturaleza es, intercalado, o exfoliado. La prueba se realizó únicamente a la muestra 5P, porque esta muestra presenta mayor contenido de arcilla.

En la figura 41 se puede apreciar la estructura interna de la muestra 5P obtenida por microscopía de transmisión. En la micrografía A se observan unas líneas blancas que representan las láminas de la arcilla. En la parte superior derecha, en el círculo más grande se encuentra un cumulo de arcilla. En los demás círculos se pueden ver láminas de arcillas juntas y relativamente ordenadas, lo cual nos dice que se encuentran intercaladas. Por otro lado, en la micrografía B, todos los círculos señalan láminas desordenadas, solas y en mayor cantidad, por lo que evidentemente se trata también de un nanocompuesto exfoliado. Asimismo en la figura 42, las láminas de la arcilla se encuentran dispersas, a excepción de un cúmulo que se encuentra en el lado superior derecho y otro en la parte media superior, todos estos señalados con círculos. Ésta última micrografía se encuentra a menor aumento, de X12K a diferencia de las micrografías de la figura 41 tomadas a X30K.

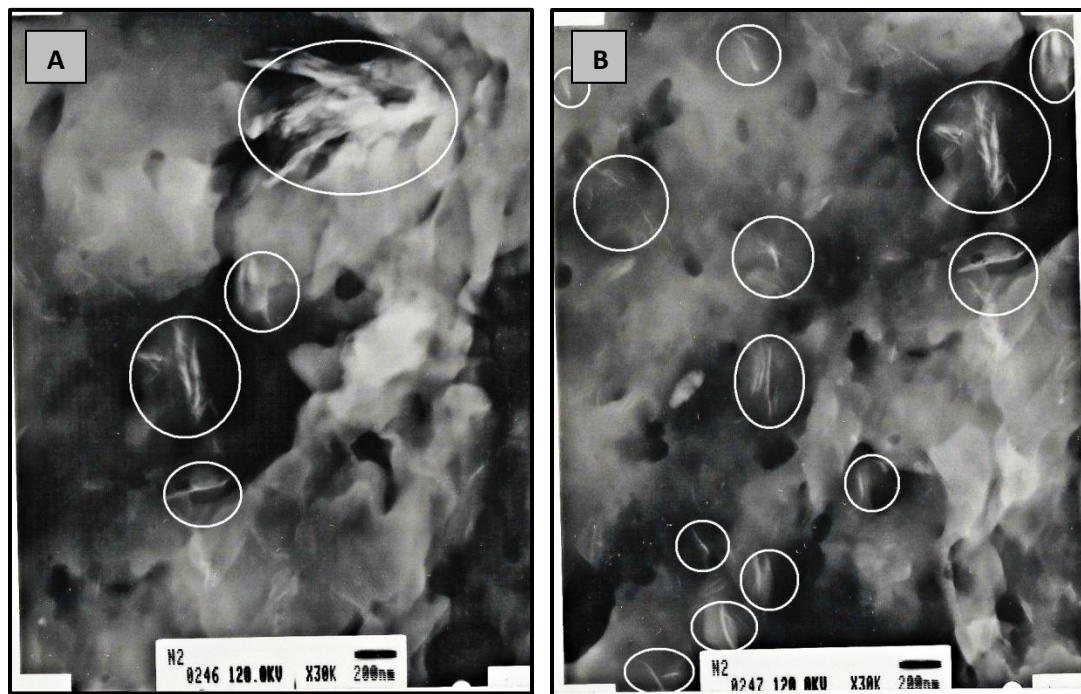
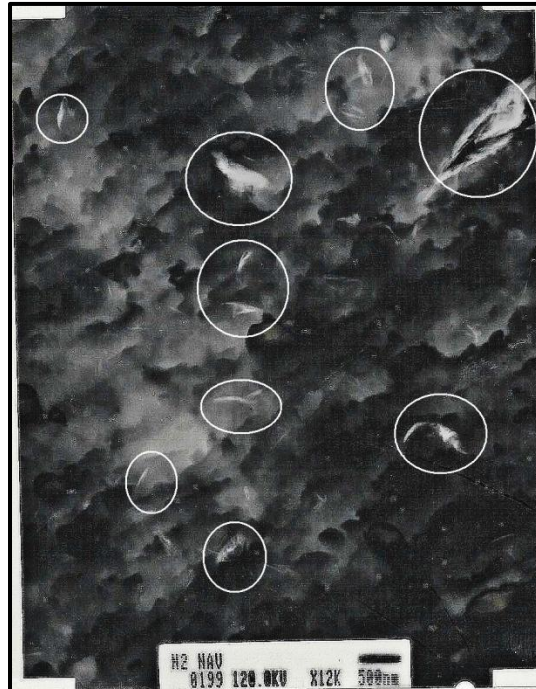


Figura 41. Microscopias muestra "5P" a X30K.



*Figura 42. Microscopía muestra "5P" a X12K*

En general, se puede decir que sí se formó un nanocompuesto parcial, con estructura exfoliada e intercalada, y cúmulos de arcilla.

# CAPÍTULO V

## CONCLUSIONES

## 5. CONCLUSIONES

Los nanocompuestos de ABS con montmorillonita expandida con los ésteres presentan una mayor resistencia a la hidrólisis que el ABS reciclado. Además las propiedades mecánicas se incrementaron hasta un 74% en deformación en el punto de rotura y un 13% en Módulo de Young.

Los nanocompuestos con una concentración de arcilla del 3% con intercalante presentaron las mejores propiedades mecánicas después de los ciclos hidrolíticos. Globalmente, las muestras con 3% de arcilla y propilenglicol monometil éter acetato alcanzaron las mejores propiedades mecánicas y térmicas.

Los intercalantes que presentaron una mayor apertura en las galerías de la arcilla fueron, el 2-etoxietil acetato y el propilenglicol monometil éter acetato, el primero con una distancia interplanar de 13.42 Å y el segundo una distancia interplanar de 16.49 Å.

Las muestras con arcilla sin intercalante tuvieron las temperaturas de transición vítrea más altas, y superaron a los valores del ABS virgen. Por otro lado, la degradación hidrolítica no afectó negativamente esta propiedad, sino que los valores de temperaturas de transición vítrea aumentaron para todas las muestras.

Por microscopía de transmisión se comprobó la formación parcial de un nanocompuesto con estructura exfoliada-intercalada, con presencia de algunos cúmulos de arcilla.

# GLOSARIO DE TÉRMINOS



## 6. GLOSARIO DE TÉRMINOS

- **ABS:** Terpolímero formado por acrilonitrilo, butadieno y estireno.
- **AN:** El acrilonitrilo es un líquido de incoloro a amarillo pálido y volátil usado para fabricar otras sustancias químicas tales como plásticos.
- **DSC:** Por su siglas en inglés “differential scanning calorimetry” que en español significa “calorimetría diferencial de barrido. Es un análisis térmico que mide el flujo de calor con respecto al tiempo o temperatura.
- **DRX:** Difracción de rayos X. Técnica de caracterización basada en la Ley de Bragg.
- **EDS:** Detector de energía dispersiva que forma parte del microscopio electrónico de barrido.
- **GP-22:** Modo de identificación en la compañía BASF al ABS virgen según sus características técnicas.
- **MMT:** Montmorillonita, mineral del grupo de los silicatos, subgrupo filosilicatos, dentro de los cuales pertenece a las llamadas arcillas.
- **MMTE:** Montmorillonita expandida.
- **OMMT:** Organomontmorillonita. Montmorillonita modificada orgánicamente.
- **SAN:** Copolímero de estireno y acrilonitrilo.
- **SEM:** Por sus siglas en inglés “scanning electron microscopy”, que en español significa “microscopio electrónico de barrido”.
- **TEM:** Por sus siglas en inglés “transmission electron microscopy”, que en español significa “microscopio electrónico de transmisión”.
- **Tg:** Temperatura de transición vítrea, usa esa abreviatura por su nombre en inglés “glass transition temperature”.
- **THF:** Tetrahidrofurano. Solvente dipolar aprótico.

# BIBLIOGRAFÍA

## 7. BIBLIOGRAFÍA

- [1] *A new Hybrid Nanocomposite prepared by emulsion copolymerization of ABS in the presence of clay.* Lee Wook Jang, Chul Mo Kang, Dong Choo Lee. "Journal of Polymer Science part B: polymer physics." Vol. 39. Pp. 719-727. (2000)
- [2] *Preparation and thermal properties of ABS/montmorillonite nanocomposite.* Shaofeng Wang, Yuan Hu, Lei Song, Zhengzhou Wang, Zuyao Chen, Weicheng Fan. "Polymer Degradation and stability" Vol. 77, issue 3, pp. 423-426. (2002).
- [3] *Flammability and thermal stability studies of ABS/Montmorillonite nanocomposite.* Shaofeng Wang, Yuan Hu, Zhihua Lin, Zhou Gui, Zhengzhou Wang, Zuyao Chen y Weicheng Fan. "Polymer international". pp. 1045-1049. (2003)
- [4] *Synthesis and characterization of polycarbonate/ABS/montmorillonite nanocomposites.* Shaofeng Wang, Yuan Hu, Zhengzhou Wang, Tang Yong, Zuyao Chen, Weicheng Fan. "Polymer degradation and stability" vol. 80, issue 1, pp. 157-161. (2003).
- [5] *Preparation and characterization of flame retardant ABS/montmorillonite nanocomposite.* Shaofeng Wang, Yuan Hu, Ruowen Zong, Yong Tang, Zuyao Chen, Weicheng Fan. "Applied Clay Science" Vol. 25, issue 1-2. Pp. 49-55. (2004).
- [6] *Evaluation of the thermal degradation of PC/ABS/montmorillonite nanocomposites.* Ruowen Zong, Yuan Hu, Naian Liu, Shaofeng Wang, Guangxuan Liao. "Polymers for advanced technologies". Vol. 16, issue 10, pp. 725-731. (2005).
- [7] *Co-continuous polyamide 6 (PA6)/ Acrylonitrile-Butadiene-Styrene (ABS) nanocomposites.* Yongjin Li, Hiroshi Shimizu. "Macromolecular Rapid Communications" Vol. 26, issue 9, pp. 710-715. (2009).
- [8] *Preparation of ABS/montmorillonite nanocomposite using a solvent/non-solvent method.* Pourabas, B., Raeesi, V. "Polymer", 46(15), pp. 5533-5540. (2005)

- [9] *Studies of ABS-graft-maleic anhydride/clay nanocomposites: morphologies, thermal stability and flammability properties.* Haiyun Ma, Zhongbin Xu, Lifang Tong, Aiguan Gu, Zhengping Fang. "Polymer degradation and Stability" 91, pp. 2951-2959. (2006)
- [10] *Characterisation and Properties of ABS nanocomposite prepared from functionalized montmorillonite masterbatches.* Ying Xia, Xiaowei Duan, Jianfeng Li, Jianzhu Han, Xigao Jian. "Polymer & polymer composites" Vol. 15, no. 8. pp. 639-645. (2007)
- [11] *Study on Preparation and Properties of Acrylonitrile-Butadiene-Styrene/Montmorillonite Nanocomposites.* Aalaie, J., Rahmatpour, A. "Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics", 46(6), pp. 1255-1265. (2007)
- [12] *Morphological and thermal properties of ABS/Montmorillonite nanocomposites using ABS with different AN contents.* Patiño-Soto Alma Patricia, Sánchez Valdes Saul, Ramos de Valle Luis Francisco. "Macromolecular materials and engineering" Vol. 292, issue 3, pp. 302-309. (2007).
- [13] *Morphological and thermal properties of ABS/montmorillonite nanocomposites using two different ABS polymers and four different montmorillonite clays.* A.P. Patiño Soto, S. Sanchez Valdes, L.T. Ramos de Valle. "Journal of Polymer Science part B: polymer physics." Vol. 46, issue 2, pp. 190-200. (2008)
- [14] *Effect of organic modifiers and silicate type on filler dispersion, thermal and mechanical properties of ABS-clay nanocomposites.* Rajkiran R. Tiwari, upendra Natarajan. "Journal of Applied Polymer science". Vol. 110, issue 4, pp. 2374-2383. (2008).
- [15] *Preparation of Poly (Acrylonitrile-Butadiene-Styrene)/Montmorillonite Nanocomposites and Degradation Studies During Extrusion Reprocessing.* E.K., P. A. Tarantili. "Journal of Applied Polymer Science", Vol. 113, pp. 2271-2281. (2009.)

- [16] *Effect of Rubber content of ABS on the mechanical properties of ABS/clay nanocomposites*. Hyun-Kyo Kim, Gue-Hyun Kim, Byung-Mook Cho, Chang Sik Ha. "Composite interfaces". Vol. 16, issue 4-6. (2009).
- [17] *Comparison between structures and properties of ABS nanocomposites derived from two different kinds of OMT*. Yibing Cai, Fenglin Huang, Xin Xia, Qufu Wei, Xutao Tong, Anfang Wei, Weidong Gao. "Journal of Materials engineering and performance" Vol. 19, issue 2, pp. 171-176. (2010).
- [18] *Morphology and mechanical properties of acrylonitrile-butadiene-styrene (ABS)/Polyamide 6(PA6) nanocomposites prepared via melt mixing*. Wei yan, Shuhao QIN, Jianbing Guo, Minmin Zhang, Min He, Jie Yu. "Journal of Macromolecular science, part B: Physics" Vol. 51, issue 1. (2012).
- [19] *Processing and rheological behavior of ABS/montmorillonite nanocomposites via single screw capillary extrusion*. Sánchez, S.E., Ibarra, R. "Polymer Engineering and Science", 51(9), pp. 1875-1882. (2011).
- [20] *Rheological and morphological behaviors of polyamide 6/acrylonitrile-butadiene-styrene/nanoclay nanocomposites*. Azim Mojarrad, Ahmad Ramanzani, Ismaeel Ghasemi, Ali Vaziri. "Journal of thermoplastic composite materials". (2013).
- [21] *Clays, nanoclays, and montmorillonite minerals*. Uddin, F. "Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science", 39,(12), pp. 2804-2814. (2008.)
- [22] *Organoclays: Properties, preparation and applications*. Lucile Betega de Paiva, Ana Rita Morales, Francisco R. Valenzuela Díaz. "Applied Clay Science",42(1-2), pp.8-24.(2008.)
- [23] *ABS nanocomposites containing modified clay*. Ambre, A., Jagtap, R., Dewangan, B. "Journal of Reinforced Plastics and Composites", 28(3), pp. 343-352. (2009)
- [24] *Preparation and properties of acrylonitrile-butadiene-styrene copolymer/clay nanocomposite*. Shirai, J., Kato, M., Inai, I., Wakabayashi, H., Okamoto, H., Hasegawa, N., Usuki, A. "Kobunshi Ronbunshu", 65(6), pp. 433-439. (2008).

- [25] *Introduction to injection molding*. Clifford J. Weir. Society of plastics engineers. 6<sup>th</sup> edition. Brookfield, Connecticut.
- [26] *Moldeo de plásticos*. John del Monte. 2da Ed. José Montesó editor. España, 1967.
- [27] *Introducción a la cristalografía*. Donald E. Sands. Ed. Reverté. España, 1993.
- [28] *The basics of Crystallography and Diffraction*. Cristopher Hammond. International Union of Crystallography Oxford University press. New York, 1997.
- [29] *Introducción a la Química de los polímeros*. Raymond B. Seymour. 3era ed. Ed. Reverté. España, 1998.
- [30] *Polymer chemistry, an introduction*. Malcolm P. Stevens. 2nda ed. Oxford University press. New York, 1990.
- [31] *Principles of Polymer chemistry*. A. Ravve. Plenum press. New York, 1995.
- [32] *Characterization of Plastics by Physical Methods*. Günther Kämpf. Hanser publishers. New York, 1986.
- [33] *Extrusión de plásticos*. Ramón Anguita Delgado. Editorial Blume. España, 1977.
- [34] *Enginnering plastics*. Engineered material handbook. Vol. 2 ASM International. 1988.
- [35] *Plastics technology handbook*. Manas Chanda, Salili K. Roy. 3era ed. 1998.
- [36] *Handbook of thermoplastics*. Olagolce Olabisi. Ed. Marcel Dekker. New York, 1997.
- [37] *Handbook of plastic material and technology*. Irvin I. Rubin. John Wiley Ed. New York, 1990.
- [38] *Minerología de arcillas de suelos*. Eduardo Besoain. Instituto interamericano de cooperación para la agricultuta. Costa Rica, 1985.
- [39] *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales*. Vol. 2. William D. Callister. Ed. Reverté. 1996.
- [40] *Ciencia de los polímeros*. Fred W. Billmeyer. Ed. Reverté. 1975.

- [41] *Cerámica*. A.I.Avgustinik. Ed. Reverté. 1983.
- [42] *Análisis de la resistencia a la hidrólisis de nanocompuestos de ABS, montmorillonita y arena de río*. Oswaldo Neftalí Ramírez Hernández. Facultad de Química. UNAM, 2011.
- [43] *Modificación de distintos tipos de arcillas con alcoholes para la preparación de nanocompuestos con politereftalato de etileno*. Cristóbal García García. Facultad de Química. UNAM, 2008.
- [44] ASTM D638-72 Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics.
- [45] *The use of the scanning electron microscope*. J.W.S Hearle, J.T. Sparrow, P.M. Cross. Pergamon Press. Oxford 1972.
- [46] *Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis*. Joseph I. Goldstein. 2nda ed. Plenum press. New York 1992.
- [47] *Aplicaciones de microscopía electrónica de barrido (SEM) y análisis de fractura de una aleación de Cu-10 Al*. Mario Grágeda Zegarray Susana Montesinos. Estudiantes del Programa de Doctorado en Ciencias de la Ingeniería, mención Ciencia de los Materiales, Facultad de ciencias físicas y matemáticas, Universidad de Chile.
- [48] *Preparación de mezclas policarbonato-elastómero termoplástico con alta resistencia a la degradación por hidrólisis*. José Luis Casillas Hernández. Facultad de Química, UNAM. (2010).
- [49] *Nanocompuestos base silicato laminar*. Grupo de procesado y caracterización de materiales plásticos (GPCMP). Universidad Politécnica de Valencia. (2006).
- [50] *Apuntes de microscopía electrónica*. Laboratorio de microscopía electrónica. Universidad Autónoma Metropolitana (UAM).
- [51] *Fundamentos de la microscopía electrónica y su aplicación en la investigación textil*. Naik, Arun. Boletín del Instituto de investigación textil y de cooperación industrial no. 64, pp. 39-50. (1975).
- [52] Portal Científico y técnico. Equipos y servicios de la UPC.  
URL:<http://www.upc.edu/pct/es/equip/675/microscopio-electronico-transmision-met.html>

- [53] *Estudio de la degradación por hidrólisis de nanocompuestos de policarbonato reciclado*, Abel Cortes, Facultad de Química, UNAM, (2010).
- [54] *Handbook of Polymer Synthesis, Characterization, and Processing*. Enrique Saldívar Guerra, Eduardo Vivaldo Lima. Ed. Wiley. New Jersey. 2013.



# APÉNDICES

## 8. APÉNDICES

### Apéndice I. Difracción de rayos x

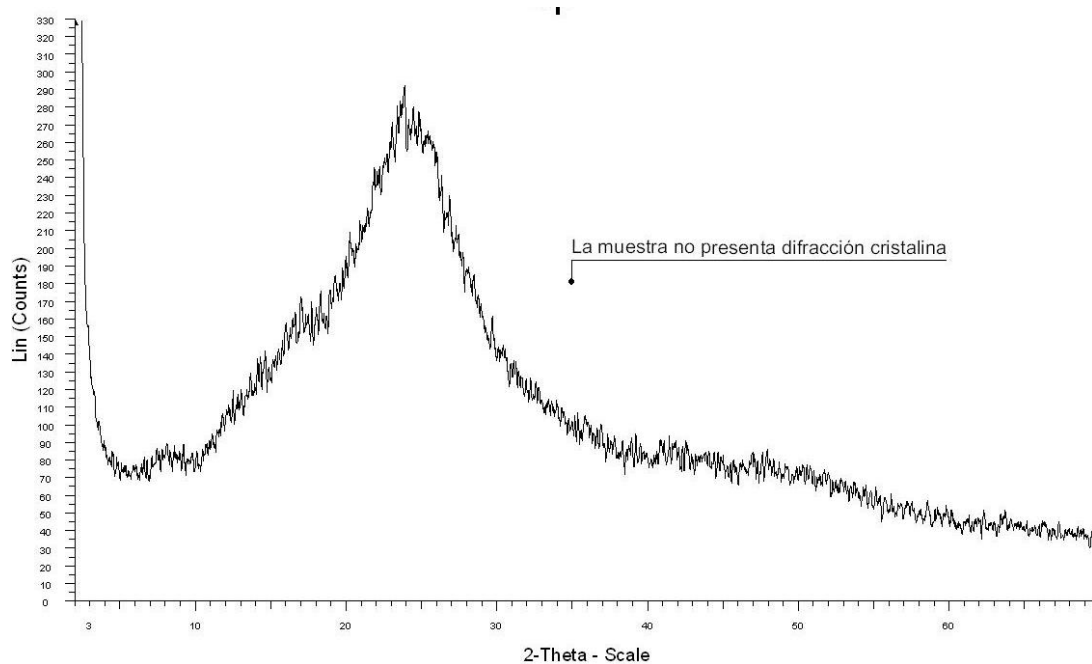


Figura 27. Difractograma muestra 3P, 0 ciclos

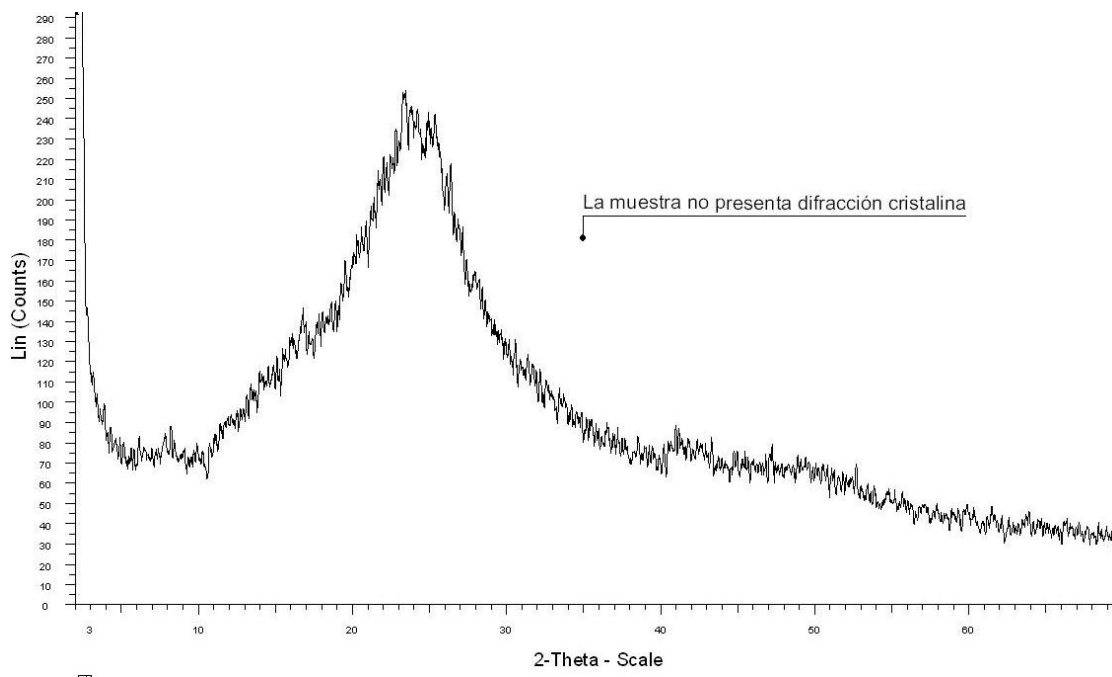


Figura 28. Difractograma muestra 3Q, 0 ciclos

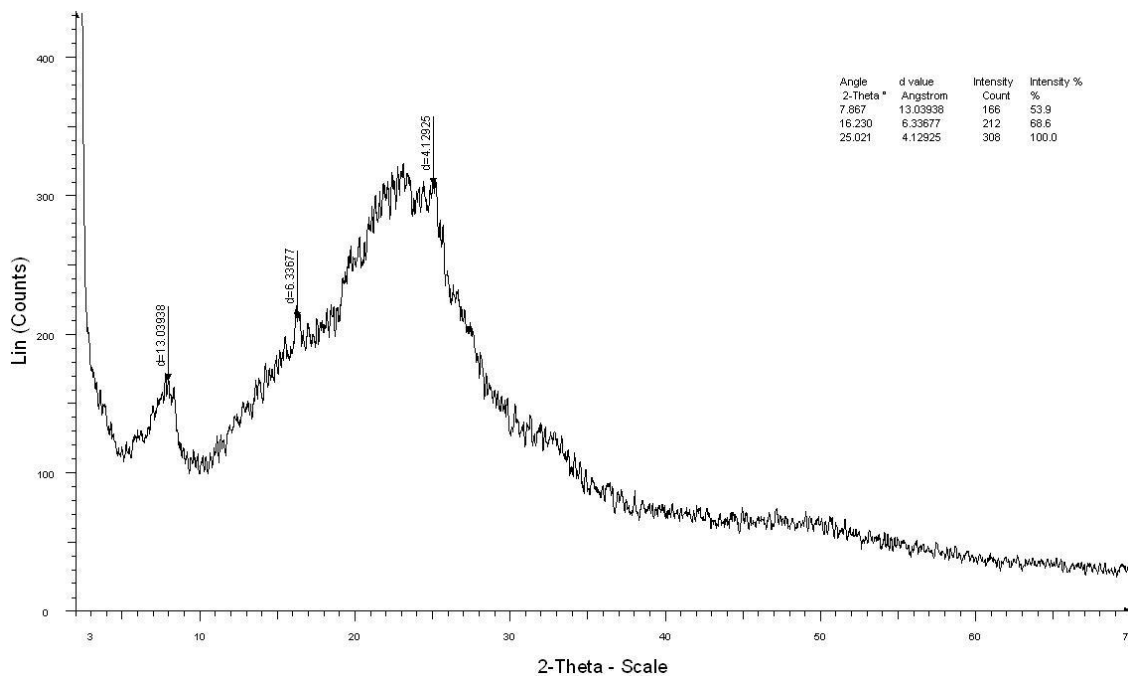


Figura 29. Difractograma muestra con 3% MMT, 30 ciclos

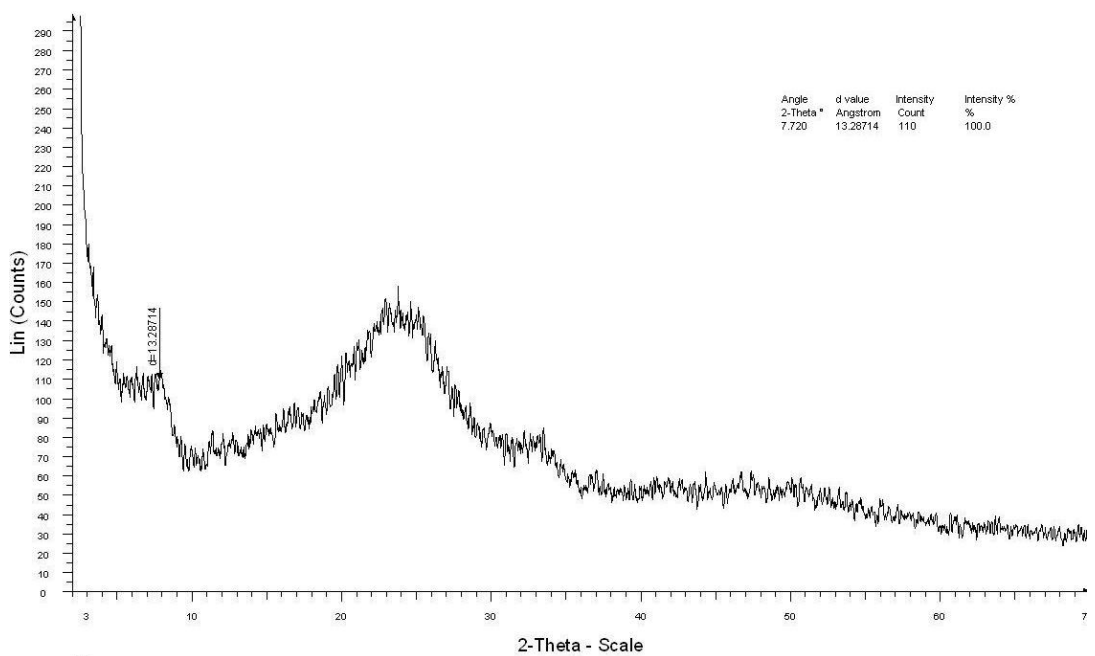


Figura 30. Difractograma muestra 5% MMT, 30 ciclos

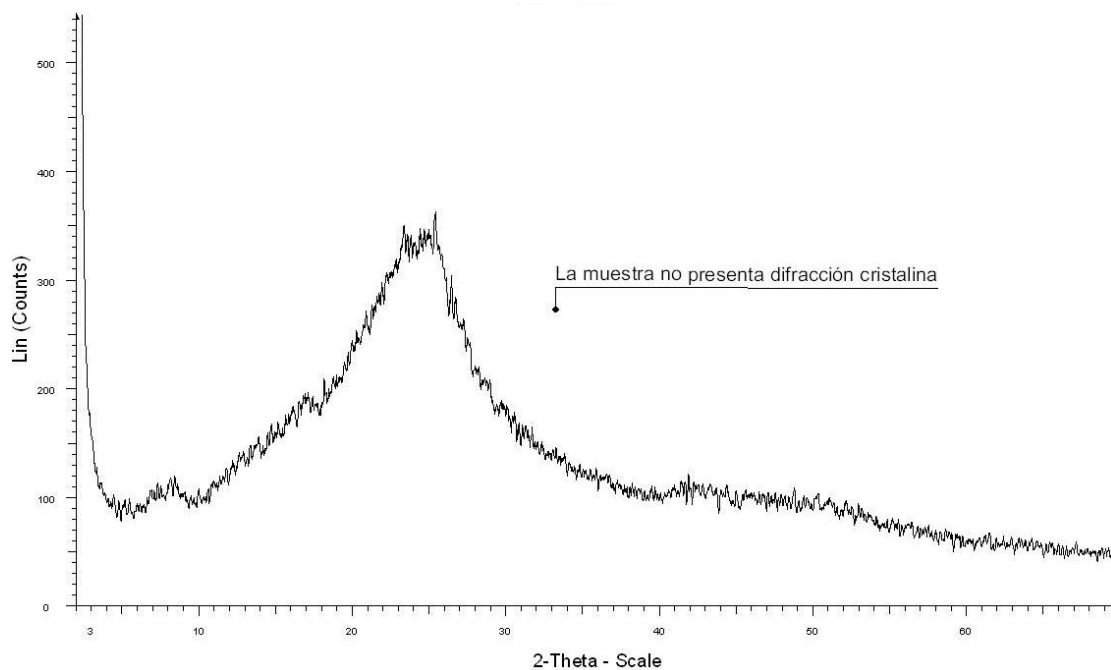


Figura 31. Difractograma muestra 3P, 30 ciclos

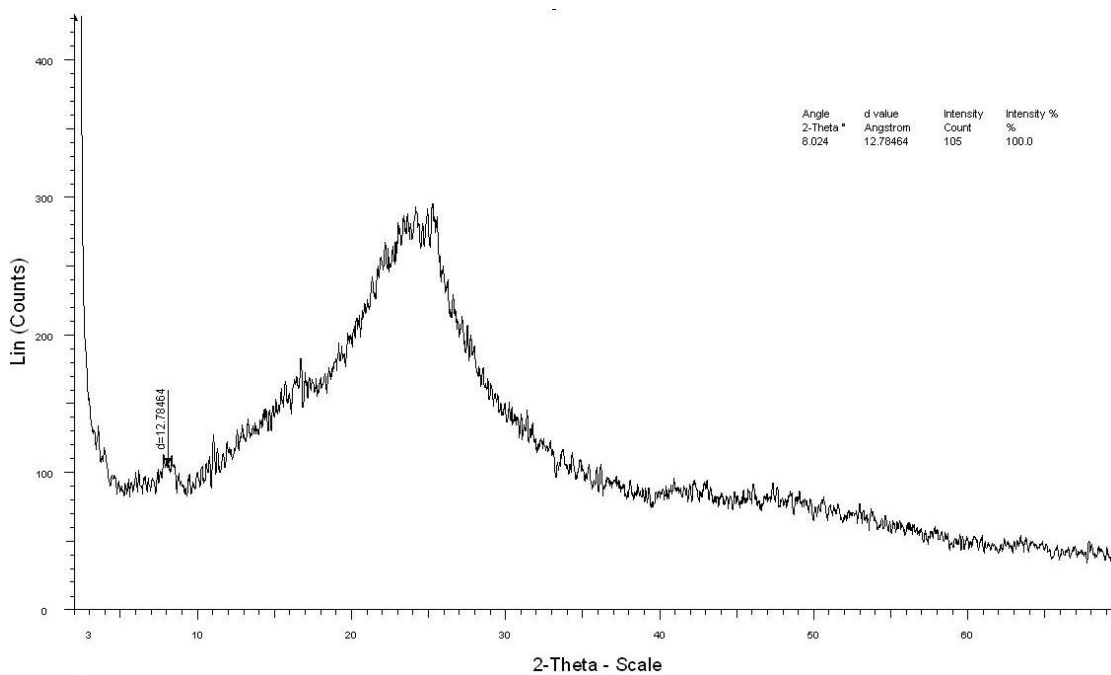


Figura 32. Difractograma muestra 3Q, 30 ciclos

## Apéndice II. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

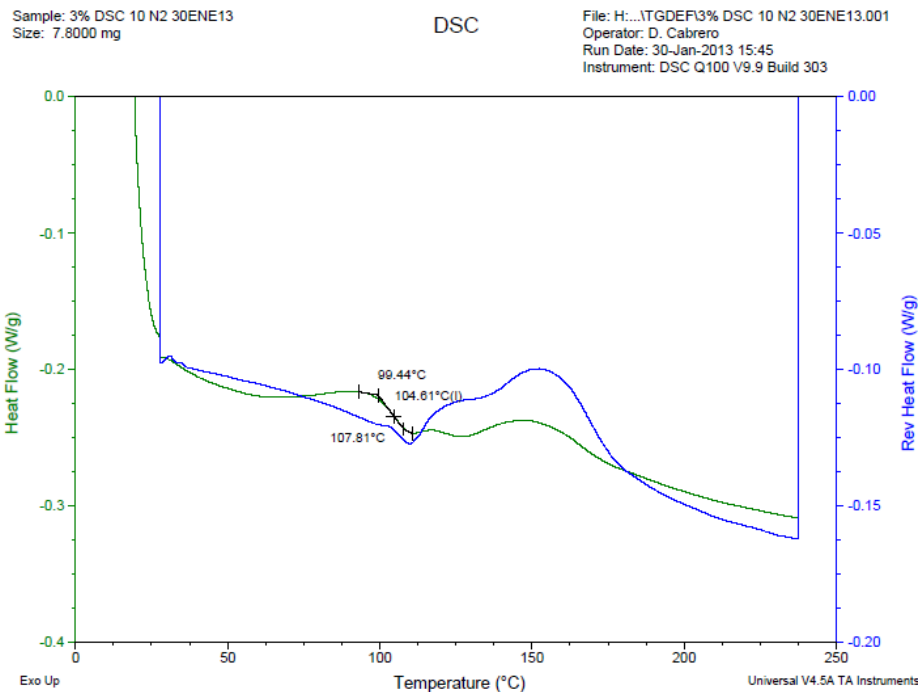


Figura 33. Termograma muestra 3%MMT, 0 ciclos.

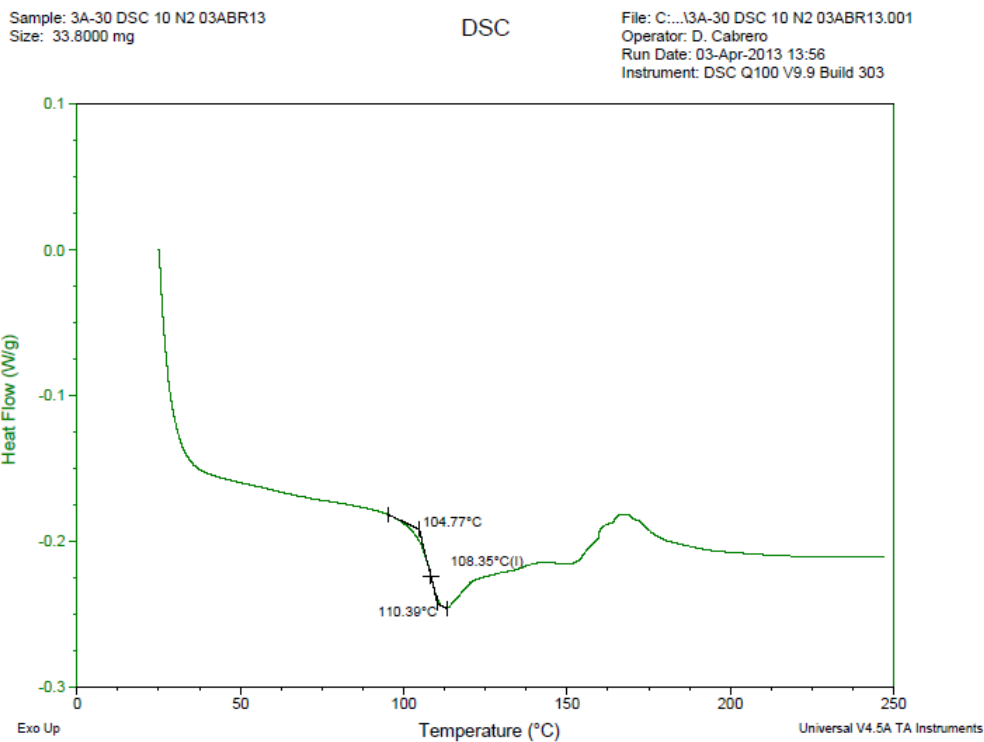


Figura 34. Termograma muestra 3%MMT, 30 ciclos

Sample: 5% DSC 10 N2 05FEB13  
Size: 7.1000 mg

DSC

File: E:\ABS-MMT\TG\5% DSC 10 N2 05FEB13.001  
Operator: D. Cabrero  
Run Date: 05-Feb-2013 08:48  
Instrument: DSC Q100 V9.9 Build 303

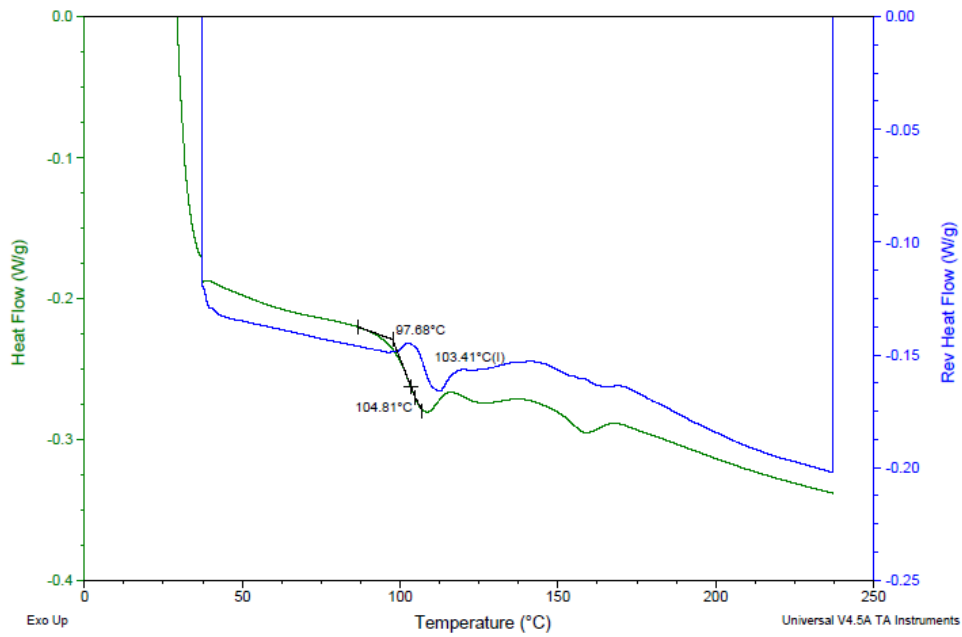


Figura 35. Termograma muestra 5%MMT, 0 ciclos

Sample: 5%-30 DSC 10 N2 03ABR13  
Size: 17.8000 mg

DSC

File: C:\...5%-30 DSC 10 N2 03ABR13.001  
Operator: D. Cabrero  
Run Date: 03-Apr-2013 14:45  
Instrument: DSC Q100 V9.9 Build 303

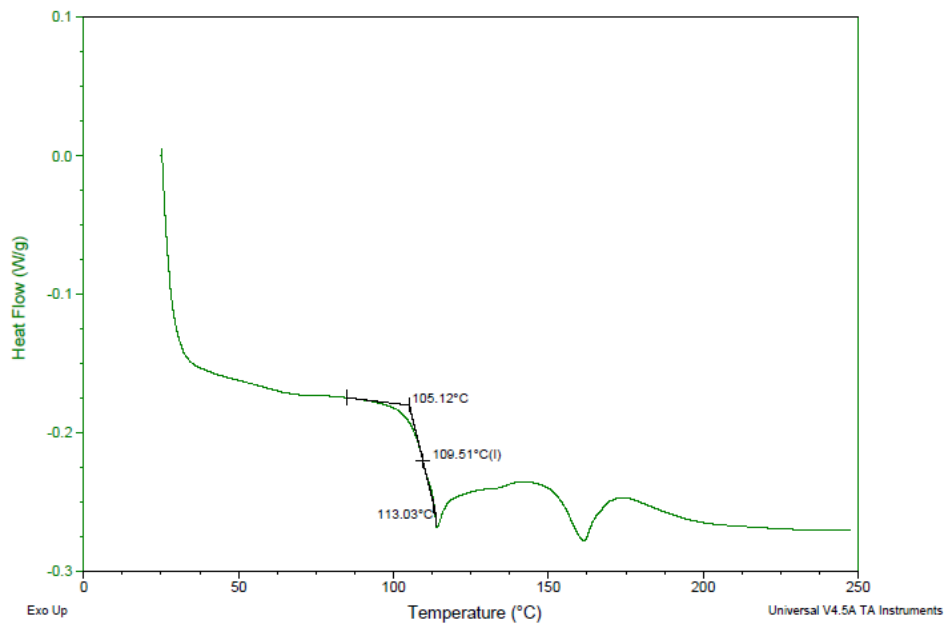


Figura 36. Termograma muestra 5%MMT, 30 ciclos

Sample: 3q DSC 10 N2 31ENE13  
Size: 15.2000 mg

DSC

File: H:\...TGDEF3q DSC 10 N2 31ENE13.001  
Operator: D. Cabrero  
Run Date: 31-Jan-2013 11:00  
Instrument: DSC Q100 V9.9 Build 303

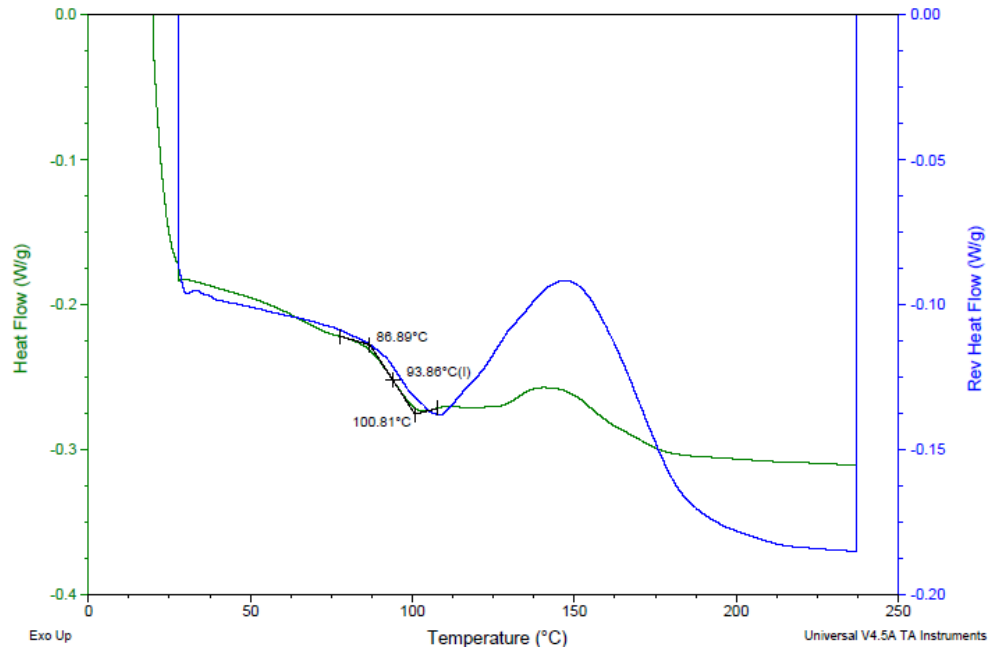


Figura 37. Termograma muestra 3Q, 0 ciclos

Sample: 3q-30 DSC 10 N2 04ABR13  
Size: 10.1000 mg

DSC

File: C:\...3q-30 DSC 10 N2 04ABR13.001  
Operator: D. Cabrero  
Run Date: 04-Apr-2013 13:30  
Instrument: DSC Q100 V9.9 Build 303

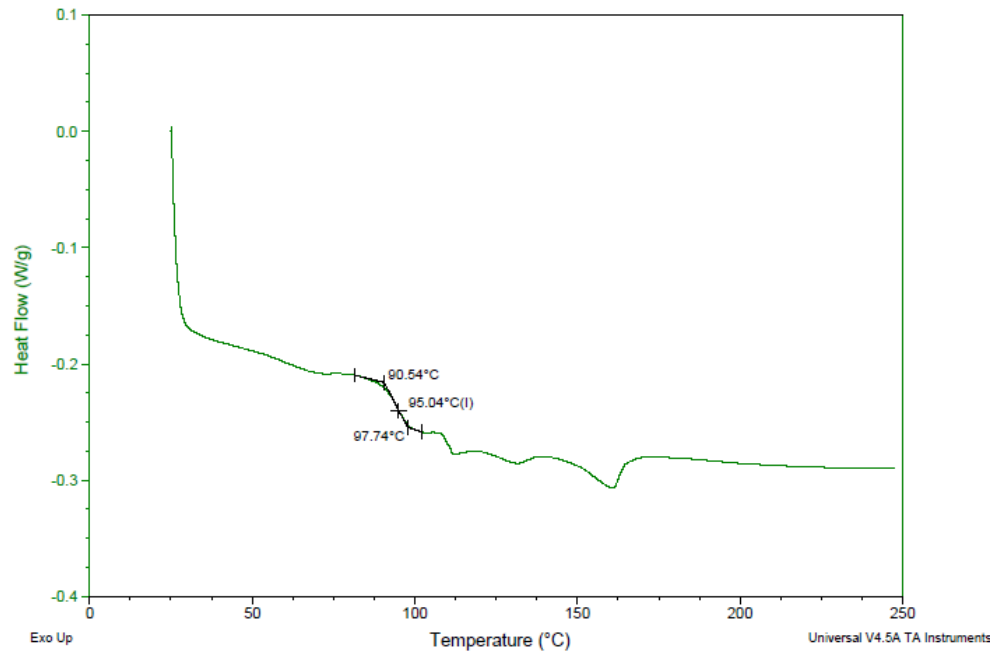



Figura 38. Termograma muestra 3Q, 30 ciclos

## Apéndice III. Fichas técnicas

<b>Product Information</b>	<b>Terluran® GP-22</b>	 <b>BASF</b> The Chemical Company
Jan 2007		

### Product Description

Terluran GP-22 is an easy flowing grade of ABS for injection molding with high resistance to impact and heat deflection.

RHEOLOGICAL	ASTM Test Method	Property Value
Melt Volume Rate 230 °C/3.8 Kg, cm <sup>3</sup> /10min.	D-1238	4.8
Melt Volume Rate 220 °C/10 Kg	D-1238	19
Melt Volume Rate 200 °C/5 Kg	D-1238	1.5
PHYSICAL	ASTM Test Method	Property Value
Specific Gravity	D-792	1.04
Mold Shrink, Linear-Flow (in/in)	D-955	0.0055
Water absorption saturated at 23°C, %	D-570	1
MECHANICAL	ASTM Test Method	Property Value
Rockwell Hardness, R Scale	D-785	103
Tensile Modulus, MPa (psi)	D-638	
23°C (73°F)		2,300 (333,000)
Tensile Strength, Yield (2in/min), MPa (psi)	D-638	
23°C (73°F)		45 (6,520)
Tensile Strength, Break (2in/min), MPa (psi)	D-638	34 (4,930)
Elongation, Yield (2in/min), %	D-638	
23°C (73°F)		2.6
Flexural Modulus, MPa (psi)	D-790	
23°C (73°F)		2,300 (333,000)
Flexural Strength, MPa (psi)	D-790	
23°C (73°F)		65 (9,430)
IMPACT	ASTM Test Method	Property Value
Notched Izod Impact, J/M (ft-lbs/in)	D-256	
23°C (73°F)		300 (5.6)
-18°C (0°F)		100 (1.9)
-30°C (-22°F)		60 (1.1)
THERMAL	ASTM Test Method	Property Value
DTUL @ 264 psi - Unannealed °C(°F)	D-648	78 (172)
DTUL @ 66 psi - Unannealed °C(°F)	D-648	91 (195)
DTUL @ 264 psi - Annealed °C(°F)	D-648	99 (210)
DTUL @ 66 psi - Annealed °C(°F)	D-648	104 (219)
Vicat, A/2 (50 deg. C/h, 50N), °C(°F)	D-1525	96 (204)
UL RATINGS	ASTM Test Method	Property Value
Flammability Rating, 1.5mm	UL94	HB
Relative Temperature Index, 1.5mm	UL746B	
Mechanical w/o Impact, °C		95
Mechanical w/ Impact, °C		80
Electrical, °C		90

BASF Corporation  
Styrenics  
100 Campus Drive  
Florham Park, New Jersey 07932

General Information: InfoPoint: 1-800-238-4075  
eMail: [basf\\_infopoint@basf.com](mailto:basf_infopoint@basf.com)  
Web address: <http://www.plasticsportal.com/usa>

Page 1 of 2



ELECTRICAL	ASTM Test Method	Property Value
Volume Resistivity	D-257	>1E13
Dielectric Constant (1000000 Hz, 0,0394 in)	D-150	2.8

**Note**

Although all statements and information in this publication are believed to be accurate and reliable, they are presented gratis and for guidance only, and risks and liability for results obtained by use of the products or application of the suggestions described are assumed by the user. NO WARRANTIES OF ANY KIND, EITHER EXPRESS OR IMPLIED, INCLUDING WARRANTIES OF MERCHANTABILITY OR FITNESS FOR A PARTICULAR PURPOSE, ARE MADE REGARDING PRODUCTS DESCRIBED OR DESIGNS, DATA OR INFORMATION SET FORTH. Statements or suggestions concerning possible use of the products are made without representation or warranty that any such use is free of patent infringement and are not recommendations to infringe any patent. The user should not assume that toxicity data and safety measures are indicated or that other measures may not be required.

**1. IDENTIFICACIÓN DEL PRODUCTO Y DE LA COMPAÑÍA**

Nombre del producto	: Propylene glycol monomethyl ether acetate
Referencia	: 484431
Marca	: Sigma-Aldrich
Proveedor	: Sigma-Aldrich Química, S. de R.L. de C.V. Parque Industrial Toluca 2000 Calle 6 Norte No. 107 50200 TOLUCA MEXICO
Teléfono	: +52 (0)1-800-007-5300
Fax	: +52 (0)1-800-712-9920
Teléfono de Urgencia (Tanto para el proveedor como para el fabricante)	:
Información suministrada por	: Sigma-Aldrich Corporation Product Safety - Americas Region 1-800-521-8956

**2. IDENTIFICACIÓN DE LOS PELIGROS****Revisión de la Emergencia****Peligros OSHA**

Combustibles Sólidos, Efecto del órgano de blanco

**Órganos diana**

Hígado, Riñón

**Clasificación SGA**

Líquidos Inflamables (Categoría 3)

Toxicidad para la reproducción (Categoría 1B)

Toxicidad acuática aguda (Categoría 3)

**Elementos de las etiquetas del SGA, incluidos los consejos de prudencia****Pictograma**

Palabra de advertencia Peligro

**Indicación(es) de peligro**

H226 Líquidos y vapores inflamables.  
 H360 Puede perjudicar la fertilidad o dañar al feto.  
 H402 Nocivo para los organismos acuáticos.

**Declaración(es) de prudencia**

P201 Pedir instrucciones especiales antes del uso.  
 P308 + P313 EN CASO DE exposición manifiesta o presunta: Consultar a un médico.

**HMIS Classification**

Health hazard: 0  
 Chronic Health Hazard: -  
 Flammability: 2  
 Physical hazards: 0

---

## 9. PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS

### Aspecto

Forma	claro, líquido
Color	Incoloro

### Datos de Seguridad

pH	sin datos disponibles
Punto de fusión/ punto de congelación	Punto/intervalo de fusión: < -87 °C (< -125 °F)
Punto de ebullición	145 - 146 °C (293 - 295 °F) - lit.
Punto de inflamación	43 °C (109 °F) - copa cerrada - DIN 51755 Part 1
Temperatura de ignición	315 °C (599 °F) - Autoinflamabilidad
Temperatura de auto-inflamación	sin datos disponibles
Límites inferior de explosividad	1.3 %(V)
Límites superior de explosividad	13.1 %(V)
Presión de vapor	3.37 hPa (2.53 mmHg) a 20 °C (68 °F)
Densidad	0.97 g/cm <sup>3</sup> a 25 °C (77 °F)
Solubilidad en agua	19.8 g/l a 25 °C (77 °F)
Coefficiente de reparto n- octanol/agua	log Pow: 0.43
Densidad relativa del vapor	sin datos disponibles
Olor	sin datos disponibles
Umbral olfativo	sin datos disponibles
Tasa de evaporación	sin datos disponibles

---

## 10. ESTABILIDAD Y REACTIVIDAD

### Estabilidad química

Estable bajo las condiciones de almacenamiento recomendadas.

### Posibilidad de reacciones peligrosas

sin datos disponibles

### Condiciones que deben evitarse

Calor, llamas y chispas.

### Materias que deben evitarse

Agentes oxidantes fuertes

### Productos de descomposición peligrosos

Productos de descomposición peligrosos formados en condiciones de incendio. - Óxidos de carbono  
Otros productos de descomposición peligrosos - sin datos disponibles

**1. IDENTIFICACIÓN DEL PRODUCTO Y DE LA COMPAÑÍA**

Nombre del producto	: 1-Acetoxi-2-etoxi-etano
Referencia	: 109967
Marca	: Aldrich
Proveedor	: Sigma-Aldrich Química, S. de R.L. de C.V. Parque Industrial Toluca 2000 Calle 6 Norte No. 107 50200 TOLUCA MEXICO
Teléfono	: +52 (0)1-800-007-5300
Fax	: +52 (0)1-800-712-9920
Teléfono de Urgencia (Tanto para el proveedor como para el fabricante)	:
Información suministrada por	: Sigma-Aldrich Corporation Product Safety - Americas Region 1-800-521-8956

**2. IDENTIFICACIÓN DE LOS PELIGROS****Revisión de la Emergencia****Peligros OSHA**

Combustibles Sólidos, Efecto del órgano de blanco, Dañino por adsorción de la piel., Teratógeno, Peligro para la reproducción

**Órganos diana**

Sistema nervioso central, Riñón, Pulmones, Testículos

**Clasificación SGA**

Líquidos Inflamables (Categoría 3)

Toxicidad aguda, Oral (Categoría 5)

Toxicidad aguda, Inhalación (Categoría 4)

Toxicidad aguda, Cutáneo (Categoría 4)

Toxicidad para la reproducción (Categoría 1B)

**Elementos de las etiquetas del SGA, Incluidos los consejos de prudencia****Pictograma**

Palabra de advertencia Peligro

**Indicación(es) de peligro**

H226 Líquidos y vapores inflamables.

H303 Puede ser nocivo si es tragado.

H312 + H332 Nocivo en contacto con la piel o si se inhala

H360 Puede perjudicar la fertilidad o dañar al feto.

**Declaración(es) de prudencia**

P201 Pedir instrucciones especiales antes del uso.

P280 Llevar guantes de protección/ prendas de protección.

P308 + P313 EN CASO DE exposición manifiesta o presunta: Consultar a un médico.

---

### 9. PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS

#### Aspecto

Forma	claro, líquido
Color	Incoloro

#### Datos de Seguridad

pH	sin datos disponibles
Punto de fusión/ punto de congelación	Punto/intervalo de fusión: -61 °C (-78 °F) - lit.
Punto de ebullición	156 °C (313 °F) - lit.
Punto de inflamación	54 °C (129 °F) - copa cerrada
Temperatura de ignición	379 °C (714 °F)
Temperatura de auto-inflamación	sin datos disponibles
Límites inferior de explosividad	1.7 %(V)
Límites superior de explosividad	13 %(V)

Presión de vapor	3 hPa (2 mmHg) a 20 °C (68 °F)
Densidad	0.975 g/cm <sup>3</sup> a 25 °C (77 °F)
Solubilidad en agua	sin datos disponibles
Coefficiente de reparto n- octanol/agua	sin datos disponibles
Densidad relativa del vapor	4.56 - (Aire = 1.0)
Olor	sin datos disponibles
Umbral olfativo	sin datos disponibles
Tasa de evaporación	sin datos disponibles

---

### 10. ESTABILIDAD Y REACTIVIDAD

#### Estabilidad química

Estable bajo las condiciones de almacenamiento recomendadas.

#### Posibilidad de reacciones peligrosas

sin datos disponibles

#### Condiciones que deben evitarse

Calor, llamas y chispas.

#### Materiales que deben evitarse

Agentes oxidantes fuertes, Nitratos, Ácidos fuertes, Bases fuertes

#### Productos de descomposición peligrosos

Productos de descomposición peligrosos formados en condiciones de incendio. - Óxidos de carbono

Otros productos de descomposición peligrosos - sin datos disponibles