

00378



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA  
DE MEXICO**

**POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERIA DE MATERIALES  
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES**

**NANOCOMPUESTOS DE MATRIZ UDMA  
UTILIZANDO MONTMORILONATOS COMO  
RELLENO NANOMETRICO**

**TESIS**

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:  
**MAESTRO EN CIENCIA E  
INGENIERIA DE MATERIALES**

PRESENTA:

**I. Q. JOSE ALEJANDRO RIVERA GONZAGA**

DIRECTORA DE TESIS:

**DRA. MIRNA ROSA ESTRADA YAÑEZ**

m. 343742

**MEXICO, D. F.**

**2005**





Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**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.

**ESTA TESIS NO SALE  
DE LA BIBLIOTECA**

## JURADO ASIGNADO

**Presidente:**

Dr. Joaquín Palacios Alquisira  
Facultad de Química

**Vocal:**

Dra. Mirna Rosa Estrada Yáñez  
Instituto de Investigaciones en Materiales

**Secretario:**

Dr. Carlos Álvarez Gayosso  
Posgrado de Odontología

**Suplente:**

Dr. Pedro Bosch Giral  
Instituto de Investigaciones en Materiales

**Suplente:**

M.C. Marco Antonio Uresti Maldonado  
Facultad de Química

Autorizo a la Dirección General de Bibliotecas de la  
UNAM a difundir en formato electrónico e impreso el  
contenido de mi trabajo recepcional.

NOMBRE: José Alejandro Rivera

Gonzaga

FECHA: 03/05/05

FIRMA: 

## **AGRADECIMIENTOS**

### **A mi mamá Juanita †**

Por su tierna comprensión, su enorme paciencia y sus amorosas palabras de aliento que siempre me acompañan.

### **A mi papá Alejandro**

Gracias por haberme brindado la oportunidad de estudiar, aún a pesar de las condiciones adversas.

### **A mi hermana Blanca Estela**

Por escucharme y sobre todo por brindarme tu valiosa ayuda en todo momento y en cualquier situación.

### **A la Universidad Nacional Autónoma de México y al Instituto de Investigaciones en Materiales**

Por su loable labor de formar recursos humanos para el progreso del país.

### **A la Dra. Mirna Rosa Estrada Yáñez**

Por su desmedido interés y persistencia para formar y forjar personas, a pesar de la dureza del material.

### **Al Dr. Carlos Alvarez Gayosso**

Por sus acertadas críticas y por su incuestionable disposición para aclarar todas las dudas que surgieron a lo largo del desarrollo del presente trabajo.

### **Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (Proyecto P-41015-Y)**

Por proporcionarme el material y equipo necesarios para la culminación de este proyecto.

### **Al Dr. Joaquín Palacios Alquisira**

Por sus buenos consejos y por orientarme.

**A la Dra. Cristina Piña Barba**

Por su oportuna y constante revisión del trabajo escrito.

**Al Dr. Antonio Sánchez Solís**

Por permitirme manejar el extrusor Maxwell y conocer más acerca de este proceso. Por su excelente sentido del humor.

**Al Dr. Jorge Guerrero**

Por ayudarme a realizar las pruebas de resistencia a la tensión en el Posgrado de Odontología.

**A la I.Q. Leticia Baños**

Por su diligencia para realizar los difractogramas de Rayos X.

**Al I.Q. Carlos Flores**

Por todo el tiempo e interés dedicado al análisis de las muestras con el Microscopio Electrónico de Transmisión.

**Al Dr. Alfredo Maciel Cerda**

Por instruirme en el manejo de la máquina de pruebas universales INSTRON.

**Al Ing. Ernesto Sánchez**

Por su apoyo durante la realización de las pruebas mecánicas en el IIM.

**A Issis, Anel, Daniela, Abraham, Gabriel y Martín**

Por compartir conmigo su amistad así como sus conocimientos.

**Al Sr. Baldomero, Carmen Vásquez, Caín, Sr. Martín, Sra. Teresa, Rosario, Jimmy**

y a todos aquellos que de alguna manera me apoyaron para la realización de este trabajo.

**ÍNDICE**

INTRODUCCIÓN.....	1
OBJETIVOS.....	5
HIPÓTESIS.....	5
1. GENERALIDADES.....	6
1.1 Polímeros.....	6
1.1.1 Tipos de polimerización.....	7
1.1.2 Tipos de polímeros.....	8
1.1.2.1 Termoplásticos.....	8
1.1.2.2 Elastómeros.....	9
1.1.2.3 Termoestables ó termofijos.....	10
1.1.3 Propiedades mecánicas.....	11
1.2 Arcillas.....	13
1.2.1 Montmorilonita.....	15
1.2.1.1 Estructura de la montmorilonita.....	16
1.3 Nanocompuestos.....	20
1.3.1 Nanocompuestos de matriz polimérica.....	21
1.3.2 Tipos de nanocompuestos poliméricos.....	24
1.4 Materiales de restauración dental.....	25
1.4.1 Mejora en los materiales de restauración dental.....	29
1.4.2 Bis-GMA, UDMA y TEGDMA.....	29
1.5 Extrusión.....	31
1.5.1 Variables de operación.....	33
1.5.2 Formación de hilos.....	33

2. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN.....	34
2.1 Difracción de rayos X.....	35
2.2 Microscopia electrónica de transmisión (TEM).....	37
2.3 Pruebas mecánicas: Resistencia a la tensión.....	39
3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	41
3.1 Reactivos, material y equipo.....	41
3.1.1 Reactivos.....	41
3.1.2 Equipo de laboratorio y accesorios.....	41
3.1.3 Equipo de caracterización.....	42
3.2 Metodología.....	43
3.2.1 Obtención de los montmorilonatos de alquilamonio.....	43
3.2.2 Polimerización de la matriz polimérica UDMA.....	44
3.2.3 Incorporación de los montmorilonatos a la matriz orgánica.....	44
UDMA mediante extrusión	
3.2.4 Incorporación de los montmorilonatos a la matriz orgánica.....	45
UDMA con agitación mecánica	
3.2.5 Incorporación de los montmorilonatos a la matriz orgánica.....	46
UDMA utilizando acetona	
3.3 Caracterización.....	47
3.3.1 Caracterización por difracción de rayos X (DRX).....	47
3.3.2 Microscopía electrónica de transmisión (TEM).....	47
3.3.3 Ensayo de tensión.....	48
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	50
4.1 Obtención de los montmorilonatos de alquilamonio.....	50
4.2 Extrusión de las formulaciones de UDMA-MMT-Cn.....	51
4.3 Incorporación de los MMT-Cn a la matriz orgánica UDMA con.....	52
agitación mecánica	



4.4 Incorporación de los MMT-Cn a la matriz orgánica UDMA por medio.....55 de disolvente (acetona)	
4.5 Microscopia electrónica de transmisión (TEM).....	59
4.6 Ensayo a la tensión.....	64
5. CONCLUSIONES.....	72
6. REFERENCIAS.....	73
7. GLOSARIO.....	75
8. ANEXOS.....	78
A. Extrusión de PE y PET.....	78
B. Difractogramas.....	85
C. Hojas de seguridad.....	103
D. Abreviaturas.....	115

## 1. INTRODUCCIÓN

La importancia comercial de los polímeros ha conducido a una intensa investigación de polímeros reforzados con fibras y rellenos inorgánicos laminares. En particular, en el caso de rellenos inorgánicos laminares, el talco y la mica han sido los tradicionalmente utilizados [1]. Sin embargo, los nanocompuestos polímero-arcilla están surgiendo como una nueva clase de materiales de aplicación industrial. Con cargas del 2-7% en peso, ofrecen un desempeño similar a compuestos poliméricos convencionales con 30-50% en peso de material de refuerzo. Estas cargas altas de relleno causan un indeseable incremento de densidad, en consecuencia un material pesado, disminución del flujo en estado fundido y aumento de fragilidad. Además, los compuestos clásicos son opacos con pobre acabado de superficie. Estos problemas están ausentes en los nanocompuestos.

La diferencia en costo entre la matriz pura y su nanocompuesto polímero-arcilla es cerca del 10%. El principal mercado de los nanocompuestos polímero-arcilla está en las industrias del transporte, con una creciente demanda para empaque, construcción, electrónica y electricidad, jardinería, herramientas, etc. Sus ventajas van desde el aumento de funcionamiento mecánico, hasta la reducción de permeabilidad e inflamabilidad; mejores propiedades ópticas, magnéticas y eléctricas, biocompatibilidad, etc. [2].

Aunque es bien sabido que los polímeros pueden ser mezclados con arcillas modificadas apropiadamente y arcillas sintéticas, el campo de los nanocompuestos polímero-arcilla ha ganado mucho terreno recientemente. Dos fueron los hallazgos que despertaron el interés de estos materiales: Primero, el reporte del material nylon 6- montmorilonita, de los investigadores de Toyota, donde cargas muy pequeñas de relleno inorgánico resultaron en una mejora considerable de propiedades mecánicas y térmicas. Segundo, Giannelis et al.

encontraron que es posible mezclar polímero fundido con arcilla sin usar disolventes orgánicos. Desde entonces la gran promesa para aplicaciones industriales ha motivado una vigorosa investigación, la cual ha revelado mejoras dramáticas de las propiedades de muchos materiales por la nano-dispersión de rellenos laminares [1].

Dichos nanocompuestos son materiales compuestos donde uno de los constituyentes tiene al menos en una de sus dimensiones de 1 a 50 nm. Las mayores diferencias en el comportamiento entre materiales nanoestructurados y los convencionales resultan del hecho de que los primeros poseen una gran área superficial por unidad de masa. Aunque muchas interacciones físicas y químicas están gobernadas por superficies, un material nanoestructurado puede tener sustancialmente diferentes propiedades de un material convencional de la misma composición. En el caso de fibras ó láminas el área por unidad de masa es inversamente proporcional al diámetro de la fibra ó al espesor de la lámina respectivamente. Por lo tanto, entre más pequeñas son estas dimensiones, más grande es el área superficial por unidad de masa [3]. Este hecho conduce a una alta área interfacial entre relleno y matriz. Las propiedades especiales de los nanocompuestos surgen precisamente de esta interacción en las interfases. En contraste, en un compuesto convencional con rellenos micrométricos como fibra de carbón y fibra de vidrio, la interfase entre el relleno y la matriz constituye una fracción muy pequeña del volumen total del material y por lo tanto influye en sus propiedades en un menor grado [4].

La caracterización de los nanocompuestos se efectúa por medio de la difracción de Rayos X (DRX) y microscopía electrónica de transmisión (TEM). La DRX ha sido ampliamente utilizada para la caracterización de arcillas minerales [5].

En el TEM, la arcilla modificada exfoliada se observa como láminas individuales que tienen una apariencia desordenada y sin ninguna asociación. Las monocapas aparecen como líneas oscuras rectas ó ligeramente curvas [5].

En DRX una estructura laminar bien ordenada forma una serie armónica de picos de difracción. Los cambios en los patrones de difracción son un indicio de la interacción entre la organo-arcilla y la matriz polimérica. La exfoliación puede ser deducida por la ausencia de la señal de la arcilla (001), mientras la intercalación es determinada por un aumento en el espaciado interlaminar de ese mismo plano [5].

Uno de los campos de aplicación de los nanocompuestos de polímero-arcilla de interés, es aquel relacionado con los materiales dentales.

La polimerización de dimetacrilatos produce redes entrecruzadas, resinas, las cuales encuentran amplias aplicaciones en Odontología tales como compuestos dentales, selladores de fasetas y fisuras, cementos, adhesivos dentales, dentaduras y materiales de impresión [6].

Cero encogimiento y sistemas de polímeros expandibles han sido desarrollados dispersando en diferentes resinas poliéster MMT en forma de un polvo muy fino. Este mineral interactúa con la resina durante el curado, incrementando el volumen. Las características de hinchamiento de la MMT han sido manipuladas para controlar el encogimiento en compuestos epóxicos [7].

Como la MMT está compuesta de láminas apiladas de silicatos, tiene un bajo coeficiente de expansión térmica, por lo tanto pueden prepararse los compuestos de polimetilmetacrilatos-montmorilonita. Basándose en este hecho y en los avances de los nanocompuestos, se puede visualizar el desarrollo de resinas con bajo encogimiento, incorporando montmorilonita adecuadamente modificada [7].

Por lo anteriormente expuesto, el objetivo del presente estudio es exfoliar montmorilonita modificada orgánicamente en la matriz poli-UDMA, y efectuar pruebas mecánicas, como un primer acercamiento a nuevas alternativas de materiales dentales que sirvan como base para futuros desarrollos.

## OBJETIVOS

### OBJETIVO GENERAL:

Obtener un nanocompuesto de matriz polimérica utilizando montmorilonatos de alquilamonio como relleno inorgánico.

### OBJETIVOS PARTICULARES:

- Obtener varios montmorilonatos de alquilamonio (montmorilonato de decilamonio, de dodecilamonio, de tetradecilamonio, de octadecilamonio y de undecilamonio).
- Intercalar el UDMA en la arcilla modificada, y/o
- Exfoliar el montmorilonato de alquilamonio en la matriz polimérica UDMA.
- Determinar la influencia del relleno inorgánico nanométrico en la resistencia a la tensión del polímero.

## HIPÓTESIS

La intercalación y/o exfoliación del relleno nanométrico en la matriz polimérica UDMA conferirá una mejor resistencia a la tensión al nanocompuesto en relación a la del polímero puro.

## 1. GENERALIDADES

### 1.1 Polímeros

La palabra polímero se refiere a una gran molécula constituida por la repetición de pequeñas unidades químicas de peso molecular bajo, en algunos casos la repetición es lineal de forma semejante a una cadena y en otros las cadenas son ramificadas o interconectadas formando redes tridimensionales. Un polímero posee moléculas individuales de distinto tamaño, y todas pueden tener la misma composición química y la misma estructura molecular.

El estudio de las propiedades de los polímeros creció gradualmente y lo que los distingue de los materiales que les dieron origen son sus propiedades fisicoquímicas. En general, los polímeros tienen buena resistencia mecánica debido a que las grandes cadenas poliméricas se atraen. Las fuerzas de atracción intermoleculares dependen de la composición química del polímero y pueden ser de varias clases. Las fuerzas que se encuentran en la naturaleza se clasifican habitualmente en fuerzas primarias (interacciones mayores a 50 kJ/mol), entre estas se encuentran las uniones iónicas covalentes y metálicas; y fuerzas secundarias (interacciones inferiores a 10 kJ/mol). Las fuerzas intermoleculares determinan el estado de agregación del sistema bajo condiciones dadas de presión y temperatura; así como sus propiedades físicas tales como, volatilidad, viscosidad, tensión superficial, miscibilidad y solubilidad.

Dentro de las fuerzas intermoleculares, se encuentran las fuerzas de Van der Waals, presentes en las moléculas de muy baja polaridad, generalmente hidrocarburos. Son fuerzas que provienen de dipolos transitorios, como resultado de los movimientos de electrones, por lo que en cierto instante una porción de la molécula se vuelve ligeramente negativa, mientras que en otra región aparece una carga positiva equivalente, formando dipolos no-permanentes. Estos dipolos producen atracciones electroestáticas muy débiles en las moléculas de tamaño

normal, pero en los polímeros, formados por miles de estas pequeñas moléculas, las fuerzas de atracción se multiplican y llegan a ser enormes.

### 1.1.1 Tipos de polimerización

En general se pueden definir dos tipos de reacciones de polimerización: condensación y adición. Un polímero de adición tiene los mismos átomos en el monómero y en la unidad de repetición. Los átomos del esqueleto del polímero orgánico son normalmente átomos de carbono.

Los polímeros de condensación contienen menos átomos en la unidad de repetición del polímero que en los reactivos, ello es debido a la formación de productos secundarios durante el proceso de polimerización, y el esqueleto de polímero contiene normalmente átomos de más de una clase de elementos.

La mayoría de los termoplásticos, los elastómeros y algunas fibras se fabrican por polimerización de radicales libres, siendo éste el método de mayor importancia desde el punto de vista comercial. Para que se lleve a cabo la reacción, se utilizan iniciadores químicos, fotoquímicos y térmicos para la formación del primer radical libre. La formación de radicales libres depende de fuerzas de alta energía. La iniciación de una cadena de radicales libres se produce por adición de un radical libre a un grupo vinilo [8].

Cuando el monómero es polimerizado la densidad aumenta. Este cambio de densidad causa una contracción volumétrica o encogimiento. El encogimiento de monómeros de bajo peso molecular es mayor comparado con el de los monómeros de alto peso molecular [9].



### 1.1.2 Tipos de Polímeros

De acuerdo con su comportamiento térmico los polímeros se clasifican en termoplásticos y termofijos.

#### 1.1.2.1 Termoplásticos

Este tipo de polímeros no presentan entrecruzamiento entre sus moléculas. Debido a lo anterior, al calentar, el polímero tiende a ablandarse y fluye como un líquido viscoso. De esta manera la mayoría de los materiales termoplásticos pueden moldearse muchas veces, aunque la degradación química llegará a limitar el número de ciclos de moldeo. Cuanto más largas sean las cadenas más alto será el grado de entrelazamiento y el material tendrá mayor rigidez. Ver Figura 1

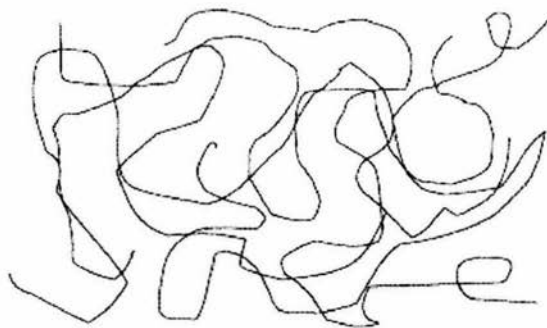


Figura 1. Estructura de un polímero termoplástico [10]

Existe una temperatura definida a la que las cadenas adquieren suficiente energía para moverse unas con respecto a otras. Esta temperatura es la temperatura de

transición del estado vítreo conocida con las siglas **T<sub>g</sub>** por su nombre en inglés *glassy temperature*. Los polímeros termoplásticos son rígidos por debajo de la T<sub>g</sub> y deformables por encima de esta temperatura. Es importante tener presente que si la aplicación del polímero exige que posea rigidez a temperatura ambiente (por ejemplo si va a utilizarse para construir tuberías o envases), debe cumplirse que  $T_g > T_{\text{ambiente}}$ . No obstante, si la T<sub>g</sub> del polímero es demasiado grande esto dificultará el procesado del polímero.

#### 1.1.2.2 Elastómeros

En los elastómeros, también conocidos como hules, las distintas cadenas que forman el polímero están entrelazadas a otras por enlaces químicos y no sólo por interacciones Van der Waals como en el caso de los termoplásticos. Su estructura se representa en la Figura 2.

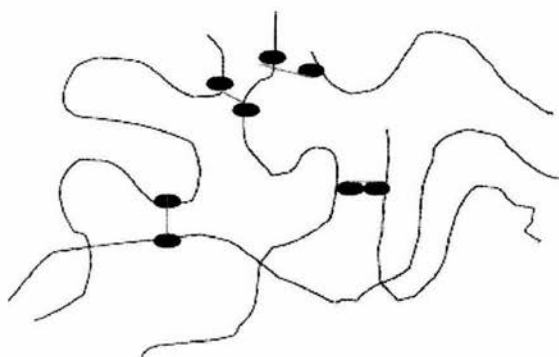


Figura 2. Estructura de un elastómero [10]

Esta estructura peculiar es la que proporciona elasticidad al material. Las cadenas pueden ser deformadas ante un esfuerzo externo pero tenderán a volver a su estado inicial. En los polímeros termoplásticos, al no existir estas uniones entre cadenas por encima de  $T_g$ , una vez deformados no regresan a su estado inicial.

### 1.1.2.3 Termoestables o Termofijos

Este tipo de polímeros es un caso extremo de los elastómeros. El grado de entrecruzamiento es tan alto que la estructura permanece rígida (Figura 3). Es decir, son materiales que una vez calentados reaccionan irreversiblemente, de manera que las aplicaciones subsecuentes de calor y de presión, no originan que se ablanden y fluyan. En este tipo de polímeros carece de sentido hablar de una  $T_g$ . Las cadenas sólo podrán adquirir movimiento cuando los enlaces químicos se rompan, lo cual quiere decir que habrá que destruir el polímero para hacer que éste fluya [10].

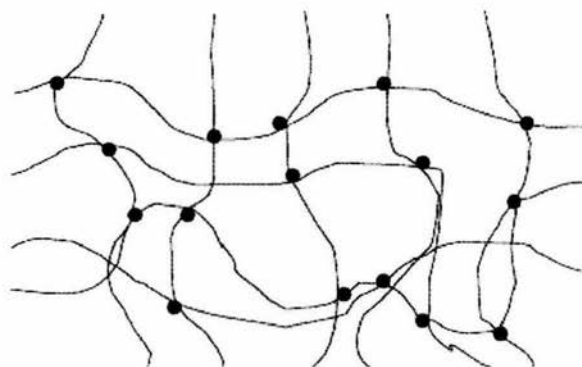


Figura 3. Estructura de un termofijo o termoestable [10]

### 1.1.3 Propiedades Mecánicas

Cuando se compara la estructura de los polímeros con el vidrio, las cerámicas y los metales, se encuentra que éstos últimos presentan una estructura más compacta. La diferencia radica en que los polímeros presentan una estructura molecular, mientras que los metales, las cerámicas y el vidrio presentan una estructura atómica.

Uno de los ensayos mecánicos que suministra más información es la determinación de la curva esfuerzo-deformación. El cociente del esfuerzo aplicado y la deformación, en la parte proporcional de la curva se denomina Módulo de Young, también conocido como Módulo de Elasticidad o Módulo de Tensión. Valores elevados de Módulo de Young indican que el material es rígido y resistente al alargamiento. Se reportan valores de Módulo elástico del orden de GPa para los metales y de MPa para los polímeros [11]. Los vidrios caen en cambio en la curva 4b.

En general, los polímeros se clasifican en 5 categorías (Figura 4). El comportamiento esfuerzo-deformación de un material depende de cómo se realice el ensayo y del estado físico del material, por ejemplo, si la prueba se realiza por encima o por debajo de la Tg del material [12].

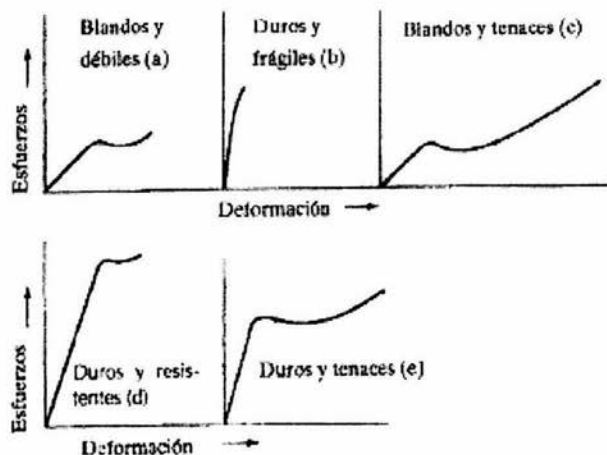


Figura 4. Curvas de esfuerzo-deformación para varios tipos de materiales poliméricos [12].

Otros ensayos físicos que se utilizan frecuentemente para caracterizar polímeros se describen brevemente a continuación.

La resistencia a la tensión es la capacidad que presentan los polímeros a oponerse a la deformación, determinándose por la fuerza de tensión por unidad de área transversal que resiste una muestra antes de ceder. Los valores altos indican gran resistencia.

La resistencia a la flexión es una medida del esfuerzo que soportan los polímeros al doblarse. Con valores altos de resistencia a la flexión se tienen materiales que soportan grandes cargas y son rígidos, características necesarias para su aplicación en la fabricación de aparatos electrodomésticos, instrumentos, estuches y otros más. Para el caso de aplicaciones en que se requiera flexibilidad como suelas de tenis, mangueras y empaques, son necesarios módulos de flexión bajos.

La resistencia a la compresión es la propiedad que presentan los polímeros a oponerse a una fuerza que los presiona o comprime hasta obtener un grado de ruptura o deformación. Esto aplica en las losetas y pisos, muebles, tuberías enterradas y contenedores; los valores altos indican gran resistencia a la compresión.

La deformación a carga constante es la deformación de una probeta causada por la aplicación de cargas determinadas. Un alargamiento o deformación recuperable se llama deformación elástica, en este caso las moléculas presionadas vuelven a ocupar sus posiciones originales después de la desaparición de la fuerza aplicada.

La elongación a la fractura es la máxima extensión que alcanza una probeta hasta la ruptura, reportándose en porcentaje.

Las propiedades mecánicas pueden ser modificadas mediante aditivos, cargas, refuerzos o la unión con otros plásticos, así como mediante variantes en los procesos de transformación. De esta forma y mediante la aplicación de nuevas tecnologías se incrementan sus propiedades mecánicas como la resistencia a la tensión o al impacto.

## **1.2 Arcillas**

Las arcillas, desde el punto de vista geológico, son minerales naturales filosilicatos en su mayor parte que se formaron hace varios millones de años y cuyas propiedades físico-químicas dependen de su estructura y de su tamaño de grano muy fino (inferior a  $4\mu\text{m}$ ). Se definen como cualquier sedimento o depósito mineral que es plástico cuando se humedece y que consiste de un material granuloso muy fino, formado por partículas muy pequeñas.

Desde el punto de vista económico, las arcillas son un grupo de materiales industriales con diferentes características mineralógicas y genéticas; y con distintas propiedades tecnológicas y aplicaciones. Las arcillas son constituyentes esenciales de gran parte del suelo y de los sedimentos debido a que son, en su mayor parte productos finales de la hidrólisis de las cenizas volcánicas.

Se han incorporado arcillas en numerosos productos de uso cotidiano a través de nuevas tecnologías. Un ejemplo, son los nuevos materiales poliméricos que incluyen en su composición arcillas con el fin de lograr superficies suaves al tacto y mejores propiedades mecánicas, como en los juguetes, en las partes de automóviles y en otros componentes que son, además, resistentes a la flama y al desgaste.

Las arcillas del tipo Montmorilonita y sus formaciones más abundantes se localizan al norte del país, en el estado de Durango, aunque también existen depósitos importantes en Puebla, Zacatecas, Oaxaca, Guanajuato y Veracruz.

Entre las características principales se pueden citar las siguientes:

- Las arcillas están formadas por cristales muy pequeños.
- Tienen la capacidad de intercambiar iones
- Son capaces de variar su composición química interna.
- Pueden alojar moléculas en el interior de su espacio interlaminar
- La superficie de las láminas presenta una actividad química considerable
- Los cambios físicos, por ejemplo el hinchamiento, son reversibles.

Se ha demostrado que hay varios niveles de organización en las arcillas minerales. Las partículas más pequeñas son del orden de 10nm y están compuestas de apilamientos de placas paralelas con un promedio de diez por partícula.

### 1.2.1 Montmorilonita

Existen muchas arcillas naturales y sintéticas, sin embargo en este trabajo se decidió trabajar con montmorilonita (MMT). El nombre de Montmorilonita proviene del material original, descrito por Damour y Salvétat en 1874 en la localidad de Montmorillon, Francia [13]. Es una arcilla pegajosa y plástica, su densidad varía desde 1.6 a 2.7 g/cm<sup>3</sup>, de acuerdo con el grado de hidratación. Su fórmula química es  $(\text{Mg,Ca})\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Si}_5\text{O}_{10} \cdot n\text{H}_2\text{O}$

La montmorilonita es un filosilicato 2:1, que tiene la misma estructura cristalina que el talco y la mica pero diferente carga laminar. La red cristalina consiste de láminas de 1 nm de espesor con carga negativa - definida a través de la Capacidad de Intercambio Catiónico (CEC) - y que para la MMT es típicamente 0.9-1.2 meq/g dependiendo del origen del material. Estas láminas se organizan paralelamente para formar paquetes con un espacio regular entre ellas, llamado galería ó espacio interlaminar.

En su forma original la carga negativa laminar, es balanceada por cationes  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Ca}^{+2}$ , los cuales existen hidratados en la galería. En este estado la MMT es solamente miscible en polímeros hidrofílicos, para hacerla miscible en otros polímeros se requiere intercambiar los cationes alcalinos por cationes orgánicos tales como los de alquilamonio [1].

El rol de los cationes de alquilamonio en los silicatos es bajar la energía de superficie de la arcilla y mejorar las características de mojado con el polímero. Las características químicas y longitud de las cadenas de los cationes de alquilamonio determinan la hidrofobicidad de las láminas de silicato [4]. A la vez que estos cationes hacen que la arcilla sea organofílica, incrementan el espacio interlaminar de la MMT permitiendo la intercalación del polímero [14].



Cuando los cationes intercambiables son reemplazados por cationes orgánicos con largas cadenas alquílicas, éstas tienen un arreglo semejante a un líquido en el espacio interlaminar en casos de baja carga laminar. Cuando la carga negativa laminar y la concentración del huésped son altos, el arreglo de los cationes de alquilamonio se vuelve más ordenado [15].

### 1.2.1.1 Estructura

La estructura de la Montmorilonita la determinó un grupo de investigadores alemanes, entre ellos Hofmann [16], ver Figura 5.

La estabilidad de los aluminosilicatos está muy relacionada al tamaño del ión que llena el espacio dejado por el apilamiento de los oxígenos en la red cristalina.

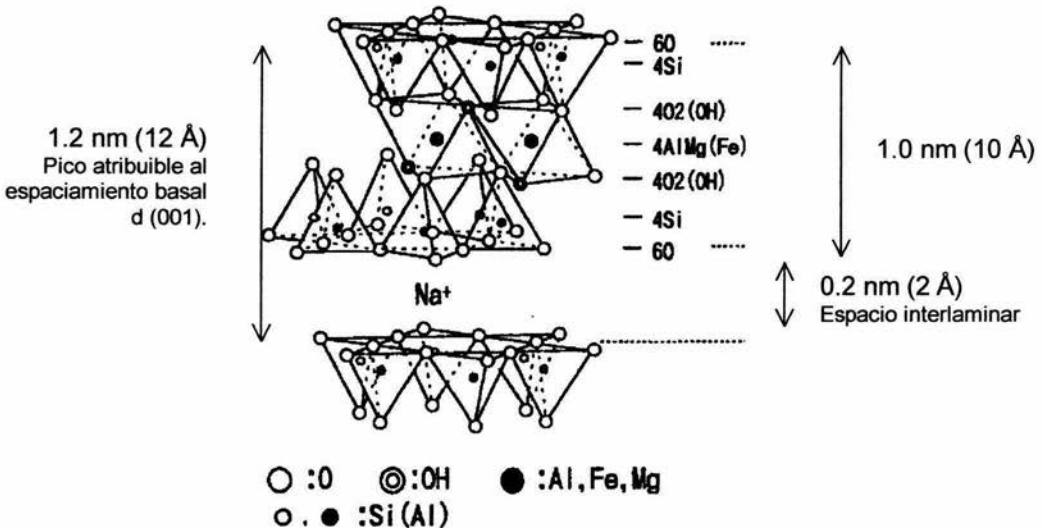


Figura 5. Representación estructural de la montmorilonita [17].

La sustitución de aluminio (hoja O) y silicio (hoja T) por un catión de menor carga eléctrica, origina una deficiencia de carga eléctrica responsable de algunas de las propiedades más importantes de la arcilla como son:

- a) La capacidad de intercambio iónico.

La capacidad de intercambio iónico se puede definir como la suma de todos los cationes de intercambio que un mineral puede adsorber a un determinado pH. Es equivalente a la medida del total de cargas negativas del mineral. Estas cargas negativas pueden ser generadas de tres formas.

Por sustituciones isomórficas dentro de la estructura

Por enlaces insaturados en los bordes y superficies externas.

Por disociación de los grupos hidroxilo accesibles.

El primer tipo es conocido como carga permanente y supone un 80% de la carga neta de la partícula; además, es independiente de las condiciones de pH y actividad iónica del medio. Los otros dos tipos varían en función del pH y de la actividad iónica y corresponden a bordes cristalinos, químicamente activos y representan el 20% de la carga total de la lámina.

La Tabla 1 muestra los valores de capacidad de intercambio en miliequivalentes para distintas arcillas.

Tabla 1. Capacidad de intercambio catiónico de algunas arcillas

<b>Arcilla</b>	<b>CIC (meq / 100 g)</b>
Caolinita	3-5
Haloisita	10-40
Ilita	10-50
Clorita	10-50
Vermiculita	100-200
Montmorilonita	80-200
Sepiolita/Paligorskita	20-35

#### b) Capacidad de Absorción

La absorción de moléculas polares como el agua, así como otros compuestos orgánicos, por ejemplo las aminas, al introducirse en el espacio interlaminar causan el hinchamiento de la estructura laminar. Por lo tanto la estructura y el grado de sustitución catiónica determinan en gran medida las propiedades de la arcilla. La capacidad de absorción está directamente relacionada con las características morfológicas (superficie específica y porosidad).

La absorción de agua en las arcillas es mayor del 100% con respecto al peso. La absorción de agua en el espacio interlaminar tiene como consecuencia la separación de las láminas dando lugar al hinchamiento (vence la atracción electrostática). Este proceso depende del balance entre la atracción electrostática catión-lámina y la energía de hidratación del catión. Cuando el catión interlaminar es el sodio, las esmectitas tienen una gran capacidad de hinchamiento.

## c) Modificación Química

Las arcillas pueden ser intercaladas con moléculas orgánicas [18,19], produciendo un efecto de expansión que varía según:

1. El tamaño de la cadena orgánica (el número de átomos de carbono).
2. La carga eléctrica de las láminas.
3. La naturaleza química del compuesto orgánico.

La posición de la molécula varía según la carga laminar de la arcilla. Así, cuando la carga es baja, la molécula orgánica se acomoda con sus partes planas dispuestas paralelamente a las láminas de la estructura, mientras que si se incrementa la densidad de carga entonces la cadena puede llegar a colocarse perpendicularmente a las láminas, lo cual favorece la estabilidad, ya que forma enlaces por los dos extremos mediante los átomos de hidrógeno del grupo NH y los átomos de oxígeno que se encuentran en los anillos de seis miembros de la capa tetraédrica de la arcilla. Esto permite explicar que no siempre las moléculas de gran tamaño inducen una variación considerable en la distancia interlaminar, mientras que otras provocan variaciones importantes que no siempre corresponden a su tamaño y configuración.

Se han encontrado varias aplicaciones como la resistencia a la descomposición, ya que la molécula intercalada, y algunos complejos orgánicos, adquieren gran estabilidad [20].

Aprovechando la capacidad de intercambio iónico que poseen las arcillas, es fácil el intercambio de los iones interlaminares por iones de amonio. Así, en este caso, la Montmorilonita- $\text{Na}^+$  puede sufrir un intercambio iónico con  $\text{RNH}_3^+\text{Cl}^-$  para producir Montmorilonita modificada. Al intercambiar los cationes de la arcilla, por los cationes de alquilamonio, se incrementa el espacio interlaminar.

La reacción que se lleva a cabo es la siguiente:



Recientemente, las arcillas modificadas con iones alquilamonio han sido utilizadas como membranas artificiales, sensores químicos y como refuerzos en compuestos de matrices poliméricas. En todas estas aplicaciones el comportamiento y las propiedades de los híbridos dependen, en gran medida, de la estructura y del entorno molecular de la fase orgánica entre las láminas [22].

El objetivo de esta reacción es incrementar la distancia interlaminar reduciendo con ello la atracción que existe entre las capas.

El mecanismo es un intercambio catiónico, es decir, el ión sodio ( $\text{Na}^+$ ), que se encuentra entre las láminas de silicatos de la arcilla, se reemplaza por los cationes orgánicos de los clorhidratos derivados de las alquilaminas:  $[\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{NH}_3^+]$ , y del aminoácido  $[\text{HOOC}-(\text{CH}_2)_{10}-\text{NH}_3^+]$ .

### 1.3 Nanocompuestos

Los nanocompuestos son aquellos materiales compuestos que presentan una combinación de dos o más fases que contienen diferentes composiciones o estructuras, donde al menos una de las fases está en una de sus dimensiones en escala nanométrica.

Dependiendo de la naturaleza de la matriz, los nanocompuestos pueden ser clasificados dentro de tres grupos principales:

- Poliméricos
- Metálicos
- Cerámicos

Los nanocompuestos orgánicos-inorgánicos típicamente exhiben propiedades mecánicas superiores a otros materiales. El tamaño de las partículas inorgánicas puede ser controlado y las propiedades interfaciales pueden ser mejoradas provocando enlaces covalentes o interacciones entre las fases orgánica e inorgánica. Algunas nanopartículas han sido preparadas *in situ* durante el proceso, la técnica sol-gel ha sido aplicada para producir este tipo de nanocompuestos. Sin embargo, una ruta más atractiva de formación de nanocompuestos con nanopartículas es la intercalación de arcillas organofílicas.

Las arcillas también se usan como una alternativa de componentes inorgánicos para la construcción de nanocompuestos híbridos ya que poseen enlaces Si-O estables y relaciones de longitud-espesor muy altos. La superficie de sus láminas pueden ser modificada y su galería puede ser intercalada por polímeros. Esta es una de las tecnologías más comúnmente utilizadas por varios investigadores ya que los silicatos laminares, como las arcillas, son minerales con gran disponibilidad [23].

### 1.3.1 Nanocompuestos de matriz polimérica

Los nanocompuestos poliméricos son nuevos materiales que incluyen en su composición arcillas minerales con el fin de lograr superficies suaves y propiedades mecánicas mejoradas, además de mostrar resistencia a la flama y al desgaste.

La estructura de los nanocompuestos depende del grado en el cual los compuestos orgánicos e inorgánicos son transformados en compatibles. Teniendo interacciones entre el polímero y silicio se producen materiales con propiedades mecánicas superiores [20]. Esto se aprecia en la Figura 6 donde se compara el Módulo de Young de un nanocompuesto de nylon-6 (PA-6 + 4 % arcilla), con un material convencional (PA-6 + 40 % de carga mineral) y el polímero puro (PA-6): el nanocompuesto presenta el mayor módulo elástico [24].

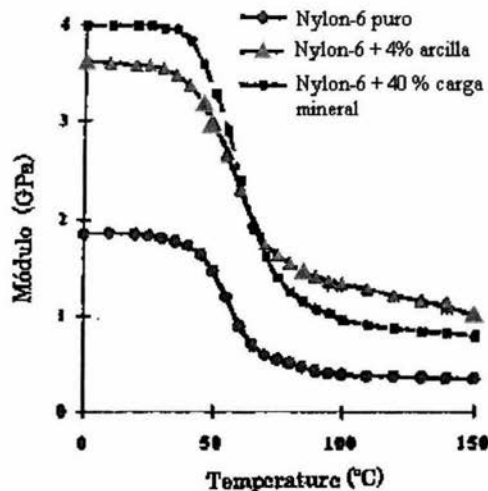


Figura 6. Gráfica del análisis termomecánico de un nanocompuesto, un material cargado y el polímero puro

La dispersión de las partículas de arcilla en un monómero ó matriz polimérica puede resultar en la formación de tres tipos de materiales compuestos. El primer tipo es un compuesto convencional que contiene tactoides ó arcilla aglomerada.

En este caso, los tactoides son dispersados simplemente como una fase segregada resultando en pobres propiedades mecánicas del material. El segundo tipo es un nanocompuesto polímero-arcilla intercalado, el cual está formado por la inserción del polímero en la galería de la arcilla. El último tipo es un nanocompuesto polímero-arcilla exfoliada, caracterizado por bajo contenido de arcilla, una estructura monolítica, y una casi total separación y dispersión homogénea de las láminas [25]. Los nanocompuestos exfoliados poseen un grado particular de dureza, resistencia y propiedades de barrera.

Una forma de preparar un nanocompuesto exfoliado es usar un método apropiado de polimerización *in situ*. Esto quiere decir que para cada tipo de polímero, se requiere encontrar la arcilla, amina y disolvente adecuados [26].

Otro método consiste en utilizar un disolvente compatible con la MMT modificada y el monómero. En este método, la arcilla organofílica es dispersada primero en un disolvente como acetona, en el cual se disuelven los monómeros. Al unir la dispersión con el monómero disuelto, éste puede introducirse en la galería con facilidad, posteriormente es polimerizado entre las láminas de silicato para que congelen la expansión del espaciamiento interlaminar y formar así un nanocompuesto intercalado [27].

Un tercer método de obtención es trabajar con el polímero fundido en lugar del monómero sin disolvente. Se utiliza el proceso de extrusión para incorporar ambos componentes [1].



### 1.3.2 Tipos de nanocompuestos poliméricos

Los tipos de nanocompuestos se pueden apreciar en la Figura 7.

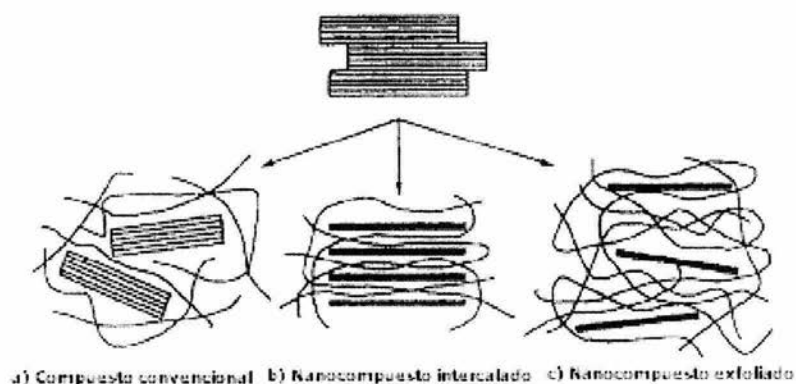


Figura 7. Tipos de nanocompuestos poliméricos [17]

La compatibilidad entre las capas de arcilla y la matriz polimérica se alcanza a través de reacciones de intercambio iónico. Esto incrementa la organofilicidad de la superficie de la capa de la arcilla y mejora el mojado con la matriz polimérica, lo cual favorecerá la dispersión y exfoliación originando mejores propiedades en los materiales y en su procesamiento. La eficiencia del nanocompuesto está basada en la uniformidad de la dispersión de las placas a través de la matriz.

La purificación de la arcilla es indispensable, ya que sus propiedades son modificadas por partículas extrañas. Se recomienda que la arcilla tenga menos de 5% en peso de impurezas ya que un porcentaje mayor afecta de manera negativa las propiedades.

#### **1.4 Materiales de restauración dental: materiales compuestos**

El término material compuesto puede definirse como una mezcla de dos o más materiales diferentes con propiedades superiores o intermedias a las de los constituyentes individuales.

Los compuestos dentales que son usados para la restauración de los dientes, consisten de dos principales componentes, una matriz orgánica y un relleno inorgánico. La matriz orgánica es formada por la polimerización vía radicales libres de dimetacrilatos, los cuales polimerizan en presencia de oxígeno y agua, cualidad necesaria debido a que las restauraciones se llevan a cabo dentro de la cavidad oral.

Esta matriz orgánica cuando es usada sin relleno para la restauración muestra una pobre resistencia al desgaste. Esto puede ser mejorado por la inclusión de rellenos, los cuales son más duros que la matriz polimérica. Una ambiciosa meta es igualar las excelentes propiedades del esmalte dental. Está siendo usado un amplio intervalo de rellenos de variadas formas y dimensiones, yendo de dimensiones coloidales a decenas de micras.

Los compuestos dentales tienen buen color y opacidad, pero mucha más baja resistencia al desgaste que las amalgamas de plata. Las desventajas de las amalgamas son que no son estéticas, razón que estimula el desarrollo de los compuestos dentales a pesar de la deficiencia anteriormente citada [6].

La selección del monómero determina fuertemente la reactividad, viscosidad y el encogimiento de polimerización del compuesto, así como también determina las propiedades mecánicas entre otras. El encogimiento de polimerización de los monómeros de bajo peso molecular es mayor comparado con el de monómeros de alto peso (Tablas 2 y 3).

Los principales constituyentes son la matriz orgánica y las partículas inorgánicas de relleno. La mayor parte de los materiales compuestos para restauración dental usan como matriz orgánica monómeros con grupos metacrilatos. Los más comúnmente utilizados son el 2,2-bis-[4-(2-hidroxi-3-metacrililoiloxipropil)fenil]propano (Bis-GMA), el 1,6-bis-[2-metacrililoil-etoxicaronilamino]-2,4,4-trimetilhexano (UDMA) y el dimetacrilato de trietilenglicol (TEGDMA). Ver Figura 8

Estos monómeros siguen una reacción de adición al polimerizar. Durante la polimerización por radicales libres se forma una red tridimensional.

El monómero dimetacrilato más común en compuestos dentales comerciales es el 2,2-bis-[4-(2-hidroxi-3-metacrililoiloxipropoxi)fenil]propano ó Bis-GMA. Las ventajas de usar Bis-GMA en relación al metilmetacrilato incluyen menor encogimiento, módulo más alto y reducida toxicidad debido a su baja volatilidad y difusividad en los tejidos. Estas propiedades deseables del Bis-GMA son parcialmente contrarrestadas por una relativa alta viscosidad, la cual no permite una gran cantidad de relleno. Un mayor contenido de relleno tiende a mejorar las propiedades mecánicas y a reducir el encogimiento por curado.

Aunque la viscosidad limita la cantidad de relleno que puede ser incorporado, es práctica común usar un monómero menos viscoso como diluyente, normalmente trietilén glicol dimetacrilato (TEGDMA). Sin embargo se ha demostrado que tiene efectos adversos en la matriz orgánica al incrementar la porción de agua absorbida y el encogimiento por curado. Se están realizando investigaciones para identificar nuevos dimetacrilatos, que tengan viscosidades bajas para eliminar o minimizar el uso del monómero diluyente, tales como el dimetacrilato de uretano (UDMA) y nuevos monómeros que superen a los dimetacrilatos [6].

El poli-UDMA muestra una ligera absorción de agua respecto a la del poli-Bis-GMA, teniendo en cuenta los posibles efectos de la estructura química y física de

la red polimérica sobre la absorción de agua, parece ser que la más alta porción de agua del poli-Bis-GMA es más probablemente debido al carácter hidrofílico de sus monómeros. Los grupos hidroxilo forman puentes de hidrógeno más fuertes con las moléculas de agua que los grupos uretano del poli-UDMA [28].

El desarrollo de los materiales compuestos de restauración dental se inició a finales de la década de los 50's y principios de la de los 60's. Se desarrolló la molécula de Bis-GMA, la cual cumple con muchos requisitos de la matriz de resina para los compuestos dentales. Con este logro, los materiales compuestos rápidamente reemplazaron a los cementos de silicato y a las resinas acrílicas para restauración estética de dientes [29].

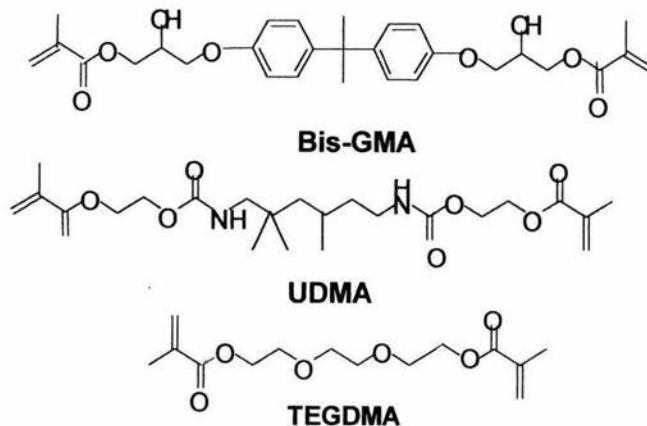


Figura 8. Dimetacrilatos mayormente utilizados en materiales compuestos de restauración.

Tabla 2. Encogimiento de polimerización ( $\Delta V_p$ ) de monómeros dentales [9]

Monómero	$\rho_{\text{mon}} \text{ (g/cm}^3\text{)}$	$\rho_{\text{poli}} \text{ (g/cm}^3\text{)}$	$\Delta V_p \text{ (\%)}$
<b>TEGDMA</b>	1.072	1.250	-14.3
<b>UDMA</b>	1.110	1.190	-6.7
<b>Bis-GMA</b>	1.151	1.226	-6.1

Tabla 3. Correlación entre el PM y la viscosidad de monómeros dentales [9]

Monómero	PM (g/mol)	Viscosidad (mPa.s)
<b>TEGDMA</b>	286	100
<b>UDMA</b>	470	5,000-10,000
<b>Bis-GMA</b>	512	500,000-800,000

Existe una correlación entre el encogimiento por polimerización, la carga de relleno y la viscosidad del compuesto. Por lo tanto, es común que se utilice una mezcla de monómeros de alto peso molecular y diluyentes con diferentes rellenos. Usualmente el Bis-GMA y el UDMA se usan como monómeros base, mientras que el TEGDMA se utiliza como diluyente para reducir la viscosidad de las resinas, en particular del Bis-GMA. El relleno tiene una gran influencia en las propiedades físicas de los materiales compuestos de restauración, por lo que los compuestos se clasifican por el tipo de relleno utilizado y el tamaño de la partícula. En general, se pueden definir dos tipos de materiales compuestos: (1) Compuestos de microrrelleno y (2) Compuestos híbridos. Los compuestos de microrrelleno están formados por partículas que tienen un intervalo de tamaño entre 10 y 250 nm. La parte inorgánica de los compuestos híbridos está formada de un 70- 80% de fibra de vidrio y de un 20-30% de relleno nanométrico [9].

#### 1.4.1 Mejora en los materiales de restauración dental

El ciclo de vida para un material compuesto de restauración dental es aproximadamente de cuatro años, mientras que las amalgamas que tienen la misma función duran un tiempo aproximado de ocho años. Para mejorar el comportamiento de los materiales compuestos se están realizando investigaciones con los siguientes temas de interés:

- Reducción del porcentaje de encogimiento para mejorar la adaptación del material y evitar caries recurrentes;
- Desprendimiento de fluoruro y otras sustancias para reducir las caries recurrentes;
- Mejoramiento de propiedades mecánicas;
- Mejoramiento de la biocompatibilidad al reducir la elusión de los componentes.

#### 1.4.2 Bis-GMA, UDMA y TEGDMA

El Bis-GMA es ampliamente utilizado como monómero base en los materiales poliméricos dentales. Las ventajas de usarlo comparadas con monómeros de más bajo peso molecular incluyen una menor volatilidad y difusión a los tejidos, y un menor porcentaje de encogimiento. No obstante, el Bis-GMA también aporta desventajas tales como una alta viscosidad que impide el manejo del material y una baja conversión del grupo vinilo durante el proceso de la polimerización. Con el objetivo de minimizar estas desventajas se utiliza el diluyente TEGDMA formando así un comonómero con una viscosidad baja que permita su manejo. Desafortunadamente, la adición de TEGDMA, el cual tiene un menor tamaño, incrementa el encogimiento de polimerización propiciado así la formación de

espacios entre el diente y el material de restauración que permite la generación de caries nuevamente.

A pesar de que el Bis-GMA y el UDMA son comparables en tamaño, estos difieren en su estructura química y sus características las cuales afectan grandemente las propiedades de los materiales como la viscosidad, difusividad, polimerización, conversión vinílica, encogimiento, absorción de agua, y propiedades mecánicas. Ver Tablas 4 [30] y 5 [31].

Tabla 4. Ventajas del UDMA sobre el Bis-GMA

<b>Propiedad</b>	<b>Bis-GMA vs UDMA</b>
Viscosidad	Bis-GMA > UDMA
Conversión vinílica	Bis-GMA < UDMA
Encogimiento	Bis-GMA < UDMA
Absorción de agua	Bis-GMA > UDMA
Resistencia a la flexión	Bis-GMA < UDMA

Tabla 5. Bis-GMA, UDMA y TEGDMA

<b>Propiedad</b>	<b>UDMA</b>	<b>Bis-GMA</b>	<b>TEGDMA</b>
Absorción de Agua (mg/mm <sup>3</sup> )	29.46	33.49	69.51
Solubilidad (mg/mm <sup>3</sup> )	6.62	10.44	2.41
Módulo de Young (GPa)	1.405	1.427	0.744
Conversión Vinílica (%)	69.60	39.00	75.70

Como se muestra en las tablas, se puede considerar al UDMA como un monómero que podrá reemplazar gradualmente al TEGDMA en la copolimerización con el Bis-GMA, permitiendo así la formación de resinas más flexibles con una absorción menor de agua.

Para efectos de la presente experimentación se prefirió UDMA a Bis-GMA.

## 1.5 Extrusión

Dado que el método de mezclado es determinante para la obtención de un nanocompuesto, se utiliza la extrusión para incorporar el relleno nanométrico a la matriz polimérica UDMA.

El proceso de extrusión es uno de los más importantes en la industria de transformación de plásticos. Entre los productos que se pueden manufacturar se encuentran fibras, películas, hilos, entre otros. El proceso de extrusión se utiliza, además, para formular y mezclar compuestos de plástico y producir materia prima para otros procesos.

Uno de los equipos de extrusión que se utilizan a nivel laboratorio es el LME (Laboratory Mixing Extruder) que, como se aprecia en la Figura 9, consta de tres unidades:

- Extrusor tipo Maxwell. En esta unidad es donde se mezcla y extrude el material
- Jalador (Take-Up System TUS). Esta unidad posee un par de rodillos con una distancia entre sí que se autorregula, movidos por una banda que se encuentra conectada a un motor. El material extrudido se mete entre estos dos rodillos y comienza a ser jalado. Dependiendo de la rapidez de jalado, el hilo será grueso ó delgado.
- Peletizador. Los hilos extrudidos son cortados en esta unidad para producir pelets.



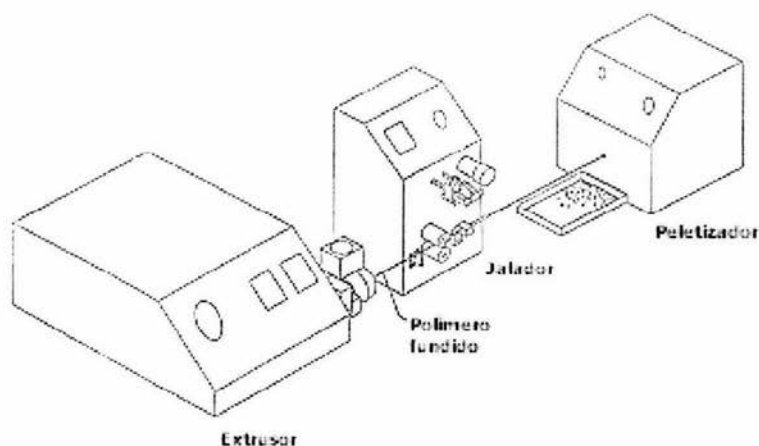


Figura 9. Equipo LME

El extrusor Maxwell es un equipo que permite trabajar con pequeñas cantidades de polímero y a bajas temperaturas. Su funcionamiento, que es similar a un extrusor monohusillo, se describe a continuación:

Cuando un polímero fundido es sometido a un esfuerzo cortante entre dos superficies, se desarrolla una fuerza que es perpendicular a las dos superficies. Esta fuerza es la llamada fuerza normal. Si consideramos la superficie interior del cabezal y la otra superficie del rotor, entonces el polímero fundido entre ellos es sometido a este esfuerzo cortante cuando se prende el rotor. El esfuerzo normal resultante trata de empujar las dos superficies.

Si no hubiera salida en el cabezal, la fuerza centrípeta no tendría lugar y la fuerza elástica generada resultaría en presión hidrostática. En el extrusor Maxwell existe una abertura de salida que es el dado y ya que la elasticidad del polímero fundido produce el esfuerzo normal, se da la extrusión.

Debido a lo anteriormente expuesto, el polímero debe poseer dos características:

- El polímero debe ser elástico, lo que se define como la habilidad de recuperar la forma original de un cuerpo, después de estar sometido a una carga, y
- El polímero debe ser pegajoso para que se adhiera a la superficie del rotor y del cabezal.

#### 1.5.1 Variables de operación

- a) RPM. Entre más altas son las rpm más grande es la cantidad de material extrudido por unidad de tiempo. Esto supone que las otras variables se encuentran fijas.
- b) Espacio. El espacio entre la superficie interior del cabezal y la superficie del rotor es aumentado, la cantidad de material extrudido aumenta, considerando que las otras variables se encuentran fijas, pero también el esfuerzo cortante disminuye y el mezclado es deficiente.
- c) Material extrudido. La cantidad de material extrudido aumenta con el aumento de rapidez rotacional. También aumenta si se incrementa el espacio entre rotor y cabezal.

#### 1.5.2 Formación de hilos

Se pueden formar hilos de diferente diámetro mediante el “jalado” del material extrudido, con el equipo TAKE-UP SYSTEM.

## 2. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

Generalmente, la estructura de los nanocompuestos se establece por medio del uso de la Difracción de Rayos X (XRD) y la microscopía electrónica de transmisión (TEM). Debido a su facilidad, la XRD es utilizada comúnmente para comprobar la estructura del nanocomposito [32] y ocasionalmente se utiliza para estudiar la cinética de intercalación del polímero fundido [33]. La estructura del nanocomposito puede ser establecida al monitorear la posición, forma e intensidad de las reflexiones basales de las láminas de silicatos distribuidas. Por ejemplo, en un nanocompuesto exfoliado, la separación de la lámina asociada con la lámina original en la matriz polimérica resulta en la desaparición de la difracción de rayos-X de la lámina distribuida. Por otro lado, en un nanocompuesto intercalado, la separación de la lámina asociada con la lámina original en la matriz polimérica resulta en un desfaseamiento de la señal del plano (001) que indica una distancia mayor entre las capas. Ver Figura 10

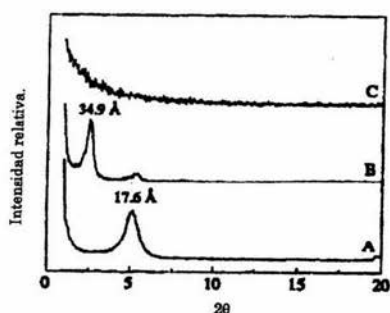


Figura 10. Patrón de Difracción de RX . A) Organoarcilla, B) Nanocompuesto intercalado  
C) Nanocompuesto exfoliado

La efectividad del proceso de formación y la calidad de la microestructura de los nanocompuestos son analizados por medio de la microscopía de transmisión electrónica (TEM). El TEM permite observar la estructura de las láminas dentro de la matriz.

## 2.1 Difracción de Rayos-X

Los rayos X, son radiaciones cuya longitud de onda oscila entre 0.02 Å y 100 Å y al igual que la luz ordinaria, se manifiesta en forma de energía radiante, siendo emitidos por los átomos debido a profundas perturbaciones en sus estructuras electrónicas. El fenómeno es de carácter electromagnético y de la misma naturaleza de la luz visible.

Cuando un haz de rayos X monocromático alcanza la superficie del compuesto a cualquier ángulo, una porción es dispersada por la capa de átomos de la superficie. La porción no dispersada penetra a la segunda capa de átomos, donde otra vez una fracción es dispersada y la que queda pasa a la tercera capa. El efecto acumulativo de esta dispersión desde los centros regularmente espaciados del cristal es la dispersión del haz. Los requisitos para la difracción de rayos X son: que el espaciado entre las capas de átomos sea aproximadamente el mismo que la longitud de onda de la radiación, y que los centros de dispersión estén distribuidos en el espacio de una manera muy regular.

W.L. Bragg determinó la ecuación que permite establecer la relación existente entre la longitud de onda de los rayos X y los espacios interplanares de los cristales.

La ecuación establecida por Bragg, es la siguiente:

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

Donde:

$n$  = es un número entero que representa el orden de reflexión

$\lambda$  = es la longitud de onda de los rayos X (Constante del tubo de rayos X utilizado)

$d$  = es la distancia interplanar del cristal.

$\theta$  = ángulo de Bragg o ángulo de incidencia. (Variado continuamente durante el análisis).

Toda sustancia cristalina dispersa rayos X según su propio patrón de difracción, produciendo una "huella" de su estructura atómica y molecular. La difracción de rayos X presenta una característica única con la cual los componentes se identifican como compuestos específicos a partir de sus diagramas de difracción.

El equipo de difracción de rayos X básicamente se compone por un generador que alimenta el tubo de rayos X con voltaje y corrientes preseleccionados, un tubo de rayos X compuesto por la fuente de electrones acelerados (cátodo) y fuente de rayos X (anticátodo de Cu), un goniómetro de tipo vertical controlado automáticamente sobre un rango angular, un monocromador, un detector, un procesador, un sistema de enfriamiento del tubo de rayos X y una computadora.

El cátodo del tubo de rayos X produce electrones los cuales son fuertemente acelerados hacia el ánodo del tubo. El choque ocasionado produce la emisión de rayos X. Los rayos X producidos, pasan a través de una ranura o rejilla que orienta el haz, haciéndolo incidir sobre la muestra. Se produce la reflexión del haz de rayos X al incidir en un plano de la red cristalina del material irradiado. Los rayos X son difractados y filtrados por un cristal analizador (monocromador), el cual absorbe todas las radiaciones que van en una dirección distinta dada experimentalmente por un goniómetro o aquellas que tienen distinta longitud de onda. Estas radiaciones filtradas son detectadas por el detector cuya función es ampliar las radiaciones que sobre él inciden. Las radiaciones amplificadas son registradas obteniéndose un difractograma. Éste consiste de una gráfica donde se encuentran una serie de picos representando cada uno de ellos una distancia interplanar presente en el cristal; la altura del pico depende de la intensidad de las reflexiones que lo causaron en un determinado ángulo. Las proporciones relativas de las diferentes sustancias cristalinas en la muestra, pueden calcularse por la intensidad de sus picos.

Los valores "d" se obtienen de la ley de Bragg y se puede recurrir a tablas elaboradas en función a las variaciones de  $\theta$  (normalmente  $2\theta$ ) y finalmente, con

dichos datos y de acuerdo a la intensidad relativa de los picos o reflexiones, se consultan índices de un archivo de tarjetas estándar hasta encontrar a los minerales con que mejor coincidan para identificación del material en caso de que exista [34].

## **2.2 Microscopía Electrónica de Transmisión**

El microscopio electrónico de transmisión (TEM) utiliza como fuente de iluminación un cañón de electrones. Este cañón tiene una única lente electrostática; las demás lentes (condensadoras, objetiva, intermedias y proyectora) son electromagnéticas.

La analogía que existe entre el proceso de formación de imágenes de los microscopios ópticos y los electrónicos es muy fuerte. Al llevar a cabo la amplificación, la lente objetiva produce una imagen que sirve como objeto para la lente intermedia, la cual produce a su vez una segunda imagen que también será amplificada por la lente proyectora para producir la imagen final en la pantalla o en una placa fotográfica.

La caracterización estructural y química de la muestra es dada al interpretar las interacciones del haz de electrones con la muestra. Estas interacciones producen varios tipos de señal que se identifican como electrones retrodispersados, secundarios, absorbidos, Auger, transmitidos y rayos X (Figura 11). Los electrones retrodispersados y secundarios nos dan información sobre la superficie de la muestra, permitiéndonos obtener una imagen topográfica de la misma. Estos electrones son la fuente de información para la microscopía electrónica de barrido (SEM). Los electrones absorbidos nos informan acerca de la resistividad de la muestra. Los electrones Auger y los rayos X característicos dependen de la composición química de la muestra. Los electrones que atraviesan la muestra se

pueden clasificar como transmitidos (aquellos que pasan la muestra sin sufrir desviación alguna) y difractados (aquellos que son desviados de su dirección de incidencia). Los haces transmitidos y difractados son los que usa la lente objetiva para formar la imagen de la muestra en un microscopio electrónico de transmisión por ello se requiere que las muestras sean muy delgadas. Al atravesar la muestra estos electrones llevan información sobre las características estructurales de la misma. Si en lugar de enfocar el plano-imagen de la muestra se enfoca el plano focal se observará un arreglo de los haces difractados y transmitidos (patrón de difracción). El análisis de este patrón permite hacer el estudio de la estructura atómica de la muestra [35].

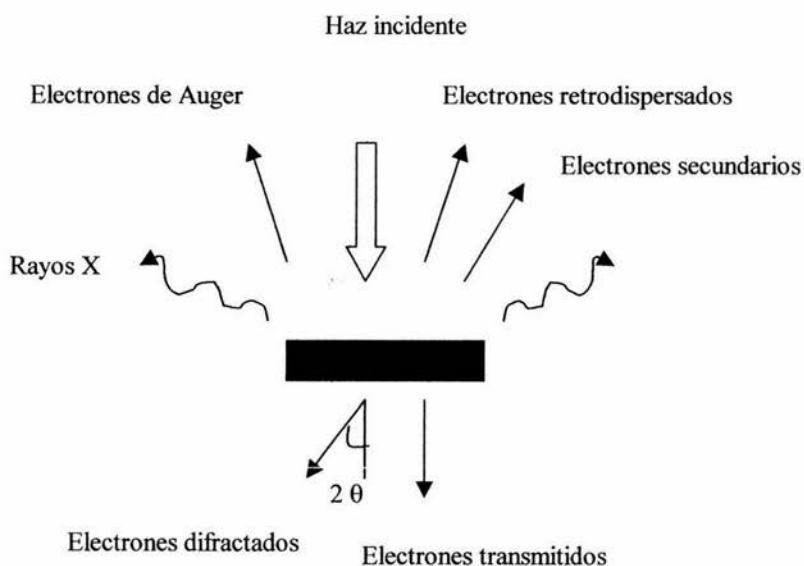


Figura 11. Tipos de señales producidas durante la interacción del haz electrónico con la muestra

### 2.3 Pruebas mecánicas: Resistencia a la tensión

La resistencia a la tracción o tensión se define como el cociente entre la fuerza máxima que soporta el material, y el área que soporta la fuerza:

$$\text{Resistencia a la tracción (Pa)} = \frac{\text{fuerza máxima que soporta la muestra (N)}}{\text{Área de la sección transversal (m}^2\text{)}}$$

El esfuerzo a la tensión es la capacidad de un material para resistir las fuerzas de estiramiento. Normalmente se mide aplicando una fuerza a una probeta de acuerdo con la norma ASTM-D638-72 o ASTM-D1708-96 [36,37]. Estas probetas de ensayo, deben cumplir condiciones normalizadas de humedad (50%) y temperatura (23° C) antes del ensayo y durante el mismo.

Para medidas típicas de resistencia a la tensión, los dos extremos de la probeta se sujetan en las mordazas del aparato de ensayo. Una de las mordazas está fija, mientras que la otra se desplaza en incrementos determinados (Figura 12). El esfuerzo aplicado se representa en función de la deformación.

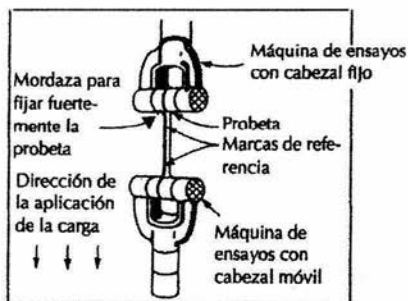


Figura 12. Ensayo de tracción típico [8]



El módulo elástico, es la relación entre el esfuerzo aplicado y la deformación que se produce en el intervalo en donde la relación entre el esfuerzo y la deformación es lineal. El área total bajo la curva esfuerzo-deformación real da una idea de la tenacidad, mientras que el área de la curva hasta el punto de cedencia indica la elasticidad del material. La deformación por estiramiento es la deformación de una probeta de ensayo causada por la aplicación de cargas; es decir, la deformación es la variación de la longitud de la muestra que se deforma con la longitud inicial.

Cuando se aplica una fuerza y el material no recupera su dimensión original se dice que el material se ha deformado plásticamente, es decir, han existido movimientos moleculares dentro del material que no permite el retorno de las moléculas a sus sitios originales.

La Figura 13 muestra un diagrama esfuerzo-deformación ingenieril indicando las propiedades que se pueden obtener del mismo. Es importante mencionar que el diagrama es característico del material [8].

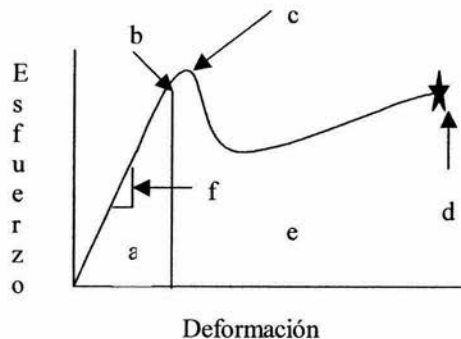


Figura 13. Curva esfuerzo-deformación: a. Zona elástica, b. Punto de fluencia o cedencia, c. Esfuerzo máximo, d. Punto de ruptura, e. Zona plástica, f. Módulo de Young

### 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

#### 3.1 REACTIVOS, MATERIAL Y EQUIPO

##### 3.1.1 REACTIVOS

- Montmorilonita (MMT),  $(\text{Mg,Ca})\text{O}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\text{Si}_5\text{O}_{10}\cdot n\text{H}_2\text{O}$ ; Espacio interlaminar del plano (001) de 12 Å. Relación diámetro-espesor (Aspect ratio): 300-500. Capacidad de intercambio catiónico (CEC, Cation Exchange Capacity) de 135 meq/100 g. Grado polimérico o de alta pureza de Nanocor.
- Canforoquinona (CQ), fotoiniciador, 98%, de Fluka.
- 2-(N,N'-dimetilamino)etil metacrilato (DMAEMA), 98%, de Aldrich.
- 1,6-bis-[metacrililoioxietoxicarbonilamino]-2,4,4-trimetilhexano (UDMA), de Aldrich.
- 2,2-bis [p-(2'-hidroxi-3'-metacriloxipropoxi) fenil] propano (Bis-GMA), de Aldrich.
- Ácido clorhídrico (HCl) al 37% peso, de J.T. Baker.
- Acetona  $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ , 99.5%, de J.T. Baker
- Acido Aminoundecanoico  $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_{10}\text{CO}_2\text{H}$ , 99.5 % de Aldrich
- Decilamina  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_9\text{NH}_2$ , 95%, de Aldrich
- Dodecilamina  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{NH}_2$ , 98%, de Aldrich
- Tetradecilamina  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{13}\text{NH}_2$ , 96% de Aldrich
- Octadecilamina  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}\text{NH}_2$ , 97%, de Aldrich.

##### 3.1.2 EQUIPO DE LABORATORIO Y ACCESORIOS.

- Agitador mecánico CAFRAMO tipo RZR1, de Wiarton, Ont. Canada.
- Equipo de ultrasonido modelo 452E, de Cole-Palmer Instrument Company.

- Molino eléctrico modelo A10S2, de Janke & Kunkel GMBH & Co KG, Alemania.
- Vibrador Fisher Vortex mod. G-560, de Scientific Industries, USA
- Tamiz de pruebas físicas, abertura de 37 micrones número 400, de Mont Inox México.
- Balanzas digitales modelo PM2000, de Mettler USA y E14130, de OHAUS USA. Balanzas analíticas modelo GA2000 y AP110, de OHAUS Suiza.
- Licuadora- Homogenizador Magiclean modelo WWB3, de T-FAL.
- Lámpara odontológica de luz visible de 500 nm, Visilux 2, de 3M.
- Cámara de fotopolimerización de luz visible de 500 nm, Dentacolor XS, de Kulzer, Alemania.
- Ultramicrotomo Reichert Austria Om U2, Nr. 328268.
- LME (Laboratory Mixing Extruder), de Atlas Co., USA, que consta de:
  - Extrusor Maxwell
  - Jalador (TUS, Take Up System)
  - Peletizador

### 3.1.3 EQUIPO DE CARACTERIZACIÓN.

- Equipo de Difracción de Rayos X Brucker Axs Mod. D8 Advance. Base de datos ICDD (International Centre for Diffraction Data), PDF 1 y 2 (Powder Diffraction Files 1,2).
- Microscopio de Transmisión Electrónica marca Jeol modelo JEM-2010F
- Máquina para Pruebas Universales Instron modelo 1137 Canton Mass.

### 3.2 METODOLOGÍA

#### 3.2.1 OBTENCIÓN DE LOS MONTMORILONATOS DE ALQUILAMONIO: MMT-Cn.

Se pesan 20 g (27 meq) de arcilla MMT y se dispersan en 1 L de agua destilada a 80°C usando un homogenizador. La cantidad equivalente a los 27 meq de la correspondiente amina se disuelven en 1 L de agua destilada a 70-80°C, agregándose enseguida 27 meq (2.25 mL) de ácido clorhídrico al 37% en peso. Enseguida se agrega el clorhidrato de alquilamonio a la dispersión de MMT bajo agitación vigorosa. Se continúa el calentamiento y la agitación por una hora más. Al parar la agitación es común que el producto de la reacción quede sobrenadando. El precipitado se filtra y se lava varias veces con agua destilada caliente hasta que no se detecten cloruros en el filtrado con una gota de solución de  $\text{AgNO}_3$  0.1 N. El montmorilonato de alquilamonio se seca de 24h a 48h a 60-70°C. Posteriormente se muele en molino eléctrico y/o en mortero de ágata. Finalmente, se hace pasar por un tamiz de 37 micrones y se guarda en la estufa a 40-60°C para mantenerlo seco.

Las alquilaminas y aminoácido que se utilizaron, así como sus cantidades, se muestran en la Tabla 6. Las arcillas modificadas con las alquilaminas fueron obtenidas por la C.D. Anel Carpio Morales \*.

Tabla 6. Cantidades de amina/aminoácido utilizadas en la modificación de la MMT

Abreviatura	AMINA ó AMINOACIDO	Fórmula	Peso Molecular (g/mol)	27meq (g)
C10	Decilamina*	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_9\text{NH}_2$	157.30	4.24
C12	Dodecilamina*	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{NH}_2$	185.36	5.00
C14	Tetradecilamina*	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{13}\text{NH}_2$	213.41	5.76
C18	Octadecilamina*	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}\text{NH}_2$	269.52	7.27
AAC11	Acido Aminoundecanoico	$\text{HO}_2\text{C}(\text{CH}_2)_{10}\text{NH}_2$	201.31	5.43

### 3.2.2 POLIMERIZACIÓN DE LA MATRIZ POLIMÉRICA UDMA.

Todos los experimentos se preparan con 2 gramos de UDMA. Para fotopolimerizarlo se usan 0.02 g de canforoquinona (CQ) como fotoiniciador, y 0.02 g de 2-(N,N'-dimetilamino)etilmetacrilato (DMAEMA) como agente reductor, ambos representan 1 phr (phr= per hundred resin). El monómero se fotopolimeriza 20 o 40 s con la lámpara odontológica de haz de luz de 500 nm y 6 mm de diámetro del haz luminoso. La distancia entre la punta de la lámpara y la muestra es de 1 mm.

### 3.2.3 EXTRUSIÓN DE LA MEZCLA UDMA-MMT-Cn

Previo a la extrusión de la mezcla UDMA-MMT-Cn, se extrude primero polietileno de baja densidad, después politereftalato de etileno y finalmente nanocompuestos de PET, esto se hace con el propósito de conocer el manejo del equipo. El procedimiento se describe en el anexo 8 A.

Ya conocido el equipo se procede a extrudir 8 g de UDMA-MMT -Cn a 3 phr (0.24 g) preparadas mediante mezclado mecánico (5 min). Se preparan sin agregar la CQ ni el DMAEMA sino hasta después que sale el material del extrusor.

Se aplican las condiciones finales experimentadas:

Temperatura del rotor: 40°C

Temperatura del cabezal: 40°C

Rapidez del rotor: 20 (30 rpm)

Temperatura del agua de enfriamiento: Sin agua de enfriamiento

A las mezclas procesadas se le agregan la canforoquinona (1 phr) previamente disuelta en DMAEMA (1 phr), se fotopolimerizan y se llevan a XRD para su caracterización.

### 3.2.4 INCORPORACIÓN DE LOS MONTMORILONATOS A LA MATRIZ ORGÁNICA UDMA CON AGITACIÓN MECÁNICA.

Se ejemplifica con el carboxilundecilamonio (MMT-AAC11).

Tabla 7. Concentraciones de MMT-AAC11 ensayadas para 2 g UDMA.

MUESTRA	Concentración (phr)	UDMA (g)	MMT-AAC11 (g)
UDMA-MMT-AAC11-1	1	2.0	0.02
UDMA-MMT-AAC11-2	2	2.0	0.04
UDMA-MMT-AAC11-3	3	2.0	0.06
UDMA-MMT-AAC11-4	4	2.0	0.08
UDMA-MMT-AAC11-5	5	2.0	0.10
UDMA-MMT	3	2.0	0.06
UDMA	0	2.0	0

Dos gramos de monómero se colocan en un godete y se calientan hasta llegar a 40°C. Mientras tanto, se disuelve el fotoiniciador CQ, en el catalizador DMAEMA. La mezcla de CQ y DMAEMA se incorpora al UDMA con agitación mecánica. Enseguida se agrega la cantidad de arcilla modificada correspondiente (indicada en la Tabla 7) y se mezcla con agitación mecánica por 15 minutos a la máxima velocidad (#10); posteriormente la muestra se pone en baño maría a ultrasonido por 15 minutos a 50-55°C para que las burbujas producidas por la agitación se desplacen hacia la parte superior del líquido, y se extraen con una pipeta pasteur antes del llenado del molde.

Se sigue el mismo procedimiento para los experimentos con MMT-C10, MMT-C12, MMT-C14 y MMT-C18.

Se preparan muestras con UDMA y MMT sin modificar (3phr) como parámetro de comparación.

Una vez polimerizadas las muestras se caracterizan por XRD.

### 3.2.5 INCORPORACIÓN DE MONTMORILONATOS A LA MATRIZ ORGÁNICA UDMA UTILIZANDO ACETONA

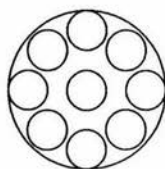
Se pesan las cantidades señaladas en la Tabla 7 de la arcilla modificada (MMT-C10, MMT-AAC11, MMT-C12, MMT-C14, MMT-C18). Se coloca en un godete y se le agrega de 0.2 a 0.5 mL de acetona y se agita manualmente. Mientras tanto se disuelve el fotoiniciador canforoquinona CQ en el catalizador DMAEMA. Posteriormente se le agregan los 2 gramos del monómero UDMA a la arcilla modificada y se mezcla manualmente hasta su total incorporación, enseguida se le agrega la CQ y el DMAEMA, se fotopolimeriza y se realiza la caracterización por XRD.

### 3.3 CARACTERIZACIÓN

#### 3.3.1 CARACTERIZACIÓN POR DRX.

Se utilizan moldes cilíndricos con diámetro de 15 mm y profundidad de 1 mm; las muestras se fotopolimerizan cubriendo toda la superficie a través de ocho puntos de contacto con 20 s de tiempo de exposición por punto.

Para los MMT-Cn, MMT y UDMA se mide la difracción en el intervalo de  $2\theta = 2^\circ - 70^\circ$ . Para UDMA-MMT-Cn, se obtienen los difactogramas en el intervalo de  $2\theta = 2^\circ$  a  $15^\circ$  y de  $2\theta = 60^\circ$  a  $65^\circ$ .



#### 3.3.2 MICROSCOPIA DE TRANSMISIÓN ELECTRÓNICA (TEM)

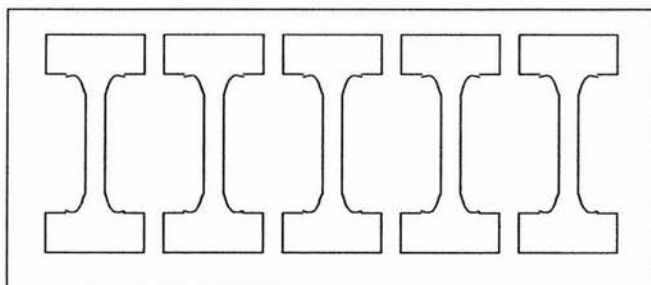
Preparación de la muestra:

Se fotopolimeriza la muestra en un molde de dimensiones cercanas a 4 mm de diámetro. Se corta la muestra en cono para prepararla para obtener muestras con el ultramicrotomo. Con éste se cortan películas de alrededor de 2 mm de diámetro, las cuales quedan sobrenadando en el agua del receptáculo. Se colocan individualmente sobre rejillas de 200 "mesh" de cobre. Se les deposita carbono sobre la superficie a 50 millitorr. Se procede a introducirlos y observarlos en el TEM.



## 3.3.3 ENSAYO DE TENSIÓN

Para el ensayo de tensión se manufactura un molde metálico en negativo de acuerdo a la norma D1708-96 [36,37] para formar 5 probetas en un solo paso.



Las dimensiones de cada probeta se muestran en la Figura 14

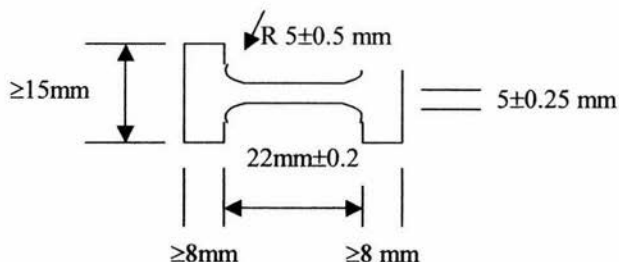


Figura 14. Microprobeta para ensayo de tensión

Para que se puedan colocar en la charola del equipo Dentacolor XS, el molde de silicón se parte en dos y se obtiene un molde con dos microprobetas y otro con tres; la mezcla UDMA-MMT-Cn se vacía en los moldes, se colocan en el vibrador durante un minuto para eliminar burbujas y se fotopolimerizan en el equipo Dentacolor XS durante 30 s.

Las cantidades utilizadas se observan en la Tabla 8

Tabla 8. Cantidades de MMT-Cn utilizadas para 4 g de UDMA.

<b>MUESTRA</b>	<b>Concentración (phr)</b>	<b>UDMA (g)</b>	<b>MMT-Cn (g)</b>
<b>UDMA-MMT-Cn-1</b>	1	4.0	0.04
<b>UDMA-MMT-Cn-2</b>	2	4.0	0.08
<b>UDMA-MMT-Cn-3</b>	3	4.0	0.12
<b>UDMA-MMT-Cn-4</b>	4	4.0	0.16
<b>UDMA-MMT-Cn-5</b>	5	4.0	0.20
<b>UDMA-MMT</b>	3	4.0	0.12
<b>UDMA</b>	0	4.0	0

Las muestras se estiran en la máquina universal de pruebas mecánicas con una velocidad de carga de 1 mm/min usando una celda de carga de 5 kN.

Se obtiene la variación de la fuerza aplicada en función de la deformación. El esfuerzo de tensión se calcula con la siguiente expresión matemática:

$$\sigma = F/A_0$$

donde:

$\sigma$  = Esfuerzo (MPa); F = fuerza aplicada (Newton) y  $A_0$  = Area transversal (mm<sup>2</sup>)

## 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 4.1 OBTENCIÓN DE LOS MONTMORILONATOS.

El análisis por difracción de Rayos X en polvos determina la apertura en la galería de la arcilla. La distancia basal (001) de la arcilla indica el apilamiento de las capas, ésta se encuentra en 12.4 Å (ver página 20) para la arcilla pura ( $\text{Na}^+\text{MMT}^-$ ), e incluye los 10 Å de grosor de la lámina. En la Tabla 9 se muestra la diferencia entre la arcilla original y la apertura final, así como el espacio interlaminar resultante. Se reporta la señal de mayor intensidad.

Tabla 9. Distancias interplanares para la arcilla modificada

Montmorilonato de alquil amonio (MMT-Cn)	Pico de Difracción $d_{001}$ (Å)	$\Delta d_{(\text{MMT-Cn})-\text{MMT}}$ (Å)	Espacio interlaminar (Å)
MMT-C10	13.9	1.5	3.9
MMT-AAC11	13.6	1.2	3.6
MMT-C12	17.7	5.3	7.7
MMT-C14	17.6	5.2	7.6
MMT-C18	13.8	1.4	3.8
$\text{Na}^+\text{MMT}^-$	12.4	0	2.4

En general se observa un corrimiento a distancias mayores, de ligero a pronunciado, de la señal correspondiente a la distancia basal  $d_{001}$ . Comparando con la distancia que tiene la arcilla pura ( $\text{Na}^+\text{MMT}^-$ ), se puede observar que hay una apertura de las láminas al intercalarse los cationes orgánicos. La distancia interlaminar varía independientemente de la longitud de la cadena del catión, siendo el que posee 18 carbonos de cadena alifática y el aminoácido de 11

carbonos, los que mostraron la menor distancia interlaminar (3.6 Å y 3.8 Å respectivamente). La señal es ancha, lo que indica que las cadenas orgánicas se acomodan sin un orden preferencial, posiblemente ingresen en ovillos desordenadamente.

#### **4.2 EXTRUSIÓN DE LAS FORMULACIONES DE UDMA-MMT-C<sub>n</sub>**

Una vez que se domina el comportamiento del equipo y se conoce cómo están interrelacionadas las variables de proceso, se procede a mezclar el UDMA con el MMT-C<sub>n</sub>, para investigar el efecto de extrusión en los nanocompuestos base UDMA.

Se eligieron las formulaciones UDMA-MMT-AAC11 y UDMA-MMT-C12, a una concentración de 3 phr (0.24 g para 8 g de UDMA) . Se preparan las mezclas con el agitador mecánico por 5 minutos sin agregar la CQ ni el DMAEMA para evitar la polimerización; enseguida se llevan al extrusor. Las condiciones de operación son:

Temperatura del rotor: 40°C

Temperatura del cabezal: 40°C

Rapidez del rotor: 20 ( 30 rpm )

Temperatura del agua de enfriamiento: Sin agua de enfriamiento

No se utiliza agua de enfriamiento y las temperaturas del rotor y el cabezal se fijaron así, porque es el mínimo calentamiento que el rotor necesita para poder moverse.

Los materiales extrudidos obtenidos se fotopolimerizan y se llevan a XRD para su caracterización.

Se obtuvieron los picos de difracción para los compuestos UDMA-MMT-AAC11 y UDMA-MMT-C12, que se muestran en la Tabla 10.

Tabla 10. Distancias interplanares para compuestos UDMA-MMT-AAC11 y UDMA-MMT-C12 después de extrudidas.

<b>Muestra después de la extrusión</b>	<b>Pico de difracción <math>d_{001}</math> ( Å )</b>	<b><math>d_{001}</math> ( Å ) MMT-Cn sin UDMA</b>
UDMA-MMT-AAC11	13.48	13.60
UDMA-MMT-C12	28.52	29.90

En la Tabla 10 podemos apreciar que no hubo un cambio significativo en la señal para el compuesto UDMA-MMT-AAC11 mezclado mecánicamente donde la señal fue de 13.60 Å, para el mismo compuesto pero utilizando el extrusor fue de 13.48 Å. En cuanto al UDMA-MMT-C12 mezclado con el agitador mecánico, la distancia interplanar es de 28.5 Å que es muy parecida a la obtenida por agitación mecánica (29.9 Å) Por lo tanto se concluye que no mejora el mezclado al utilizar el extrusor.

#### 4.3 INCORPORACION DE LAS MMT-Cn a LA MATRIZ ORGÁNICA UDMA CON AGITACIÓN MECÁNICA.

Para incorporar los cinco derivados de la MMT al UDMA, se combinó la agitación mecánica con ultrasonido. Éste último se usó con el propósito de quitar las burbujas formadas por la agitación.

Se obtuvieron las distancias interplanares para los diferentes montmorilonatos de alquilamonio incorporados al UDMA después de la fotopolimerización. Se utilizaron concentraciones de 1phr y 3 phr de los respectivos montmorilonatos.

Los picos de difracción de las mezclas polimerizadas se muestran en la Tabla 11.

Tabla 11. Picos de Difracción (001) obtenidos por XRD para MMT-Cn , UDMA-MMT-Cn en 1phr y 3 phr y su interpretación.

Material Compuesto	Pico de Difracción $d_{001}$ (Å)	interpretación	Pico de Difracción $d_{001}$ (Å)	interpretación	$d_{001}$ (Å) MMT-Cn sin UDMA
	1phr		3phr		
MMT	-	-	-	-	12.4
UDMA-MMT-C10	12.9	convencional	13.1	convencional	13.9
UDMA-MMT-AAC11	13.6	convencional	13.58	convencional	13.6
UDMA-MMT-C12	26.5	intercalado	29.9	intercalado	17.7
UDMA-MMT-C14	Sin señal	exfoliado	30.5	intercalado	17.6
UDMA-MMT-C18	Sin señal	exfoliado	33.11	intercalado	13.8

La señal que caracteriza a la MMT-AAC11 y la MMT-C10 aparece en las muestras UDMA-MMT-AAC11 y UDMA-MMT-C10 (señal en  $\theta = 7^\circ$ , indicando el mismo espaciamiento: 13.6 Å y 13.1Å, ver Anexo 8 B), muestra que el UDMA no se intercaló. Dado que la intercalación es el primer paso antes de la exfoliación, y que la intensidad de la señal es intensa, se concluye que no se intercaló, ni se exfolió y que éstos son materiales compuestos convencionales.

Al comparar las señales de difracción  $d_{001}$  (Å) de MMT-Cn sin UDMA con las de la Tabla 11, UDMA-MMT-Cn, podemos apreciar que todos los picos se encuentran desplazados de su posición original, excepto para la Montmorilonita modificada con el ácido aminoundecanoico y con la decilamina. El desplazamiento indica que las capas de arcilla del montmorilonato se expandieron aún más alojando al dimetacrilato de uretano entre ellas.

En la literatura se informa normalmente que la ausencia de la señal del plano (001) indica la exfoliación del nanocompuesto. En este trabajo se decidió verificarlo. La señal de la matriz polimérica amorfa, es ancha y abarca de 4 Å a 9 Å (intervalo de  $2\theta = 10^\circ$  a  $30^\circ$ ), como se aprecia en la Figura 15.

La MMT muestra varias señales que pertenecen a la estructura laminar que no se modifican con los experimentos de intercambio catiónico. En los difractogramas en los cuales se utilizó UDMA-MMT (3phr), se observa que todos los picos de la MMT son cubiertos por el UDMA, a excepción de los que tienen el valor de 12.46 Å y de 1.49 Å. Éste último es una señal intensa en 63° que corresponde a 1.4 Å, que no debe desaparecer con la exfoliación. En caso de no detectarlo, no se estaría registrando ninguna señal de la arcilla e indicaría que el equipo ya no es sensible para detectar esa concentración de material cristalino. Se monitoreó para todas las formulaciones la presencia de tal señal.

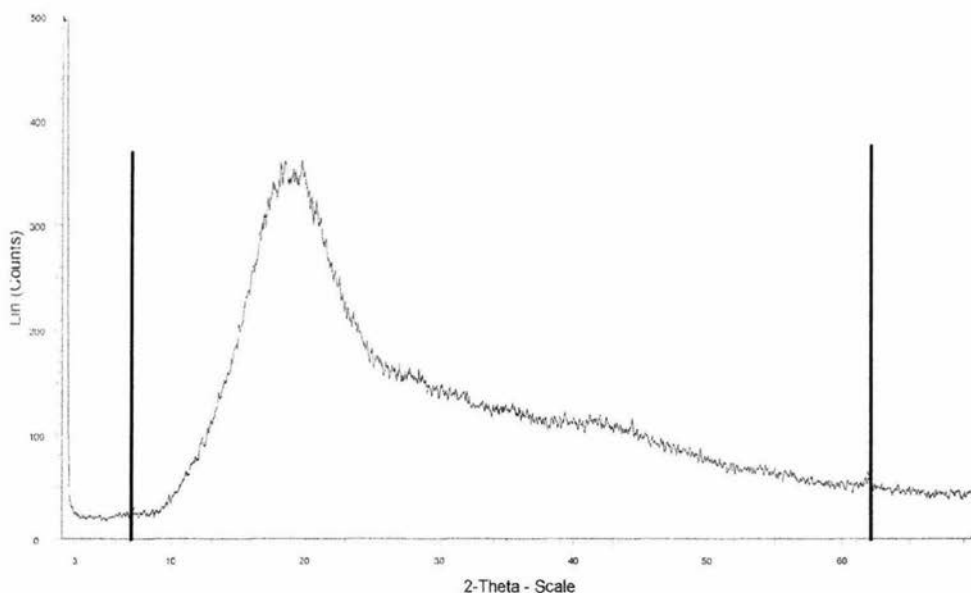


Figura 15. Difractograma de la matriz polimérica UDMA

En la formulación de MMT-C14 y MMT-C18 con 1phr, no se observa señal en los difractogramas (ver Figura 16), por lo que se determina que es probable que se encuentre exfoliada, sin embargo, tampoco se detecta la señal en  $2\theta = 63^\circ$ , lo que indicaría que el equipo no es sensible a la cristalinidad de la arcilla a esa concentración. Debe verificarse con el estudio del TEM.

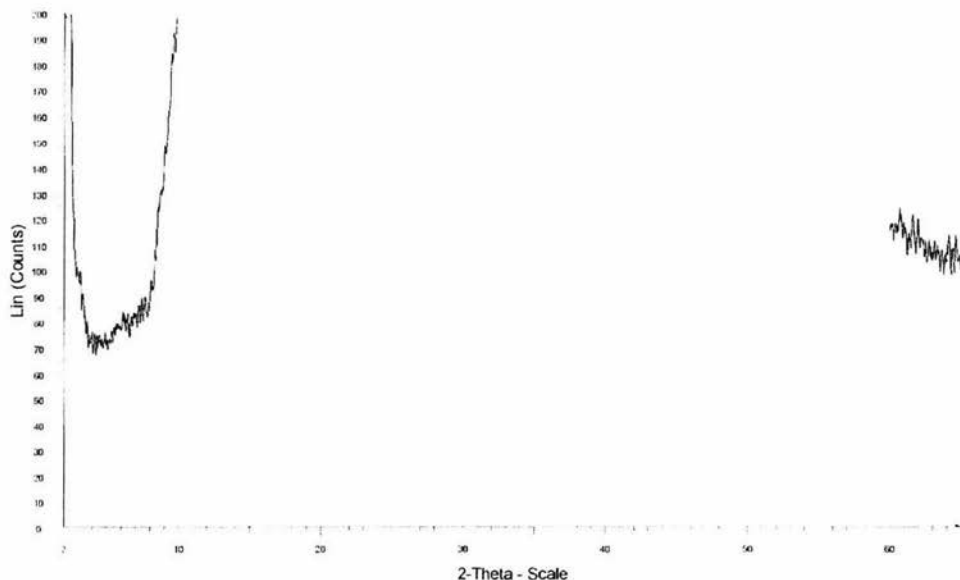


Figura 16. Diffractograma de UDMA-MMT-C14 a 1phr

Al usar 3 phr se observa corrimiento en las señales de las mezclas en las cuales se usaron arcillas modificadas con alquilaminas, es decir, aumenta la brecha entre las capas de arcilla, lo que indica que el UDMA sí se intercaló.

#### **4.4 INCORPORACIÓN DE LOS MMT-C<sub>n</sub> A LA MATRIZ ORGÁNICA UDMA POR MEDIO DE DISOLVENTE (ACETONA).**

Se obtuvieron los picos de difracción (001) para los MMT-C<sub>n</sub> incorporados al UDMA después de la fotopolimerización. Se utilizaron concentraciones de 1, 3 y 5 phr. Las distancias interplanares se muestran en las Tablas 12a, 12b y 12c.



Tabla 12a. Picos de Difracción obtenidos por XRD para MMT-Cn, UDMA-MMT-Cn en 1 phr y su interpretación

Material Compuesto	Pico de Difracción ( Å )	Interpretación	$d_{001}$ ( Å ) MMT-Cn sin UDMA	Señal en $2\theta=63^\circ$
MMT	-	-	12.4	-
UDMA-MMT-C10	13.0	convencional	13.9	no
UDMA-MMT- AAC11	20.7	intercalado	13.6	sí
UDMA-MMT-C12	28.1	intercalado	17.7	sí
UDMA-MMT-C14	12.0	convencional	17.6	no
UDMA-MMT-C18	14.6	convencional	13.8	sí

Tabla 12b. Picos de Difracción obtenidos por XRD para MMT-Cn, UDMA-MMT-Cn en 3 phr y su interpretación

Material Compuesto	Pico de Difracción ( Å )	Interpretación	$d_{001}$ ( Å ) MMT-Cn sin UDMA	Señal en $2\theta=63^\circ$
MMT	-	-	12.4	-
UDMA-MMT-C10	13.0	convencional	13.9	sí
UDMA-MMT- AAC11	SIN SEÑAL	EXFOLIADO	13.6	SÍ
UDMA-MMT-C12	28.1	intercalado	17.7	sí
UDMA-MMT-C14	29.3	intercalado	17.6	sí
UDMA-MMT-C18	16.3	convencional	13.8	sí

Tabla 12c. Picos de Difracción obtenidos por XRD para MMT-Cn, UDMA-MMT-Cn en 5 phr y su interpretación

Material Compuesto	Pico de Difracción ( Å )	Interpretación	$d_{001}$ ( Å )	Señal en $2\theta=63^\circ$
			MMT-Cn sin UDMA	
MMT	-	-	12.4	-
UDMA-MMT-C10	12.6	convencional	13.9	Sí
UDMA-MMT- AAC11	19.5	intercalado	13.6	Sí
UDMA-MMT-C12	28.0	intercalado	17.7	Sí
UDMA-MMT-C14	29.4	intercalado	17.6	Sí
UDMA-MMT-C18	16.1	convencional	13.8	Sí

Como se puede apreciar en las Tablas 12a, 12b y 12c, para todas las concentraciones de UDMA-MMT-C10, los compuestos que se obtuvieron son aparentemente convencionales ya que si comparamos la señal característica  $d_{001}$  de la MMT-C10 sin UDMA (13.9 Å, Tabla 9) con la obtenida para este material (13.0 Å, 13.0 Å ,12.6 Å ) es prácticamente la misma; sin embargo si se amplía la señal en el intervalo  $2\theta = 2^\circ - 4^\circ$  se puede observar un corrimiento de ésta que indica intercalación del UDMA en esta arcilla modificada orgánicamente; posiblemente el pico de difracción no sea tan claro debido a que exista una cantidad menor de polímero intercalado comparada con los tactoides que se encuentran en la matriz polimérica.

El mismo caso se tiene para la arcilla modificada con la octadecilamina ya que presenta corrimiento ( de 13.8 Å a 33.1 Å, Tabla 11 ) cuando se utiliza agitación mecánica y una concentración de 3 phr.

En cuanto a la arcilla modificada con la dodecilamina ( MMT-C12 ) hay una expansión de la distancia interlaminar de 17.7 Å (Tabla 9) a 28.1 Å ( UDMA-MMT-C12, Tabla 12a ) , indicando que el polímero se alojó entre las láminas de los silicatos, es decir, se obtiene un compuesto intercalado al igual que cuando se utiliza agitación mecánica.

Para la formulación UDMA-MMT-C14 la señal que se obtiene es de 29.3 Å ( 3 phr, Tabla 12b ) que es muy parecida a la que se produce cuando se utiliza agitación mecánica ( 29.9 Å, 3 phr, Tabla 11 ), y que comparada con la arcilla modificada (MMT-C14, Tabla 9) indica una clara intercalación del polímero.

La formulación UDMA-MMT-AAC11 presenta señal de intercalación (20.7 Å y 19.5 Å, Tablas 12a y 12c) cuando se utiliza una concentración de 1 y 5 phr, y de exfoliación cuando se utiliza una concentración de 3 phr (sin señal, Tabla 12b), debido a este último dato se decide obtener los difractogramas a una concentración de 2 phr y 4 phr, y no se produce ninguna señal, lo que indica de que la MMT-AAC11 se encuentra exfoliada en la matriz polimérica.

Para los difractogramas (ver Anexo 8 B) de todas las muestras y casi en todas las concentraciones, se observa la señal que pertenece a la estructura laminar de la montmorilonita y que permanece inalterable en todos los experimentos, dicha señal se encuentra en  $2\theta = 63^\circ$  y tiene un valor de 1.49 Å.

#### 4.5 Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM )

Las estructuras de las arcillas modificadas en un nanocompuesto polimérico aparecen como líneas oscuras en las micrografías de TEM. Si las estructuras son suficientemente delgadas, pueden ser fácilmente observadas independientemente de la orientación de las láminas de silicato. Como el espesor de las estructuras se aproxima al ancho de una lámina de silicato, pueden ser observadas de perfil [5]. Esto se ilustra en las micrografías de un nanocompuesto de nylon 6-montmorilonita obtenido por extrusión, ver Figuras 17a y 17b.

Para la preparación de la muestra se elige la formulación UDMA-MMT-AAC11 /Acetona y a una concentración de 3 phr, debido a que no se observa señal en DRX, indicando que la montmorilonita modificada con el ácido aminoundecanoico se encuentra exfoliada en la matriz UDMA. La muestra se analiza tal cual (sin recubrirla con carbón).

Se utilizan las técnicas de Campo Oscuro con Detector Anular de Gran Angulo (HAADF) y Campo Claro con Filtro de Imágenes (GIF).

Cualitativamente, las organo-arcillas pueden ser descritas como exfoliadas, intercaladas o en tactoides. Las organo-arcillas exfoliadas se encuentran como monocapas aisladas, mostrando que no existe ninguna asociación entre las láminas de silicato. Las láminas individuales aparecen como líneas oscuras marcadas ó ligeramente curvas.

En la Figura 18 (que fue tomada en Campo Claro) se pueden observar las láminas de la arcilla que se encuentran separadas entre sí y con una orientación preferencial, esta distribución uniforme muestra claramente que la arcilla se encuentra exfoliada en la matriz polimérica. También se muestra la resolución a la cual fue tomada esta micrografía ( 5 nm ) y si se hace una aproximación se puede decir que tienen un largo de unos 20-30 nm. Esto es otra prueba determinante ya que longitud de las láminas de silicato que constituyen a la montmorilonita caen en este intervalo.

En la Figura 19 y señalada con una flecha, se aprecia uno de varios ordenamientos regulares distribuidos al azar, constituidos por la secuencia de puntos oscuros (como cuentas de collar) que forman líneas rectas y otras tantas líneas curvas, estos puntos pertenecen a los átomos que forman las láminas de la arcilla que se encuentran separadas, es decir exfoliadas.

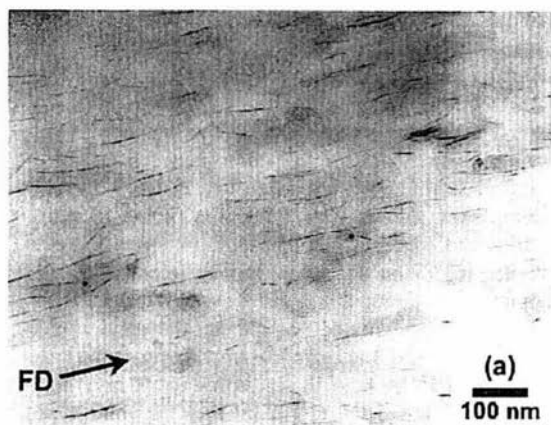


Figura 17a. Nanocompuesto de Nylon 6 [38]

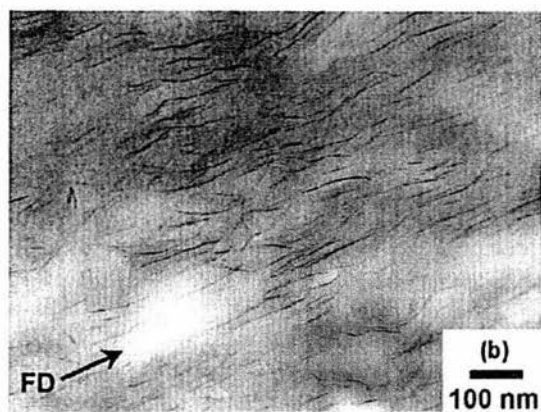


Figura 17b. Nanocompuesto de Nylon 6 [38]

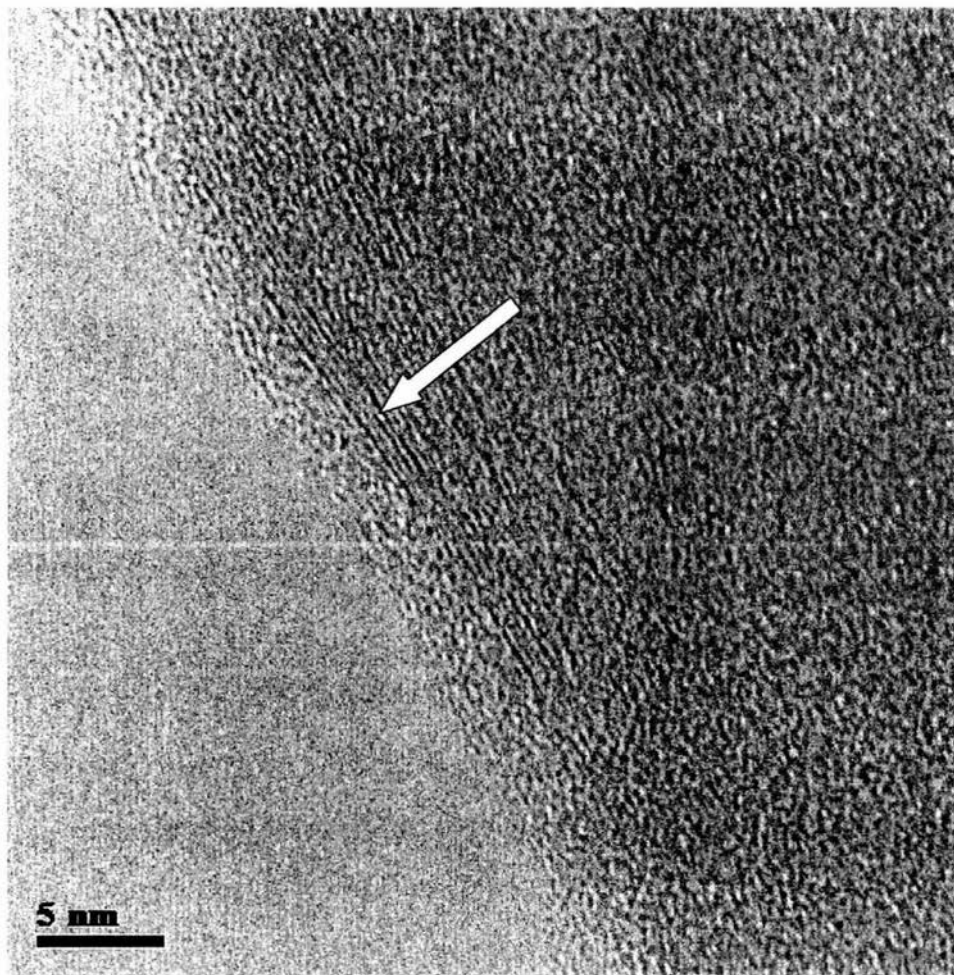


Figura 18. Exfoliación de MMT-AAC11 (3 phr) en la matriz polimérica UDMA

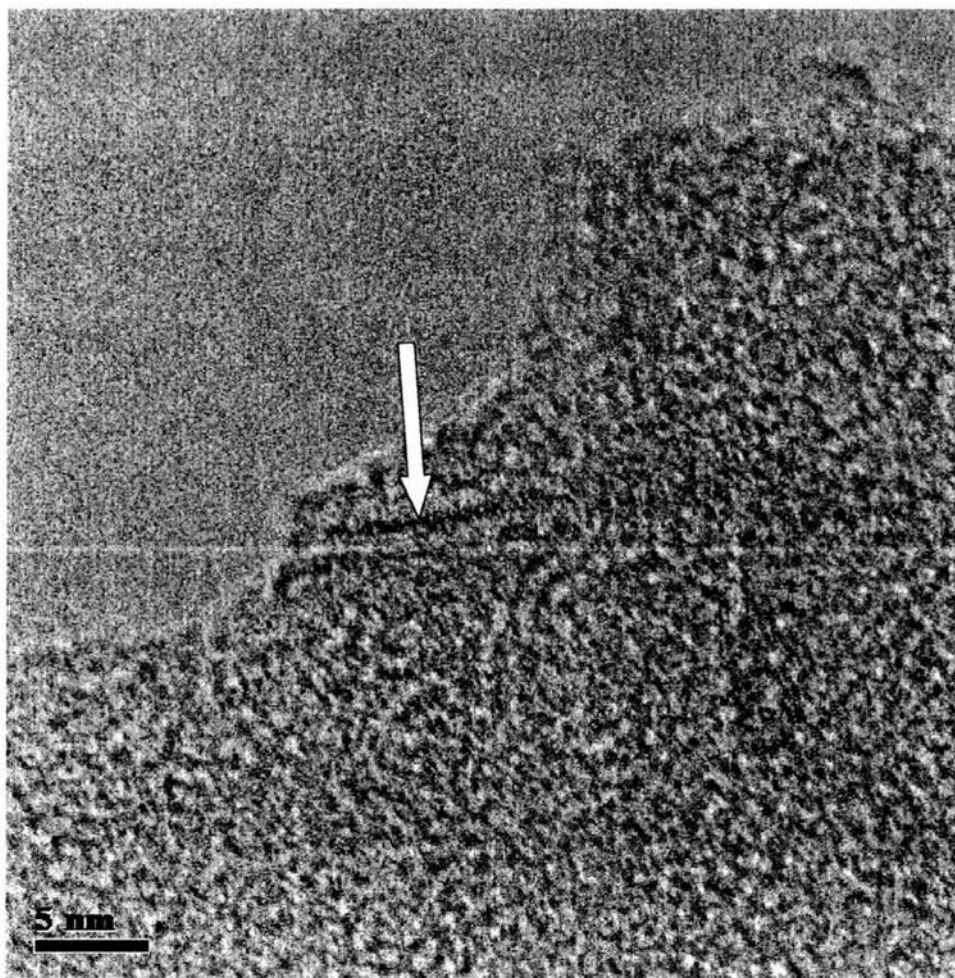


Figura 19. MMT-AAC11 exfoliada en UDMA



#### 4.6 Ensayo a la tensión

Durante la obtención de las muestras se procuró eliminar el mayor número de burbujas colocando la muestra en un vibrador durante 1 minuto aproximadamente.

Las muestras fueron alargadas en la máquina universal de pruebas mecánicas con una velocidad de carga de 1mm/min usando una celda de carga de 5 kN.

Se obtuvo la variación de la fuerza aplicada en función de la deformación. El esfuerzo de tensión se calcula con la siguiente expresión matemática:

$$\sigma = F/A_0$$

donde  $\sigma$  = Esfuerzo (MPa); F = Fuerza aplicada (Newton) y  $A_0$  = Área transversal

Los datos obtenidos se muestran en las Tablas 13a, 13b, 13c, 13d, 13e.

Tabla 13a. %Deformación, Esfuerzo y Módulo de Young para UDMA, UDMA-MMT y UDMA-MMT-C10 para diferentes concentraciones

Compuesto	Concentración de MMT-C10 (phr)	%Deformación en el punto de ruptura (%)	Esfuerzo en el punto de ruptura (MPa)	Módulo de Young (MPa)
UDMA-MMT-C10	1	11.1±2.1	34.9±2.3	514.8±2.7
UDMA-MMT-C10	2	10.3±2.3	31.6±1.8	518.6±8.2
UDMA-MMT-C10	3	8.6 ±1.6	28.3±4.2	505.4±56.2
UDMA-MMT-C10	4	10.2±1.0	24.1±0.9	397.1±14.1
UDMA-MMT-C10	5	12.2±1.3	20.0±1.2	313.2±33.2

UDMA	0	9.4±2.9	44.3±3.1	750.9±38.1
UDMA-MMT	3	7.5 ±0.2	37.9±1.1	704.4±15.4

Tabla 13b. %Deformación, Esfuerzo y Módulo de Young para UDMA, UDMA-MMT y UDMA-MMT-AAC11

Compuesto	Concentración de MMT-AAC11 (phr)	%Deformación en el punto de ruptura (%)	Esfuerzo en el punto de ruptura (MPa)	Módulo de Young (MPa)
UDMA-MMT-AAC11	1	9.6±1.7	36.9±2.3	546.0±43.4
UDMA-MMT-AAC11	2	11.9±2.1	36.7±1.1	546.8±32.0
UDMA-MMT-AAC11	3	11.3±1.5	33.8±0.5	513.7±22.1
UDMA-MMT-AAC11	4	11.0±0.5	29.7±1.5	438.8±55.0
UDMA-MMT-AAC11	5	11.5±1.4	29.8±1.8	477.2±25.6
<b>UDMA</b>	0	9.5±2.9	44.3±3.1	750.9±38.2
<b>UDMA-MMT</b>	3	7.6±0.2	37.9±1.1	704.4±15.4

Tabla 13c. %Deformación, Esfuerzo y Módulo de Young para UDMA, UDMA-MMT y UDMA-MMT-C12

Compuesto	Concentración de MMT-Cn (phr)	%Deformación en el punto de ruptura (%)	Esfuerzo en el punto de ruptura (MPa)	Módulo de Young (MPa)
UDMA-MMT-C12	1	10.2±1.1	35.8±1.9	523.7±59.1
UDMA-MMT-C12	2	10.9±1.5	26.7±1.8	431.2±28.1
UDMA-MMT-C12	3	8.8±1.4	25.4±1.9	437.2±33.7
UDMA-MMT-C12	4	11.7±2.0	21.5±1.6	341.0±17.8
UDMA-MMT-C12	5	8.1±1.4	27.3±2.1	510.7±32.0
<b>UDMA</b>	0	9.5±2.9	44.3±3.1	750.9±38.2
<b>UDMA-MMT</b>	3	7.6 ±0.2	37.9±1.1	704.4±15.4

Tabla 13d. %Deformación, Esfuerzo y Módulo de Young para UDMA, UDMA-MMT y UDMA-MMT-C14

Compuesto	Concentración de MMT-Cn (phr)	%Deformación en el punto de ruptura (%)	Esfuerzo en el punto de ruptura (MPa)	Módulo de Young (MPa)
UDMA-MMT-C14	1	7.0±1.0	38.8±4.2	707.1±55.7
UDMA-MMT-C14	2	6.5±1.5	34.8±6.3	680.2±56.9
UDMA-MMT-C14	3	8.1±0.9	33.7±1.8	618.8±12.1
UDMA-MMT-C14	4	6.8±1.0	27.6±2.2	562.7±21.9
UDMA-MMT-C14	5	7.6±1.7	21.8±3.3	419.5±20.0
<b>UDMA</b>	0	9.5±2.9	44.3±3.1	750.9±38.2
<b>UDMA-MMT</b>	3	7.6 ±0.2	37.9±1.1	704.4±15.4

Tabla 13e. %Deformación, Esfuerzo y Módulo de Young para UDMA, UDMA-MMT y UDMA-MMT-C18

Compuesto	Concentración de MMT-Cn (phr)	%Deformación en el punto de ruptura (%)	Esfuerzo en el punto de ruptura (MPa)	Módulo de Young (MPa)
UDMA-MMT-C18	1	7.6±0.5	38.5±2.1	709.2±37.7
UDMA-MMT-C18	2	8.5±1.6	36.6±2.1	654.5±15.4
UDMA-MMT-C18	3	8.2±0.8	35.9±1.6	666.1±24.9
UDMA-MMT-C18	4	9.4±1.9	24.1±2.3	476.0±65.2
UDMA-MMT-C18	5	7.9±2.0	25.4±3.5	487.2±30.3
<b>UDMA</b>	0	9.5±2.9	44.3±3.1	750.9±38.2
<b>UDMA-MMT</b>	3	7.6 ±0.2	37.9±1.1	704.4±15.4

Analizando la Tabla 13a se puede observar que el UDMA-MMT-C10, que es un nanocompuesto convencional, posee valores que representan aproximadamente el 60% del valor del polímero virgen (750.9 MPa), e incluso el 40% en la máxima concentración (5 phr) siendo a esta concentración donde la muestra se deforma más y soporta menos carga, produciendo el menor módulo elástico de todos los ensayos, e incluso de todas las muestras.

Para observar el efecto de la arcilla modificada en el polímero, se prepara una mezcla de UDMA - MMT pura a una concentración de 3 phr. El valor del Módulo de Young obtenido para esta mezcla (704.4 MPa) resulta ser inferior al del polímero puro (750.9 MPa) pero igual ó superior a los obtenidos con la demás montmorilonatos de alquilamonio incorporados al UDMA.

Como se aprecia en la Tabla 13b, para el nanocompuesto exfoliado UDMA-MMT-AAC11 los valores del Módulo Elástico que se obtuvieron para todas las concentraciones (500 MPa en promedio), son 40% menores al del polímero virgen (750.9 MPa), con prácticamente la misma deformación (excepto para 1 phr).

El nanocompuesto intercalado UDMA-MMT-C12 presenta los valores de módulo elástico inferiores al UDMA y al UDMA-MMT, teniendo un comportamiento irregular ya que en 5 phr el módulo sube y no baja como se esperaría, según la tendencia de las otras concentraciones. Ver Tabla 13c.

Respecto a las arcillas modificadas con las alquilaminas de mayor número de carbonos ( MMT-C14 y MMT-C18 ), el módulo es muy parecido al UDMA-MMT y muy cercano al UDMA puro, cuando se utiliza 1 phr. Los valores, que se muestran en las Tablas 13d y 13e, son los más altos respecto a las demás muestras.

En general se puede decir que:

Para todas las mezclas los valores del Módulo Elástico fueron menores que el polímero virgen, posiblemente esto se deba a una mala dispersión de la arcilla en la matriz polimérica, a un mínimo porcentaje de arcilla exfoliada ó a la presencia de burbujas en las probetas.

De acuerdo con los valores contenidos en las tablas puede decirse que al aumentar la concentración de la arcilla modificada en la matriz polimérica, disminuye el Módulo de Young (Ver también la Figura 20), a excepción de la arcilla modificada con la dodecilamina con una concentración de 5 phr, cuyo módulo elástico es muy parecido que cuando se utiliza 1 phr.

Los valores que más se acercan al módulo elástico del polímero puro y a la mezcla de UDMA-MMT pura, son las formulaciones en las cuales se utiliza la arcilla modificada con las aminas que tienen la cadena más larga (tetradecilamina y octadecilamina), y que, de acuerdo con los análisis de Difracción de Rayos X, están intercaladas.

En cuanto a la arcilla tratada con el ácido aminoundecanoico, y que se encuentra exfoliada en el polímero, se observa que los módulos son muy parecidos a los de las formulaciones que tienen arcilla modificada con decilamina (que es un compuesto convencional). Esto puede deberse a que la arcilla modificada no esta homogéneamente dispersa ó que existe una gran cantidad de tactoides. Esto se puede comprobar con TEM.

Si trazamos las correspondientes gráficas para cada una de las formulaciones se puede observar lo siguiente:

En la gráfica de Deformación vs. Concentración (Figura 21) no hay ninguna tendencia, y en cuanto a la gráfica de Esfuerzo vs. Concentración (Figura 22) la tendencia es parecida a la del Módulo de Young, es decir, a mayor concentración el esfuerzo a la tensión disminuye.

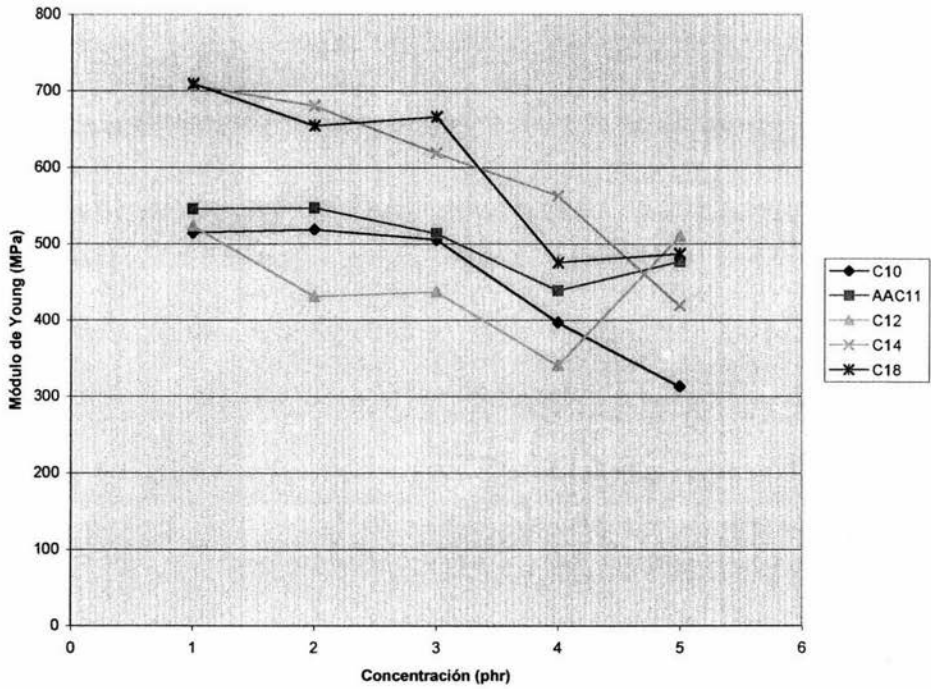


Figura 20. Gráfica de Módulo de Young vs Concentración

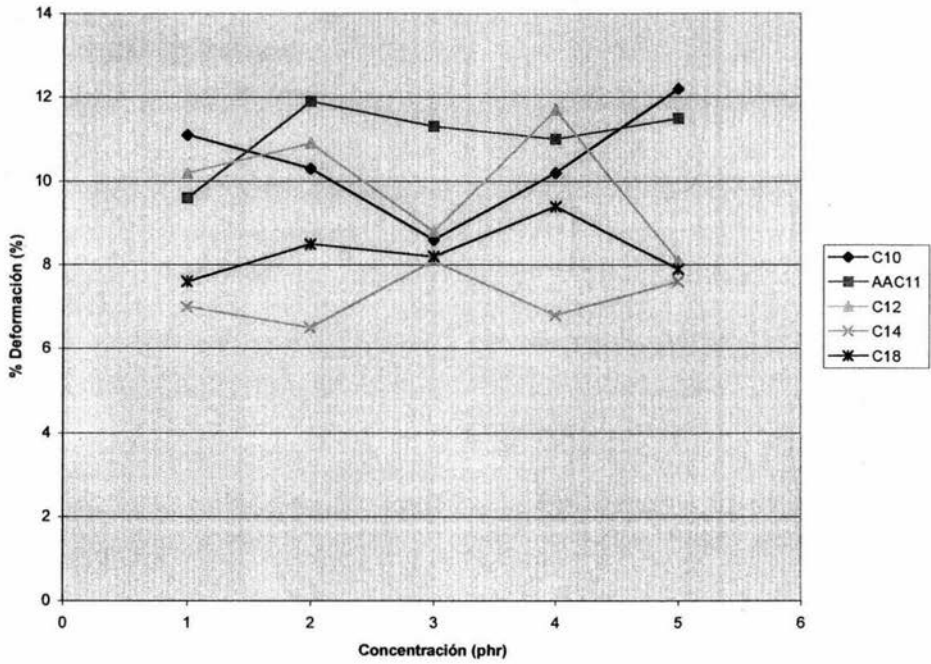


Figura 21. Gráfica % Deformación vs Concentración

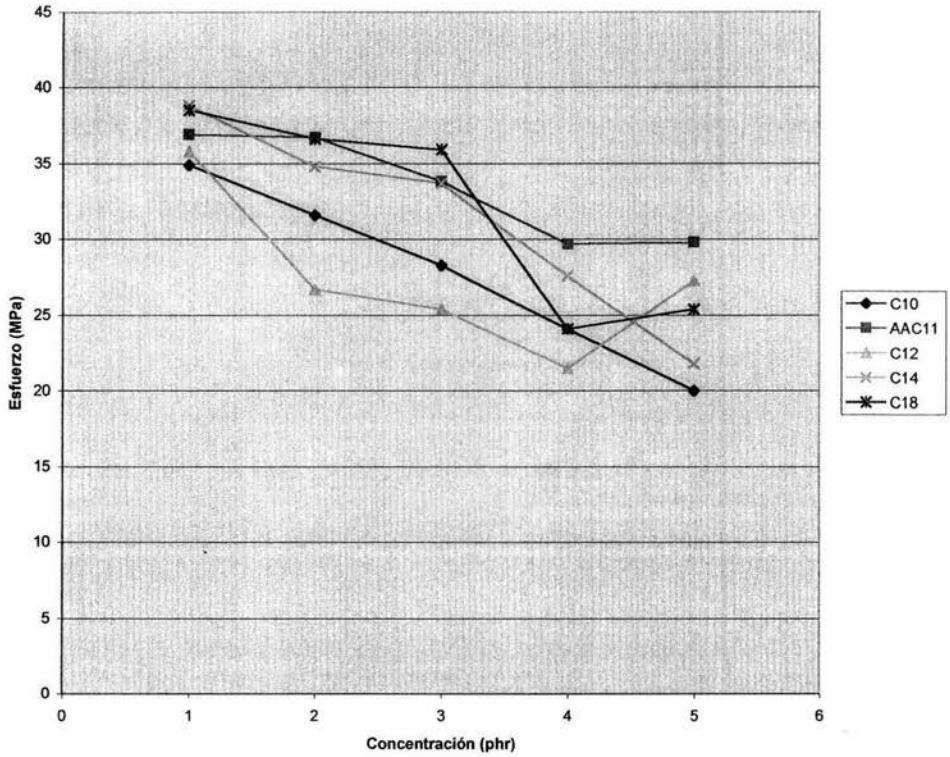


Figura 22. Gráfica Esfuerzo vs Concentración



## 5. CONCLUSIONES

- ✓ Se obtuvieron 4 nanocompuestos intercalados verificados por DRX: UDMA-MMT-C10, UDMA-MMT-C12, UDMA-MMT-C14, UDMA-MMT-C18 y un nanocompuesto exfoliado (UDMA-MMT-AAC11) comprobado por DRX y TEM.
- ✓ En el ensayo de tensión los nanocompuestos presentan propiedades físicas ligeramente menores a las del polímero virgen UDMA. Esto se explica si se considera la presencia de burbujas y una distribución deficiente de arcilla exfoliada en las muestras analizadas.
- ✓ De acuerdo con el punto anterior, el material obtenido es más flexible y por lo tanto menos propenso a la fractura.
- ✓ La resistencia a la tensión del nanocompuesto exfoliado UDMA-MMT-AAC11 no mejoró en relación a la del polímero virgen, debido a que la cantidad de arcilla exfoliada es menor con relación a la arcilla que se encuentra en tactoides.
- ✓ Las áreas tan pequeñas examinadas por TEM pueden no ser representativas de la estructura total del nanocompuesto.
- ✓ Una propuesta para mejorar la exfoliación del montmorillonato de alquilamonio en el monómero, sería utilizar una cámara de refrigeración en el extrusor Maxwell, esto permitiría optimizar el mezclado debido a que baja la viscosidad del UDMA.

## 6. REFERENCIAS

- [1] <http://zeus.plmsec.edu/nano.html>
- [2] Utracki LA, Kamal MR, *The Arabian Journal for Science and Engineering* 27 (2002) 43-67
- [3] Luo JJ, Daniel IM, *Composites Science and Technology* 63 (2003) 1-10
- [4] Ranade A, D'Souza NA, Gnade B, *Polymer* 43 (2002) 3759-3766
- [5] Eckel DF, Balogh MP, Fasulo PD, Rodgers WR, *Journal of Applied Polymer Science* 93 (2004) 1110-1117
- [6] Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G, *Biomaterials* 23 (2002) 1819-1829
- [7] Salahuddin N, Shehata M, *Polymer* 42 (2001) 8379-8385
- [8] Seymour R, *Introducción a la química de los polímeros*, Marcel Decker, Inc., New York, 1995
- [9] Mozner N, Salz U, *Progress Polymer Science*, 26 (2001) 535-576
- [10] <http://www.angel.qui.ub.es/~curso/Polymers/politerm.html>
- [11] Askeland DR, *Ciencia e ingeniería de los materiales*, Internacional Thomson Editores, México (2001)
- [12] Billmeyer F, *Ciencia de los Polímeros*, Ed. Reverté, (1978)
- [13] Weaver CE, Pollard LD, *The Chemistry of Clay Minerals*, Elsevier, (1973) 213
- [14] Liang Z-M, Yin J, Xu H-J, *Polymer* 44 (2003) 1391-1399
- [15] Pospíšil M, Kalendová A, Capková P, Simonik J, Valasková M, *Journal of Colloid and Interface Science* 277 (2004) 154-161
- [16] Grim RE, *Clay Mineralogy*, Ed. Mc Graw Hill Inc., USA, (1968) 86
- [17] Pinnavaia TJ, Beall GW, *Polymer-Clay Nanocomposites*, USA (2000) 98,130
- [18] Vaia Ra, Klaus DJ, Kramer EJ, Giannelis EP, *Macromolecules*, 28 (24) (1995) 8080-8085
- [19] Salahuddin AN, Hiltner AB, Moet A, *Nanostructured Mater*, 4 (1994) 965
- [20] Giannelis EP, et al, *Advanced Materials*, 8 (1) (1996) 29-35
- [21] Romo A, *Nanocompuestos Poliméricos*, Tesis monográfica, México (2002)

- [22] Vaia RA, Teukolsky RK, Giannelis EP, *Chemistry of Materials*, 6 (7) (1994) 1017-1022
- [23] Dietsche F, Thomann R, Thomann Y, *Journal of Applied Polymer Science*, 75 (2000) 396-405
- [24] Akkapeddi MK, et al, *Polymer Composites*, 21 (4) (2000) 576-585
- [25] Fu X, Qutubudin S, *Polymer* 42 (2001) 807-813
- [26] Ma J, Xu J, Ren J-H, Yu Z-Z, Mai Y-W, *Polymer*, 44 (16) (2003) 4619-4624
- [27] Liu X, Wu Q, *Polymer* 42 (2001) 10013-10019
- [28] Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G, *Biomaterials* 24 (2003) 655-665
- [29] Anusavice K, *Ciencia de los Materiales Dentales*, Mc Graw Hill Interamericana, Florida USA (1998)
- [30] Khatri ChA, et al, *Dental Materials*, 19 (7) (2003) 584-588
- [31] Sideridou I, Tserki V, *Biomaterials*, 24 (2003) 665-669
- [32] Reynaud E, Gauthier C, Pérez J, *Rev Metall/Cah Inf Tech* 96 (1999) 1169-1176 citados en Alexandre M, Dubois Ph, *Materials Science and Engineering* 28 (2000) 1-63
- [33] Ginsburg V, Balazs AC, *Macromolecules* 32 (1999) 5681-8381 citados en Alexandre M, Dubois Ph, *Materials Science and Engineering* 28 (2000) 1-63
- [34] Duarte F, Preckwinkel U, *Difracción de Rayos X por Polvos*, Sociedad Mexicana de Cristalografía, (2001) 20-25
- [35] Reyes GJ, Yacamán J, *Microscopía Electrónica: Una Visión del Microcosmos*, Fondo de Cultura Económica, México (1995)
- [36] D 638-77a, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics , ASTM
- [37] D1708-96, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics by Use of Microtensile Specimens, ASTM
- [38] Fornes TD, Hunter DL, Paul DR, *Polymer* 45 (2004) 2321-2331

## 7. GLOSARIO

**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 entre la longitud inicial.

**Enlace Covalente:** Es el tipo de unión formado por átomos con alta electronegatividad

**Enlace iónico:** Enlace entre dos iones debido a la atracción eléctrica de cargas opuestas. Los enlaces iónicos se forman entre un elemento fuertemente electronegativo y un elemento de baja electronegatividad.

**Enlace metálico:** Los átomos que forman este tipo de enlace poseen baja electronegatividad.

**Esfuerzo a la tensión:** Es la medida de la capacidad de un polímero a resistir los esfuerzos de estiramiento. Fuerza (Newtons) requerida para estirar la pieza prueba/ área de la sección transversal de la probeta ( $\text{mm}^2$ ).

**Exfoliación:** Separación y dispersión homogénea de las láminas de silicato que conforman una arcilla, en un polímero.

**Fase:** Es aquella región del sistema, la cual es completamente uniforme no solo en cuanto a su composición química, sino también en cuanto a su estado y propiedades fisicoquímicas.

**Fuerzas secundarias:** Fuerzas cuya energía de enlace es menor a 10 kJ/mol, entre las que se encuentran las fuerzas de Van der Waals, fuerzas dipolares y las fuerzas intermoleculares.

**Fuerzas de Van der Waals:** Fuerzas de atracción entre moléculas debidas a interacciones dipolo-dipolo. Pertenecen a la categoría de fuerzas secundarias (2Kcal/mol) encargadas de mantener a las moléculas unidas en los estados líquidos y sólidos.

**Fuerzas dipolares:** Resultan de la atracción electrostática entre los átomos, con un dipolo permanente, produciendo así la polarización de la molécula. Su energía varía de 2 a 6 Kcal/mol.

**Fuerzas Intermoleculares:** Fuerzas de atracción entre los grupos funcionales de distintas moléculas.

**Fuerzas Intramoleculares:** Fuerzas que mantienen unidos a los átomos de una molécula o de una red cristalina.

**Intercalación:** Inserción de un polímero ó monómero en el espacio interlaminar de una arcilla.

**Módulo:** Esfuerzo por unidad de deformación

**Nano:** Prefijo que significa  $10^{-9}$  unidades.  $1\text{nm} = 10^{-9}\text{m} = 10\text{Å}$ .

**Polímero:** Material sintético constituido por macromoléculas obtenidas por polimerización y que tiene la propiedad de ser fácilmente moldeable, además de que puede tomar una forma determinada por medios mecánicas únicamente o auxiliados con una elevación de la temperatura.

**Puente de Hidrógeno:** Atracción débil (5Kcal/mol) entre un átomo de hidrógeno unido a un elemento electronegativo no compartido de otro átomo.

**Resistencia a la Tensión:** Es la capacidad que presentan los materiales a oponerse a la deformación, determinándose por la fuerza de tensión por unidad de área. Se define como la máxima carga de tensión por unidad de área que resiste una muestra antes de deformarse.

**Superficie específica o área superficial de una arcilla:** Se define como el área de la superficie externa más el área de la superficie interna (en el caso de que esta exista) de las partículas constituyentes por unidad de masa, expresada en  $\text{m}^2 / \text{g}$ . Las arcillas poseen una elevada superficie específica, muy importante para ciertos usos industriales en los que la interacción sólido-fluido depende directamente de esa propiedad.

## 8. ANEXOS

### A. EXTRUSIÓN DE PE y PET.

Industrialmente las técnicas más usadas para el procesamiento de los polímeros son extrusión, inyección y soplado. Una de las ventajas de los nanocompuestos de matriz polimérica es que pueden usarse éstas mismas técnicas, con los mismos equipos utilizados para la obtención de los materiales convencionales, para procesarlos. El extrusor Maxwell tiene la virtud de ser pequeño y se pueden trabajar cantidades minúsculas (menos de 10 g). En este trabajo se usó para a) aprender a procesar polímeros y en particular nanocompuestos de matriz polimérica PET, y también para b) ensayar otro método de mezclado para los nanocompuestos base UDMA. Los nanocompuestos intercalados base UDMA, se procesaron en el extrusor con el fin de poder distribuir de manera más homogénea la arcilla modificada y observar si los esfuerzos físicos del equipo lograban su exfoliación.

Para el primer caso (a) se usaron varias formulaciones de nanocompuestos con matriz PET (proporcionados por el Dr. A. Sánchez del IIM) para conocer las consecuencias de modificar cada una de las variables de proceso. El experimento consistió en formar hilos uniformes para cada composición.

Para ello, en primer lugar, se realizaron pruebas preliminares para conocer el equipo, es decir, relacionar la calidad del producto extrudido con las variables de la temperatura del rotor, la temperatura del cabezal, agua de enfriamiento de la tolva, espaciado entre rotor y cabezal, rapidez del rotor, rapidez de jalado, principalmente. Todas las variables son interdependientes, se procede a realizar experimentos sucesivos modificando sólo una de las variables y manteniendo

todas las demás fijas. La combinación de variables que producen el mejor hilo es lo que se conoce como las variables de procesamiento.

Para ello se utiliza polietileno, se continúa con politereftalato de etileno y nanocompuestos de politereftalato de etileno para formar hilos de diámetro uniforme. Se usa el extrusor y un TUS para jalar los hilos producidos

#### A.1 PREPARACIÓN DEL EQUIPO CON PE

- a. Se activa el sistema de enfriamiento de la tolva de alimentación, con un gasto de volumétrico de 200 cc/min (regulado por una llave de paso) y una temperatura de 10°C. Si se omite este paso, el polímero empieza a formar una pasta chiclosa que impide el libre flujo de los gránulos, mejor conocidos como pelets.
- b. Se coloca la superficie del rotor a 0.020 pulgadas de la cara interna del cabezal, con ayuda del medidor de carátula.
- c. Se prende el equipo y se fija la temperatura del rotor y del cabezal en 135°C (20°C arriba de la temperatura de fusión del PE), se esperan 15 minutos aproximadamente para que el equipo se estabilice.
- d. Se vacían 5 g de polietileno de baja densidad a la tolva.
- e. Se activa el interruptor para poner en movimiento el rotor, y se fija su rapidez en la marca de 60 que corresponde a 180 rpm.
- f. Se jala el polímero extrudido con el Jalador (TUS) a la mínima rapidez que da el motor. Este equipo se coloca a una distancia de 180 mm respecto a la salida del material extrudido. Esto es con la finalidad de darle tiempo al polímero de enfriarse y que no se pegue en los rodillos del Jalador (TUS) y se empiece a enredar en el mismo.
- g. Se permite que toda la alimentación se agote y se forme el hilo

Lo expuesto se repite moviendo cada una de las variables hasta encontrar las condiciones requeridas para obtener un hilo de diámetro constante de PE.



### A.1.1 OBSERVACIONES DURANTE LA PREPARACIÓN DEL EQUIPO CON PE

Era necesario empujar los pellets con una varilla de madera porque se atorán en la tolva de alimentación. Al hacer esto la cantidad de material extrudido aumentaba, siendo necesario aumentar la rapidez del TUS para que el polímero no se colgase. Se aumentó gradualmente, notándose que a una rapidez media el hilo se hacía transparente y más delgado.

Las condiciones encontradas para PE se muestran en la Tabla 14.

Tabla 14. Condiciones de operación para extrusión de PE

<b>T<sub>rotor</sub></b> <b>( °C )</b>	<b>T<sub>cabezal</sub></b> <b>( °C )</b>	<b>R<sub>rotor</sub></b> <b>( rpm )</b>	<b>R<sub>TUS</sub></b>	<b>GAP</b> <b>( pulg )</b>	<b>T<sub>H2O enf</sub></b> <b>( °C )</b>
135	135	60	Mínima	0.020	10

### A.2 PREPARACIÓN DEL EQUIPO MEDIANTE EXTRUSIÓN DEL POLITEREFTALATO DE ETILENO (PET)

Debido a que los nanocompuestos que se planeó procesar son de matriz polimérica PET, debe cambiarse el PE por PET dentro del equipo. Para retirar el PE del extrusor se le agrega un gránulo de pigmento compatible con el PE y se adiciona el siguiente polímero, en este caso el PET. Una vez que ya no sale material extrudido colorido significa que ya se cambió totalmente el polímero del interior del equipo.

El procedimiento que se sigue para el PET se describe a continuación:

- a. Se ajusta el sistema de enfriamiento de la tolva de alimentación a 10°C.
- b. Se coloca la superficie del rotor a 0.020 pulgadas de la cara interna del cabezal, con ayuda del medidor de carátula.
- c. Se prende el equipo y se fija la temperatura del rotor y del cabezal en 250°C (20°C arriba de la temperatura de fusión del PET), se esperan 15 minutos aproximadamente para que el equipo se estabilice.
- d. Se vacían 5 g de PET a la tolva.
- e. Se activa el interruptor para poner en movimiento el rotor, y se fija su rapidez en la marca de 30 que corresponde a 60 rpm.
- f. Se jala el polímero extrudido con el TUS a la máxima rapidez que da el motor para obtener un hilo regular.
- g. Se permite que toda la alimentación se agote y se forme el hilo

#### A.2.1 PARÁMETROS DE UN NANOCOMPUESTO DE PET

Una vez que se tiene sólo la matriz polimérica deseada dentro del rotor, se procede a la obtención de los nanocompuestos para la formación de hilos uniformes. Nuevamente se usa un gránulo colorido para la separación de las distintas formulaciones. Se procesaron varias concentraciones de nanocompuestos de PET y se obtuvieron hilos en todos los casos. Inicialmente se sigue el mismo procedimiento que para PET, pero se van variando las temperaturas y velocidades de extrusión para cada concentración.

### A.2.2 EXTRUSIÓN DEL POLITEREFTALATO DE ETILENO ( PET )

Debido a que los nanocompuestos que se planeó procesar son de matriz polimérica PET, debe cambiarse el PE por PET dentro del equipo. Para retirar el PE del extrusor se le agrega un gránulo de pigmento compatible con el PE y se adiciona el siguiente polímero, en este caso el PET. Una vez que ya no sale material extrudido colorido significa que ya se cambió totalmente el polímero del interior del equipo.

El PE es un polímero que es fácilmente procesable, sin embargo el PET no lo es tanto ya que con un cambio ligero en alguna de sus variables tiende a degradarse de inmediato.

### A.2.3 OBSERVACIONES AL HACER CAMBIO DE POLÍMERO *PE* POR *PET*.

Se jala el polímero extrudido con el Jalador (TUS) a la máxima rapidez que da el motor para obtener un hilo regular, debido a que el hilo que sale es muy delgado y rápidamente se enfría, produciendo un cordón bastante irregular.

Se hicieron las siguientes observaciones en cuanto a:

#### A. Temperatura del cabezal:

El hilo obtenido sale amarillo y con puntos negros, es decir se degrada. Por lo que se procede a bajar la temperatura del cabezal hasta 230°C, vigilándola constantemente porque daba saltos de temperatura de hasta 30°C. La inestabilidad en la temperatura puede deberse a que hay mayor fricción en la cámara del cabezal. Efectivamente cuando se baja la temperatura del cabezal el hilo que se obtiene sale blanco y sin puntos negros.

B. Espacio entre rotor y cabezal:

Debido a que se obtiene poco material extrudido, se va aumentando la distancia entre el rotor y el cabezal de 0.020 hasta 0.10 pulgadas ( o sea 0.020, 0.040, 0.060, 0.080, 0.10). Ya que lo que interesa es la cantidad de material extrudido y no el mezclado, se deja en 0.10 pulgadas.

C. Temperatura de la tolva de alimentación:

Se cambia la temperatura del agua de enfriamiento de 10°C a 18°C y finalmente a 70°C (temperatura de transición vítrea), debido a que se forma una pasta chiclosa al final de la tolva, lo que impide el libre flujo del PET, como no hay mucha diferencia, se mantiene en 10°C.

D. Alimentación:

La mejor manera de alimentar los pellets es adicionarlos poco a poco, y en forma continua, permitiendo que se vayan fundiendo. De esta manera se logra un flujo más de material extrudido. También se evita que se forme un tapón en el dado de extrusión.

E. Rapidez de jalado ( TUS )

Al disminuir la rapidez de jalado, el hilo se tuerce por lo que se recomienda mantenerlo en su máximo valor.

F. Rapidez del Rotor

Se puede variar de 30 ( 60 rpm ) a 50 ( 120 rpm ), esto ayuda a incrementar la cantidad de material extrudido. Sin embargo se corre el riesgo de que la temperatura del cabezal aumente hasta 270°C, temperatura a la cual el polímero se degrada.

G. Temperatura del rotor:

Se mantiene en 250°C

Las condiciones que se encontraron para el PET se resumen en la Tabla 15.

Tabla 15. Condiciones de operación para procesamiento de PET

$T_{\text{rotor}}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$T_{\text{cabezal}}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$R_{\text{rotor}}$ (rpm)	$R_{\text{tus}}$	GAP (pulg)	$T_{\text{H20 enf}}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )
250	230	30	Máxima	0.10	10

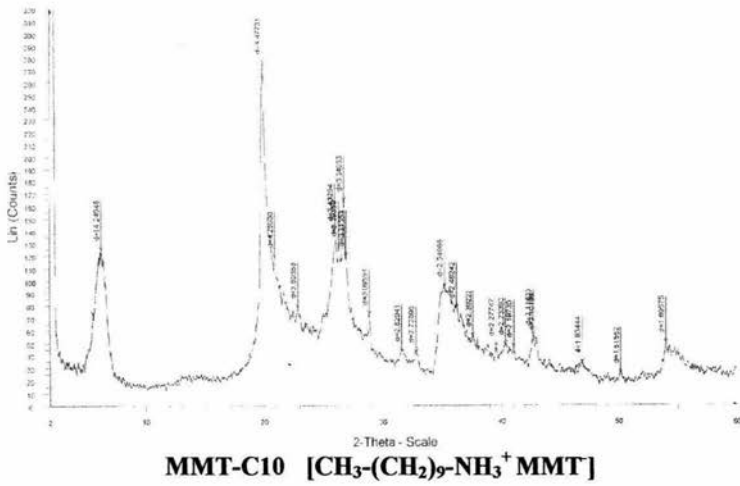
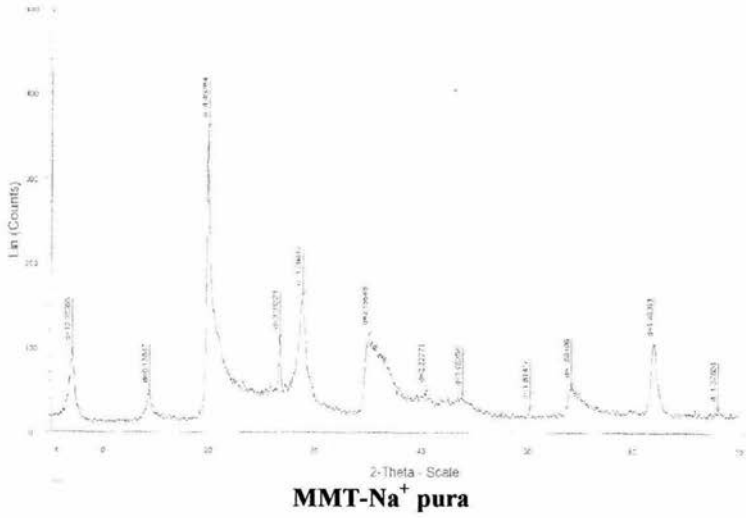
#### A.2.4 EXTRUSIÓN DEL PET-MMT- $C_n$

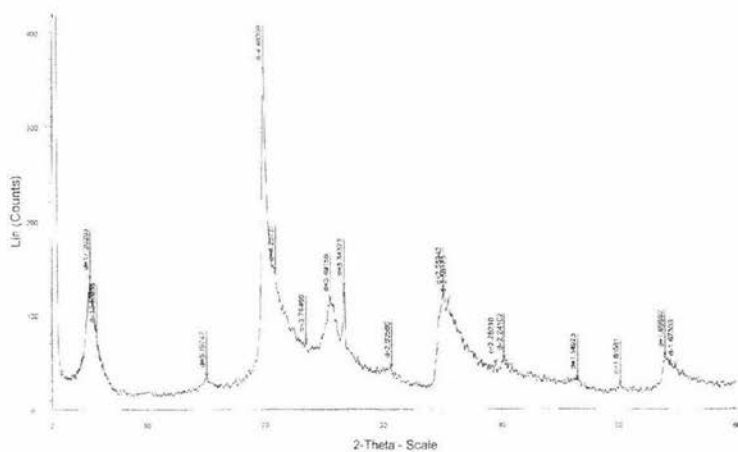
Se parte de las condiciones encontradas para el PET, para procesar los nanocompuesto de esta matriz. Los resultados se muestran en la Tabla 16.

Tabla 16. Condiciones de procesamiento para nanocompuestos de PET

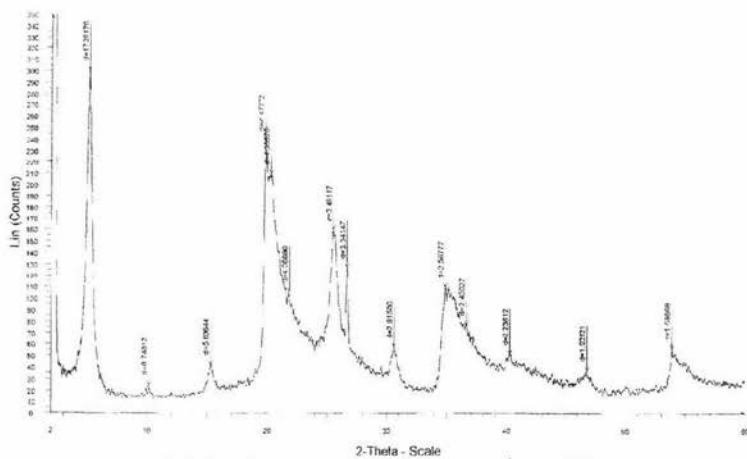
PET-MMT- $C_n$	$T_{\text{rotor}}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$T_{\text{cabezal}}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$R_{\text{rotor}}$ (rpm)	$R_{\text{tus}}$	GAP (pulg)	$T_{\text{H20 enf}}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )
A	220	220	30	Media	0.02	20
B	225	230	30	Media	0.02	18
C	228	230	30	Media	0.02	15
D	227	240	30	Media	0.02	18

**B. DIFRACTOGRAMAS**

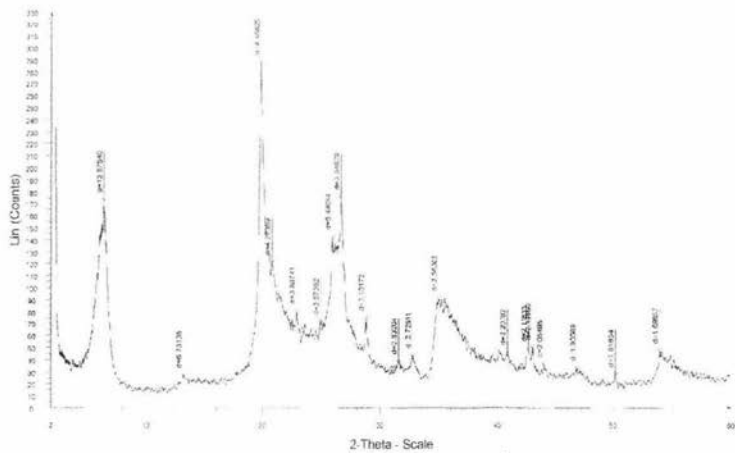




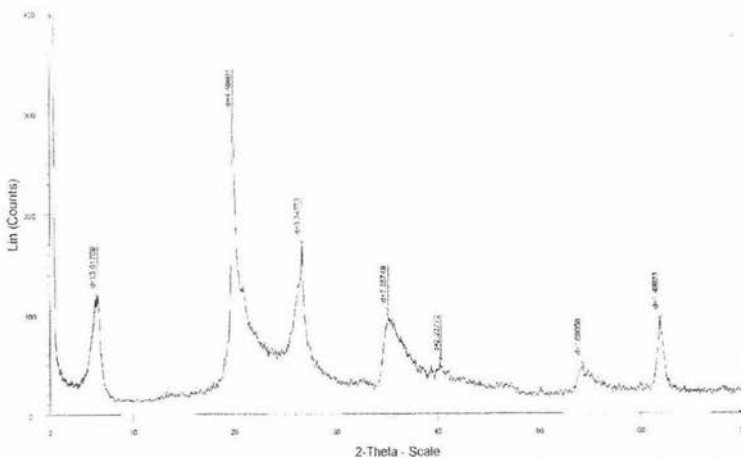
**MMT-C12 [CH<sub>3</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>11</sub>-NH<sub>3</sub><sup>+</sup> MMT]**



**MMT-C14 [CH<sub>3</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>13</sub>-NH<sub>3</sub><sup>+</sup> MMT]**

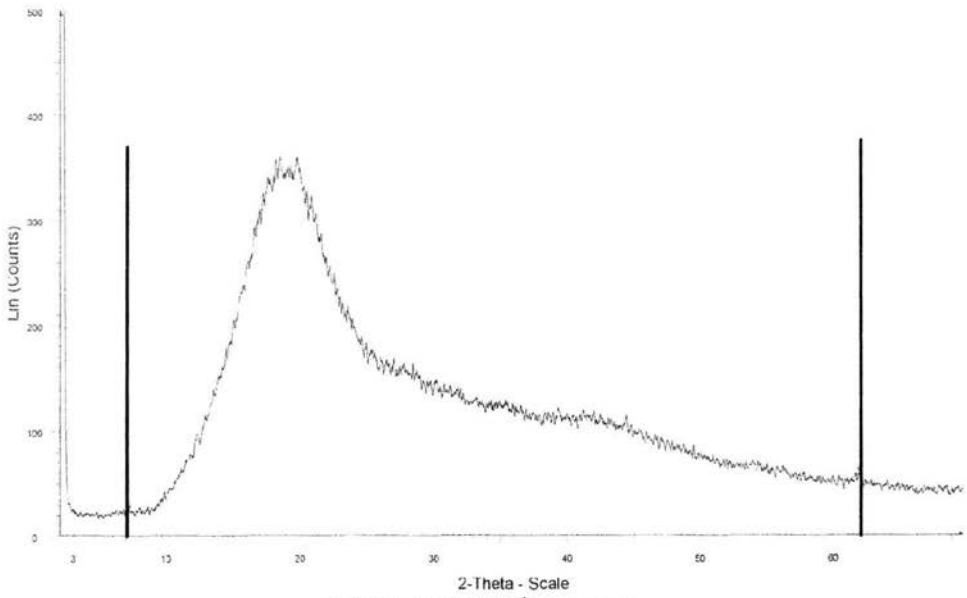


**MMT-C18 [CH<sub>3</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>17</sub>-NH<sub>3</sub><sup>+</sup> MMT]**

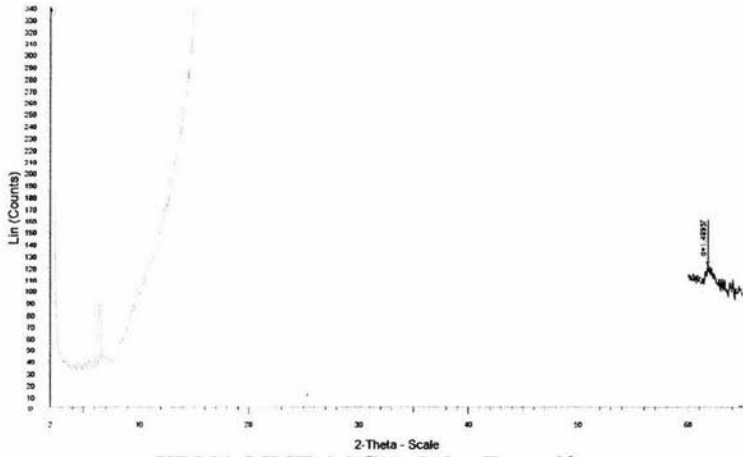
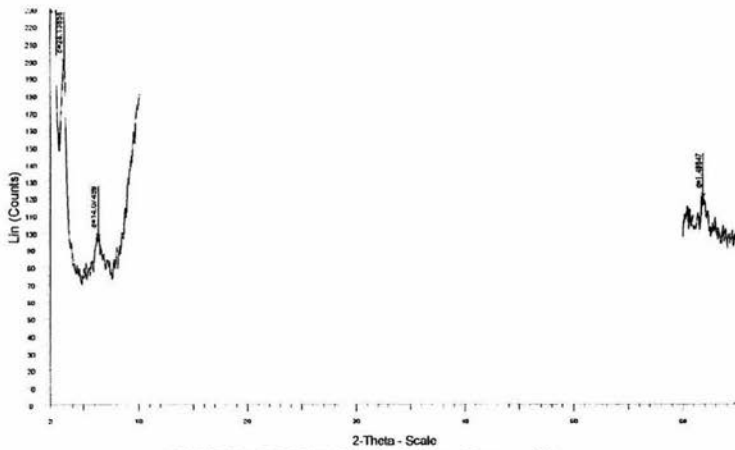


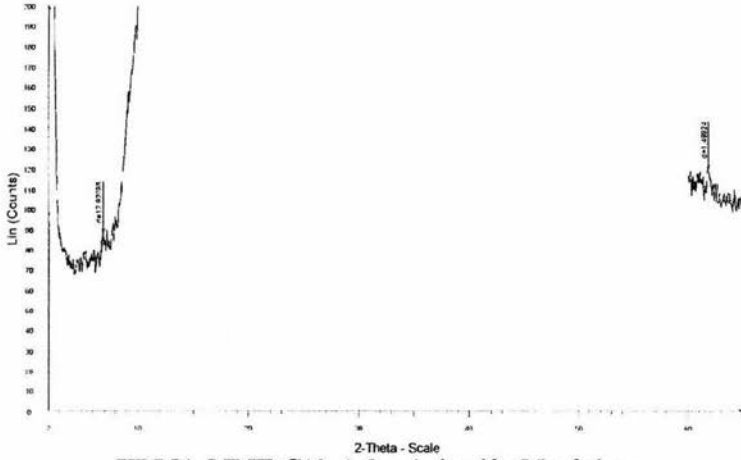
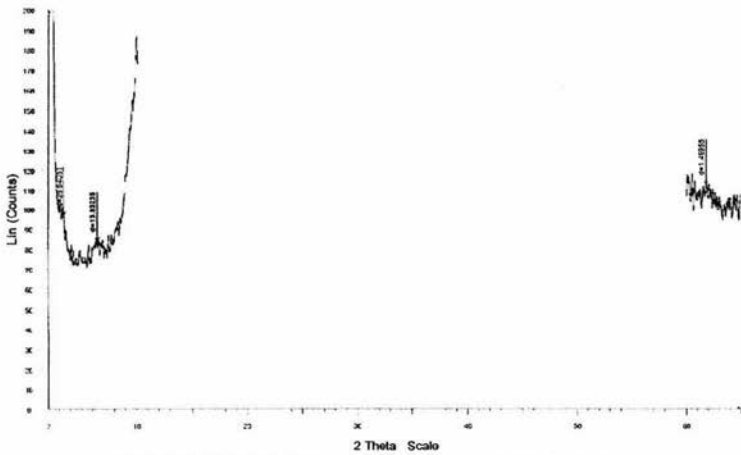
**MMT-AAC11 [HOOC-(CH<sub>2</sub>)<sub>10</sub>-NH<sub>3</sub><sup>+</sup> MMT]**

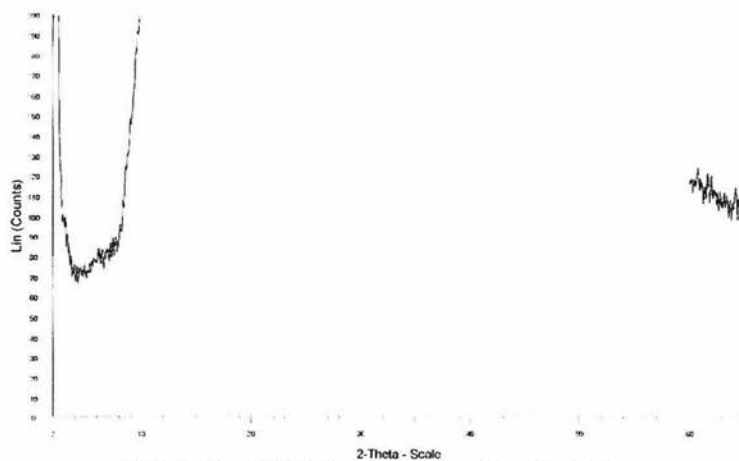




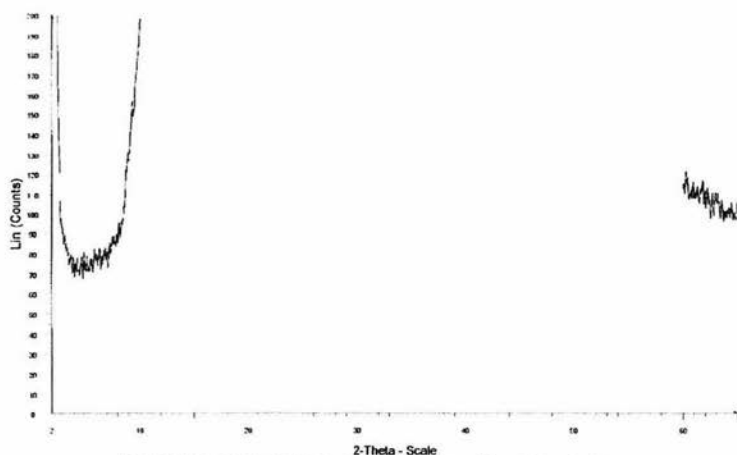
**UDMA-MMT Na<sup>+</sup> pura 3phr**

**UDMA-MMT-AAC11 3phr. Extrusión****UDMA-MMT-C12 3phr. Extrusión**

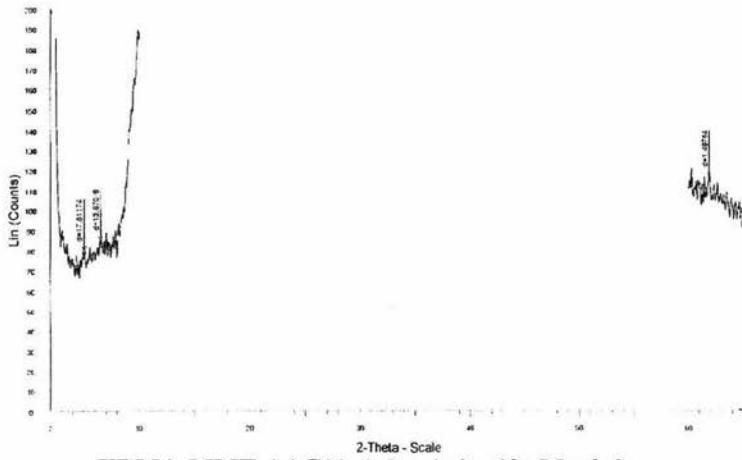
**UDMA-MMT-C10 1pr. Agitación Mecánica****UDMA-MMT-C12 1pr. Agitación Mecánica**



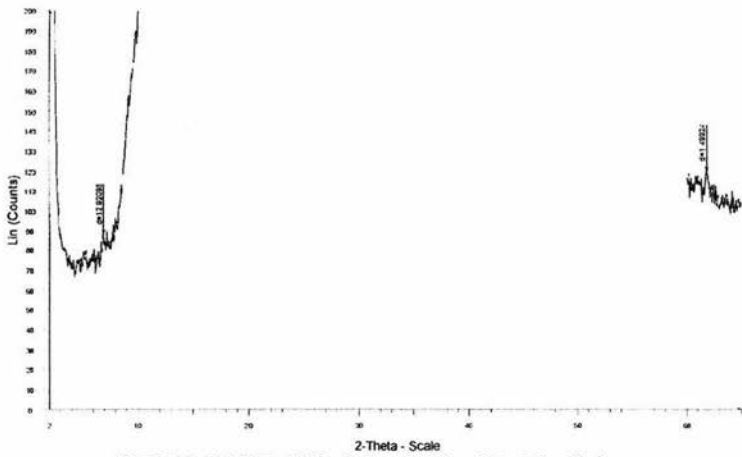
**UDMA-MMT-C14 1phr. Agitación Mecánica**



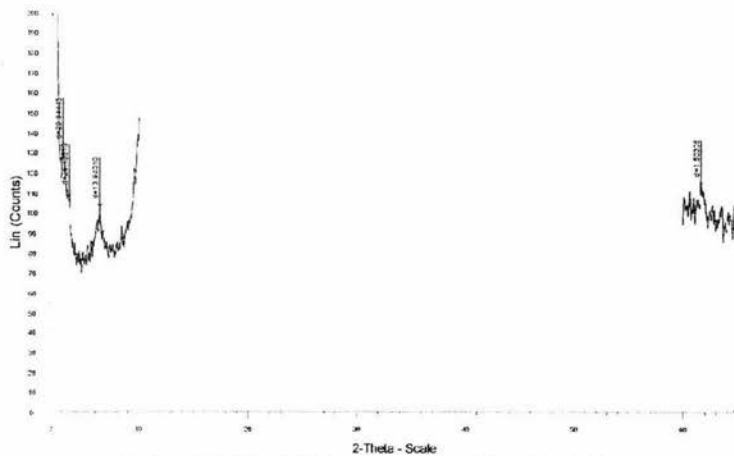
**UDMA-MMT-C18 1phr. Agitación Mecánica**



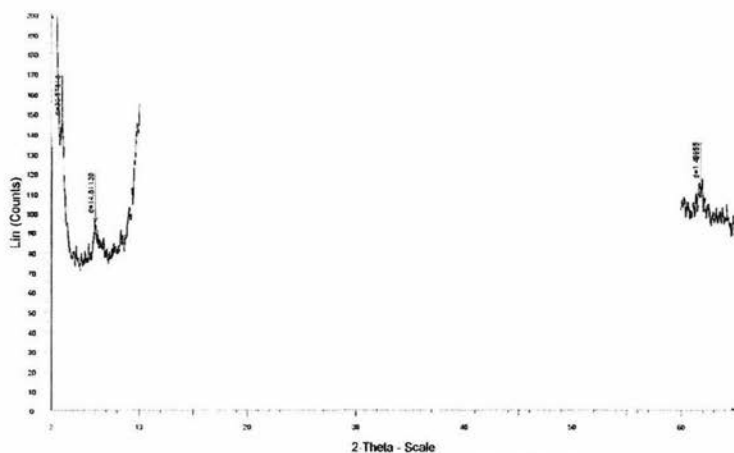
**UDMA-MMT-AAC11 1phr. Agitación Mecánica**



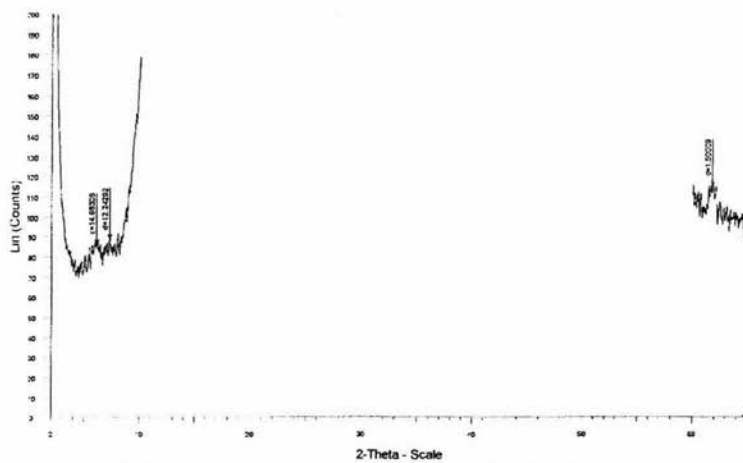
**UDMA-MMT-C10 3phr. Agitación Mecánica**



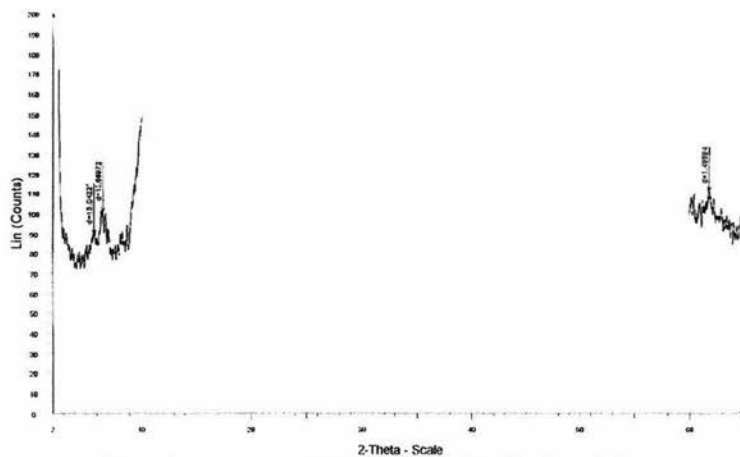
**UDMA-MMT-C12 3phr. Agitación Mecánica**



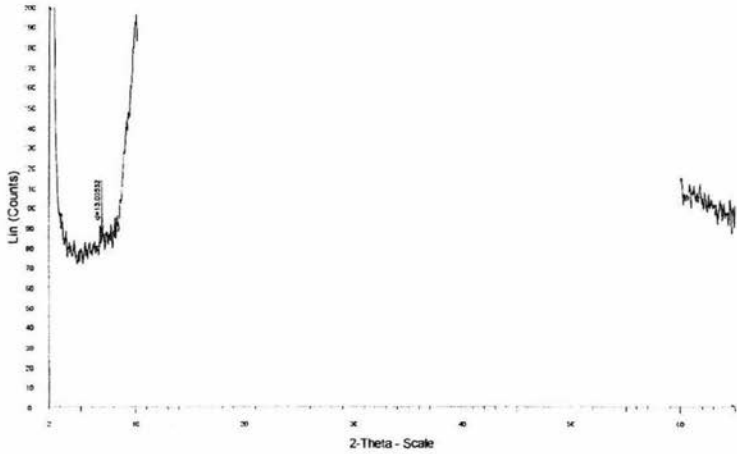
**UDMA-MMT-C14 3phr. Agitación Mecánica**



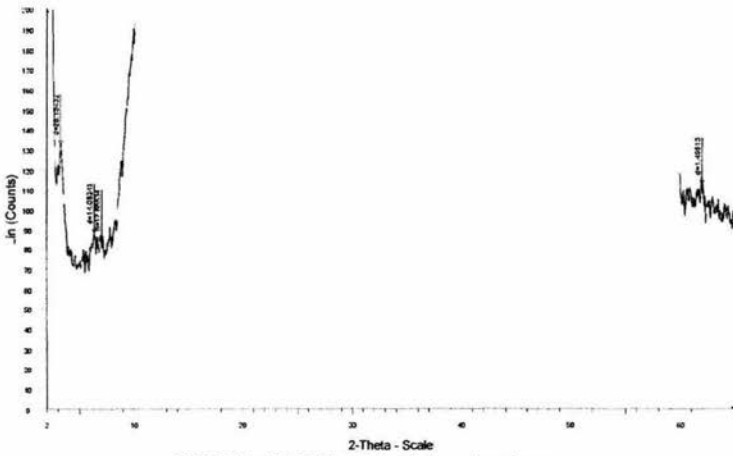
**UDMA-MMT-C18 3phr. Agitación Mecánica**



**UDMA-MMT-AAC11 3phr. Agitación Mecánica**

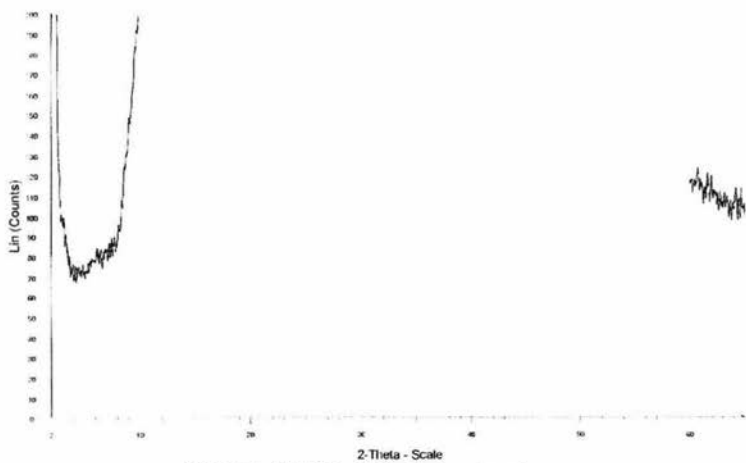
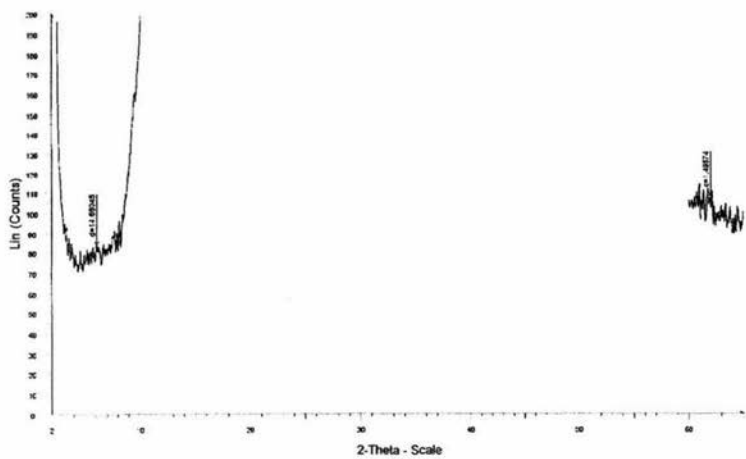


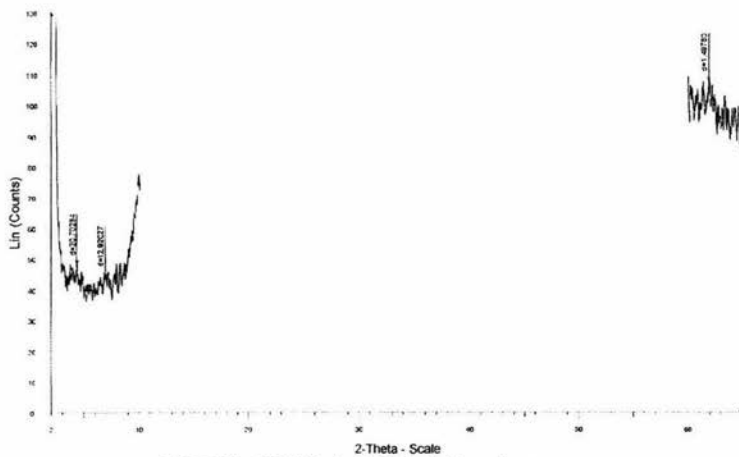
**UDMA-MMT-C10 1phr. Acetona**



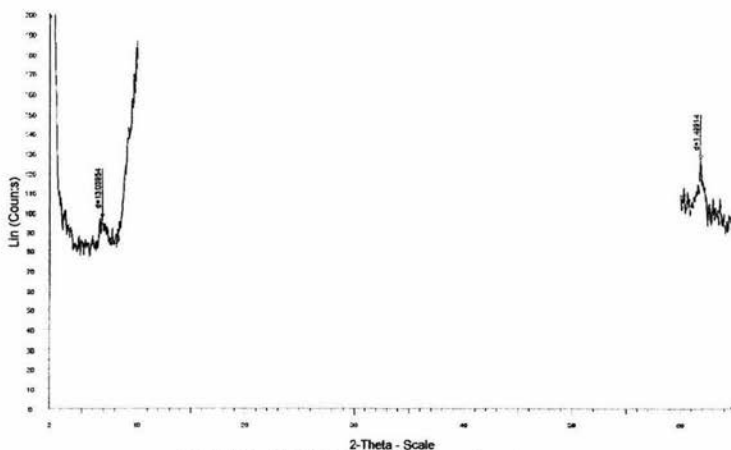
**UDMA-MMT-C12 1phr. Acetona**



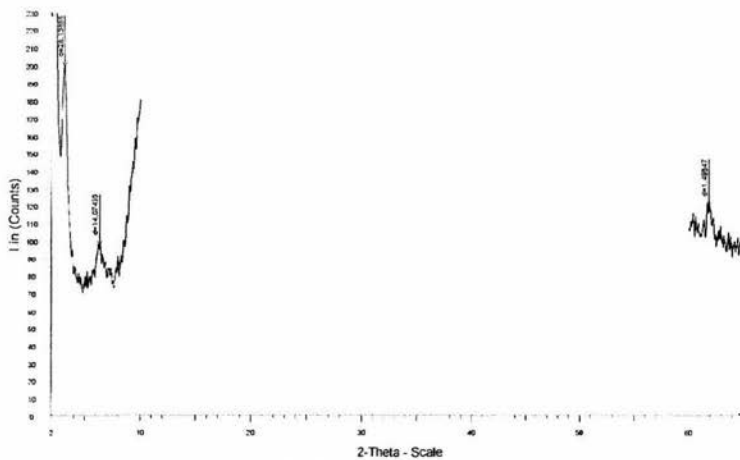
**UDMA-MMT-C14 1phr. Acetona****UDMA-MMT-C18 1phr. Acetona**



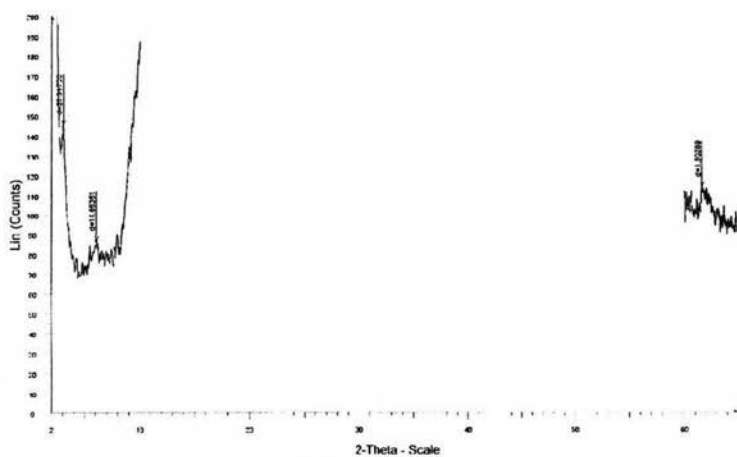
**UDMA-MMT-AAC11 1phr. Acetona**



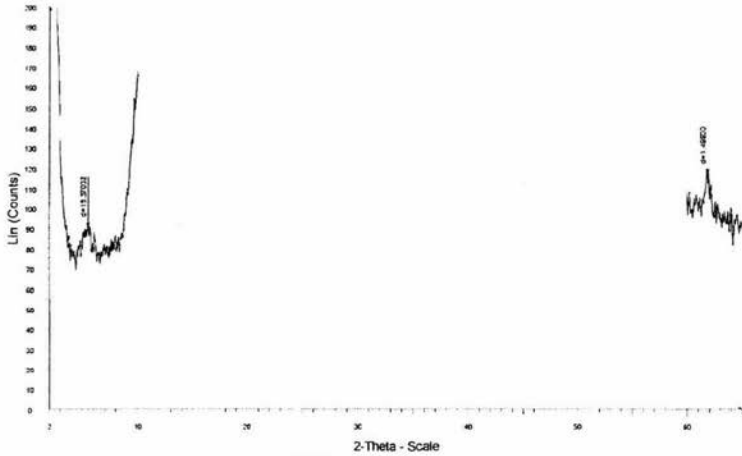
**UDMA-MMT-C10 3phr. Acetona**



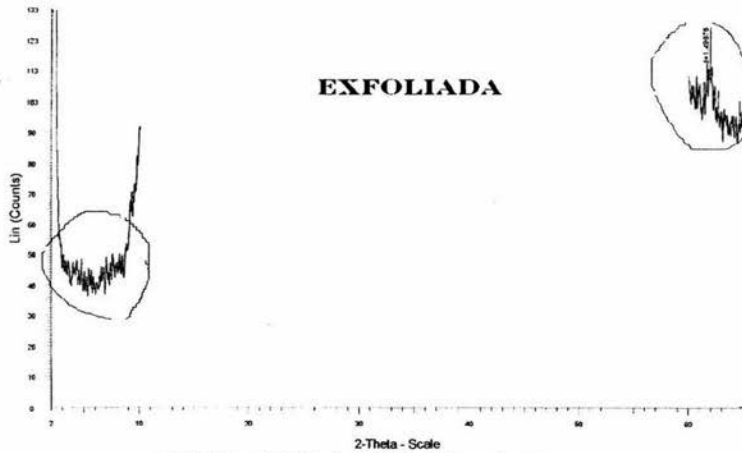
**UDMA-MMT-C12 3phr. Acetona**



**UDMA-MMT-C14 3phr. Acetona**

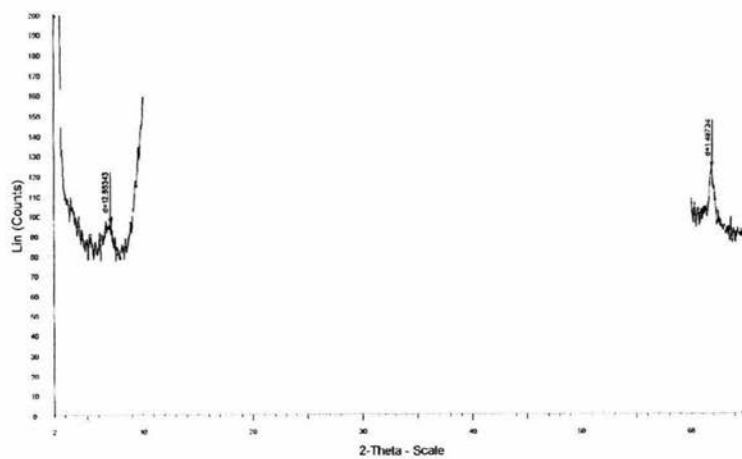
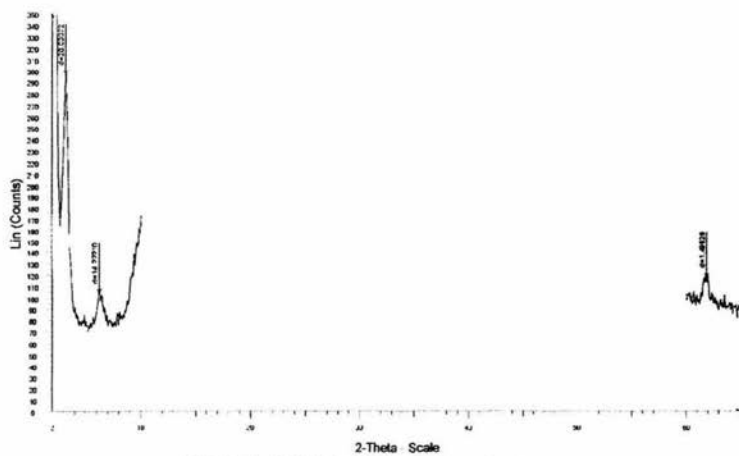


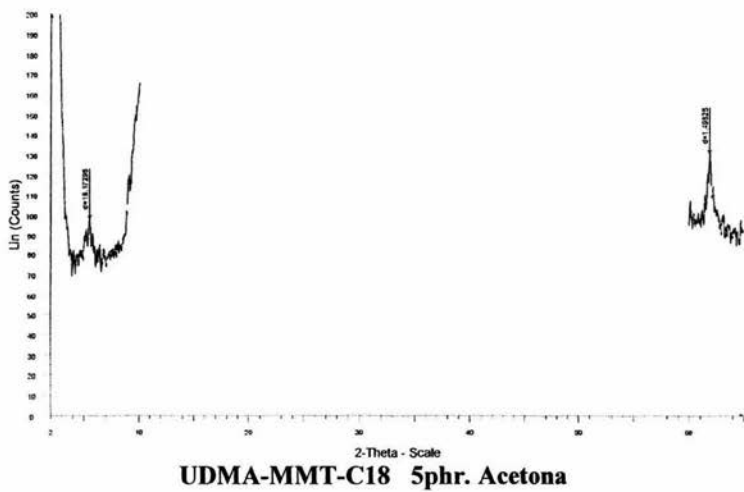
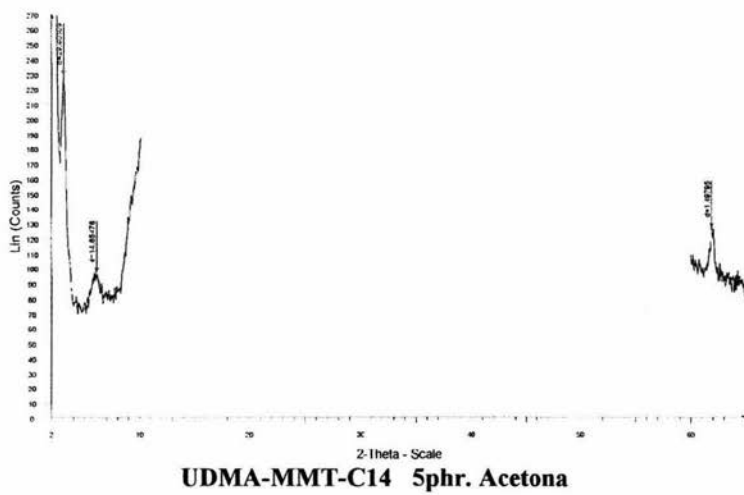
**UDMA-MMT-C18 3phr. Acetona**

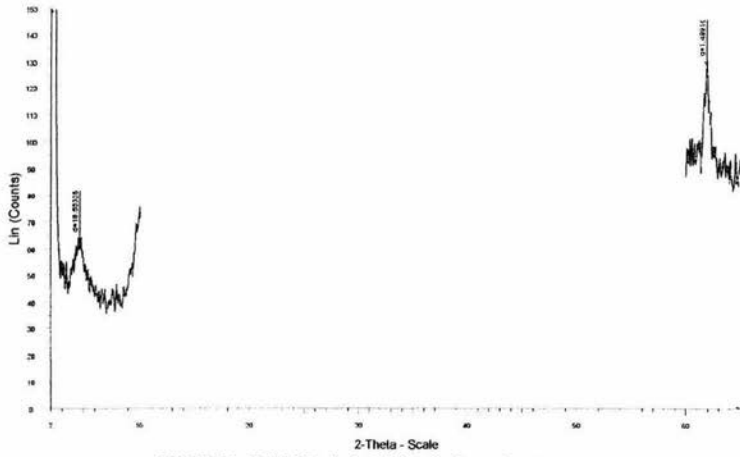


**EXFOLIADA**

**UDMA-MMT-AAC11 3phr. Acetona**

**UDMA-MMT-C10 5phr. Acetona****UDMA-MMT-C12 5phr. Acetona**





**UDMA-MMT-AAC11 5phr. Acetona**

**C. HOJAS DE SEGURIDAD****1. CANFOROQUINONA, CQ.**

Sigma-Aldrich Química, S.A. de C.V.  
Calle 6 Norte No. 107  
Parque Industrial Toluca 2000  
50200 Toluca, Mexico  
Tel. 01-800-007-5300  
Fax. 01-800-712-9920  
e-mail [mexico@sial.com](mailto:mexico@sial.com)

**SECCION 1. IDENTIFICACION DEL PRODUCTO QUIMICO**

NUMERO DE CATALOGO: 21325

DENOMINACION: **(+/-)-CAMPHORQUINONE****SECCION 2. COMPOSICION E INFORMACION SOBRE LOS INGREDIENTES**

CAS #: 10373-78-1

MF: C10H14O2

NO. CEE:233-814-1

**SECCION 3. IDENTIFICACION DE RIESGOS**

DATOS NO DISPONIBLES

**SECCION 4. MEDIDAS DE PRIMEROS AUXILIOS**

EN CASO DE CONTACTO, ENJUAGAR INMEDIATAMENTE LOS OJOS CON ABUNDANTE CANTIDAD DE AGUA DURANTE 15 MINUTOS POR LO MENOS.

EN CASO DE CONTACTO, LAVAR INMEDIATAMENTE LA PIEL CON JABON Y ABUNDANTE CANTIDAD DE AGUA.

EN CASO DE INHALACION, SACAR AL SUJETO AL AIRE LIBRE. SI NO RESPIRA, ADMINISTRAR RESPIRACION ARTIFICIAL. SI RESPIRA CON DIFICULTAD, ADMINISTRAR OXIGENO.

EN CASO DE INGESTION, LAVAR LA BOCA CON AGUA SI EL SUJETO ESTA CONSCIENTE. LLAMAR AL MEDICO.

LAVAR LA ROPA CONTAMINADA ANTES DE VOLVERLA A USAR.

**SECCION 5. MEDIDAS CONTRA INCENDIOS**

MEDIOS DE EXTINCION

AGUA PULVERIZADA.

DIOXIDO DE CARBONO, POLVO QUIMICO SECO O ESPUMA APROPIADA.

PROCEDIMIENTOS ESPECIALES PARA LA LUCHA CONTRA INCENDIOS

USAR UN APARATO RESPIRATORIO AUTONOMO Y ROPA PROTECTORA PARA EVITAR EL CONTACTO CON LA PIEL Y LOS OJOS.



PELIGROS DE INCENDIO Y EXPLOSIONES EXCEPCIONALES

EMITE HUMOS TOXICOS EN CASO DE INCENDIO.

SECCION 6. MEDIDAS A ADOPTAR EN CASO DE EMISIONES  
ACCIDENTALES

USAR UN APARATO RESPIRATORIO AUTONOMO, GAFAS PROTECTORAS  
CONTRA PRODUCTOS QUIMICOS, BOTAS DE GOMA Y GUANTES DE

GOMA

FUERTES.

BARRER, METER EN UNA BOLSA Y CONSERVAR PARA SU POSTERIOR  
ELIMINACION.

EVITAR EL LEVANTAMIENTO DE POLVO.

VENTILAR EL LOCAL Y LAVAR EL LUGAR DONDE SE HAYA DERRAMADO  
EL PRODUCTO UNA VEZ RETIRADO POR COMPLETO.

SECCION 7. MANIPULACION Y ALMACENAMIENTO

CONSULTAR LA SECCION 8.

SECCION 8. PROCEDIMIENTOS DE CONTROL DE LA EXPOSICION Y  
PARA PROTECCION DE LAS PERSONAS

GAFAS PROTECTORAS CONTRA PRODUCTOS QUIMICOS.

GUANTES COMPATIBLES RESISTENTES A LOS PRODUCTOS QUIMICOS.

APARATO RESPIRADOR APROBADO POR NIOSH/MSHA (NATIONAL

INSTITUTE OF OCCUPATIONAL SAFETY AND HEALTH; INSTITUTO

NACIONAL DE HIGIENE Y SEGURIDAD EN EL TRABAJO/MINE SAFETY

HEALTH ACT; LEY SOBRE CONDICIONES SANITARIAS Y DE SEGURIDAD

EN LAS MINAS) DE LOS ESTADOS UNIDOS.

DUCHA DE SEGURIDAD Y BANO OCULAR.

ES OBLIGATORIO UN SISTEMA MECANICO DE ESCAPE DE HUMOS.

EVITAR LA INHALACION.

EVITAR EL CONTACTO CON LOS OJOS, LA PIEL O LA ROPA.

EVITAR LA EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA.

LAVARSE CUIDADOSAMENTE DESPUES DE LA MANIPULACION.

MANTENER HERMETICAMENTE CERRADO.

ALMACENAR EN LUGAR FRESCO Y SECO.

SECCION 9. PROPIEDADES FISICOQUIMICAS

ASPECTO Y OLOR

YELLOW POWDER

PROPIEDADES FISICAS

PUNTO DE FUSION: 197 TO 203C

SECCION 10. ESTABILIDAD Y REACTIVIDAD

INCOMPATIBILIDADES

AGENTES EXTREMADAMENTE OXIDANTES

PRODUCTOS PELIGROSOS DE COMBUSTION O DESCOMPOSICION

HUMOS TOXICOS DE:

MONOXIDO DE CARBONO, DIOXIDO DE CARBONO

SECCION 11. INFORMACION TOXICOLOGICA

EFECTOS AGUDOS

PUEDE SER NOCIVO EN CASO DE INHALACION, INGESTION O

ABSORCION POR LA PIEL.

PUEDE PROVOCAR IRRITACION.

SEGUN NUESTRAS INFORMACIONES, CREEMOS QUE NO SE HAN INVESTIGADO ADECUADAMENTE LAS PROPIEDADES QUIMICAS, FISICAS Y TOXICOLOGICAS.

SECCION 12. INFORMACION SOBRE EL IMPACTO AMBIENTAL

NO SE DISPONE TODAVIA DE DATOS

SECCION 13. CONSIDERACIONES RELATIVAS A LA ELIMINACION DE DESECHOS

DISOLVER O MEZCLAR EL PRODUCTO CON UN DISOLVENTE COMBUSTIBLE

Y QUEMARLO EN UN INCINERADOR APTO PARA PRODUCTOS QUIMICOS PROVISTO DE POSTQUEMADOR Y LAVADOR.

OBSERVAR TODOS LOS REGLAMENTOS ESTATALES Y LOCALES SOBRE LA

PROTECCION DEL MEDIO AMBIENTE.

SECCION 14. INFORMACION PARA EL TRANSPORTE

DIRIGIRSE A FLUKA CHEMICAL COMPANY PARA OBTENER INFORMACION

SECCION 15. INFORMACIONES REGLAMENTARIAS

DATOS NO DISPONIBLES

SECCION 16. OTRAS INFORMACIONES

LA INFORMACION INDICADA SE CONSIDERA CORRECTA PERO NO PRETENDE SER

LIMITATIVA Y DEBE UTILIZARSE UNICAMENTE COMO ORIENTACION.

SIGMA,

ALDRICH, FLUKA NO SERA RESPONSABLE DE DANOS O PERJUICIOS CONSECUENCIA

DE CUALQUIER MANIPULACION O CONTACTO CON EL PRODUCTO. VER OTROS

TERMINOS Y CONDICIONES DE VENTA AL DORSO DE LA FACTURA O DEL TALON DE

ENVASE.

COPYRIGHT SIGMA CHEMICAL CO., ALDRICH CHEMICAL CO., INC., FLUKA CHEMIE AG., 1998. SE AUTORIZA LA REPRODUCCION DE UN

NUMERO

ILIMITADO DE COPIAS DE PAPEL PARA USO EXCLUSIVAMENTE INTERNO.

## 2. DIURETANO DIMETACRILATO, UDMA

Sigma-Aldrich Química, S.A. de C.V.  
Calle 6 Norte No. 107  
Parque Industrial Toluca 2000  
50200 Toluca, Mexico  
Tel. 01-800-007-5300  
Fax. 01-800-712-9920  
e-mail [mexico@sial.com](mailto:mexico@sial.com)

### SECCION 1. IDENTIFICACION DEL PRODUCTO QUIMICO

NUMERO DE CATALOGO: 436909

DENOMINACION: **DIURETHANE DIMETHACRYLATE, MIXTURE OF ISOMERS**

### SECCION 2. COMPOSICION E INFORMACION SOBRE LOS INGREDIENTES

CAS #: 72869-86-4

MF: C23H38N2O8

NO. CEE:276-957-5

### SECCION 3. IDENTIFICACION DE RIESGOS

PRECAUCIONES QUE DEBEN INDICARSE EN LA ETIQUETA

POSIBLE RIESGO DE EFECTOS IRREVERSIBLES.

POSIBLE CANCERIGENO.

POSIBLE SENSIBILIZANTE.

USAR ROPA PROTECTORA ADECUADA.

### SECCION 4. MEDIDAS DE PRIMEROS AUXILIOS

EN CASO DE CONTACTO, ENJUAGAR INMEDIATAMENTE LOS OJOS CON ABUNDANTE CANTIDAD DE AGUA DURANTE 15 MINUTOS POR LO

MENOS.

EN CASO DE CONTACTO, LAVAR INMEDIATAMENTE LA PIEL CON JABON Y ABUNDANTE CANTIDAD DE AGUA.

EN CASO DE INHALACION, SACAR AL SUJETO AL AIRE LIBRE. SI NO RESPIRA, ADMINISTRAR RESPIRACION ARTIFICIAL. SI RESPIRA CON DIFICULTAD, ADMINISTRAR OXIGENO.

EN CASO DE INGESTION, LAVAR LA BOCA CON AGUA SI EL SUJETO ESTA CONSCIENTE. LLAMAR AL MEDICO.

LAVAR LA ROPA CONTAMINADA ANTES DE VOLVERLA A USAR.

### SECCION 5. MEDIDAS CONTRA INCENDIOS

MEDIOS DE EXTINCION

AGUA PULVERIZADA.

DIOXIDO DE CARBONO, POLVO QUIMICO SECO O ESPUMA APROPIADA.

PROCEDIMIENTOS ESPECIALES PARA LA LUCHA CONTRA INCENDIOS

USAR UN APARATO RESPIRATORIO AUTONOMO Y ROPA PROTECTORA PARA EVITAR EL CONTACTO CON LA PIEL Y LOS OJOS.

PELIGROS DE INCENDIO Y EXPLOSIONES EXCEPCIONALES  
EMITE HUMOS TOXICOS EN CASO DE INCENDIO.

SECCION 6. MEDIDAS A ADOPTAR EN CASO DE EMISIONES  
ACCIDENTALES

USAR UN APARATO RESPIRATORIO AUTONOMO, GAFAS PROTECTORAS  
CONTRA PRODUCTOS QUIMICOS, BOTAS DE GOMA Y GUANTES DE  
GOMA

FUERTES.

EVITAR TODO CONTACTO.

ABSORBER CON ARENA O VERMICULITA Y COLOCAR EN RECIPIENTES  
CERRADOS PARA ELIMINACION.

VENTILAR EL LOCAL Y LAVAR EL LUGAR DONDE SE HAYA DERRAMADO  
EL PRODUCTO UNA VEZ RETIRADO POR COMPLETO.

SECCION 7. MANIPULACION Y ALMACENAMIENTO

CONSULTAR LA SECCION 8.

INFORMACION ADICIONAL

NO LLENAR EL RECIPIENTE HASTA ARRIBA. ABRIR EL RECIPIENTE  
PERIODICAMENTE PARA PERMITIR EL CONTACTO CON EL AIRE.

DESPUES DE LA EXPIRACION DEL PERIODO MAXIMO DE  
ALMACENAMIENTO, PUEDE PRODUCIRSE POLIMERIZACION

ESPONTANEA.

SECCION 8. PROCEDIMIENTOS DE CONTROL DE LA EXPOSICION Y  
PARA PROTECCION DE LAS PERSONAS

USAR UN APARATO RESPIRADOR ADECUADO, APROBADO POR  
NIOSH/MSHA (NATIONAL INSTITUTE OF OCCUPATIONAL SAFETY AND  
HEALTH; INSTITUTO NACIONAL DE HIGIENE Y SEGURIDAD EN EL  
TRABAJO/MINE SAFETY HEALTH ACT; LEY SOBRE CONDICIONES  
SANITARIAS Y DE SEGURIDAD EN LAS MINAS) DE LOS ESTADOS  
UNIDOS, GUANTES RESISTENTES A LOS PRODUCTOS QUIMICOS, GAFAS  
DE SEGURIDAD Y OTRAS PRENDAS PROTECTORAS.

UTILIZAR SOLAMENTE DENTRO DE UNA CABINA DE HUMOS QUIMICA.  
DUCHA DE SEGURIDAD Y BANO OCULAR.

NO INHALAR EL VAPOR.

NO PERMITIR EL CONTACTO CON LOS OJOS, LA PIEL O LA ROPA.  
LAVARSE CUIDADOSAMENTE DESPUES DE LA MANIPULACION.

POSIBLE SENSIBILIZANTE.

POSIBLE CANCERIGENO.

MANTENER HERMETICAMENTE CERRADO.

ALMACENAR EN LUGAR FRESCO Y SECO.

SECCION 9. PROPIEDADES FISICOQUIMICAS

PROPIEDADES FISICAS

PUNTO DE EBULLICION: 200 C

TEMPERATURA DE INFLAMABIL >230

109C

PESO ESPECIFICO: 1.110

SECCION 10. ESTABILIDAD Y REACTIVIDAD

ESTABILIDAD

ESTABLE.

CONDICIONES QUE DEBEN EVITARSE

CALOR

INICIADORES DE RADICALES LIBRES.

LUZ SOLAR DIRECTA.

INCOMPATIBILIDADES

AGENTES OXIDANTES

AGENTES REDUCTORES

INICIADORES DE RADICALES LIBRES.

AGENTES EXTREMADAMENTE OXIDANTES

SENSIBLE A LA LUZ.

SENSIBLE AL CALOR.

PRODUCTOS PELIGROSOS DE COMBUSTION O DESCOMPOSICION

HUMOS TOXICOS DE:

MONOXIDO DE CARBONO, DIOXIDO DE CARBONO

POLIMERIZACION PELIGROSA.

PUEDE PRODUCIRSE.

CONDICIONES QUE DEBEN EVITARSE

PERDIDA DE INHIBIDOR.

CALOR

INICIADORES DE RADICALES LIBRES.

PUEDE POLIMERIZARSE AL EXPONERSE A LA LUZ.

SECCION 11. INFORMACION TOXICOLOGICA

EFFECTOS AGUDOS

PUEDE SER NOCIVO EN CASO DE INHALACION, INGESTION O

ABSORCION POR LA PIEL.

PUEDE PROVOCAR IRRITACION DE LOS OJOS.

PUEDE PROVOCAR IRRITACION DE LA PIEL.

EL PRODUCTO PUEDE SER IRRITANTE PARA LAS MEMBRANAS

MUCOSAS

Y EL TRACTO RESPIRATORIO SUPERIOR.

PUEDE PROVOCAR REACCION ALERGICA DE LA PIEL.

EFFECTOS CRONICOS

POSIBLE CANCERIGENO.

SEGUN NUESTRAS INFORMACIONES, CREEMOS QUE NO SE HAN

INVESTIGADO ADECUADAMENTE LAS PROPIEDADES QUIMICAS, FISICAS

Y TOXICOLOGICAS.

INFORMACION ADICIONAL

ORL-RAT LD50:>5000 MG/KG

DATOS DEL REGISTRO R.T.E.C.S. (REGISTRY OF TOXIC EFFECTS OF

CHEMICAL SUBSTANCES; REGISTRO DE EFECTOS TOXICOS DE

SUSTANCIAS QUIMICAS). PARA MAYOR INFORMACION, REFERIRSE A

LA FICHA CORRESPONDIENTE DEL REGISTRO.

SECCION 12. INFORMACION SOBRE EL IMPACTO AMBIENTAL

NO SE DISPONE TODAVIA DE DATOS

SECCION 13. CONSIDERACIONES RELATIVAS A LA ELIMINACION DE

DESECHOS

DISOLVER O MEZCLAR EL PRODUCTO CON UN DISOLVENTE  
COMBUSTIBLE  
Y QUEMARLO EN UN INCINERADOR APTO PARA PRODUCTOS QUIMICOS  
PROVISTO DE POSTQUEMADOR Y LAVADOR.

OBSERVAR TODOS LOS REGLAMENTOS ESTATALES Y LOCALES SOBRE  
LA

PROTECCION DEL MEDIO AMBIENTE.

SECCION 14. INFORMACION PARA EL TRANSPORTE

DIRIGIRSE A ALDRICH CHEMICAL COMPANY PARA OBTENER

SECCION 15. INFORMACIONES REGLAMENTARIAS

INFORMACION PARA EUROPA

R 40

POSIBLE RIESGO DE EFECTOS IRREVERSIBLES.

S 36

USAR ROPA PROTECTORA ADECUADA.

SECCION 16. OTRAS INFORMACIONES

LA INFORMACION INDICADA SE CONSIDERA CORRECTA PERO NO  
PRETENDE SER

LIMITATIVA Y DEBE UTILIZARSE UNICAMENTE COMO ORIENTACION.

SIGMA,

ALDRICH, FLUKA NO SERA RESPONSABLE DE DANOS O PERJUICIOS  
CONSECUENCIA

DE CUALQUIER MANIPULACION O CONTACTO CON EL PRODUCTO. VER  
OTROS

TERMINOS Y CONDICIONES DE VENTA AL DORSO DE LA FACTURA O  
DEL TALON DE

ENVASE.

COPYRIGHT SIGMA CHEMICAL CO., ALDRICH CHEMICAL CO., INC.,

FLUKA CHEMIE AG., 1998. SE AUTORIZA LA REPRODUCCION DE UN

NUMERO

ILIMITADO DE COPIAS DE PAPEL PARA USO EXCLUSIVAMENTE  
INTERNO.

**3. 2-N,N'DIMETILAMINOETILMETACRILATO, DMAEMA**

Sigma-Aldrich Química, S.A. de C.V.  
Calle 6 Norte No. 107  
Parque Industrial Toluca 2000  
50200 Toluca, Mexico  
Tel. 01-800-007-5300  
Fax. 01-800-712-9920  
e-mail [mexico@sial.com](mailto:mexico@sial.com)

**SECCION 1. IDENTIFICACION DEL PRODUCTO QUIMICO**

NUMERO DE CATALOGO: 234907

DENOMINACION: **2-(DIMETHYLAMINO)ETHYL METHACRYLATE, 98%****SECCION 2. COMPOSICION E INFORMACION SOBRE LOS INGREDIENTES**

CAS #: 2867-47-2

MF: C8H15NO2

NO. CEE:220-688-8

**SINONIMOS**

AGEFLEX FM-1 \* 2-DIMETHYLAMINOETHYLESTER KYSELINY  
METHAKRYLOVE (CZECH)

\* BETA-DIMETHYLAMINOETHYL METHACRYLATE \* N,N-  
DIMETHYLAMINOETHYL

METHACRYLATE \* 2-DIMETHYLAMINOETHYL METHACRYLATE \* 2-  
(DIMETHYLAMINO)

ETHYL METHACRYLATE \* ETHANOL, 2-(DIMETHYLAMINO)-,  
METHACRYLATE \* USAF

RH-3 \*

**SECCION 3. IDENTIFICACION DE RIESGOS****PRECAUCIONES QUE DEBEN INDICARSE EN LA ETIQUETA**

CORROSIVO

PROVOCA QUEMADURAS.

PERJUDICIAL EN CASO DE INHALACION, CONTACTO CON LA PIEL O  
INGESTION.

LACRIMOGENO.

POSIBLE SENSIBILIZANTE.

COMBUSTIBLE.

EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS, ENJUAGAR INMEDIATAMENTE  
CON ABUNDANTE AGUA Y CONSULTAR AL MEDICO.DESPOJARSE INMEDIATAMENTE DE TODAS LAS PRENDAS  
CONTAMINADAS.USAR ROPA PROTECTORA, GUANTES Y PROTECCIONES PARA LA CARA  
Y LOS OJOS ADECUADOS.

**SECCION 4. MEDIDAS DE PRIMEROS AUXILIOS**

EN CASO DE CONTACTO, ENJUAGAR INMEDIATAMENTE LOS OJOS O LA PIEL CON ABUNDANTES CANTIDADES DE AGUA DURANTE 15 MINUTOS POR LO MENOS, Y QUITAR AL MISMO TIEMPO LA ROPA Y CALZADO CONTAMINADOS.

EN CASO DE INHALACION, SACAR AL SUJETO AL AIRE LIBRE. SI NO RESPIRA, ADMINISTRAR RESPIRACION ARTIFICIAL. SI RESPIRA CON DIFICULTAD, ADMINISTRAR OXIGENO.

EN CASO DE INGESTION, LAVAR LA BOCA CON AGUA SI EL SUJETO ESTA CONSCIENTE. LLAMAR AL MEDICO.

LAVAR LA ROPA CONTAMINADA ANTES DE VOLVERLA A USAR.

**SECCION 5. MEDIDAS CONTRA INCENDIOS**

**MEDIOS DE EXTINCION**

AGUA PULVERIZADA.

DIOXIDO DE CARBONO, POLVO QUIMICO SECO O ESPUMA APROPIADA.

**PROCEDIMIENTOS ESPECIALES PARA LA LUCHA CONTRA INCENDIOS**

USAR UN APARATO RESPIRATORIO AUTONOMO Y ROPA PROTECTORA PARA EVITAR EL CONTACTO CON LA PIEL Y LOS OJOS.

UTILIZAR AGUA PULVERIZADA PARA ENFRIAR LOS RECIPIENTES EXPUESTOS AL FUEGO.

COMBUSTIBLE.

**PELIGROS DE INCENDIO Y EXPLOSIONES EXCEPCIONALES**

EMITE HUMOS TOXICOS EN CASO DE INCENDIO.

LOS RECIPIENTES EXPUESTOS AL FUEGO PUEDEN EXPLOTAR.

**SECCION 6. MEDIDAS A ADOPTAR EN CASO DE EMISIONES**

**ACCIDENTALES**

EVACUAR LA ZONA.

USAR UN APARATO RESPIRATORIO AUTONOMO, BOTAS DE GOMA Y GUANTES DE GOMA FUERTES.

ABSORBER CON ARENA O VERMICULITA Y COLOCAR EN RECIPIENTES CERRADOS PARA ELIMINACION.

VENTILAR EL LOCAL Y LAVAR EL LUGAR DONDE SE HAYA DERRAMADO EL PRODUCTO UNA VEZ RETIRADO POR COMPLETO.

**SECCION 7. MANIPULACION Y ALMACENAMIENTO**

CONSULTAR LA SECCION 8.

**INFORMACION ADICIONAL**

INHIBIDO POR 2000 PPM DE MONOMETILETER DE HIDROQUINONA (MEHQ). NO ALMACENAR EN ATMOSFERA INERTE.

**SECCION 8. PROCEDIMIENTOS DE CONTROL DE LA EXPOSICION Y PARA PROTECCION DE LAS PERSONAS**

USAR UN APARATO RESPIRADOR ADECUADO, APROBADO POR NIOSH/MSHA (NATIONAL INSTITUTE OF OCCUPATIONAL SAFETY AND HEALTH; INSTITUTO NACIONAL DE HIGIENE Y SEGURIDAD EN EL TRABAJO/MINE SAFETY HEALTH ACT; LEY SOBRE CONDICIONES SANITARIAS Y DE SEGURIDAD EN LAS MINAS) DE LOS ESTADOS UNIDOS, GUANTES RESISTENTES A LOS PRODUCTOS QUIMICOS, GAFAS DE SEGURIDAD Y OTRAS PRENDAS PROTECTORAS.



UTILIZAR SOLAMENTE DENTRO DE UNA CABINA DE HUMOS QUIMICA.  
DUCHA DE SEGURIDAD Y BANO OCULAR.

NO INHALAR EL VAPOR.

NO PERMITIR EL CONTACTO CON LOS OJOS, LA PIEL O LA ROPA.

EVITAR LA EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA.

LAVARSE CUIDADOSAMENTE DESPUES DE LA MANIPULACION.

TOXICO.

CORROSIVO.

LACRIMOGENO.

POSIBLE SENSIBILIZANTE.

MANTENER HERMETICAMENTE CERRADO.

MANTENER ALEJADO DEL CALOR Y LLAMAS DESNUDAS.

SENSIBLE AL CALOR Y A LA LUZ.

SENSIBLE A LA HUMEDAD.

REFRIGERAR.

#### SECCION 9. PROPIEDADES FISICOQUIMICAS

ASPECTO Y OLOR

COLORLESS LIQUID

PROPIEDADES FISICAS

PUNTO DE EBULLICION: 182 C TO 192 C

TEMPERATURA DE INFLAMABIL 159 F

70C

LIMITES DE EXPLOSION EN AIRE AMBIENTE:

INFERIOR 1.2%

PRESION DE VAPOR: <1MM 25 C

PESO ESPECIFICO: 0.933

DENSIDAD DE VAPOR: 5.4

#### SECCION 10. ESTABILIDAD Y REACTIVIDAD

INCOMPATIBILIDADES

ACIDOS FUERTES

BASES FUERTES

AGENTES EXTREMADAMENTE OXIDANTES

AGENTES EXTREMADAMENTE REDUCTORES

ALMACENAR FUERA DE CONTACTO CON CALOR Y LUZ SOLAR DIRECTA.

PUEDE DESCOMPONERSE AL EXPONERSE AL AIRE HUMEDO O AL

AGUA.

PUEDE AUTOPOLIMERIZARSE.

SENSIBLE A LA LUZ.

PRODUCTOS PELIGROSOS DE COMBUSTION O DESCOMPOSICION

LA DESCOMPOSICION TERMICA PUEDE GENERAR MONOXIDO DE

CARBONO, DIOXIDO DE CARBONO Y OXIDOS DE NITROGENO.

#### SECCION 11. INFORMACION TOXICOLOGICA

EFFECTOS AGUDOS

PELIGROSO EN CASO DE INGESTION, INHALACION O ABSORCION A

TRAVES DE LA PIEL.

EL PRODUCTO CAUSA SEVERA DESTRUCCION DE LOS TEJIDOS DE LAS  
MEMBRANAS

MUCOSAS, EL TRACTO RESPIRATORIO SUPERIOR, LOS OJOS Y LA PIEL.

LA INHALACION PUEDE RESULTAR EN ESPASMOS, INFLAMACION Y EDEMA DE LA LARINGE Y LOS BRONQUIOS, NEUMONITIS QUIMICA Y EDEMA PULMONAR.

ENTRE LOS SINTOMAS DE EXPOSICION PUEDEN FIGURAR QUEMAZON, TOS, SIBILANCIA, LARINGITIS, RESPIRACION JADEANTE, CEFALEA, NAUSEAS Y VOMITOS.

LA EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA PUEDE PROVOCAR REACCIONES ALERGICAS EN ALGUNOS SUJETOS SENSIBLES. SEGUN NUESTRAS INFORMACIONES, CREEMOS QUE NO SE HAN INVESTIGADO ADECUADAMENTE LAS PROPIEDADES QUIMICAS, FISICAS Y TOXICOLOGICAS.

RTECS #: OZ4200000

METHACRYLIC ACID, 2-(DIMETHYLAMINO)ETHYL ESTER

DATOS SOBRE TOXICIDAD

ORL-RAT LD50:1751 MG/KG	85GMAT -,55,1982
IHL-RAT LC50:620 MG/M3/4H	85GMAT -,55,1982
IHL-MUS LC50:1800 MG/M3/2H	85GMAT -,55,1982
IPR-MUS LD50:25 MG/KG	NTIS** AD277-689

DATOS DEL REGISTRO R.T.E.C.S. (REGISTRY OF TOXIC EFFECTS OF CHEMICAL SUBSTANCES; REGISTRO DE EFECTOS TOXICOS DE SUSTANCIAS QUIMICAS). PARA MAYOR INFORMACION, REFERIRSE A LA FICHA CORRESPONDIENTE DEL REGISTRO.

SECCION 12. INFORMACION SOBRE EL IMPACTO AMBIENTAL

NO SE DISPONE TODAVIA DE DATOS

SECCION 13. CONSIDERACIONES RELATIVAS A LA ELIMINACION DE DESECHOS

ESTE PRODUCTO COMBUSTIBLE PUEDE QUEMARSE EN UN INCINERADOR

APTO PARA PRODUCTOS QUIMICOS PROVISTO DE POSTQUEMADOR Y LAVADOR.

OBSERVAR TODOS LOS REGLAMENTOS ESTATALES Y LOCALES SOBRE LA

PROTECCION DEL MEDIO AMBIENTE.

SECCION 14. INFORMACION PARA EL TRANSPORTE

DIRIGIRSE A ALDRICH CHEMICAL COMPANY PARA OBTENER

SECCION 15. INFORMACIONES REGLAMENTARIAS

INFORMACION PARA EUROPA

NO. DE INDICE CE:607-132-00-3

CORROSIVO

R 21/22

PERJUDICIAL EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL O DE INGESTION.

R 36/38

IRRITANTE PARA LOS OJOS Y LA PIEL.

R 43

PUEDA PROVOCAR SENSIBILIZACION EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL.

S 26

EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS, ENJUAGAR INMEDIATAMENTE CON ABUNDANTE AGUA Y CONSULTAR AL MEDICO.

S 28

EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL, LAVAR INMEDIATAMENTE CON ABUNDANTE AGUA.

REVISIONES, NORMAS Y REGLAMENTACIONES

OEL=MAK

NOHS 1974: HZD A1344; NIS 15; TNF 438; NOS 18; TNE 3056

NOES 1983: HZD A1344; NIS 3; TNF 129; NOS 4; TNE 10637; TFE 429

EPA TSCA SECTION 8(B) CHEMICAL INVENTORY

EPA TSCA 8(A) PRELIMINARY ASSESSMENT INFORMATION, FINAL RULE

FEREAC 47,26992,82

EPA TSCA TEST SUBMISSION (TSCATS) DATA BASE, DECEMBER 1998

SECCION 16. OTRAS INFORMACIONES

LA INFORMACION INDICADA SE CONSIDERA CORRECTA PERO NO PRETENDE SER

LIMITATIVA Y DEBE UTILIZARSE UNICAMENTE COMO ORIENTACION.

SIGMA,

ALDRICH, FLUKA NO SERA RESPONSABLE DE DANOS O PERJUICIOS

CONSECUENCIA

DE CUALQUIER MANIPULACION O CONTACTO CON EL PRODUCTO. VER

OTROS

TERMINOS Y CONDICIONES DE VENTA AL DORSO DE LA FACTURA O DEL TALON DE

ENVASE.

COPYRIGHT SIGMA CHEMICAL CO., ALDRICH CHEMICAL CO., INC.,

FLUKA CHEMIE AG., 1998. SE AUTORIZA LA REPRODUCCION DE UN

NUMERO

ILIMITADO DE COPIAS DE PAPEL PARA USO EXCLUSIVAMENTE INTERNO.

**D. ABREVIATURAS**

**AAC11.** ácido aminoundecanoico  $\text{HOOC}-(\text{CH}_2)_{10}-\text{NH}_2$

**Bis-GMA.** 2,2-bis [p-(2'-hidroxi-3'-metacriloxipropoxi)fenil]propano.

**C10.** decilamina  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_9-\text{NH}_2$

**C12.** dodecilamina  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{11}-\text{NH}_2$

**C14.** tetradecilamina  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{13}-\text{NH}_2$

**C18.** octadecilamina  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{17}-\text{NH}_2$

**CEC.** capacidad de intercambio catiónico (Cation Exchange Capacity).

**CQ.** canforoquinona.

**DMAEMA.** dimetilaminoetilmetacrilato.

**meq.** miliequivalentes.

**MMT.** Montmorillonita.

**MMT-C10.** montmorillonato de decilamonio

**MMT-C12.** montmorillonato de dodecilamonio

**MMT-C14.** montmorillonato de tetradecilamonio

**MMT-C18.** montmorillonato de octadecilamonio

**MMT-AAC11.** montmorillonato de 10-carboxiundecilamonio

**nm.** nanómetros.

**phr.** partes por cien de resina (pcr), (per hundred resin).

**TUS .** Take-Up System. Jalador

**TEGDMA.** trietilenglicol dimetacrilato.

**TEM.** Microscopía Electrónica de Transmisión.

**UDMA.** dimetacrilato de Uretano / 1,6-bis[ metacrililoioxietoxicarbonil amino] 2,4,4-trimetil hexano.

**XRD.** difracción de rayos X (X-Ray Diffraction).