



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**NANOCOMPUESTOS:
OBTENCIÓN y CARACTERIZACIÓN DE MEZCLAS DE
POLIPROPILENO-MONTMORILLONITA**

TESIS MANCOMUNADA

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO**

PRESENTAN

Arroyo Crivelli Israel
Torres González Diego Fernando



MÉXICO, D.F.

AÑO 2005



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

JURADO

Presidente	Prof:	Uresti Maldonado Marco Antonio
Vocal	Profa:	Téllez Ortiz Minerva Estela
Secretario	Prof:	Pérez Ramírez José Guadalupe
1er Suplente	Prof:	Valenzuela Monjarás Raúl Alejandro
2do Suplente	Prof:	Vivaldo Lima Eduardo

Lugar donde se desarrolló este trabajo:

Departamento de Polímeros de la Facultad de Química
Laboratorio 324, Conjunto D.

Asesor del Tema:

M en C Marco Antonio Uresti Maldonado



Firma

Supervisor Técnico:

Dr. Antonio Sánchez



Firma

Sustentantes:

Arroyo Crivelli Israel



Firma

Torres González Diego Fernando



Firma

A la UNAM y todo lo que significa gracias por permitirnos ser parte de su inmensidad y diversidad. Siempre estaremos orgullosos de ser Universitarios.

A los profesores de la Facultad de Química, gracias por intentar hacer de nosotros profesionistas con criterio, conocimientos y ética.

A las generaciones 96, 97 y 98 por vivir con nosotros una de las mejores etapas de nuestra vida

Al Laboratorio de Polímeros, estudiantes, profesores y laboratorista gracias por el apoyo y el trabajo en equipo.

Al Doctor Antonio Sánchez y personal del Instituto de Materiales gracias por su tiempo, asesoría y las facilidades prestadas en la realización de esta tesis.

A todos los que contribuyeron en la consecución de este logro, gracias.

A Dios por permitirme llegar a esta meta planteada hace muchos años

A mis Padres Mario (Vader) Bertha (Jefa) porque me enseñaron que las cosas que valen en la vida son logradas con esfuerzo y trabajo, gracias a ustedes hoy puedo coronar este sueño y por estar conmigo siempre a pesar de todo. Los amo.

A mi Hermana Fanny (Virus), porque ha sido testigo de toda mi vida y porque me enseñó que la vida se vive en el presente. A mi hermano Ludwing (Harry dude) porque siempre me motiva a ser mejor y sus inolvidables ocurrencias. Y a Giselle la más pequeña, pero es la más especial. Este trabajo es para ellos y que la alegría que tengo hoy, los motive para que realicen sus sueños. Los quiero mucho.

A mi Familia: Abuelas, Tíos, Tías, Primos, les dedico este trabajo como un tributo a su extraordinaria compañía y momentos que hemos pasado. Gracias por su apoyo y son los mejores que alguien pueda tener.

A mi compañero, amigo y ahora colega Diego (Dude Anselmo) porque a pesar de todo lo logramos y hemos cumplido esta misión. Gracias.

Al Profesor Marco Uresti por la paciencia y todos los consejos gracias por permitirme trabajar con usted.

Para todas las Buenas Peras Club AC: Leo, Bart, Jefa, Mico, Buis, Checo, Papa, Felipe, Lila, Sandra, Ale, René, Joe, Chabela, Zorro, Gabo. Gracias por los momentos que siempre llevaré a donde vaya y sobre todo por compartir la experiencia de la universidad. Gracias hermanos.

Para toda la banda CU: Mike, Juana, Pablo, Enrique, Julio, Panchisto, Emmanuel, Omar. Gracias por ser los mejores compañeros de carrera y compartir esta parte de mi vida.

A mis amigas: La más bonita, La Jefa, Jess, Flor, Selene, Jacqueline, Mary, son las mejores, siempre han estado conmigo y son las que más me conocen. Gracias, las quiero.

A mis hermanos de la banda: Arturo, Juan, Rey, Román, Ricardo y Rubén. Gracias por enseñarme lo que no se aprende en la escuela o la casa, el sentido de la hermandad. Para todos ustedes con mucho cariño y agradecimiento por tantas experiencias y horas y horas de diversión.

A Toño que es como mi hermano, siempre ha estado conmigo y me ha enseñado el verdadero sentido de la amistad. Gracias totales por todo lo que hemos vivido.

A los que ya no están, Ponchín, mi Padrino Memo y mi tío Enrique. Esto es un pequeño homenaje por haber sido personas muy especiales para mí y sé que me cuidan desde arriba. Gracias.

Para Elizabeth, porque siempre me ha hecho ser una mejor persona y me motiva a ser mejor cada día. Siempre estaré contigo, en las buenas y en las malas. Te Amo.

Israel

A Dios gracias por la vida.

A mis padres gracias por la confianza y el ejemplo.

A mi hermana gracias por el optimismo y la alegría.

A mi abuela gracias por los recuerdos y vivencias.

A la familia gracias por la unión y respeto.

A Enrique, Julio, Emmanuel, Francisco y Toño
gracias por la amistad y el compañerismo

Al chino, la cabra y Jorge gracias por la hermandad y
la diversión.

A Ramón, Rubén y Erika gracias por la compañía y
los consejos

Al profesor Marco Uresti gracias por la guía y la
paciencia

A todos aquellos que han formado parte de mi vida
gracias por cada momento y enseñanza.

A Israel gracias por la complicidad y esta realidad.

A Elena gracias por el amor y el futuro.

De corazón.
Diego

ÍNDICE

ABREVIATURAS Y SÍMBOLOS.....	3
INTRODUCCIÓN.....	4
HIPÓTESIS.....	7
1. OBJETIVO y ALCANCE.....	7
2. ANTECEDENTES.....	8
2.1 NANOCOMPUESTOS.....	8
2.1.1 NANOCOMPUESTOS CON POLÍMEROS.....	8
2.1.2 ARCILLAS.....	11
2.1.2.1 DISPERSIÓN DE LA ARCILLA.....	15
2.1.2.2 INTERCALACIÓN DE LA ARCILLA.....	17
2.1.2.3 EXFOLIACIÓN DE LA ARCILLA.....	18
2.1.2.4 PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS.....	20
2.1.3 CARACTERIZACIÓN DE NANOCOMPUESTOS.....	21
2.1.3.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	22
2.1.3.2 MÉTODO DE DIFRACCIÓN DE POLVOS.....	24
2.1.3.3 ESQUEMAS GEOMÉTRICOS EN DIFRACTOMETRÍA DE RAYOS X.....	25
2.1.3.4 EL DIFRACTÓMETRO BRAGG-BRENTANO.....	27
2.1.3.5 OTROS MÉTODOS.....	30
2.2 PROPIEDADES MECÁNICAS.....	31
2.3 PRINCIPALES PROPIEDADES DE LOS NANOCOMPUESTOS.....	35
2.3.1 PROPIEDADES MECÁNICAS.....	35
2.3.2 PROPIEDADES TÉRMICAS Y RESISTENCIA A LA FLAMA.....	37
2.4 NANOCOMPUESTOS DE POLIPROPILENO-ARCILLA.....	38
2.4.1 POLIPROPILENO.....	38
2.4.2 GRUPO DE LA MONTMORILLONITA.....	42
2.4.3 FORMACIÓN DEL NANOCOMPUESTO.....	46
2.4.3.1 ESFUERZOS INICIALES.....	46

2.4.3.2 FORMACIÓN DE NANOCOMPUESTOS POR FUNCIONALIZACIÓN DE PP.....	47
2.4.3.3 DISMINUIR LAS INTERACCIONES ENTÁLPICAS ENTRE EL SURFACTANTE Y LA MONTMORILLONITA.....	48
3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	49
3.1 MATERIALES A UTILIZAR.....	49
3.2 PROCESAMIENTO DE PLÁSTICOS.....	51
3.3 EQUIPOS DE PROCESAMIENTO.....	57
3.4 PROCEDIMIENTO.....	58
3.4.1 ESTUDIOS EXPLORATORIOS.....	58
3.4.2 PROCESOS DE FORMACIÓN DE NANOCOMPUESTOS.....	59
3.4.3 DISEÑO DE EXPERIMENTO.....	67
3.4.4 PRUEBAS MECÁNICAS.....	72
3.4.5 DIFRACCIÓN DE RAYOS X (MÉTODO DE POLVOS).....	73
4. RESULTADOS Y ANÁLISIS.....	74
4.1 ENSAYO DE TENSIÓN.....	74
4.1.1 SISTEMA A: POLIPROPILENO-ARCILLA.....	75
4.1.2 SISTEMA C: POLIPROPILENO-AGENTE COMPATIBILIZANTE-ARCILLA.....	78
4.2 PATRONES DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	80
5. ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	86
6. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	89
7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	90
APÉNDICE A. GLOSARIO DE TÉRMINOS.....	96
APÉNDICE B. MANUALES DE OPERACIÓN DE EQUIPOS DE PROCESAMIENTO UTILIZADOS.....	99
APÉNDICE C. RESULTADOS COMPLETOS DE PRUEBAS MECÁNICAS.....	116
APÉNDICE D. ÍNDICE DE FIGURAS, TABLAS, GRÁFICAS Y DIAGRAMAS.....	131

INTRODUCCIÓN

Los polímeros pueden sufrir modificaciones en sus propiedades mediante el empleo de aditivos y cargas durante su procesamiento, lo que permite obtener materiales con propiedades físicas diferentes al material original.

Muchas de las modernas tecnologías requieren materiales con inusuales combinaciones de propiedades, que no pueden ser obtenidas y superadas por aleaciones convencionales de metales, cerámicas o materiales poliméricos. Esto es especialmente cierto para materiales que son necesarios para la aeronáutica, submarinos e industria del transporte en general. Por ejemplo, en los aviones se ha incrementado considerablemente la búsqueda de materiales estructurales que tengan menor densidad, que sean más fuertes, resistentes a la abrasión, impacto y tracción –mejores propiedades mecánicas– y que presenten además resistencia a la corrosión. Son muchas las especificaciones que se requieren de estos materiales. Comúnmente, los materiales resistentes son relativamente densos, y por otra parte, el incremento de ciertas propiedades mecánicas representa, en general, decremento en otras.

La combinación de propiedades de los materiales, han sido, y siguen siendo, muy estudiadas en el desarrollo de nuevos materiales. Generalmente, un material compuesto se hace de tal manera, que muestre una significativa proporción de propiedades de ambas fases constitutivas; de modo que, las propiedades del nuevo compuesto sean mejores a partir de la combinación de propiedades de las fases originales.

De acuerdo con este principio de acción combinada, se tendrán mejores propiedades tras la combinación forzada de dos o más materiales distintos.

Existen también en la naturaleza un número de compuestos con propiedades mejoradas. Por ejemplo, la madera es un cúmulo de fibras de celulosa fuertes y

flexibles acomodadas entre sí por una sustancia denominada lignina. Los huesos; por otra parte, son una combinación de la proteína colágeno y de un fuerte mineral denominado apatita.

En este contexto, un nanocompuesto es: "un material en multifase que es creado artificialmente". Las fases constitutivas deben ser químicamente distintas y separadas por una distinción de fases. De esta manera, las aleaciones metálicas y muchos tipos de cerámica no llenan esta definición porque sus múltiples fases se han formado como consecuencia de fenómenos naturales.

Un nanocompuesto es entonces una mezcla a escala nanométrica de moléculas de resinas y nanopartículas. Una nanopartícula es un material con al menos una de sus dimensiones nanométrica (1-100nm)¹.

Científicos e ingenieros han diseñado nuevos nanocompuestos, combinado ingeniosamente varios metales, cerámicas y polímeros para producir una nueva generación de materiales extraordinarios. Muchos de estos han sido creados para mejorar las combinaciones de características mecánicas como son: resistencia al impacto, a la tracción, esfuerzos a altas temperaturas y condiciones ambientales.

La mayoría de estos materiales se componen de solo dos fases. Una es denominada la matriz o fase continua, la cual es el soporte de la otra fase, denominada frecuentemente como, fase dispersa. Las propiedades de estos nanocompuestos son una función de las propiedades de las fases constitutivas, sus relativos incrementos y la geometría de la fase dispersa. Esta última significa la forma de la partícula, su tamaño, distribución y orientación.

Las dos rutas más convenientes para hacer nanocompuestos son: 1) la polimerización en un reactor y 2) la mezcla de las nanopartículas con el polímero

¹ Maul, P. PLASTIC NANOCOMPOSITES: THE CONCEPT GOES COMMERCIAL. Nanocor Inc. EUA 2001.

fundido. En el procedimiento que implica la polimerización, las nanopartículas se deben dispersar en el monómero u oligómero, esto se efectúa mezclando estos compuestos antes de la polimerización. El segundo procedimiento se lleva a cabo por la dosificación de las nanopartículas secas en el polímero fundido para su posterior inyección o extrusión, o ambas.¹

Con base en lo anterior se han establecido la hipótesis de trabajo y el siguiente objetivo:

HIPÓTESIS

Es posible la obtención de nanocompuestos ó materiales híbridos de polipropileno–arcilla, mediante mezclado directo con el polímero fundido, por extrusión.

1. OBJETIVO Y ALCANCE

Estudiar el efecto sobre las propiedades mecánicas –Módulo de Young y Resistencia a la Tensión– del polipropileno injertado con anhídrido maléico en mezclas de polipropileno/arcilla.

- Obtener nanocompuestos de polipropileno natural y polipropileno injertado con anhídrido maléico con arcillas Bentonita y Montmorillonita sódica a 1.5,3,6 y 9% p/p en relación al polímero.
- Evaluar las propiedades mecánicas –Módulo de Young y Resistencia a la Tensión–de los materiales obtenidos.

2. ANTECEDENTES

2.1 Nanocompuestos

Los materiales compuestos nanoestructurados 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. 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.

No obstante, hay una gran cantidad de nanopartículas que pueden utilizarse como cargas o refuerzos en matrices poliméricas.

2.1.1 Nanocompuestos con polímeros

Aunque es conocido desde hace tiempo que los polímeros pueden mezclarse con arcillas minerales modificadas apropiadamente, así como con arcillas sintéticas, el campo de los nanocompuestos formados por un polímero y un silicato ha tenido un gran auge recientemente.

El primer ejemplo de un nanocompuesto, fue desarrollado por el equipo de investigación de Toyota, y a partir de nylon-6 y montmorillonita, encontrando que, muy pequeñas cantidades de cargas inorgánicas resultan en mejoras importantes en las propiedades mecánicas y la resistencia térmica del material puro. Posteriormente Giannelis y colaboradores, encontraron que es posible mezclar polímeros con cargas sin la necesidad de tener que usar disolventes orgánicos. Desde entonces, la gran promesa que representa que estos compuestos tengan un gran uso en el ámbito industrial, ha motivado que se hayan llevado a cabo sinnúmero de investigaciones

con diferentes materiales, para mejorar sus propiedades, sobre todo mecánicas, mediante la nanodispersión de capas de silicato inorgánico. En los casos, donde se mejoran las propiedades mecánicas de los materiales, se ha comprobado que esto se debe a la estructura del nanocompuesto, lo que es aplicable a una gran variedad de polímeros. Al mismo tiempo se han encontrado mejoras en algunas propiedades que no pueden ser realizadas por métodos y aditivos convencionales, por ejemplo un retardante de flama de carácter general, así como mejoras dramáticas en propiedades de barrera.

Los nanocompuestos están ganando una gran aceptación en el mercado de los materiales plásticos. Estos compuestos poliméricos, están comenzando a hacerse notar en revestimientos de polipropileno (PP) y TPO's en automóviles, películas de empaque de nylon, tuberías de polietileno y recubrimiento de cables, etc.

Las aplicaciones en el mundo cotidiano aparecen de manera un poco lenta, en parte, por causa de la necesidad de hacer notar al consumidor la efectividad de los productos que contienen estos ingredientes. A pesar de estos problemas, la promesa que representan los nanocompuestos en virtud de las propiedades que presentan, no se ve disminuida.

La Tabla 1 ejemplifica algunos de los nanocompuestos desarrollados, las resinas que se incluyen son PP, TPO, EVA, policarbonato, acetal, entre otros. Las nanopartículas más usadas hasta ahora en estos compuestos son polvos vendidos por Nanocor y Southern Clay Products. Sin embargo, una nueva generación de nuevos nanomateriales (incluyendo sílicas nanoestructuradas, nanotubos de carbón, cerámicas nanofibrosas, etc.), sugieren impresionantes avances en el desarrollo de los nanocompuestos en los próximos años.¹

¹ Leaversuch, R. NANOCOMPOSITES BROADEN ROLES IN AUTOMOTIVE, BARRIER PACKAGING. Nanocor Inc. EUA 1996.

Tabla 1. Nanocompuestos comerciales y usos.

Proveedor	Resina	Carga	Mercado objetivo
Bayer AG	Nylon 6	Arcilla orgánica	Películas protectoras
Clariant	PP	Arcilla orgánica	Empaques
Creanova	Nylon 12	Nanotubes	Conducción eléctrica
GE Plastics	PPO/Nylon	Nanotubes	Partes de automóviles
Honeywell	Nylon 6	Arcilla orgánica	Propósitos múltiples
	Nylon de barrera	Arcilla orgánica	Envases y películas
Hyperion	PETG, PBT, PPS, PC, PP	Nanotubes	Conducción Eléctrica
Kabelwer Eupen of Belgium	EVA	Arcilla orgánica	Cable y alambre
Nanocor	Nylon 6	Arcilla orgánica	Propósitos múltiples
	PP	Arcilla orgánica	Moldeado
	Nylon MDX6	Arcilla orgánica	Botellas de cerveza de PET
Polymeric Supply	Poliéster insaturado	Arcilla orgánica	Transportación marítima
RTP	Nylon 6, PP	Arcilla orgánica	
Showa Denko	Nylon 6	Arcilla, mica	Retardante de flama
	Acetal	Arcilla, mica	Propósitos múltiples
Ube	Nylon 6, 12	Arcilla orgánica	Propósitos múltiples
	Nylon 6, 66	Arcilla orgánica	Sistemas automáticos de gasolina
Unitika	Nylon 6	Arcilla orgánica	Propósitos múltiples
Yantai Haili Ind. & Commerce of China	UHMWPE	Arcilla orgánica	Tubería resistente a temblores

General Motors anunció ya la primera parte automotriz en producción con un nanocompuesto oleofínico (nano-TPO).

La barrera más importante que se debe librar, es la producción en gran escala de manera confiable y barata, estos refuerzos hacen más competitivo el mercado.

Adicionalmente un gran número de nanocompuestos polímero/arcilla han sido y siguen siendo estudiados, tales como los formados por poliestireno², poliamidas³, poliimidas⁴, resinas epóxicas⁵ y polipropileno.

² Vaia, R. Jandt, K. Kramer, E. Giannelis, E. CHEM MATER 1996 No. 8. EUA. 1996.

³ Wu, Z. Zhou, C. Qi, R. Zhang, H. JOURNAL OF APPLIED POLYM SCI 2002 No. 83. EUA. 2002.

⁴ Tyan, H. Liu, Y. Wei, K. POLYMER 1999 No. 40. EUA 1999.

⁵ Frohlich, J. Toman, R. Mulhaupt, R. MACROMOLECULES 2003 No. 36. EUA 2003.

En síntesis los nanocompuestos basados en polímeros y arcillas inorgánicas han atraído el interés de grandes compañías y científicos a nivel mundial, debido a las importantes mejoras en sus propiedades térmicas y mecánicas a pequeñas cantidades de arcillas⁶.

2.1.2 Arcillas

El término arcilla se usa habitualmente con diferentes significados:

- Mineralógico: engloba a un grupo de minerales, filosilicatos en su mayor parte, cuyas propiedades fisicoquímicas dependen de su estructura y de su muy fino tamaño de partícula.
- Para un ceramista una arcilla es un material natural que cuando se mezcla con agua en la cantidad adecuada se convierte en una pasta plástica.
- Económico: Son un grupo de minerales industriales con diferentes características mineralógicas, con distintas propiedades tecnológicas y aplicaciones.

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 fisicoquímicas dependen de su estructura y de su tamaño de partícula. La definición en sí, de arcilla es "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"⁷ ..

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 las partes de automóviles o aviones y en otros componentes.

⁶ Chae, H. Lee, Y. Bae, J. Young, J. PREPARATION AND MECHANICAL PROPERTIES OF POLYPROPYLENE/CLAY NANOCOMPOSITES FOR AUTOMOTIVE PARTS APPLICATION. Journal of Applied Polymer Science No. 98. EUA 2005.

⁷ Betejin, A. CURSO DE MINERALOGÍA. Ed. Mir. Rusia 1970.

Las múltiples aplicaciones de las arcillas, se deben a que están constituidas por finas partículas que son un reflejo de la naturaleza de sus minerales. Estos minerales se forman, destruyen y se vuelven a constituir, siguiendo un largo ciclo geológico⁸.

Las propiedades de las arcillas son consecuencia de sus características estructurales. Las arcillas, al igual que el resto de los filosilicatos, presentan una estructura basada en el apilamiento de planos. Los átomos de Silicio, se unen a cuatro átomos de Oxígeno formando un tetraedro, cada átomo de Silicio tiene dos cargas negativas, por tanto las esquinas del tetraedro todavía tienen una carga negativa para enlazarse a otro átomo con carga positiva, abriendo la posibilidad de que se forme una cadena de tetraedros. Los grupos tetraédricos $(\text{SiO}_4)^{4-}$, se unen compartiendo tres de sus cuatro Oxígenos con otros vecinos, formando capas de extensión infinita y fórmula $(\text{Si}_2\text{O}_5)^{2-}$, que constituyen la unidad fundamental de los filosilicatos (Figura 1). El Silicio tetraédrico puede estar, en parte sustituido por Al^{3+} ó Fe^{3+} .

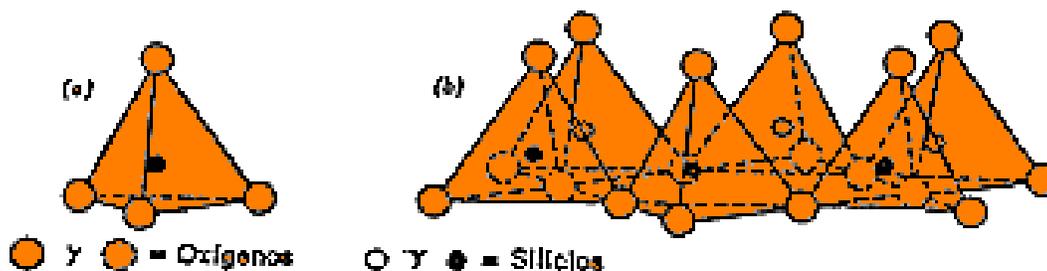


Figura 1. (a) Un tetraedro SiO_4 aislado y (b) Capa de tetraedros dispuestos en red hexagonal.

Los tetraedros, en el caso de los filosilicatos, comparten su vértice superior con un octaedro de coordinación, con Aluminio y/o Magnesio en el centro y Oxígeno y/o un grupo Hidroxilo en los seis vértices. Los octaedros son bipirámides con su plano ecuatorial cuadrado y todas sus caras triángulos equiláteros iguales.

⁸ Millot, G. LA ARCILLA. Ed. Labor. España 1976.

Estos octaedros se encuentran también descompensados eléctricamente (dos cargas positivas si el catión octaédrico es el Mg o tres si se trata de Al, frente a las 12 posibles cargas negativas que pueden aportar los seis vértices). Para neutralizarse se comparten entre sí sus vértices formando una capa de octaedros (Figura 2).

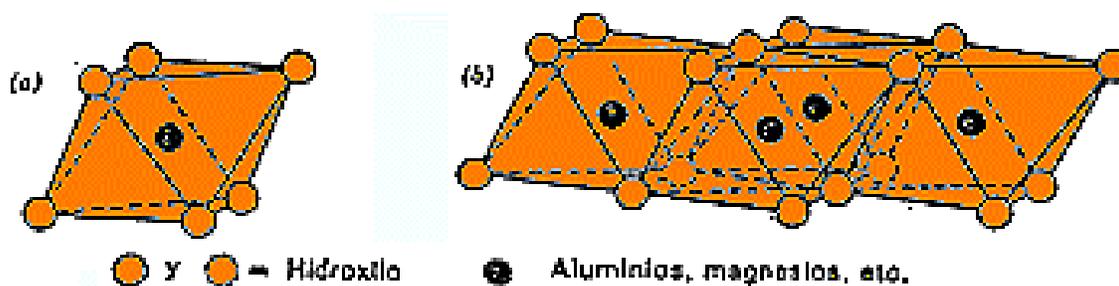


Figura 2. (a) Unidad octaédrica aislada, y (b) Hoja de unidades octaédricas.

Los filosilicatos pueden estar formados por dos capas: tetraédrica más octaédrica y se denominan bilaminares (1:1), o por tres capas: una octaédrica y dos tetraédricas, denominados trilaminares (2:1, Figura 3). A la unidad formada por la unión de una capa octaédrica más una o dos tetraédricas, se le denomina lámina. Esta estructura es eléctricamente neutra ya que todas las posiciones de la hoja tetraédrica se encuentran ocupadas por átomos de Silicio, mientras que todas las posiciones de la capa octaédrica contienen Aluminio. En algunos casos el Aluminio sustituye al Silicio parcialmente en la capa tetraédrica, o bien el Magnesio, o el Hierro sustituyen al Aluminio en la capa octaédrica. Estas diferencias de composición química hacen que las propiedades de cada arcilla mineral sean distintas.

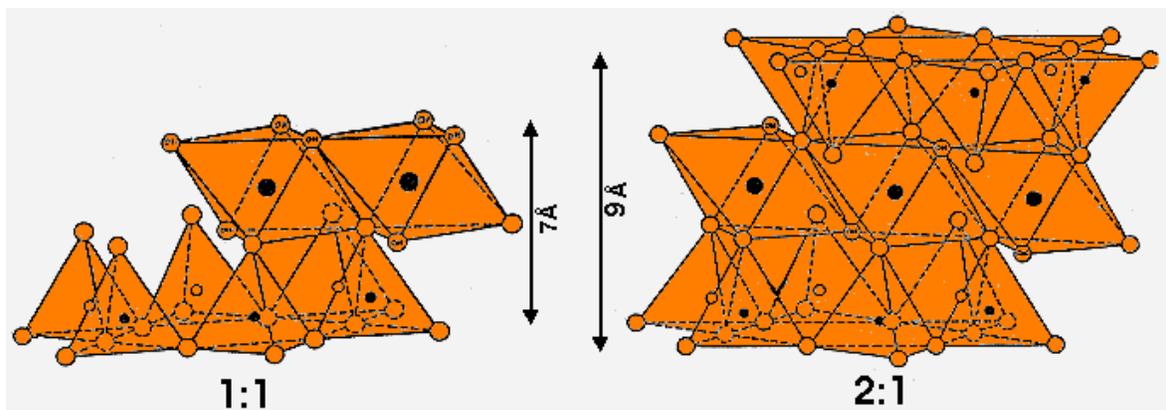


Figura 3. Estructuras bilaminar (1:1) y trilaminar (2:1) de los Filossilicatos.

En algunos filossilicatos las láminas no son eléctricamente neutras, debido a las sustituciones de unos cationes por otros de distinta carga. El balance de cargas se mantiene por la presencia en el espacio interlaminar (espacio existente entre dos láminas consecutivas) de cationes, cationes hidratados o de grupos hidroxilo coordinados octaédricamente.

La unidad formada por una lámina más la interlámina es la unidad estructural (Figura 4). Los cationes interlaminares más frecuentes son alcalinos (Na^+ y K^+) o alcalinotérreos (Ca^{2+} o Mg^{2+}).

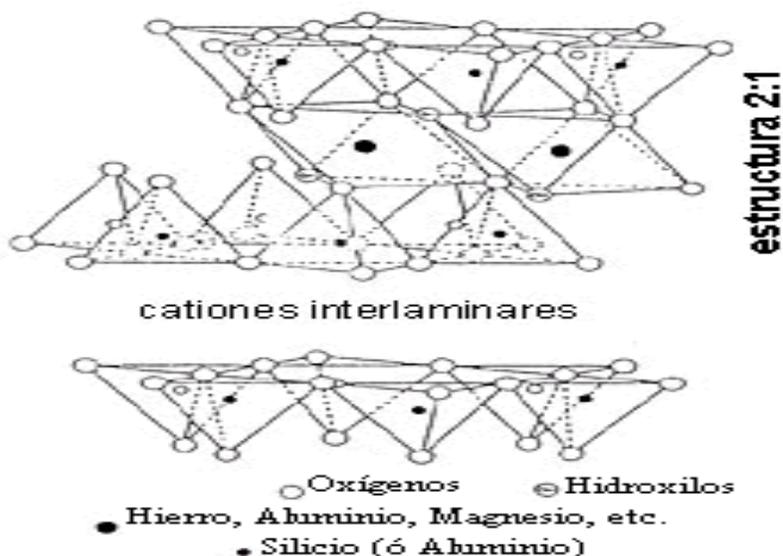


Figura 4. Unidad estructural de un filossilicato trilaminar (2:1)

Las fuerzas que unen las diferentes unidades estructurales son más débiles que las existentes entre los iones de una misma lámina, por ese motivo los filosilicatos tienen una clara dirección de exfoliación; paralela a las láminas.

Los filosilicatos se clasifican de forma general en bilaminares o trilaminares y dioctaédricos o trioctaédricos. El grupo de la montmorillonita(mmt) pertenece a la clasificación trilaminar dioctaédricos. La Tabla 2 muestra la clasificación general de los filosilicatos.

Tabla 2. Clasificación de los filosilicatos⁹.

	Dioctaédricos		Trioctaédricos	
Bilaminares (1:1)	CANDITAS	Caolinita	SERPENTITA	Antigorita
		Nacrita		Crisotilo
		Dichita		Lizardita
		Halloisita		Bertierina
Trilaminares (2:1)	Pirofilita		Talco	
	ESMECTITAS	Montmorillonita	ESMECTITAS	Saponita
		Beidellita		Hectorita
		Nontronita		
	Versiculitas		Vermiculitas	
	Illitas		MICAS	Biotita
	MICAS	Moscovita		Flogopita
		Paragonita		Lepidolita

2.1.2.1 Dispersión de la Arcilla

La dispersión de arcillas en una matriz polimérica puede dar como resultados la formación de tres tipos de materiales compuestos. El primero de ellos es el que contiene a la arcilla en forma de capas o láminas aglomeradas de la arcilla, sin intercalación (tactoides). Los tactoides se dispersan como una fase segregada, obteniéndose un material con propiedades mecánicas pobres (Figura 5 a y b). El segundo tipo es un nanocompuesto intercalado polímero-arcilla, formado por la

⁹ Salisbury, E. Farol, W. TRATADO DE MINERALOGÍA. Ed. Confidencial. México 1979.

inserción de una o más capas moleculares del polímero en la arcilla, la distancia entre las capas de silicato se incrementa, pero permanece relativamente constante (Figura 5 c). El tercer tipo es un nanocompuesto polímero–arcilla exfoliado, caracterizado por un bajo contenido de arcilla y una estructura en la cual las láminas de arcilla están altamente dispersadas en la matriz polimérica, con una distancia y orientación al azar (Figura 5 d). Debido a la homogénea dispersión de la arcilla y la gran área interfacial que se logra entre el polímero y la arcilla, las propiedades de los materiales mejoran.

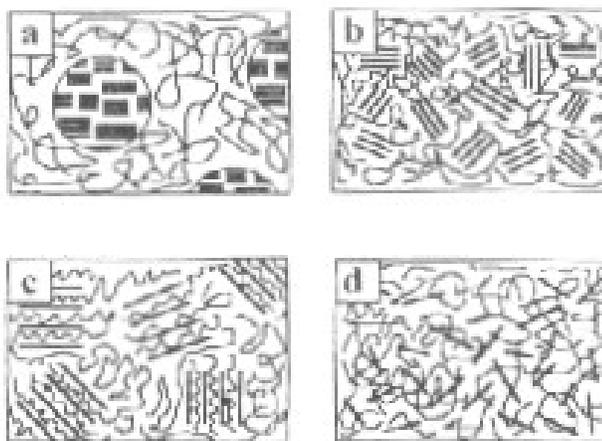


Figura 5. Posibles tipos de compuestos polímero/arcilla¹⁰

La dispersión de la arcilla depende en gran parte de las técnicas de preparación de los nanocompuestos. Estos métodos son:

Polimerización in situ. La polimerización es realizada una vez que el monómero y la arcilla están en contacto. Es posible introducir el monómero dentro de la arcilla una vez que esta ha sido hinchada o modificada. Por esta técnica se han preparado nanocompuestos de Nylon a partir de caprolactama, intercalando el monómero y favoreciendo después la polimerización.

¹⁰ Qin, Z. Quiang, F. Luxia, J. and Young L. PREPARATION AND PROPERTIES OF POLYPROPYLENE MONTMORILLONITE LAYERED NANOCOMPOSITES. Polymer International, Society of Chemical Industry. EUA 2000.

Procesamiento en el estado fundido de un polímero con una arcilla intercalada, o con una arcilla expandida por un disolvente. Ejemplos de nanocompuestos preparados siguiendo este método, son los de nylon, preparados con un extrusor de doble husillo a 180° C.

2.1.2.2 Intercalación de la Arcilla.

Las arcillas tienen una única combinación de propiedades de intercalación y de intercambio iónico. Estas propiedades pueden ser usadas para modificar sus propiedades físicas y mecánicas.

En las arcillas, las láminas se mantienen unidas por medio de fuerzas dipolares débiles o por fuerzas de Van der Waals formando galerías, debido principalmente a sustituciones isomórficas de silicio por aluminio en la estructura. Esta sustitución crea una deficiencia de carga que es balanceada por cationes entre las láminas. Estos cationes pueden ser intercambiados por casi cualquier otro catión por una reacción de intercambio iónico. Dando la posibilidad de introducir moléculas cargadas de gran tamaño.

Para lograr una intercalación exitosa, la arcilla seleccionada deberá poseer una capacidad de intercambio iónico dentro del intervalo de los 50-200 meq/100g. Cuando dicha capacidad es menor a 50 meq/100g, la capacidad de absorción de un agente hinchante es insuficiente. Por el contrario cuando esta capacidad es mayor a 200 meq/100g, el enlace entre capas es tan fuerte que no se logra una intercalación adecuada.

Por lo anterior, la montmorillonita, saponita y hectorita son las arcillas más viables que pueden ser utilizadas, para la fabricación de nanocompuestos con polímeros. Sin embargo, como la montmorillonita es la más abundante en la

naturaleza y tiene una relación diámetro o longitud/espesor mayor, esta arcilla es la que se utiliza en la mayoría de los procesos.

Las arcillas intercaladas pueden ser usadas en la mejora de una variedad de procesos, por ejemplo:

- Incrementar su habilidad para actuar como espesantes base agua o aceite.
- Hinchamiento natural por agua
- Cationes orgánicos de amonio, fosfonio o sulfonio.
- Monómeros u oligómeros
- Compuestos inorgánicos que forman apilamientos entre capas
- Métodos de intercalación en fundido.

2.1.2.3 Exfoliación de Arcillas

La exfoliación es la acción y efecto de dividir una cosa en láminas, escamas o placas. En el campo de los nanocompuestos es la transformación de un material intercalado a una dispersión de placas individuales en un líquido, como puede ser un polímero fundido, soluciones acuosas o líquidos orgánicos. Un sistema se considera exfoliado cuando no hay pico atribuible al espacio basal en un espectro de rayos X. Esto equivale a la exfoliación de más del 90% de la arcilla intercalada dispersa en partículas que no contienen más de dos capas individuales. Las capas exfoliadas pueden ser distribuidas al azar o formar pequeños apilamientos llamados tactoides.

La exfoliación puede producirse por alguno de los siguientes procesos:

1. Polimerización de un monómero en presencia de una arcilla modificada.
2. Formulación de compuestos poliméricos en fundido con una arcilla modificada.

3. Suspensiones exfoliadas, por medio de ultrasonido, de arcillas modificadas en líquidos polares de bajo peso molecular, seguido de su polimerización o formulación en fundido.
4. Condiciones del proceso de extrusión.
5. Otros métodos.

En la física de los sistemas cargados, la medición de las partículas dispersas es muy importante. Los factores críticos son: la forma, la relación diámetro/espesor y la concentración. Las partículas con relaciones de diámetro/espesor grandes son más eficientes que las que tienen esta relación baja. La necesidad de una alta concentración de partículas en un compuesto disminuye conforme se incrementa la relación diámetro/espesor. Sin embargo, para nanocompuestos hay otro factor que considerar: la alta energía de superficie de las nanopartículas. Las interacciones sólido-sólido son cerca de 100 veces más fuertes que las de líquido-líquido. Por esto, la movilidad de las moléculas absorbidas se ve restringida. La inmovilización de estas capas causa que la viscosidad del fundido se incremente. Sin embargo, no en todos los sistemas polímero-arcilla ocurre este fenómeno. Por ejemplo, en el nanocompuesto PET-arcilla la viscosidad del fluido disminuye cuando se utiliza de 1 a 2% p/p de arcilla. Con base en lo anterior, la tendencia es utilizar la menor cantidad de nanopartículas (menos de 3% p/p), sin embargo, aún a mínimas cantidades el mejoramiento en propiedades mecánicas es impresionante.

La alta relación diámetro/espesor y el tamaño de partícula hacen necesaria una adecuada exfoliación. La eficiencia de un nanocompuesto está basada en la uniformidad de la dispersión de las placas a través de la matriz. De acuerdo a algunas investigaciones realizadas, la técnica de procesamiento idónea para la producción de nanocompuestos es el proceso de extrusión. La obtención de una exfoliación completa y una dispersión homogénea de las partículas de arcilla en la matriz polimérica, depende del grado del esfuerzo de corte alcanzado en el proceso.

El grado de exfoliación aumenta conforme se incrementa el corte. Las morfologías de los materiales con mayor y menor grado de exfoliación dependen del proceso de extrusión.

Como se mencionó anteriormente uno de los métodos para la obtención de nanocompuestos es mediante reacción o mezclado en fundido, ya sea por medio de su extrusión, ó en mezcladores internos, tipo banbury.

2.1.2.4 Propiedades Fisicoquímicas

Las importantes aplicaciones industriales de este grupo de minerales radican en sus propiedades fisicoquímicas, las cuales derivan principalmente de su extremadamente pequeño tamaño de partícula ($<2\mu\text{m}$), de su morfología laminar (filosilicatos) y de las sustituciones isomórficas que aparecen cuando átomos de silicio situados en el centro del tetraedro son sustituidos por otros de menor carga como el aluminio, generando una deficiencia de carga positiva o un exceso de carga negativa, por lo que es necesario atraer otros cationes débilmente ligados en el espacio interlaminar para compensar la carga.

Superficie específica

La 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 m^2/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. La montmorillonita presenta una superficie específica de entre 80 y 300 m^2/g . Ejemplos de superficies específicas de algunas arcillas se presentan en la Tabla 3.

Tabla 3. Ejemplos de superficie específica de algunas arcillas¹¹.

Arcilla	Superficie Específica (m ² /g)
Caolinita de elevada cristalinidad	15
Caolinita de baja cristalinidad	50
Callosita	60
Illita	50
Montmorillonita	80 – 300
Sepiolita	100 – 240
Paligorskita	100 – 200

2.1.3 Caracterización de nanocompuestos

Para conocer la estructura y propiedades de estos compuestos se han desarrollado técnicas especiales, algunas se han adaptado de las tradicionales y otras ya se usan con éxito en otras ramas de la ciencia.

La caracterización molecular de un compuesto es el proceso por el cual se obtiene información acerca de su estructura química, peso molecular del sistema, distribución de los pesos moleculares, tamaño de las macromoléculas, forma, etc.

El objetivo de un proceso de caracterización es el poder correlacionar las características y propiedades de las moléculas, con sus propiedades macroscópicas. La información obtenida se usa para conocer y mejorar las propiedades del producto terminado y para controlar los procesos de producción.

Aunque los nanocompuestos se caracterizan por tener un bajo contenido de partículas de arcilla, en general se ha encontrado que presentan un incremento en la viscosidad, una mejora en las propiedades de barrera, en las propiedades ópticas, un incremento en las propiedades mecánicas y una reducción de la inflamabilidad.

¹¹ Romo, A. NANOCOMPUESTOS CON POLÍMEROS. Tesis de Licenciatura. Facultad de Química UNAM. México. 2002.

2.1.3.1 Difracción de Rayos X.

La difracción de rayos X es una técnica analítica empleada en laboratorios de investigación de ciencia básica, así como también en la industria para la caracterización de materiales.

El patrón de difracción de una sustancia es característico de ésta, por lo que la sustancia puede identificarse, ya sea que se encuentre en estado puro o como constituyente de una mezcla.

Los rayos X se definen como una radiación electromagnética de longitud de onda corta, producida por la desaceleración de electrones de elevada energía, o por transiciones electrónicas que implican electrones de los orbitales internos de los átomos. El intervalo de longitudes de onda de los rayos X va desde aproximadamente 10^{-5} Å, hasta alrededor de 100 Å. La espectroscopia de rayos X abarca la región de aproximadamente 0.5 Å a 2.5 Å (0.05 – 0.25 nm).

La interacción entre el vector eléctrico de la radiación X y los electrones de la materia por la que pasa, da lugar a una dispersión. Cuando una radiación electromagnética (rayos X), incide sobre una superficie provista de un gran número de elementos espaciados regularmente (cristales), a intervalos aproximadamente iguales a la longitud de onda de la radiación, es producido el fenómeno de difracción, consistente en la separación del rayo incidente en una serie de haces que se dispersan en todas direcciones¹².

Cuando un haz de rayos X alcanza la superficie del compuesto a cualquier ángulo θ , 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

¹² Mambuscay, A. Vilorio, A. DIFRACCIÓN DE RAYOS X, INGENIERÍA METALÚRGICA Y MATERIALES. Universidad Industrial de Santander. España 2003.

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 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.

La difracción de rayos X fue estudiada a principios del siglo XX por W. L. Bragg, quien propuso la siguiente ecuación:

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

donde λ es la longitud de onda, d es la distancia entre las capas y θ es el ángulo de incidencia.

La mayor parte de los conocimientos sobre el ordenamiento y el espaciado de los átomos entre los materiales cristalinos se han deducido directamente de estudios de difracción. Estos estudios han proporcionado un entendimiento más claro de los metales, de los polímeros y de otros sólidos. La difracción de rayos X es normalmente de importancia primordial en la elucidación de estructuras.

El método de Difracción de Rayos X ha sido utilizado ampliamente para caracterizar nanoestructuras. La Figura 6 muestra un ejemplo del patrón de difracción de rayos X de una arcilla modificada.

Para la difracción de rayos X, han sido utilizados diferentes métodos a lo largo de la historia, tales como el método de Laue, método del cristal rotatorio, así como el método de difracción por polvos, entre otros. Para la caracterización de los materiales elaborados en este trabajo, se utilizó el Método de Difracción por Polvos.

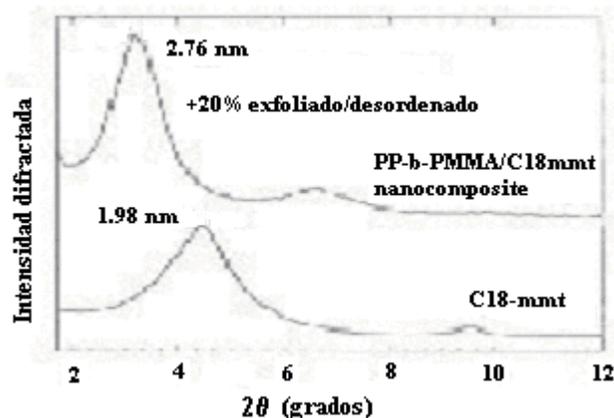


Figura 6. Patrón de Difracción de rayos X de montmorillonita modificada con octadecilamonio (C-18) y del nanocompuesto PP-b-PMM/Montmorillonita C-18 formado por intercalación en fundido.¹³

2.1.3.2 Método de Difracción por Polvos

Si se hace incidir una radiación X monocromática de una longitud de onda fija a través de un cristal colocado exactamente frente al rayo, y uno de sus planos es colocado en un ángulo θ adecuado para reflejar, se observará un solo rayo reflejado de ese cristal. Si se gira el cristal alrededor de la dirección del rayo incidente, de manera tal que se mantenga el ángulo θ , entonces el rayo reflejado describirá un cono cuyo eje corresponderá a la dirección del rayo incidente. Lo anterior ocurrirá con un solo cristal, pero si se colocan cientos de cristales con uno de sus planos en el ángulo adecuado para reflejar, se tendrán entonces cientos de rayos reflejados, cada uno de los cuales nos dará un punto observable. Si se giran ahora todos esos cristales se obtendrán cientos de conos trazados por los rayos reflejados. Si esto se hace con una muestra pulverizada de material (millones de cristales), tendrán entonces muchos cristales en la posición correcta para reflejar la radiación incidente, de manera tal, que se obtendrá el efecto de una serie continua de puntos originados por los rayos reflejados, colocados a lo largo del arco del cono previamente descrito¹⁴.

¹³ Manias E. Touny A. Wu, L. Strawhecker, B. Chung, T. Lu, B. POLYPROPYLENE / MONTMORILLONITE NANOCOMPOSITES. REVIEW OF THE SYNTHETIC ROUTES AND MATERIALS PROPERTIES. Chem Mater. EUA 2001.

¹⁴ Teaching Commission. THE POWDER METHOD. International Union of Crystallography. EUA 1997.

El instrumento por medio del cual se lleva a cabo la difracción se conoce como difractómetro, existen diferentes tipos de difractómetros de polvos de acuerdo al esquema geométrico utilizado para su funcionamiento. Algunos ejemplos de difractómetro de polvos son los que utilizan la geometría Seemann-Bohlin, Bragg-Brentano, Debye-Scherrer, etc.¹⁵

2.1.3.3 Esquemas Geométricos en difracción de rayos X

Los difractómetros de polvos fueron inicialmente diseñados para un modo de operación de lectura o "escaneo", el detector lee un rango deseable de ángulos produciendo un patrón de difracción. Cuando la intensidad difractada es recolectada de la superficie de la muestra extendida y es forzada a convergir en un punto o línea en frente de un detector, el difractómetro requiere un esquema geométrico con una intensidad de salida ampliada, conocido como esquema de foco.

Los siguientes esquemas geométricos tienen valor práctico en difracción de rayos X:

1. Foco por reflexión.
2. Foco por transmisión.
3. Rayo paralelo

La diferencia fundamental entre los modos de reflexión y transmisión radica en las características de convergencia y divergencia del rayo. En el modo de reflexión la muestra cambia el rayo divergente en un rayo convergente y viceversa. En este caso el rayo reflejado converge en un punto gracias a la utilización de la geometría de foco (Ver Figura 7 a, b) En contraste, en el modo de transmisión la muestra no

¹⁵ Jenkins, R. Zinder, R. INTRODUCTION TO X RAY POWDER DIFFRACTOMETRY. John Wiley & Sons inc. EUA 1996.

cambia las características de divergencia del rayo, es decir el rayo difractado permanece divergente para un rayo primario divergente y convergente para un rayo primario convergente (Ver Figura 7 c y d) Con el fin de cumplir la condición de foco en el modo de transmisión es necesario un dispositivo adicional para convertir el rayo divergente del haz de rayos X o el rayo divergente reflejado por la muestra de transmisión en un rayo convergente golpeando el detector. Esta tarea la lleva a cabo un cristal monocromador de reflexión.

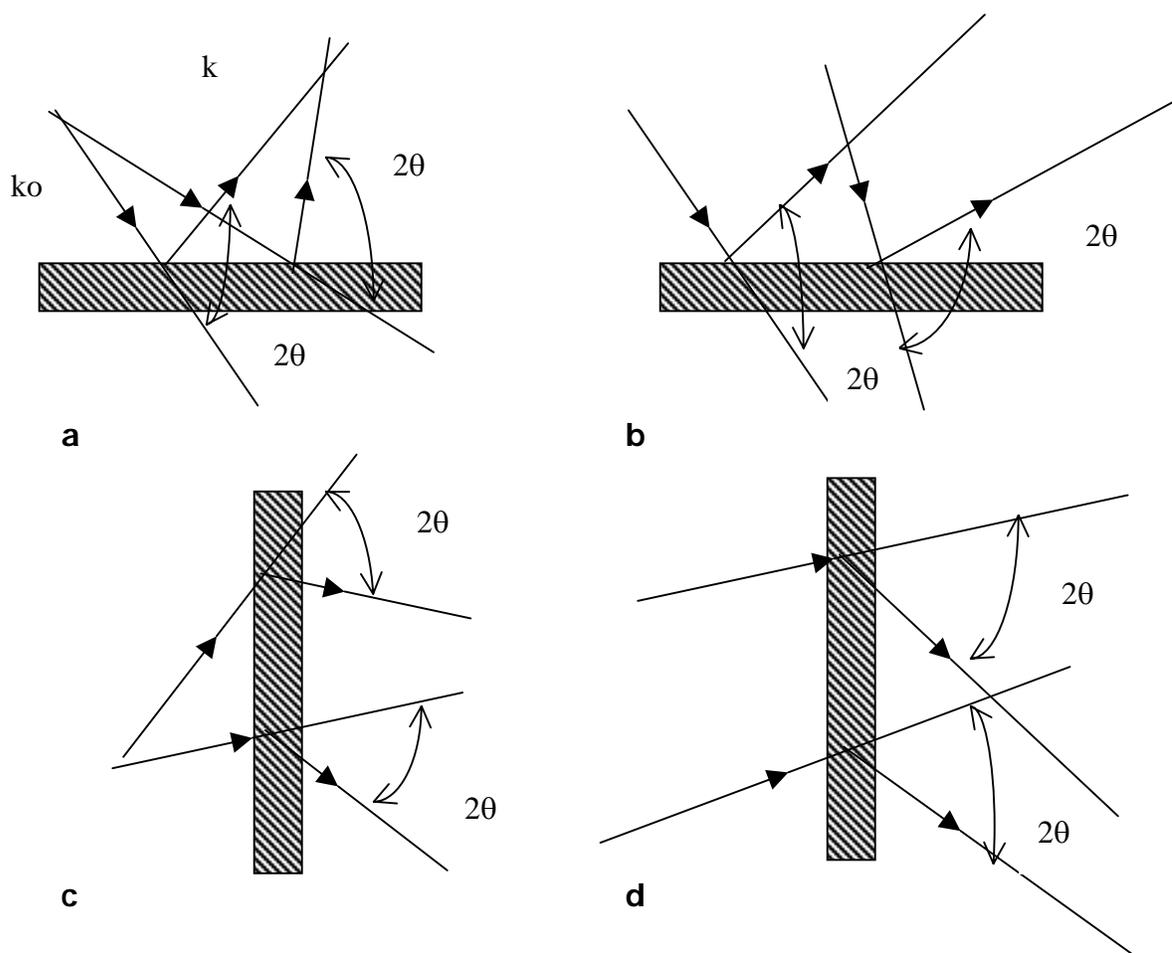


Figura 7. Relación convergencia-divergencia en difracción de polvos (a,b) geometría de reflexión; (c,d) geometría de transmisión; (a,c) rayo primario divergente; (b,d) rayo primario convergente.

Existen dos tipos de geometría de foco para los modos de reflexión y transmisión:

1. Geometría con distancia muestra–detector fija y círculo de foco variable.

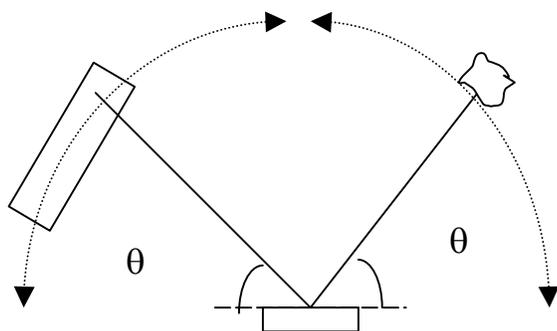
2. Geometría con círculo de foco fijo y distancia muestra–detector variable.

La mayor cantidad de difractómetros en uso cuentan con el primer tipo de esquema, conocido como Geometría Bragg-Brentano de parafofo¹⁶

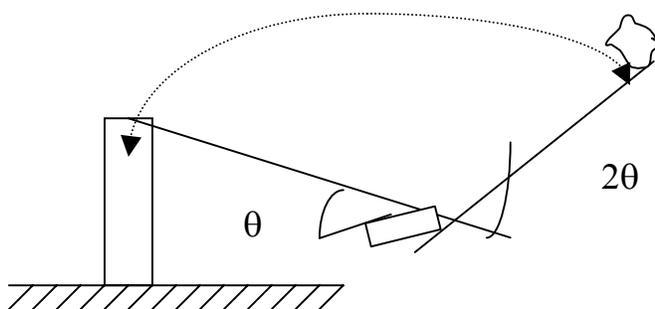
2.1.3.4 El Difractómetro Bragg-Brentano

Como se mencionó la mayor parte de los sistemas comerciales de difracción emplean la Geometría Bragg-Brentano de parafofo. En este tipo de sistemas un instrumento dado provee una configuración horizontal o vertical $\theta:2\theta$ o una configuración vertical $\theta:\theta$ (Figura 8) Los sistemas verticales $\theta:2\theta$ y $\theta:\theta$ proveen mayores ventajas para el manejo de muestras a temperatura ambiente.

a Vertical $\theta:\theta$



b Vertical $\theta:2\theta$



c Horizontal $\theta:2\theta$

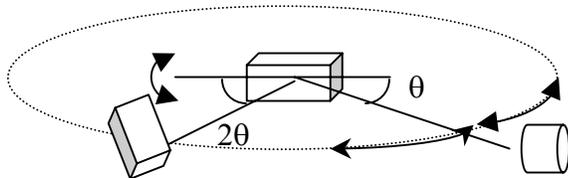
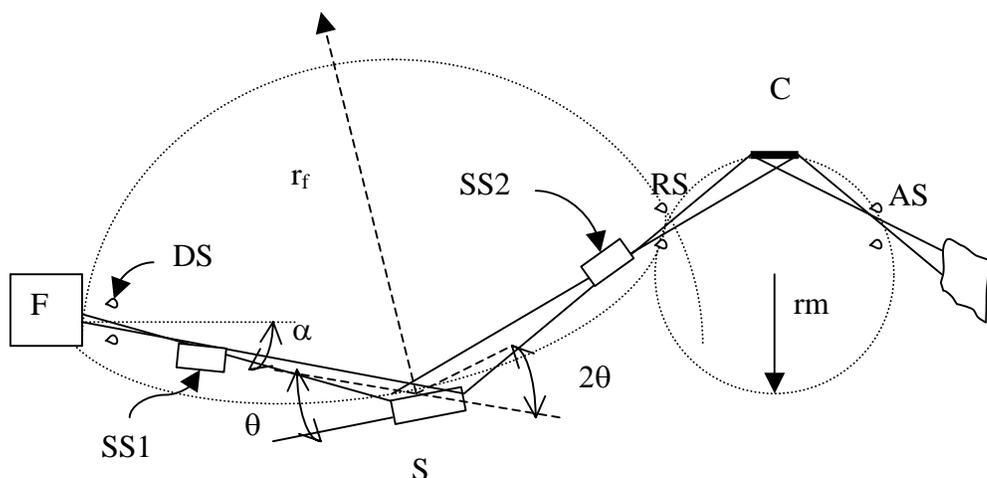


Figura 8. Diversas configuraciones del difractómetro Bragg-Brentano de parafofo.¹⁷

¹⁶ Kevin, L. Kimmel, G. QUANTITATIVE X RAY DIFFRACTOMETRY. Springer Verlag. EUA 1995.

Una vista en dos dimensiones del arreglo geométrico puede verse en la Figura 9. Un rayo divergente de la línea de foco (F) de la fuente de rayos X pasa a través de una hendidura divergente (DS), para atravesar posteriormente un colimador de plato paralelo (SS1), antes de golpear la muestra (S) a un ángulo θ . Los rayos difractados dejan la muestra a un ángulo 2θ del rayo incidente, para pasar a través de un segundo colimador de plato paralelo (SS2) y de la hendidura receptora (RS) hasta el detector. Con el fin de cumplir la condición de parafoco, el eje de la línea de foco de la fuente de rayos X y de la hendidura receptora deben estar a distancias iguales del eje del goniómetro. El monocromador es generalmente un débil dispositivo de foco en el cual la hendidura receptora, el cristal y el detector yacen en la circunferencia del círculo monocromador de radio r_m . Los rayos X son recogidos por un detector de radiación, usualmente un contador de destellos.



Radio del Goniómetro: $R = F \rightarrow S = S \rightarrow RS$

Figura 9. Arreglo Geométrico del Difractómetro Bragg - Brentano

La hendidura receptora y el detector son acoplados, haciéndolos girar alrededor del goniómetro de radio R , centrado con respecto a la muestra, con el fin de recorrer un rango de ángulos de 2θ (Bragg) La distancia de la fuente a la muestra

¹⁷ Jenkins, R. INSTRUMENTATION IN MODERN POWDER DIFFRACTION. Mineralogical Society of America. EUA 1989.

y de la muestra a la hendidura receptora son ambas iguales a R . La superficie de la muestra permanece tangencial al círculo de foco. Adicionalmente el goniómetro, actúa también como soporte para las varias hendiduras y otros componentes que forman el difractor. El propósito del colimador de plato paralelo es limitar la divergencia axial del rayo y controlar la forma de la línea del perfil difractado.

Dos círculos son generados por el arreglo Bragg-Brentano, el círculo del goniómetro y el de foco (Figura 10) El goniómetro tiene un radio R . La muestra yace en el centro de este círculo, mientras la fuente y la hendidura receptora descansan en su circunferencia. La radiación de la fuente es dirigida por la hendidura divergente a la superficie de la muestra a un ángulo promedio θ . La radiación es difractada por la muestra a un ángulo 2θ del rayo incidente, y la hendidura receptora se coloca en el mismo ángulo (el ángulo Bragg) para recoger los rayos X difractados. La fuente F , la muestra S y la hendidura receptora RS descansan en la circunferencia del círculo de foco de radio rf . Existiendo así una simple relación entre el goniómetro y el círculo de foco:

$$rf = r/2\text{sen}\theta$$

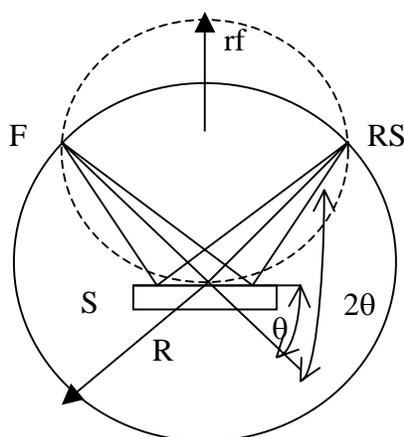


Figura 10. El círculo de foco y goniómetro

Algunos de los requerimientos mecánicos de la geometría de parafofo se cumplen en el diseño y construcción del goniómetro, mientras que otros se cumplen en el proceso de alineación. La mayoría de los goniómetros manejados mecánicamente emplean engranes con ejes paralelos esto gracias a engranes de espuela, en forma de hélice o huesos, entre otros.

2.1.3.5 Otros métodos

Otro método utilizado para la caracterización de nanocompuestos es el análisis térmico. Por medio de él se pueden detectar transiciones de fase, calcular propiedades termodinámicas, capacidades caloríficas, degradación térmica, etc.

Algunas técnicas de análisis térmico se muestran en la tabla siguiente:

Tabla 4. Técnicas de Análisis Térmico

Variable	Nombre de la técnica	Abreviatura
masa	Termogravimetría	TGA
temperatura	Análisis térmico diferencial	DTA
entalpía	Calorimetría diferencial de barrido	DSC
Volumen	Análisis termomecánico	TMA
	Análisis Dinámico Mecánico	DMA

Así mismo, la cromatografía de gases es usada para determinar el calor de reacción involucrado en la formación de complejos intercalados, mientras que la movilidad electroforética ha dado importantes aportaciones sobre las cargas en la superficie de las partículas de arcilla.

La información de este tipo de análisis ha sido utilizada en la optimización de los procesos de intercalación.

2.2 Propiedades Mecánicas

El comportamiento mecánico de un material es el reflejo de la relación entre su respuesta o deformación ante una fuerza o carga aplicada. Hay tres formas principales en las cuales se pueden aplicar cargas: Tensión, Compresión y Corte o Cizalla.¹⁸ Este trabajo se centra en las propiedades mecánicas de los materiales, relacionadas con la aplicación de fuerzas de tensión.

Considérese una varilla de forma hexaédrica, de longitud L_0 y una sección transversal de área A_0 sometida a una fuerza de tensión uniaxial F , como se muestra en la figura:

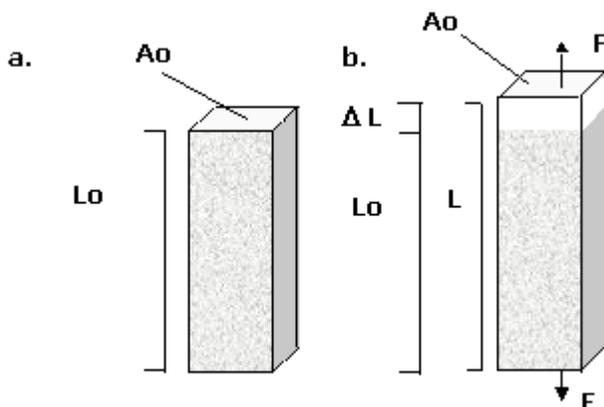


Figura 11. a. Barra antes de aplicarle la fuerza b. Barra sometida a una fuerza de tensión uniaxial F

Por definición, la tensión σ en la barra es igual al cociente entre la fuerza de tensión uniaxial media F y la sección transversal original A_0 de la barra:

$$\sigma = F/A_0$$

De la misma forma, cuando es aplicada la fuerza de tensión uniaxial se produce una elongación de la varilla en la dirección de la fuerza. Tal desplazamiento es conocido como deformación o alargamiento. La deformación originada por la acción

¹⁸ Rodríguez, F. PRINCIPIOS DE SISTEMAS POLÍMEROS. El Manual Moderno. México 1984.

de una fuerza de tensión uniaxial sobre una muestra metálica, es el cociente entre el cambio de longitud de la muestra en la dirección de la fuerza y la longitud original:

$$\xi = (L - L_0) / L_0 = \Delta L / L_0$$

donde L es la longitud después de la acción de la fuerza y L_0 es la longitud inicial de la pieza.

Como puede deducirse de la ecuación anterior, la deformación es una magnitud adimensional. En la práctica, es común convertir la deformación en un porcentaje de deformación o porcentaje de elongación.

Con el fin de evaluar varias propiedades mecánicas de los materiales relacionadas con la aplicación de fuerzas de tensión, se lleva a cabo un ensayo consistente en la deformación de una muestra hasta la fractura de la misma, incrementando gradualmente una tensión aplicada uniaxialmente a lo largo del eje longitudinal de la muestra. Este ensayo es conocido como de Tensión; con el fin de hacerlo uniforme su aplicación está regida por estándares internacionales (ASTM¹⁹). Las muestras pueden tener una sección transversal circular o rectangular. Durante la tensión, la deformación se concentra en la región central más estrecha, la cual tiene una sección transversal uniforme a lo largo de su longitud (Figura 12).

¹⁹ ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS. American National Standards Institute. EUA 1998.

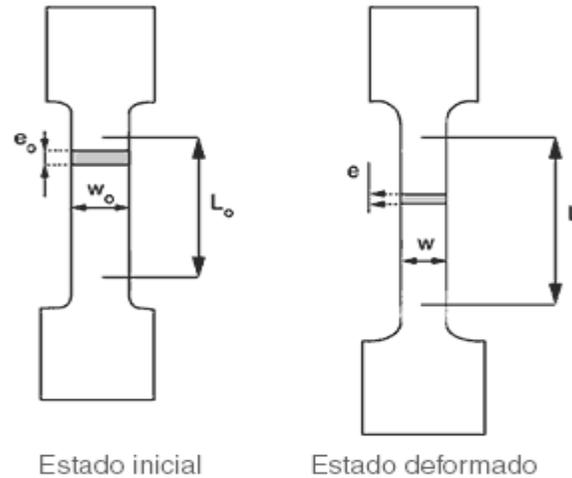


Figura 12. Probeta utilizada en el Ensayo de Tensión (Pruebas de Tracción)

La muestra se sostiene por sus extremos en la máquina, por medio de soportes o mordazas; que a su vez someten a la muestra a tensión, a una velocidad constante. La máquina al mismo tiempo mide la carga aplicada instantáneamente y la elongación resultante. Un ensayo de tensión normalmente dura pocos minutos y es un ensayo destructivo, ya que la muestra es deformada permanentemente y usualmente fracturada.

Los datos de la fuerza son registrados y pueden convertirse en datos de esfuerzo ($\sigma = F/A$) y así construirse una gráfica esfuerzo–deformación (Figura 13)

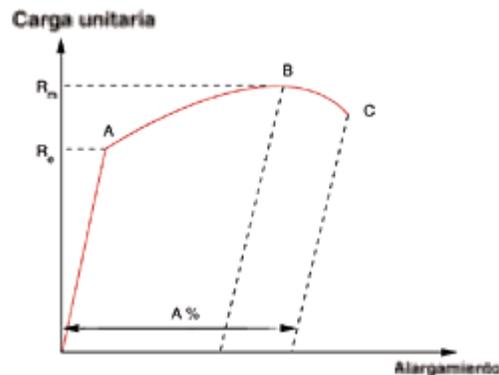


Figura 13. Gráfica esfuerzo – deformación

Las propiedades mecánicas que pueden deducirse de ensayos esfuerzo-deformación son las siguientes:

Módulo de Elasticidad o Módulo de Young

En la primera parte del ensayo (segmento de 0 al Punto A Figura 13), el material se deforma elásticamente, es decir que si se elimina la carga sobre la muestra, volverá a su longitud inicial. En general los materiales muestran una relación lineal entre la tensión y la deformación en la región elástica en un diagrama esfuerzo–deformación que se describe mediante la Ley de Hooke:

$$s = E\xi$$

$$E = \sigma / \xi$$

donde E es el módulo de elasticidad o Módulo de Young, σ es el esfuerzo o tensión y ξ es la deformación.

El Módulo de Young tiene una íntima relación con la fuerza de enlace entre los átomos en un material. Los materiales con un módulo elástico alto son relativamente rígidos y no se deforman fácilmente

Límite elástico

El límite elástico (punto A de la curva de esfuerzo–deformación) es la carga que separa el campo elástico, donde las deformaciones son reversibles, del campo plástico donde empiezan las deformaciones irreversibles.

Ya que, no hay un punto definido en la curva de tensión–deformación donde acabe la deformación elástica y se presente la deformación plástica, se elige el límite elástico cuando tiene lugar un 0.2% de deformación plástica.

El límite elástico al 0.2% se denomina esfuerzo de fluencia convencional al 0.2%. Debe aclararse que el 0.2% fue elegido arbitrariamente y podría haberse elegido otra cantidad pequeña de deformación permanente.

Resistencia máxima a la tensión

La resistencia máxima a la tensión, es el esfuerzo máximo alcanzado en la curva de tensión–deformación (punto B, Figura 13) y se determina dibujando una línea horizontal desde el punto máximo de la curva de tensión–deformación hasta el eje del esfuerzo. El punto en el que la línea intercepta el eje se denomina resistencia máxima a la tensión, o a veces simplemente resistencia a la tensión, tensión de fractura ó esfuerzo de ruptura.

Energía en el punto de ruptura

Energía total absorbida por unidad de volumen de la muestra hasta el momento de la ruptura (Punto C, Figura 13), también conocida como tenacidad y es una medida de la resistencia de un material a la deformación permanente (plástica).

2.3 PRINCIPALES PROPIEDADES DE LOS NANOCOMPUESTOS

Los nanocompuestos son una clase emergente de los plásticos cargados, utilizados ampliamente en la industria. Las mejoras obtenidas del polímero con la adición de arcillas son significativas y repercuten en las propiedades mecánicas, térmicas, de barrera y de retardo a la flama.

2.3.1 Propiedades mecánicas

La mayoría de los polímeros se emplean con cargas o rellenos, con el fin de mejorar su resistencia mecánica y reducir los costos del producto. Un relleno o aditivo se define como un material relativamente inerte que se incorpora al polímero

para modificar su resistencia mecánica, estabilidad, propiedades de uso y para reducir su costo. Un material reforzado, es un polímero con propiedades de resistencia superiores a las de la resina básica.

Con la fabricación de nanocompuestos es posible obtener mejoras mayores que las obtenidas con fibra de vidrio o cargas minerales como refuerzo. La Tabla 5 muestra las mejoras obtenidas con rellenos convencionales, así como con la formación de nanocompuestos.

Tabla 5. Comparación de las propiedades mecánicas del Nylon-6 vs las propiedades del material cargado.

<i>Propiedad</i>	Nylon 6	Nanocompuesto Nylon 6/Arcilla (4%)	Nylon-6 + Carga Mineral (40%)	Nylon-6 + Fibra de vidrio (15%)	Nylon 6 + Carga Mineral (25%) + Fibra de vidrio (15%)
<i>Densidad (g/cm³)</i>	1.1	1.14	1.49	1.24	1.48
<i>Módulo de flexión (GPa) seco.</i>	2.4	4.7	4.8	7.9	7.6
<i>Módulo de flexión (GPa) en equilibrio a 50% de HR</i>		2.9	2.2	4.7	3.7
<i>Esfuerzo a la flexión (MPa) seco</i>		152	138	180	178
<i>Esfuerzo a la flexión (MPa) en equilibrio a 50% de HR</i>		100	63	130	116
<i>Elongación a la fractura (%) seco</i>	12	5	4	4	4
<i>Elongación a la fractura (%) en equilibrio a 50% de HR</i>		200	24	5	5

En la preparación de nanocompuestos se aprovechan dos características que presentan las partículas formadas por placas de silicatos. La primera es la capacidad de modificar la superficie química a través de reacciones de intercambio con cationes orgánicos e inorgánicos, y la segunda, el hecho de que las partículas de arcilla pueden ser dispersadas en capas individuales con espesores de aproximadamente un nanómetro. Esta última característica es determinante en el incremento de las propiedades, es decir, no se obtienen las mismas propiedades aunque se utilice el mismo tipo de arcilla en el mismo tipo de polímero si no se logra la completa dispersión de la arcilla en la matriz polimérica. En la Tabla 6 se observa que las

propiedades del nanocompuesto en general, son mejores que las del compuesto convencional. La superficie presentada por la nanopartícula en comparación con el volumen le permite una gran eficiencia de reforzamiento; por ejemplo, incremento en los módulos, en la resistencia a la tensión y la temperatura de deflexión a alta temperatura.

Tabla 6. Comparación de las propiedades mecánicas de un polímero, su micro y nanocompuesto.

Tipo de Compuesto	Polímero puro	Microcompuesto	Nanocompuesto exfoliado
<i>Cantidad de arcilla (% en peso)</i>	0	5.0	4.2
<i>Esfuerzo a la tensión (MPa)</i>	69	61	107
<i>Módulo de tensión (GPa)</i>	1.1	1.0	2.1
<i>Impacto (kJ/m²)</i>	2.3	2.2	2.8

Los nanocompuestos presentan buena procesabilidad y un mejor ciclo de moldeo, baja densidad y mejoras en las propiedades mecánicas.

2.3.2 Propiedades térmicas y resistencia a la flama

Durante el desarrollo experimental de nanocompuestos, se encontró una extraordinaria resistencia a la flama. En 1965 se reportó que la presencia de montmorillonita incrementaba la temperatura de descomposición térmica del PMMA en 40-50° C. Resultados similares fueron reportados posteriormente para el polidimetilsiloxano y montmorillonita.

Los nanocompuestos preparados a partir de polímeros y arcillas son materiales que en la mayoría de los casos han mejorado las propiedades térmicas. Los compuestos delaminados e intercalados mejoran algunas propiedades físicas, sin embargo aun no se determina cual de las dos estructuras presenta las mejores propiedades de retardancia de flama.

Evidencias de la retardancia de la flama son los análisis por microscopía de transmisión electrónica (TEM) y Difracción de rayos X (XRD) de la combustión del nanocompuesto. En una estructura de silicato multilaminar se puede observar que aún después de la combustión, las láminas de 1 nm de espesor forman un arreglo. Esta estructura de láminas de silicato actúa como un excelente aislante y barrera de transporte de masa, limitando el escape de productos volátiles generados durante la descomposición del nanocompuesto.

Es por ello que a partir de 1997 los nanocompuestos son conocidos como los nuevos revolucionarios retardantes de flama.

2.4 Nanocompuestos de Polipropileno-Arcilla

La alta importancia comercial del polipropileno (PP) ha provocado que se lleve a cabo una intensa investigación de compuestos de PP reforzado por partículas, fibras y capas de rellenos inorgánicos. En el caso particular de los rellenos inorgánicos tenemos el talco y la mica que han sido tradicionalmente los más empleados. De cualquier manera, los recientes avances en el campo de materiales nanoestructurados formados por polímeros y silicatos, así como polímeros y arcillas han inspirado esfuerzos por dispersar la arcilla conocida como montmorillonita en PP.

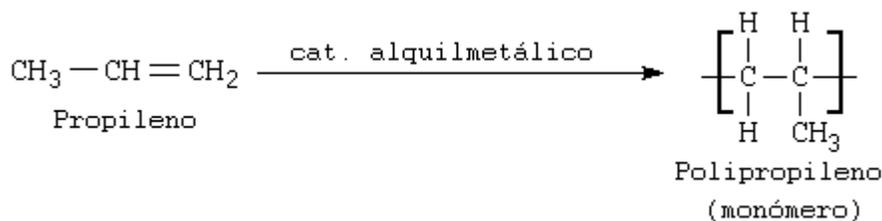
2.4.1 Polipropileno

El polipropileno es uno de esos polímeros versátiles que existen en nuestro alrededor. Cumple una doble tarea, como plástico y como fibra. Como plástico se utiliza para hacer artículos tales como envases para alimentos capaces de ser lavados en un lavaplatos. Esto es factible porque no funde por debajo de 160° C. El polietileno, un plástico más común, se funde aproximadamente a 100° C, lo que significa que los platos de polietileno se deformarían en el lavaplatos. Como fibra, el PP se utiliza para hacer alfombras de interior y exterior. Funciona bien para

alfombras al aire libre porque es sencillo hacer polipropileno de colores y porque el polipropileno, a diferencia del nylon, no absorbe el agua.

El polipropileno es un termoplástico semi-cristalino. Estructuralmente es un polímero vinílico, similar al polietileno, sólo que uno de los carbonos de la unidad monomérica tiene unido un grupo metilo. Entre sus propiedades cabe destacar su alto punto de fusión (no funde por debajo de los 160° C), una gran rigidez, alta resistencia a la rotura y a la abrasión, propiedades dieléctricas, bajo rozamiento, superficie brillante y flotación en agua. Es resistente a los ácidos, a los álcalis y a muchos disolventes orgánicos.

El polipropileno se obtiene mediante la polimerización del propileno en presencia de catalizadores alquilmetálicos:



A su vez el PP puede prepararse por polimerización Ziegler-Natta y por polimerización catalizada por metallocenos²⁰:



Investigaciones actuales indican que la polimerización catalizada por metallocenos puede hacer algunas cosas asombrosas, tales como lograr diversas tacticidades. El polipropileno comercial, es en su mayor parte isotáctico. Esto significa

²⁰ Natta, G. Pasquen, P. Zambelli, A. JOURNAL OF AMERICAN CHEMICAL SOCIETY No. 84. EUA 1962

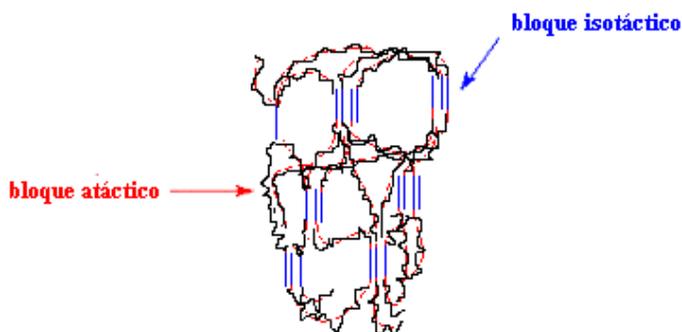


Figura 15. Copolímero PP atáctico / PP isotáctico

El polipropileno atáctico es parecido a la goma, sin ayuda de los bloques isotácticos, pero no es muy resistente. Los bloques isotácticos rígidos mantienen unido al material atáctico gomoso, dándole más resistencia. La mayoría de los tipos de caucho deben ser entrecruzados para darles fuerza, pero eso no ocurre con los elastómeros del PP.

El polipropileno tiene múltiples aplicaciones, por lo que es considerado como uno de los productos termoplásticos de mayor desarrollo en el futuro. Es un producto inerte, totalmente reciclable, su incineración no tiene ningún efecto contaminante, y su tecnología de producción es la de menor impacto ambiental. Esta es una característica atractiva frente a materiales alternativos. Adicionalmente el polipropileno es el polímero comercial de más baja densidad y facilidad de moldeo, además de ser comercializado con distintos pesos moleculares según su finalidad.

El polipropileno se ha convertido en el insumo básico para rafia, para la elaboración de bolsas y sacos ó costales para el envasado de granos, fertilizantes, verduras; base de alfombras, sogas y cabos navales.

Sus propiedades de transparencia, brillo, barrera a los gases y resistencia mecánica, son aprovechadas para el envasado de diferentes productos tales como café, golosinas, cigarrillos, indumentaria y medicamentos.

El polipropileno es utilizado en la fabricación de envases termoformados, utilizados para la protección de alimentos, productos medicinales y farmacéuticos.

También es utilizado para la fabricación de fibras y filamentos con los cuales se obtienen alfombras, tapizados, pañales, toallas higiénicas, acolchados y ropa deportiva, así como una gran variedad de autopartes para la industria automotriz.

Además del PP existen en el mercado una gran cantidad de copolímeros del propileno. Los más importantes son los de propileno-etileno.

En la siguiente Tabla se indican las principales propiedades mecánicas del Polipropileno²¹:

Tabla 7. Propiedades Mecánicas del Polipropileno

Propiedades Generales	baja	Alta
Temperatura de Procesamiento	191° C	288° C
Absorción de H2O	0.01% en 24 hr	0.03% en 24 hr
Propiedades de Tensión	baja	Alta
Resistencia a la tensión en el punto de ruptura	31.0 MPa, 4.2 ksi	41.9 MPa, 6.0 ksi
Elongación en la ruptura	100 %	600 %
Módulo de Tensión	1.15 GPa, 165 ksi	1.57 GPa, 225 ksi
Propiedades de Flexión e Impacto	baja	Alta
Resistencia a la flexión	42 MPa, 6.0 ksi	56 MPa, 8.0 ksi
Módulo de flexión	1.19 GPa, 170 ksi	1.75 GPa, 250 ksi
Resistencia al impacto	0.2 J/cm, 0.4 ft-lb/in	0.7 J/cm, 1.4 ft-lb/in

2.4.2 Grupo de la Montmorillonita

El nombre Montmorillonita (mmt) fue originalmente aplicado a una arcilla mineral con composición similar a la de la pirofilita, con excepción de la presencia del exceso de agua $Al_4Si_8O_{20}$. La variación química de esta fórmula básica, da como resultado un grupo de arcillas minerales relacionadas por una estructura en común y

²¹ Kelly, R. Zweben, D. COMPRESSIVE COMPOSITE MATERIALS. John Wiley & Sons. EUA 2000.

por la similitud de sus propiedades físicas y químicas, conocido como grupo de la Montmorillonita. Uno de los principales miembros de este grupo es la arcilla conocida como Montmorillonita.²²

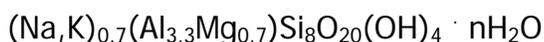
Un término alternativo usado por este tipo de arcillas es el de Esmectitas. Los principales miembros de este grupo son: Montmorillonita, Beidelita, Bentonita, Nontronita, Saponita, Hectorita y Sauconita.

El grupo de minerales de la mmt comprende dos series: los dioctaédricos y los trioctaédricos. La primera de ellas la inicia la propia Montmorillonita, seguida de los minerales de sustitución isomorfa, como son: la beidelita (Si^{IV} sustituido parcialmente, hasta el 16.5 %, por Al^{IV}), la nontronita (Al^{IV} sustituido por Fe^{IV}). Con respecto a la beidelita, existen opiniones que dicen que este mineral está formado por una mezcla de capas de Montmorillonita y Caolinita o hidromica.

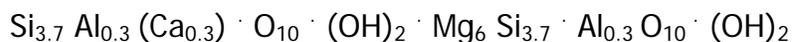
La segunda serie se inicia con la saponita, seguida de los minerales de sustitución isomorfa: la hectorita (no contiene Al, el Mg^{VI} , sustituido hasta el 11% por Li), la soconita (Mg sustituido parcialmente por Al, Zn y Fe^{3+}), entre otras.

Las fórmulas de los minerales que dan origen a las series en su forma general, pueden escribirse como sigue:

para la Montmorillonita



para la Saponita



²² Deer, W. A. Howie, R. Zussman, J. AN INTRODUCTION TO THE ROCK FORMING MINERALS. Langman Scientific & Technical, EUA 1989.

Ambas expresiones muestran la existencia de dos láminas tetraédricas, entre las que se halla una octaédrica, y la presencia de cationes interlaminares Na^+ y K^+ en la montmorillonita (bentonitas sódicas) y Ca^{2+} y Mg^{2+} en las floridinas.

La estructura básica de los minerales en ambas series estriba en un paquete 2:1 compuesto por dos láminas tetraédricas y una di y trioctaédrica entre ellas. El esquema estructural de los minerales montmorillonitas puede observarse en la Figura 4.²³

La escasa cohesión de las capas les garantiza un alto grado de hinchamiento y dispersión en soluciones acuosas hasta las capas unitarias elementales. Entre las capas estructurales del mineral se sitúan los cationes de intercambio. Las dimensiones de los cationes determinan la separación de las capas. Éstos pueden ser tanto orgánicos, como inorgánicos Na^+ , K^+ , Ca^{2+} .

En general, este grupo de minerales arcillosos posee un amplio intervalo de variación de la estructura en función de las condiciones de su formación: temperatura, presión, soluciones de cationes, etc. Conforme a ello, se pueden ver montmorillonitas de finas escamas, que se hinchan fácilmente en el agua perdiendo la nitidez de su configuración, de escamas alargadas, que se hinchan con dificultad, y de escamas gruesas con escasa capacidad de hinchamiento.

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

Los procesos de adsorción en la montmorillonita se verifican con la ayuda de tres mecanismos:

²³ Avgustinik, A. CERÁMICA. Reverté. España 1983.

- Por la vía de sustitución, por los cationes orgánicos, del complejo catiónico, situado tanto entre las capas elementales como en las superficies basales de las partículas de los minerales;
- Por medio de los puentes de hidrógeno en los grupos hidroxilos;
- Con la ayuda de los enlaces de valencia "rotos" en las aristas y ángulos de las partículas, en los escalones producidos por crecimiento del mineral.

Habitualmente funcionan los tres mecanismos a la vez con preponderancia de uno de ellos.

Como ya se explicó, la Montmorillonita (mmt) es un filosilicato, cuya red cristalina consiste en capas de 1 nm de espesor, con una parte central de estructura octaédrica de alúmina fundida entre dos estructuras tetraédricas externas de sílice. Una sustitución isomorfa entre las capas, por ejemplo, Al^{3+} remplazado por Mg^{2+} o Fe^{2+} , generará una carga negativa, definida a través de la capacidad de intercambio de carga (CEC) y que para la mmt se encuentra típicamente entre 0.9 y 1.2 meq/g dependiendo del origen del mineral. Estas capas se organizan por si mismas en una estructura paralela para formar pilas con un espacio de Van der Waals regular entre ellas, llamado interfase o galería. En su forma más común la carga negativa se encuentra balanceada por cationes como Na^+ , Li^+ , Ca^{2+} principalmente, los cuales se encuentran hidratados en la interfase o intercapa. Obviamente en este estado la mmt es sólo miscible con polímeros hidrofílicos como el polióxido de etileno y el alcohol polivinílico. Para hacer que la mmt sea miscible con otros polímeros se deben agregar surfactantes catiónicos orgánicos como los alquilamonios.¹³

La montmorillonita muestra el patrón con rayos X de la caolinita y puede estar compuesta de este mineral, incluyendo partículas coloidales dentro de la estructura.

2.4.3 Formación del Nanocompuesto

En general una interacción entre factores entrópicos y entálpicos determina la manera en que la mmt puede ser dispersada en un polímero. La dispersión de mmt en un polímero requiere suficientes contribuciones favorables de entropía para cubrir cualquier falla entrópica. Entalpía de mezclado favorable de mezclado de polímero y mmt se obtiene cuando las interacciones entre la mmt y el polímero son más favorables que las interacciones entre el surfactante y la montmorillonita. Para los polímeros más polares o polarizables, un surfactante de alquilamonio es adecuado para ofrecer suficiente entalpía en exceso y promover la formación del nanocompuesto.⁵ En el caso del polipropileno muchos sistemas no tienen exceso favorable de entalpía para promover la dispersión de montmorillonita en PP. El reto es entonces diseñar un sistema donde las interacciones entre el polímero y la montmorillonita sean más favorables que las interacciones entre el surfactante y la montmorillonita.

Existen dos maneras de lograr esto:

- Mejorar las interacciones entre el polímero y la montmorillonita, lo cual se puede lograr por la funcionalización del PP, esto es, introducir grupos polares o polarizables en el polímero.
- Disminuir las interacciones entálpicas entre el surfactante y la montmorillonita, lo cual hace favorable el contacto entre el PP y la montmorillonita.

2.4.3.1 Esfuerzos Iniciales

Ninguna de estas rutas fue utilizada en los primeros estudios del desarrollo de nanocompuestos de PP y montmorillonita. En su lugar fueron utilizados oligómeros de PP modificado con anhídrido maléico (MA) o grupos hidroxilo (OH), mezclados con

montmorillonita, para mezclarse después con PP puro, mediante la ayuda de un extrusor o un mezclador^{24, 25}. Como resultado la estructura y propiedades del material resultante dependían de las condiciones de procesamiento.

2.4.3.2 Formación del nanocompuesto por funcionalización de PP

El polipropileno es un polímero no polar, químicamente inerte, que no interactúa con la mayoría de los demás materiales. Esta característica lo hace atractivo para muchas aplicaciones. Sin embargo, este comportamiento puede constituir una desventaja cuando se incorporan refuerzos al sistema. En el caso de la formación de nanocompuestos de polipropileno/montmorillonita, una ruta probada experimentalmente fue la incorporación en el PP de grupos funcionales atraídos por la superficie de la montmorillonita, con el fin de favorecer la miscibilidad entre el PP y la montmorillonita.

La ruta seguida, fue la síntesis de copolímeros de PP con monómeros funcionalizados con p-Metilestireno, anhídrido maléico y grupos hidroxilo a bajas concentraciones ($x \leq 1.0\%$ mol). Estos polímeros resultaron miscibles con montmorillonita modificada con dimetildioctadecilamonio²⁶. La formación de los nanocompuestos fue llevada a cabo por medio de una mezcla física (mezclado en fundido), en un horno al vacío a 180° C, sin solventes. La caracterización del nanocompuesto mediante Difracción de rayos X (Figura 16).^{10, 18}

²⁴ Kato, M. Usuki, A. JOURNAL OF APPLIED POLYMER SCIENCE No. 66. EUA 1997

²⁵ Kawasumi, M. Hasegawa, N. MACROMOLECULES No.30. EUA 1997

²⁶ Balazs, A. Singh, C. MACROMOLECULES No. 31. EUA 1998

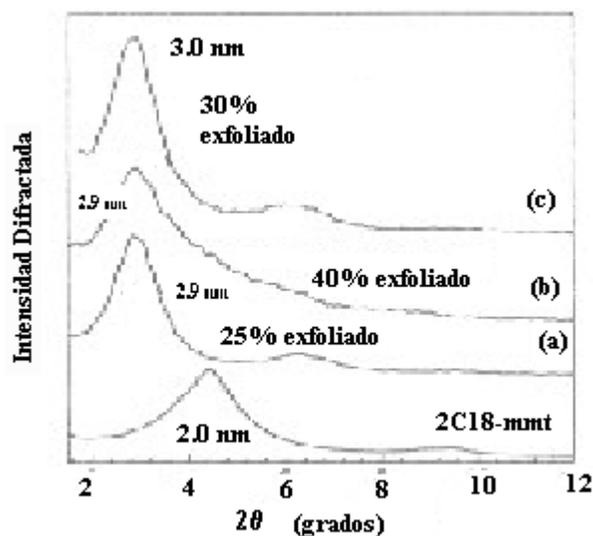


Figura 16. Patrones de Difracción de rayos X de nanocompuestos de PP funcionalizado/montmorillonita modificada, (a) metilestireno 1 % mol, (b) anhídrido maléico 0.5 % mol, (c) grupos hidroxilo 0.5% mol.³

2.4.3.3 Disminuir las interacciones entálpicas entre el surfactante y la montmorillonita

El objetivo de la ruta probada anteriormente era hacer más favorables termodinámicamente las interacciones polímero/montmorillonita. Este mismo efecto puede conseguirse modificando orgánicamente la montmorillonita con una mezcla de surfactantes hidrogenados y fluoroalquilados. La montmorillonita modificada puede ser dispersada en PP sin funcionalizar por mezclado en fundido. El nanocompuesto resultante presenta la misma estructura intercalada de la vía probada con anterioridad. La vía de la extrusión en este caso favorece la dispersión y exfoliación de la arcilla.

Las rutas mencionadas han sido probadas, sin embargo con el fin de llevar a cabo un estudio exploratorio de la formación de nanocompuestos de Polipropileno/montmorillonita sin la funcionalización del PP o la modificación de la mmt, únicamente favoreciendo su mezclado con un trabajo mecánico (extrusión e inyección), se llevó a cabo el siguiente desarrollo experimental.

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este trabajo la ruta de exfoliación para la formación de nanocompuestos ó compuestos híbridos elegida, fue la mezcla directa del polímero fundido con alguno de los tipos de arcilla (Bentonita o Montmorillonita).

3.1 MATERIALES A UTILIZAR

Polímeros.

- ✦ Polipropileno puro con Índice de Fluidez 10 –masa en gramos de material fundido que fluye a 190° C en un intervalo de 10 minutos–

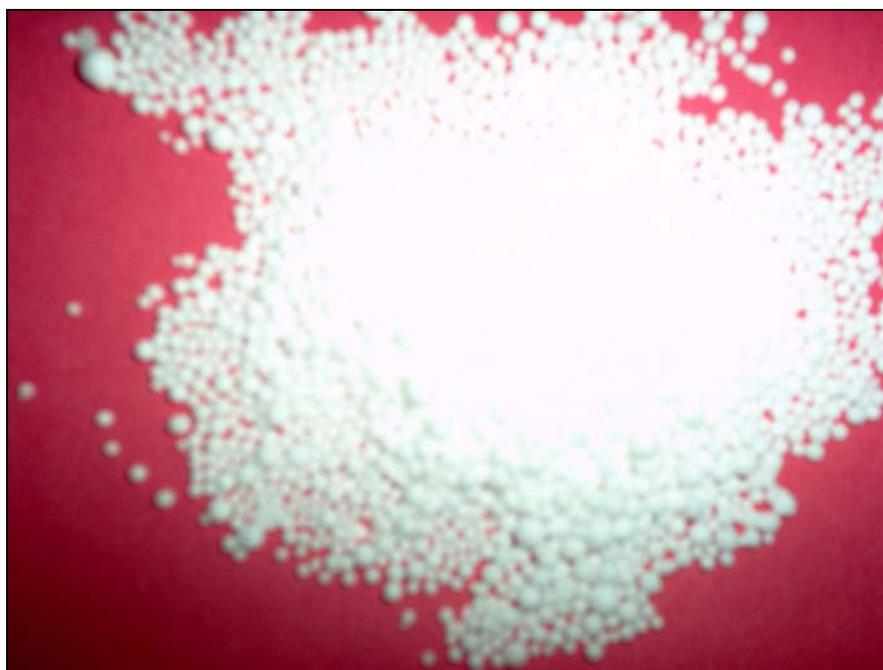


Figura 17. Fotografía digital del Polipropileno puro con índice de fluidez 10 (pellets)

- ✦ Polipropileno comercial denominado "Polybond 3200" el cual ha sido modificado químicamente con el 1% en peso de anhídrido maléico, con índice de fluidez de 190.

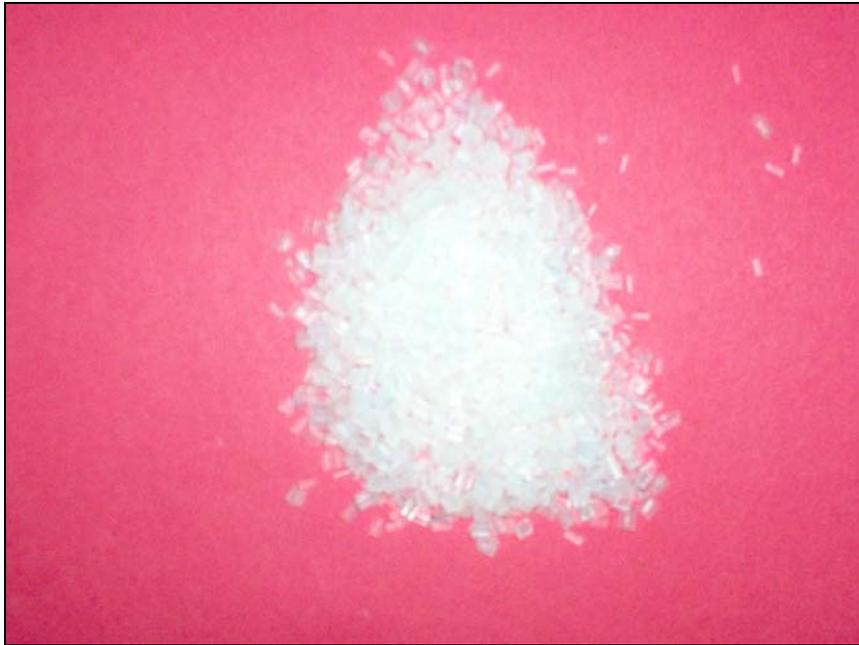


Figura 18. Fotografía digital del agente compatibilizante Polybond 3200

Cargas.

- Montmorillonita sódica (montmorillonita sódica Na^+)



Figura 19. Fotografía digital de la arcilla Montmorillonita Sódica

- Bentonita Blanca

Material rico en Montmorillonita, blanco, de gran absorbencia.



Figura 20. Fotografía digital de la arcilla Bentonita Blanca

3.2 PROCESAMIENTO DE PLÁSTICOS

Existen diferentes métodos de procesamiento de materiales poliméricos, a continuación se detallan dos de los principales: extrusión e inyección.

EXTRUSIÓN¹

La extrusión es un proceso por el cual es posible obtener productos acabados o semiacabados en régimen continuo.

Utilizando equipos que funden, homogeneizan y fuerzan ó hacen pasar al polímero a pasar a través de matrices de formas definidas, se pueden producir tubos, películas, chapas, filamentos, perfiles, frascos, bidones, etc.

¹ Rauwendal C. POLYMER EXTRUSION. Hanser. EUA 1990.

Entonces se dice que la operación o procedimiento de extrusión es la acción de forzar por medio de presión a pasar a través de un dado o boquilla un plástico o material fundido. En el proceso original para someter los polímeros a extrusión se utilizan tornillos ó husillos para hacer fluir el polímero en el estado fundido.

El tornillo de un extrusor tiene uno o dos hilos en espiral a lo largo de su eje. El diámetro medido hasta la parte externa del hilo es el mismo en toda la longitud para permitir un ajuste preciso en una camisa cilíndrica, con un claro suficiente apenas para dejarlo rotar.

Partes de un extrusor (Figura 21)

- a) Zona de alimentación. En la primera parte, denominada por lo común zona de alimentación, se precalienta y transporta el polímero a las partes siguientes.
- b) Zona de compresión. En esta zona se expulsa el aire atrapado entre los gránulos originales, se da el cambio de densidad que ocurre durante la fusión.
- c) Zona de dosificación. Su función es la de homogeneizar el material fundido y con ello suministrar a la región del dado, material homogéneo a temperatura y presión constantes.
- d) Zona del dado. Por donde se hace pasar el polímero ya fundido y se le da forma, ya sean filamentos, películas, tubos, etc.

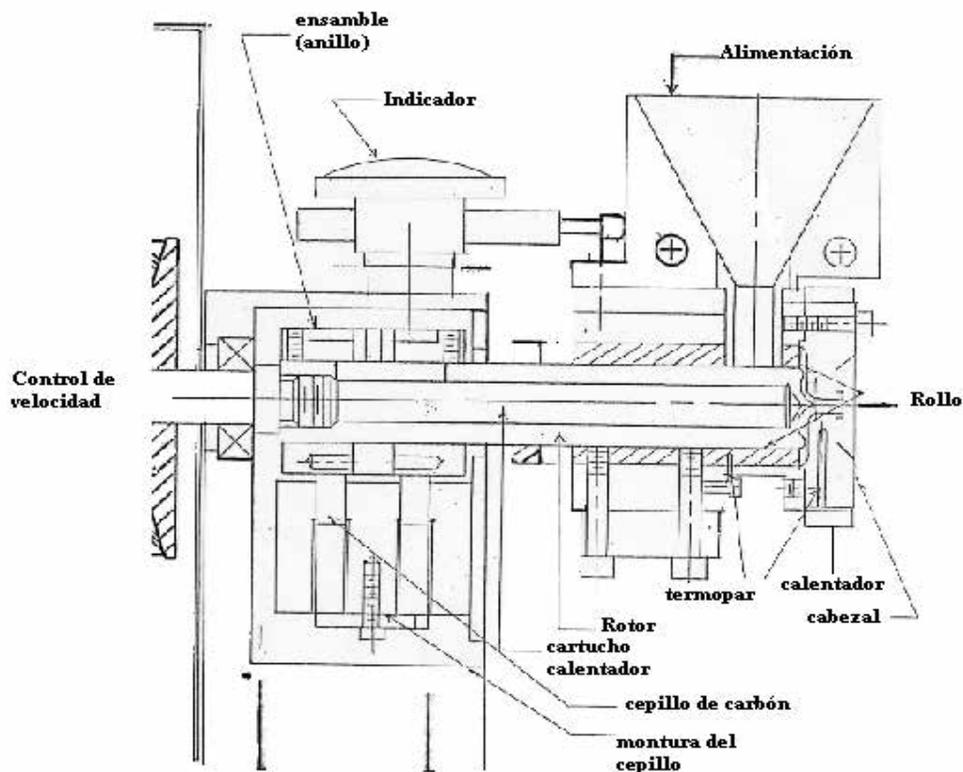


Figura 21. Esquema de la sección transversal del Extrusor CSI-MAX modelo CS-194AV

Algunos casos donde se utiliza el extrusor CS-194AV (Apéndice B), utilizado para la preparación de las mezclas, son los siguientes:

- ❖ Cantidades pequeñas de material.
- ❖ Tiempos de residencia cortos.
- ❖ Formulación de la composición estable óptima.
- ❖ Mezclas de polímeros.
- ❖ Combinación de cargas inertes.
- ❖ Combinación de cargas de refuerzo.
- ❖ Modificación del corte al polímero.

Ejemplos de materiales que han sido procesados en este extrusor.

- ❖ Polietileno de baja densidad.
- ❖ Polipropileno.
- ❖ Hule Natural.

- ❖ Nylon 6/6.
- ❖ Poliestireno de alto impacto.

Ejemplos de compuestos que han sido producidos en el extrusor.

- ❖ Mezclas de polietileno y polipropileno.
- ❖ Mezclas de Nylon 6 y polietileno.
- ❖ Compuestos por arriba del 30% de negro de humo en todos los polímeros.
- ❖ Compuestos de más de 30% de carbonato de calcio en polímeros comunes.
- ❖ Compuestos de más de 30% de dióxido de silicio en polímeros comunes.

INYECCIÓN²

El fundamento del moldeo por inyección es introducir un polímero fundido en un molde cerrado y frío, donde solidifica para dar el producto. La pieza moldeada se recupera al abrir el molde para sacarla. Una máquina de moldeo por inyección (Figura 22) tiene dos secciones principales:

- la unidad de inyección
- la unidad de cierre o prensa que aloja al molde.

² Morton D. PROCESAMIENTO DE PLÁSTICOS. Grupo Noriega Editores. México 1993.

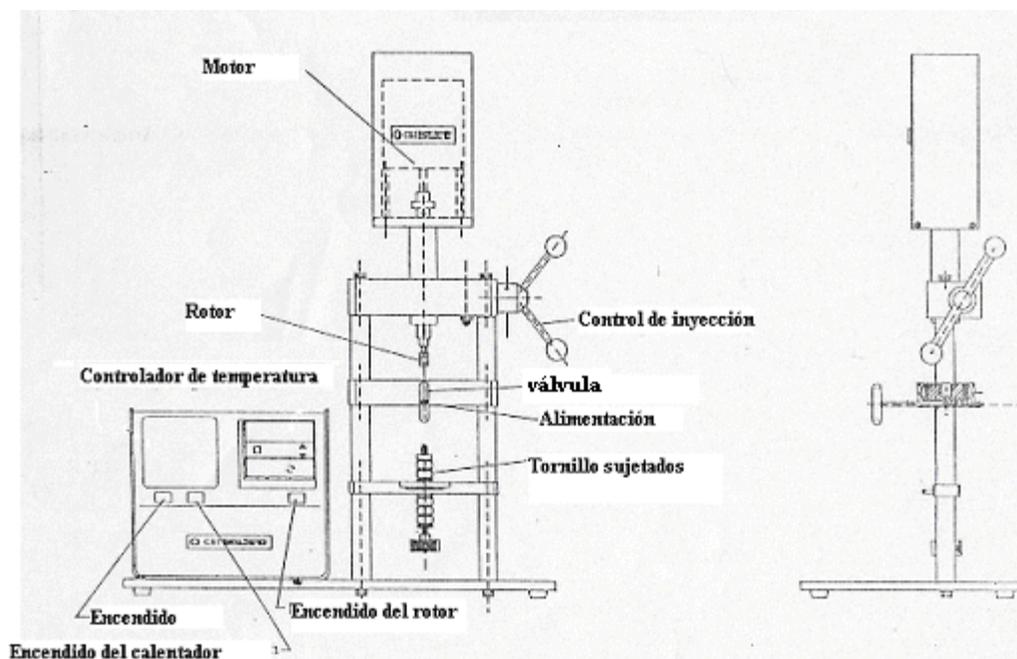


Figura 22. Inyector Mini-Max modelo CS-183MMX

La unidad de inyección.

En la primera sección, el procedimiento es el mismo que el procedimiento de extrusión que se describió anteriormente. Esta es la parte plastificante del método. La única diferencia importante es que el tornillo puede tener un movimiento de vaivén, como si fuera un pistón, dentro del barril, durante la parte de inyección del ciclo de producción

La unidad de cierre.

Es básicamente una prensa que se cierra con un sistema de presión hidráulico o mecánico. La fuerza de cierre disponible debe ser bastante grande para contrarrestar la resistencia que genera el material fundido cuando se inyecta.

El molde o herramienta.

El molde se sujeta mecánicamente en la unidad de cierre, pero es intercambiable para permitir el moldeo de diferentes productos.

La Figura 23, ilustra la secuencia total de pasos de mezclado e inyección. Como primer paso, el rotor es elevado y el material frío es introducido dentro del depósito (Figura 23 A). El rotor desciende y el material atrapado entre el rotor y el estator es calentado por conducción (Figura 23 B), desde el rotor y estator calentados, así como por el trabajo mecánico suministrado desde el rotor en movimiento. El rotor es subsecuentemente elevado y bajado (Figura 19 C–G) para lograr mezclado extensivo. Este paso se lleva a cabo en repetidas ocasiones.

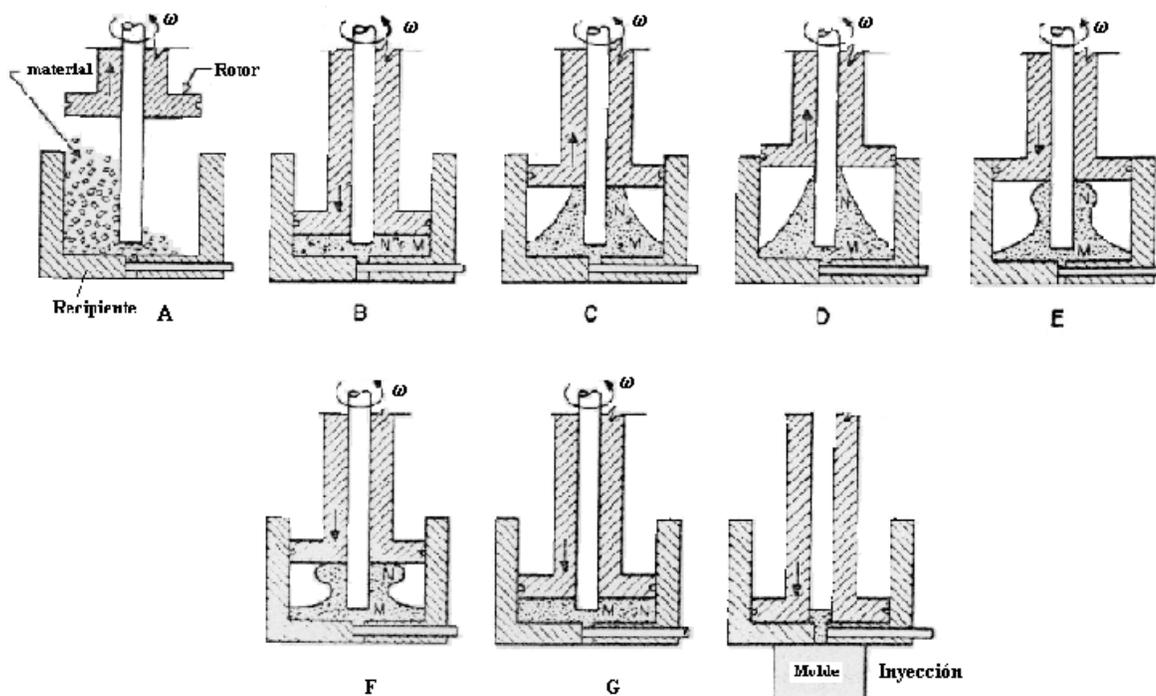


Figura 23. Mezclado e Inyección de un material en el equipo INYECTOR Mini-MAX modelo CS-183MMX (Secuencia)

Cuando el material ha sido fundido y mezclado, una válvula de salida en el depósito es abierta y el rotor es forzado hacia abajo. El material es de esta manera inyectado dentro de un molde bajo la acción de la presión del rotor, y el efecto fundido elástico del inyector.

Otras técnicas de procesamiento de polímeros son el moldeo por compresión y por transferencia, el reforzamiento de fibras, el moldeo rotacional y el moldeo por sinterización.

3.3 EQUIPOS DE PROCESAMIENTO

La siguiente Tabla resume las características principales de los equipos de procesamiento utilizados:

Tabla 8. Equipos de Procesamiento

Nombre del equipo.	Utilidad del equipo en la investigación.	Especificaciones del equipo.
<p>EXTRUSOR (Figura 21)</p>	<p>Formación y homogenización de mezclas poliméricas, mediante la elaboración de filamentos que dispersan la carga en el polímero.</p> <p>Para garantizar la homogeneidad y buena dispersión de la arcilla en el polímero, se requiere que este pase por el extrusor al menos en dos ocasiones.</p>	<p>Marca. Custom Scientific Instruments Inc. (CSI. Inc.) Número de serie. CS-194AV-262. Velocidad de operación: 16-270 RPM. Presión de empuje del cabezal al rotor: 0.06 '' Controles: Temperatura del rotor. Temperatura del cabezal. Velocidad del rotor. Presión de empuje del cabezal al rotor.</p>
<p>INYECTOR (Figura 22)</p>	<p>Elaboración de probetas para pruebas mecánicas, mediante el llenado por inyección de moldes acorde a patrones para probetas de plástico.</p> <p>Compactación de mezclas para la elaboración de películas en la prensa con calentamiento.</p>	<p>Marca. Custom Scientific Instruments Inc. (CSI. Inc.) Velocidad de operación: 15-120 RPM. Número de modelo: CS-183MMX. Controles: Temperatura del rotor. Velocidad del rotor. Válvula de inyección.</p>
<p>PRENSA</p>	<p>Elaboración de películas para pruebas de resistencia al impacto. Se emplea una hoja de metal que sirve de molde para formar la película y darle forma a ésta.</p>	<p>Marca: Carver Laboratory Press Capacidad de carga. 0-24,000 lb. 0-11 toneladas métricas Superficie de las placas: 930.25 cm² Modelo: 2697 Controles: Temperatura de placa 1 Temperatura de placa 2 Carga aplicada a la muestra.</p>

En el Apéndice B se indican las principales ventajas de los equipos de extrusión e inyección utilizados, así como sus principios de operación.

3.4 PROCEDIMIENTO

3.4.1 Estudios Exploratorios

La formación de nanocompuestos requiere del conocimiento de ciertas propiedades, tales como la temperatura de fundido del material, que determinará la temperatura de operación tanto del extrusor como del inyector. Los resultados obtenidos en esta etapa de la investigación, permitieron establecer las condiciones de operación adecuadas, como:

Obtención de las mejores condiciones de temperatura de operación para los equipos de extrusión e inyección.

- Extrusión de PP a 210° C, 200° C, 190° C, 180° C resultando un producto demasiado fluido.
- Extrusión de PP a 170° C y 160° C, resultando un producto con una fluidez adecuada para su manejo.
- Extrusión de PP a 150° C resultando un producto muy poco fluido muy difícil de manejar.
- Se realizaron inyecciones de PP a las mismas temperaturas obteniéndose los mismos resultados para todas las temperaturas.

Tiempo de mezclado

- Se realizaron inyecciones y extrusiones de PP + mmt con un tiempo de mezclado de 5, 10 y 15 minutos, resultando un mejor mezclado para un tiempo de 15 minutos.
- El mismo tipo de estudios exploratorios se realizaron con Polybond 3200.

A continuación se presentan las metodologías de los procesos empleados.

3.4.2 Procesos de Formación de Nanocompuestos

Procedimiento No. 1 Mezclado por Inyección y formación de película.

1. Se enciende el inyector, programando la temperatura de operación, y se deja que alcance una estabilidad en la temperatura de operación. Al mismo tiempo se coloca el molde de inyección, para que tenga una temperatura adecuada en el momento de la inyección.
2. El polipropileno, puro o modificado, se coloca en el mezclador del inyector. Una vez fundido el polipropileno es adicionada la cantidad de arcilla (mmt o bentonita), necesaria para alcanzar la concentración de la mezcla que se va a preparar (Tablas 10 y 11)
3. Ambos materiales se mezclan en el inyector con un constante vaivén del rotor por 15 min.
4. Se abre la válvula de paso y se inyecta el material en el molde para probetas de un solo movimiento. El molde es retirado y enfriado en un baño de agua. La probeta es extraída y cortada a lo largo de la misma, para obtener dos tiras.
5. Estas tiras se colocan en la parte central de un molde consistente en dos placas de metal, una lámina de aluminio y dos acetatos para formar una película. La mencionada lámina de aluminio provee la forma de la película a realizar. Se coloca una de las placas metálicas, encima de ella un acetato, a

continuación el molde de aluminio, dentro del cual se colocan las dos tiras, mismas que son cubiertas por el otro acetato y por la placa metálica restante. Este conjunto se coloca en la prensa, que debe estar a 190°C , se cierra la prensa para fundir la mezcla aproximadamente por 5min sin carga. Para finalizar se aplica una carga de 3 ton por 5min; se retira el conjunto de la prensa y se enfría en el chorro de agua.

6. De la película obtenida se cortan las probetas para pruebas de tracción, con la ayuda de un suaje con las medidas requeridas. El procedimiento de suajado también se hace en la prensa.
7. La probeta obtenida, es el nanocompuesto al que se determinarán las propiedades mecánicas (Figura 24)

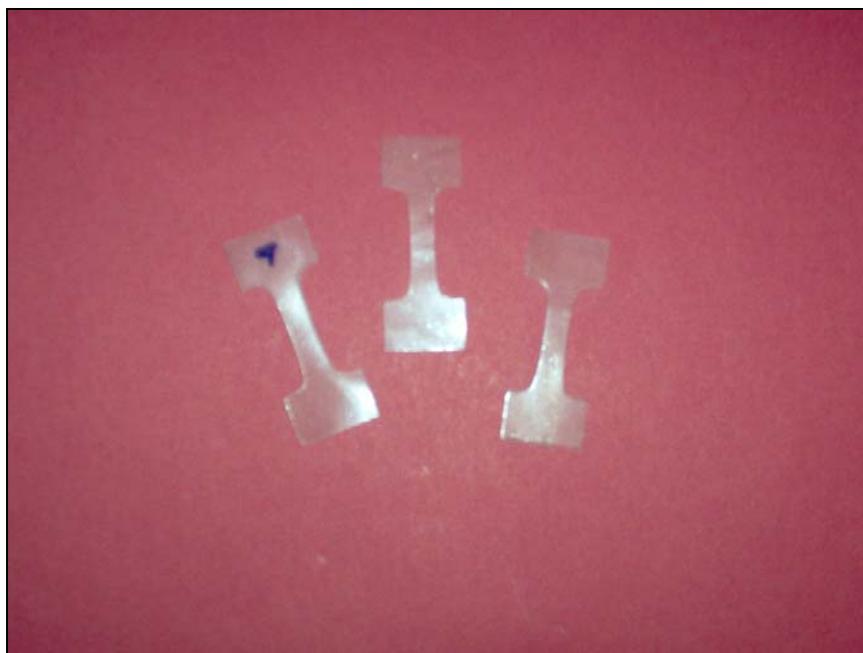


Figura 24. Fotografía digital de probetas de tracción cuajadas a partir de una película de nanocompuesto.

Las condiciones de operación de los equipos utilizados son señalados en la Tabla 10.

Este proceso está representado en el siguiente diagrama de flujo:

Diagrama de flujo del Procedimiento No. 1

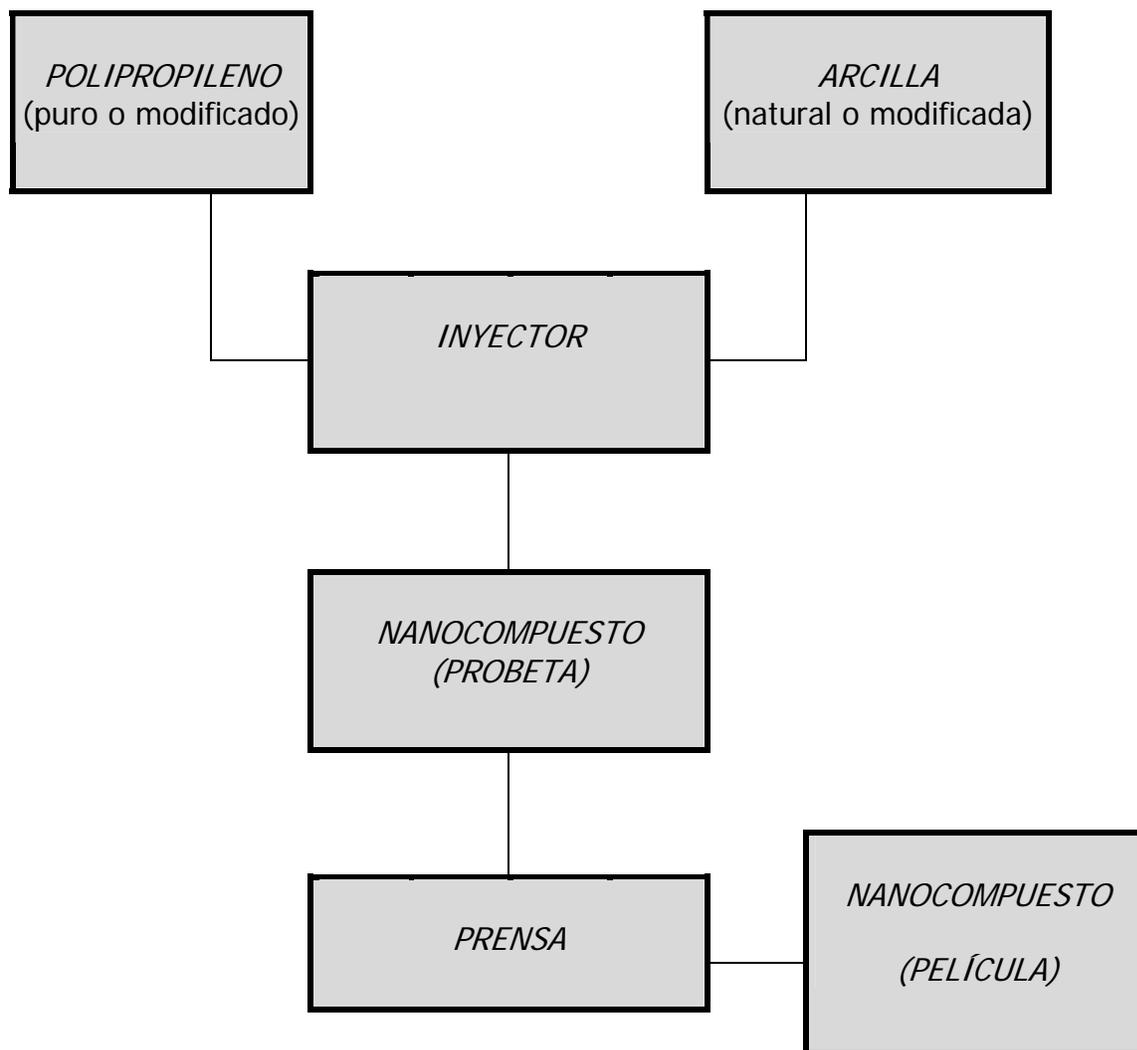


Diagrama 1. Proceso de formación de nanocompuestos PP/arcilla. Mezclado por inyección.

Procedimiento No. 2 Mezclado por Extrusión e Inyección.

1. Se encienden el extrusor y el inyector, programando sus temperaturas de operación; se deja que se estabilicen. En el inyector es colocado el molde para obtener la temperatura adecuada para la inyección.
2. En el extrusor se adiciona el polipropileno (puro o modificado) y se le va agregando las cantidades de arcilla para las concentraciones de 1.5, 3, 6 y 9% p/p (Tabla 11) para que se mezcle con él antes de fundirse. Como resultado de la extrusión de la mezcla, se obtienen filamentos que son colocados en el extrusor para fundirlos nuevamente y obtener un mejor mezclado. Para la concentración del 3%, se utilizaron tres diferentes velocidades de extrusión.
3. Los filamentos se colocan en el inyector para su fundido, se les mezcla constantemente por 5 min aproximadamente, se abre la válvula de paso y se inyectan en el molde de un solo movimiento, se cierra la válvula. El molde es retirado del inyector y se enfría en un baño de agua.
4. Las probetas obtenidas se cortan y se colocan en el molde para películas, el cual se prepara de acuerdo al Paso 5 del procedimiento No. 1.
5. El molde de películas se coloca en la prensa y se cierra sin carga por 10min, pasado este tiempo, se aplica la carga de 3 ton por 5min y se retira el molde con la mezcla. Se enfría en el chorro del agua.
6. La película obtenida es cortada a la medida de la probeta para pruebas de tracción. Se utiliza el suaje y la prensa para el corte. Esta probeta es el nanocompuesto al cual se le van a determinar las propiedades mecánicas.

Las condiciones de operación de los equipos para este proceso están en las Tablas 11 y 14.

El diagrama de flujo general para este proceso es el siguiente:

Diagrama de flujo del Procedimiento No. 2

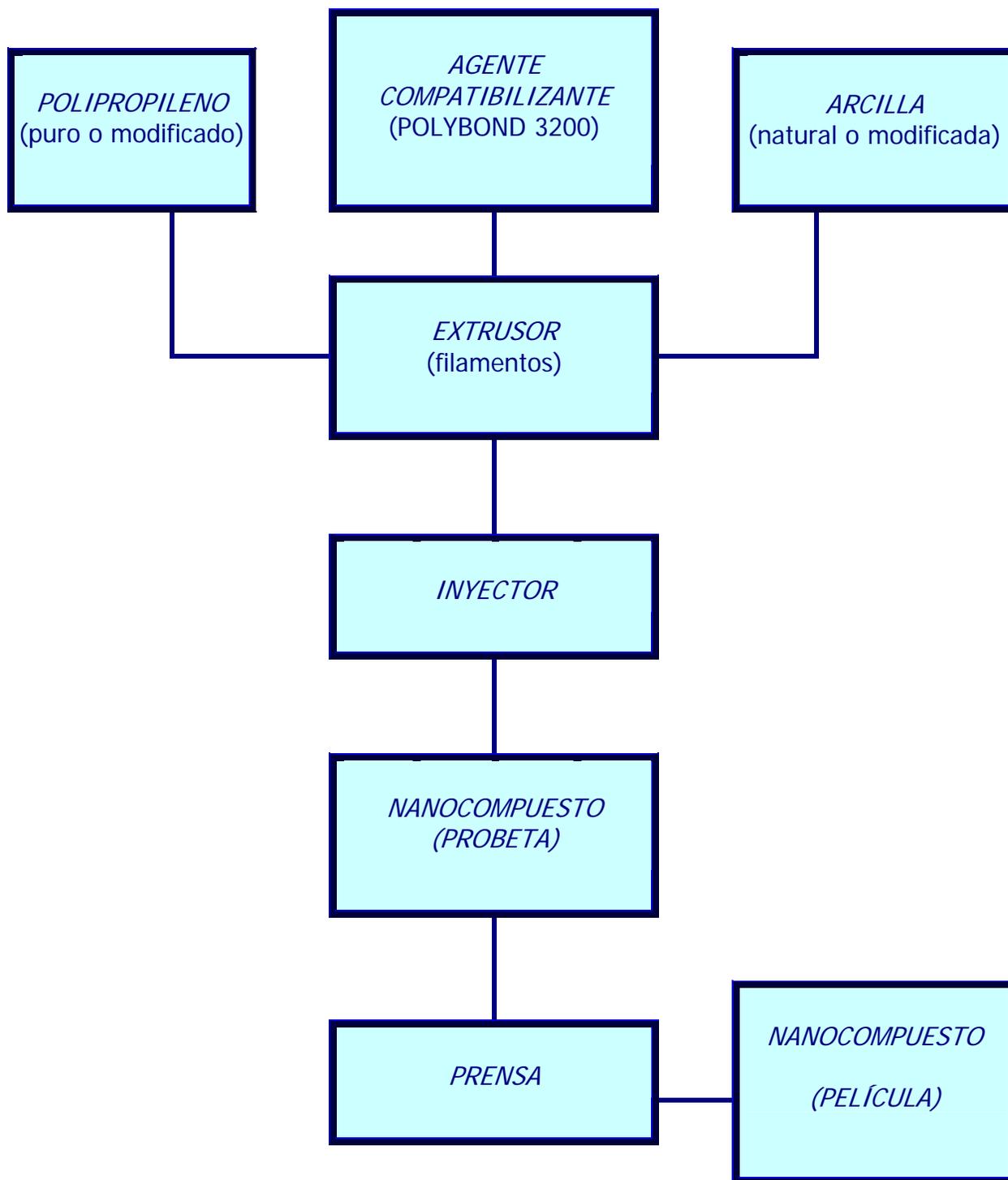


Diagrama 2. Proceso de formación de nanocompuestos PP/arcilla/agente compatibilizante. Mezclado por extrusión e inyección.

Con el fin de simplificar los pasos a seguir para la formación del nanocompuesto y su acondicionamiento para la realización de las pruebas de tracción (ensayo de tensión), fue desarrollado un nuevo molde con las características que permitirían obtener probetas aptas para ser sometidas a pruebas de tracción. El uso del molde permitiría a su vez la orientación del material.

El ***Procedimiento No. 3*** Mezclado por extrusión e inyección en molde.

1. Los filamentos obtenidos del extrusor, son colocados en el inyector, previamente ajustado a la temperatura de inyección junto con el molde especial de las probetas de tracción; se les deja fundir y se les mezcla por 5 min aproximadamente; se abre la válvula de paso y se inyectan de un solo movimiento dentro del molde de las probetas para tracción, se cierra la válvula. El molde con la probeta es retirado y se enfría en un baño de agua.
2. Se extrae la probeta y se recortan los excesos de material, la probeta obtenida no necesita ser prensada ni suajada, ya que tiene el diseño y las dimensiones adecuadas para las pruebas de tracción (Figura 25) Esta probeta es el nanocompuesto, al que se le van a determinar sus propiedades mecánicas.



Figura 25. Fotografía digital de probetas de tracción de nanocompuesto generadas por extrusión e inyección.

Las temperaturas de operación de los equipos están en la Tabla 11.

El objetivo de este diseño de experimento fue encontrar una velocidad de mezclado adecuada para obtener los nanocompuestos.

Los resultados de las pruebas de tracción de las probetas obtenidas por este método, no son comparables con los resultados obtenidos de los nanocompuestos sintetizados utilizando los diseños de experimentos anteriores; porque las probetas se rompieron muy cerca de la sección que sujetan las mordazas del equipo y no son confiables estos resultados. Así que, este diseño sólo sirvió, para encontrar una adecuada velocidad de extrusión (90RPM)

Procedimiento No. 4 Mezclado por extrusión + Prensado

En este proceso fueron utilizados el extrusor y la prensa para formar y acondicionar el nanocompuesto (película). Esto es, para que los resultados obtenidos, pudieran ser comparados con los resultados de los primeros diseños.

La concentración de agente compatibilizante (Polybond 3200) utilizada fue del 3%, así como diferentes cargas de arcilla (3, 6 y 9%), las cantidades están descritas en las Tablas 13 y 14. Ya que, estas concentraciones de agente y arcilla mejoraron las propiedades mecánicas (módulo de Young y resistencia a la tensión) en relación al PP puro, en este nuevo diseño se utiliza Montmorillonita sódica. Se utilizaron las condiciones de operación de la Tabla 14

1. Los filamentos obtenidos, se recortan, al tamaño del molde para películas. Se colocan 0.5g de filamentos y se distribuyen uniformemente en el molde; esta cantidad es lo que pesa aproximadamente una probeta para hacer película.

2. El molde se coloca en la prensa y se cierra sin carga por 10min, pasado este tiempo, se aplica la carga de 3 ton por 5min y se retira la mezcla. Se enfría en el chorro de agua.
3. La película obtenida es cortada a la medida de la probeta para pruebas de tracción. Se utiliza el suaje y la prensa para el corte. Esta probeta es el nanocompuesto al cual se le van a determinar sus propiedades mecánicas.

La siguiente tabla presenta un resumen de los procesos que fueron realizados para las mezclas obtenidas (PP-Arcilla, PP-Agente-Arcilla y Agente-Arcilla)

Tabla 9. Procesos realizados en las mezclas obtenidas

Proceso Mezcla	Inyección + Prensado	Extrusión e Inyección + Prensado	Extrusión e Inyección con Moldeo	Extrusión + Prensado
PP + Arcilla	X	X	X	
PP + Polybond 3200 + Arcilla		X		X
Polybond 3200 + Arcilla		X		

3.4.3 Diseño de Experimento

Mezcla a) Polipropileno – Arcilla

Para el polímero sin modificar se llevaron a cabo dos procedimientos con el fin de comparar la eficiencia de cada uno en la mejora de las propiedades mecánicas del polímero. El primer procedimiento consistió, en realizar la mezcla en el equipo de inyección, sin extruir el material. En el segundo de ellos, se extruyó el material en tres ocasiones para mejorar el mezclado y posteriormente se inyectó el material. En este caso se varió la velocidad de extrusión a tres velocidades distintas (ver Tabla 11), para la concentración de 3% p/p. En ambos procedimientos se utilizaron concentraciones de 0, 1.5, 3, 6 y 9% p/p de la mezcla.

De acuerdo a los resultados de los estudios exploratorios, se realizaron las mezclas en las condiciones de trabajo mostradas en las Tablas siguientes; para materiales obtenidos por inyección y por extrusión e inyección respectivamente. Ver Diagramas 1 y 2.

Tabla 10. Elaboración de mezclas polímero arcilla. Mezclado por inyección

Polipropileno sin modificar – arcilla					
Procesamiento: Inyección					
Concentración arcilla/arcilla/(PP+arcilla) (% p/p)	0	1.5	3	6	9
Temperatura de operación del inyector (° C)	165	165	165	165	165
Tiempo de residencia en el inyector (min.)	15	15	15	15	15
Velocidad de operación del inyector (RPM)	75	75	75	75	75

Tabla 11. Elaboración de mezclas polímero – arcilla. Mezclado por extrusión e inyección

Polipropileno sin modificar – arcilla							
Procesamiento: extrusión + inyección.							
Concentración arcilla arcilla/(PP+arcilla) (% p/p)	0	1.5	3			6	9
Temperatura de operación del cabezal de extrusor (° C)	170	170	170			170	170
Temperatura de operación del rotor (° C)	150	150	150			150	150
Velocidad de operación del extrusor (RPM)	186	186	186	220	250	186	186
Temperatura de operación del inyector (° C)	165	165	165			165	165
Tiempo de residencia en el inyector (min.)	10	10	10			10	10
Velocidad de operación del inyector (RPM)	75	75	75			75	75

El objetivo de utilizar diferentes velocidades de extrusión para la concentración de arcilla del 3%, fue encontrar la velocidad que permitiera un mezclado homogéneo de los materiales procesados. La velocidad elegida fue 186 RPM para este sistema.

Con el propósito de evaluar el impacto de la velocidad de extrusión en las propiedades mecánicas del nanocompuesto obtenido, fue llevado a cabo un nuevo diseño de experimentos. La concentración de arcilla empleada para este estudio fue del 3%. Las condiciones de operación del inyector fueron las incluidas en la Tabla 11, en el caso del extrusor las velocidades utilizadas fueron: 14, 52, 90, 165 y 244 RPM.

Después de realizar las mezclas por los métodos de procesamiento señalados en cada caso, se realizaron películas para pruebas de tracción, esto con las probetas

de 3 mm obtenidas en cada proceso, las películas fueron hechas con la prensa calentándolas 10min y a una carga de 3 toneladas métricas aplicadas durante 5 minutos.

Mezcla b) Polybond 3200 - arcilla

Para el polipropileno modificado, se realizaron las mezclas a las condiciones de trabajo presentadas en la Tabla 11, el método de procesamiento fue: extrusión en dos ocasiones e inyección posterior.

Tabla 12. Elaboración de mezclas polímero – arcilla. Mezclado por extrusión e inyección

Polybond 3200 – arcilla natural (bentonita)				
Relación $\frac{\text{polímero}}{\text{arcilla}}$ (% p/p)	0	3	6	9
Temperatura de operación del cabezal de extrusor (° C)	140	142	142	143
Temperatura de operación del rotor (° C)	155	155	157	158
Velocidad de operación del extrusor (RPM)	140	140	140	140
Temperatura de operación del inyector (° C)	160	160	162	162
Tiempo de residencia en el inyector (min.)	10	12	12	10
Velocidad de operación del inyector (RPM)	55	55	55	55

Mezcla c) Polipropileno – Polybond 3200 – Arcilla

En virtud de que el polipropileno modificado es un buen agente compatibilizante, se decidió su inclusión en la elaboración de una nueva serie de mezclas con polipropileno sin modificar, con el fin de estudiar el efecto de este agente compatibilizante sobre las mezclas polipropileno–arcilla.

En la Tabla 13 es descrito el nuevo diseño de experimentos. El cálculo de relación agente-polímero se realiza indicando el porcentaje de gramos de agente compatibilizante (Polybond 3200) entre los gramos de polipropileno.

Se prepararon las mezclas con las cantidades de la Tabla 13, para su uso posterior en la preparación de probetas y películas que fueron sometidas a pruebas de tracción.

Tabla 13. Elaboración de nanocompuestos PP/arcilla/agente compatibilizante (polybond 3200). Mezclado por extrusión e inyección

DISEÑO DE EXPERIMENTOS EMPLEANDO AGENTE COMPATIBILIZANTE.								
Conc. De la Arcilla en mezcla Relación agente/PP (p/p)	0% p/p		2.9% p/p		5.6% p/p		8.25% p/p	
	$\frac{\text{agente}}{\text{polímero}}, 3\%$	PP	10 g	PP	10 g	PP	10 g	PP
Polybond		0.3 g	Polybond	0.3 g	Polybond	0.3 g	Polybond	0.3 g
Arcilla		0 g	Arcilla	0.309 g	Arcilla	0.618 g	Arcilla	0.927 g
$\frac{\text{agente}}{\text{polímero}}, 6\%$	PP	10 g	PP	10 g	PP	10 g	PP	10 g
	Polybond	0.6 g	Polybond	0.6 g	Polybond	0.6 g	Polybond	0.6 g
	Arcilla	0 g	Arcilla	0.318 g	Arcilla	0.636 g	Arcilla	0.954 g
$\frac{\text{agente}}{\text{polímero}}, 9\%$	PP	10 g	PP	10 g	PP	10 g	PP	10 g
	Polybond	0.9 g	Polybond	0.9 g	Polybond	0.9 g	Polybond	0.9 g
	Arcilla	0 g	Arcilla	0.327 g	Arcilla	0.654 g	Arcilla	0.981 g

El procesamiento de estos materiales fue llevado a cabo por extrusión-inyección. Las condiciones de operación de estos equipos son presentadas en la Tabla siguiente:

Tabla 14. Elaboración de mezclas polímero/agente compatibilizante/arcilla

Polipropileno – agente compatibilizante (Polybond 3200) – arcilla				
Concentración de la arcilla en la mezcla (% p/p)	0	2.9	5.6	8.25
Temperatura de operación del cabezal de extrusor (° C)	176	176	176	176
Temperatura de operación del rotor (° C)	185	185	186	186
Velocidad de operación del extrusor (RPM)	227	227	227	227
Temperatura de operación del inyector (° C)	175	175	175	175
Tiempo de residencia en el inyector (min.)	5	5	5	5
Velocidad de operación del inyector (RPM)	55	55	55	55

Se emplearon las probetas obtenidas en el inyector para la elaboración de películas en la prensa con calentamiento. Se trabajó a 190° C manteniendo la muestra durante 10 minutos en la prensa sin aplicar presión. Después se aplicó una carga de 3 ton por 5min.

Un nuevo diseño de experimentos fue desarrollado utilizando la velocidad de extrusión adecuada obtenida del estudio realizado para el sistema Polipropileno – Arcilla (90 RPM). La relación agente-polímero empleada fue del 3% p/p y las concentraciones de arcilla trabajadas fueron 3%, 6% y 9% p/p. El resto de las condiciones de operación del extrusor son las incluidas en la Tabla 14.

3.4.4 Pruebas Mecánicas

Las películas y probetas de los nanocompuestos obtenidos fueron sometidas a ensayos de tensión.

Equipo de medición

- ◆ Marca: Instron Corporation
- ◆ Hecho de acuerdo al ASTM 1708
- ◆ Ubicación: Instituto de Investigaciones en Materiales
- ◆ Celda de 50 Kg
- ◆ Humedad: 50%
- ◆ Temperatura: 73° F
- ◆ Velocidad de cruceta: 50 mm/min
- ◆ No. Corridas por muestra: 5

Las condiciones de operación y el análisis de resultados se realizaron de acuerdo a la norma ASTM D882–97.

Las propiedades evaluadas fueron:

- ▶ Desplazamiento en la carga máxima
- ▶ Carga en la carga máxima
- ▶ Tensión en la carga máxima
- ▶ Deformación en la carga máxima
- ▶ Módulo de Young
- ▶ Tenacidad
- ▶ Tensión en fluencia

La propiedad en la cual se realizó la discusión de resultados fue el Módulo de Young.

3.4.5 Difracción de Rayos X (Método de Polvos)

Se llevó a cabo un estudio comparativo de los patrones de Difracción de rayos X por el Método de Polvos, de uno de los sistemas probados, seleccionado de acuerdo al análisis de resultados, con los patrones de Difracción del PP puro, de la arcilla pura y del sistema PP–arcilla.

Los polvos de las mezclas seleccionadas, se obtienen pulverizando los filamentos y las películas, mediante el uso de un molino de aspas y nitrógeno líquido para disminuir la temperatura de transición vítrea (T_g) y obtener una mejor molienda.

Los patrones mencionados fueron obtenidos en el departamento de Rayos X del Instituto de Investigaciones en Materiales.

Equipo de Difracción de Rayos X utilizado³:

- Marca: Siemens
- Modelo: D 5000
- Ubicación: Instituto de Investigaciones en Materiales
- Geometría: Parafoco Bragg-Brentano
- Diámetro del Goniometro: 401 mm
- Posición de Operación: Vertical
- Rango angular (θ y 2θ): 360°
- Ancho de paso: 0.001°
- Generador de rayos X Kristalloflex 710

³ D 5000 DIFFRACTOMETER INSTRUCTIONS. Siemens. EUA 1996.

4. RESULTADOS y ANÁLISIS

Los materiales se mezclaron adecuadamente obteniéndose el material para las Mezclas a) y c). Se obtuvieron las probetas con el material compactado sin burbujas de aire en su interior. Las películas obtenidas a partir de estas probetas presentaron uniformidad en toda la superficie y poca aglomeración de arcilla. Como se mencionó anteriormente a las películas y probetas obtenidas se les realizaron ensayos de tensión.

En el caso de la Mezcla b) no se obtuvieron las probetas con el material compactado. El resultado obtenido fueron probetas que presentan burbujas de aire en su interior; es decir, el mezclado fue deficiente.

Las probetas con burbujas de aire en su interior, no pudieron emplearse en la elaboración de películas en la prensa, ya que, presentaron aglomeraciones de arcilla, además de ser muy quebradizas y quedar adheridas al molde. Por este motivo no fueron realizadas pruebas mecánicas a las películas del sistema Polybond 3200–arcilla.

4.1 Ensayo de tensión

Los resultados de las pruebas mecánicas realizadas fueron extensos. Debido a que el Módulo de Young tiene una íntima relación con la fuerza de enlace entre los átomos de un material, además de ser un parámetro de la relación entre la deformación y la tensión aplicada (los materiales con un módulo elástico alto son relativamente rígidos y no se deforman con facilidad), el resumen y análisis de resultados son basados en el valor promedio de este para cada sistema. Los resultados individuales de las propiedades evaluadas se presentan en el Apéndice B.

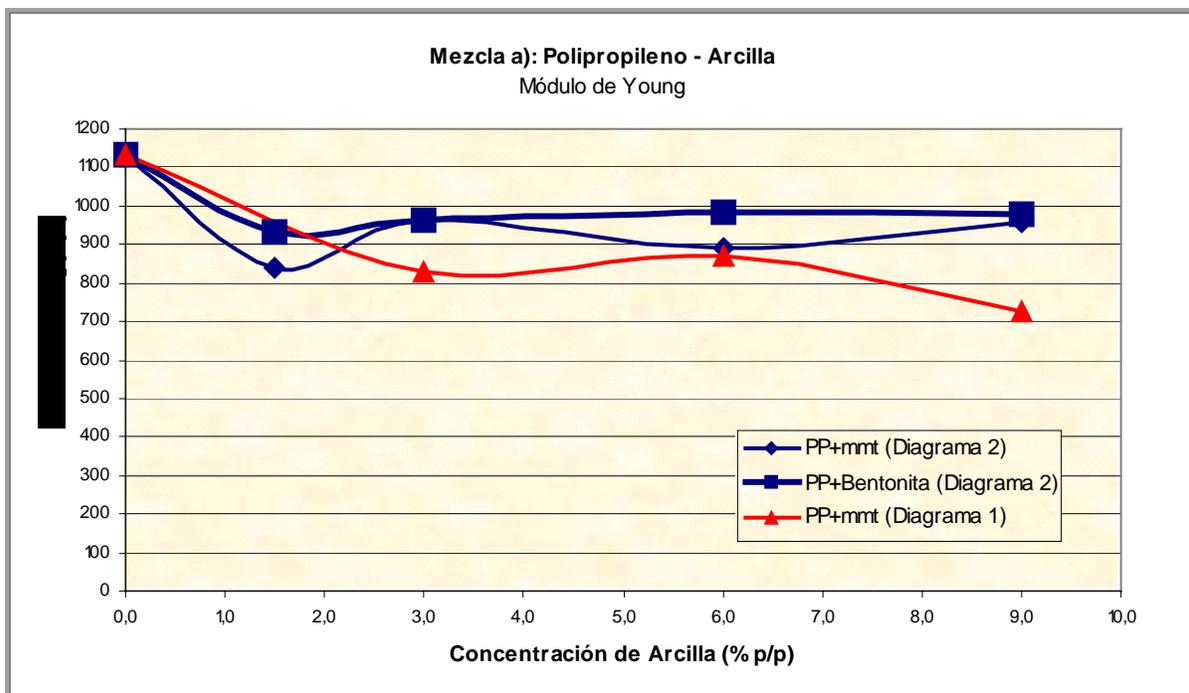
4.1.1 Sistema A: Polipropileno - Arcilla

Los resultados del ensayo de tensión (Módulo de Young), aplicado a las películas de los nanocompuestos correspondientes a la Mezcla A (Polipropileno–Arcilla), procesados por inyección y por extrusión–inyección, de acuerdo a los Diagramas 1 y 2, son los siguientes:

Tabla 15. Resultados de Ensayo de Tensión Mezcla a) (Polipropileno – Arcilla)

Arcilla	Montmorillonita		Bentonita
Procesamiento	Mezclado por Inyección	Mezclado por Extrusión E Inyección	Mezclado por Extrusión E Inyección
Diagrama del Proceso	Diagrama 1	Diagrama 2	Diagrama 2
Concentración (% p/p)	Módulo de Young (MPa)		
0	1133.690	1133.690	1133.690
1.5	N/A	837.356	929.864
3.0	830.413	960.665	962.070
6.0	872.375	891.927	981.647
9.0	724.769	959.834	976.525

Para este sistema, los resultados indican que el Modulo de Elasticidad (Módulo de Young), no mejora con respecto al PP puro. La representación gráfica de estos resultados es la siguiente:



Gráfica 1. Módulo de Young Mezcla a): PP/arcilla

No obstante, que no se observan mejoras en el Módulo de Young con relación al resultado del polímero puro, se puede hacer una comparación de las arcillas utilizadas. La gráfica indica que mejores resultados obtenidos para este sistema fueron utilizando la arcilla Bentonita blanca a una concentración del 6% p/p.

Los resultados del Módulo de Young de los nanocompuestos formados por PP/arcilla, indican también que el *Procedimiento 2 (Diagrama 2)*, proporciona mejores resultados que el *Procedimiento 1 (Diagrama 1)*; es decir: la formación de nanocompuestos por medio de la extrusión y posterior inyección de los materiales, es preferible al procesamiento que implica únicamente la inyección de los materiales.

Estudio de Velocidad de extrusión Mezcla a) (PP/arcilla)

La velocidad de extrusión en la formación de nanocompuestos del Sistema A (PP/arcilla), también fue estudiada. Las probetas para este estudio, fueron fabricadas siguiendo las indicaciones del *Procedimiento 3*, es decir: procesamiento por

extrusión e inyección, sin la formación de películas. El proceso fue llevado a cabo a diferentes velocidades de extrusión (14, 52, 90, 165 y 244 RPM). Los resultados del ensayo de tensión (Módulo de Young) aplicado a estas probetas son los siguientes:

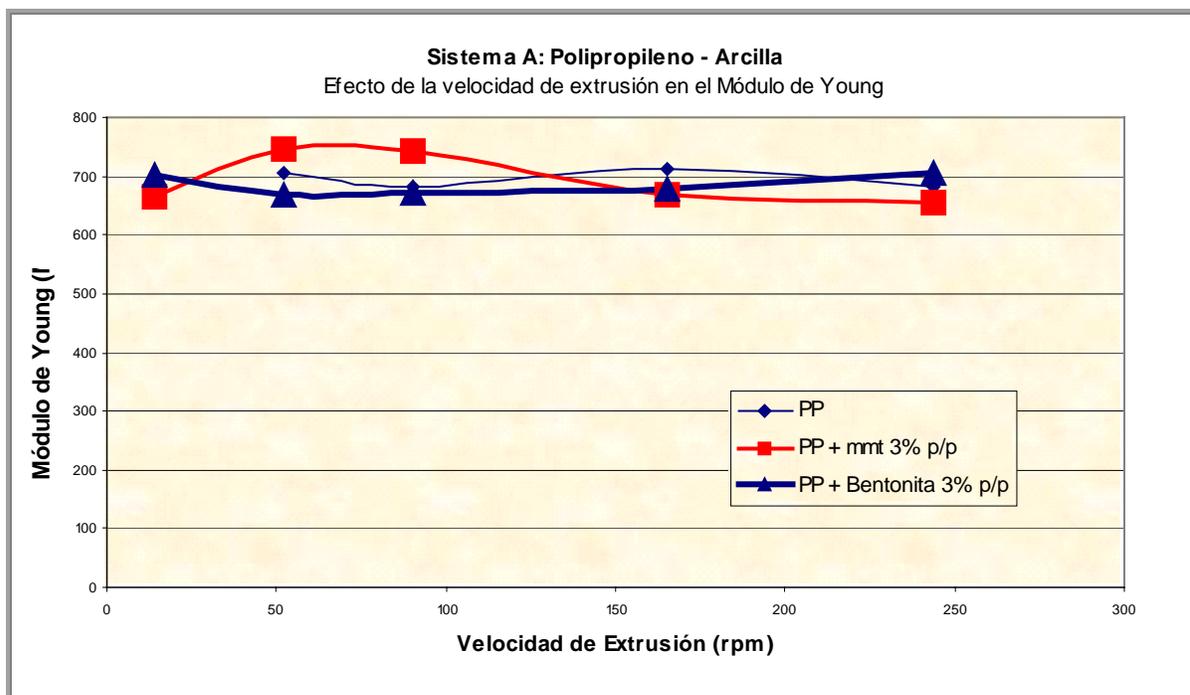
Tabla 16. Efecto de la velocidad en las propiedades mecánicas del nanocompuesto PP-Arcilla

Arcilla	N/A	Montmorillonita	Bentonita
Concentración arcilla (%p/p)	0%	3%	3%
Procesamiento	Extrusión e inyección		
Diagrama del proceso	Diagrama 1		
Velocidad de extrusión (RPM)	Módulo de Young (MPa)		
14	NR*	663.855	702.230
52	704.786	746.373	668.140
90	681.666	743.918	673.131
165	712.812	667.567	679.481
244	681.180	656.377	706.738

*No realizado

Los resultados indican que utilizando la arcilla Montmorillonita se obtienen mejores resultados, a velocidades de extrusión relativamente bajas (50 y 90 RPM). Cuando la arcilla utilizada es Bentonita, los mejores resultados de Módulo de Young se obtienen a una velocidad de extrusión de 165 RPM.

La Gráfica 2 representa el comportamiento del Módulo de Young en función de la velocidad de extrusión:



Gráfica 2. Efecto de la velocidad de extrusión en el Módulo de Young.
Sistema A

4.1.2 Sistema C: Polipropileno–Agente compatibilizante–Arcilla

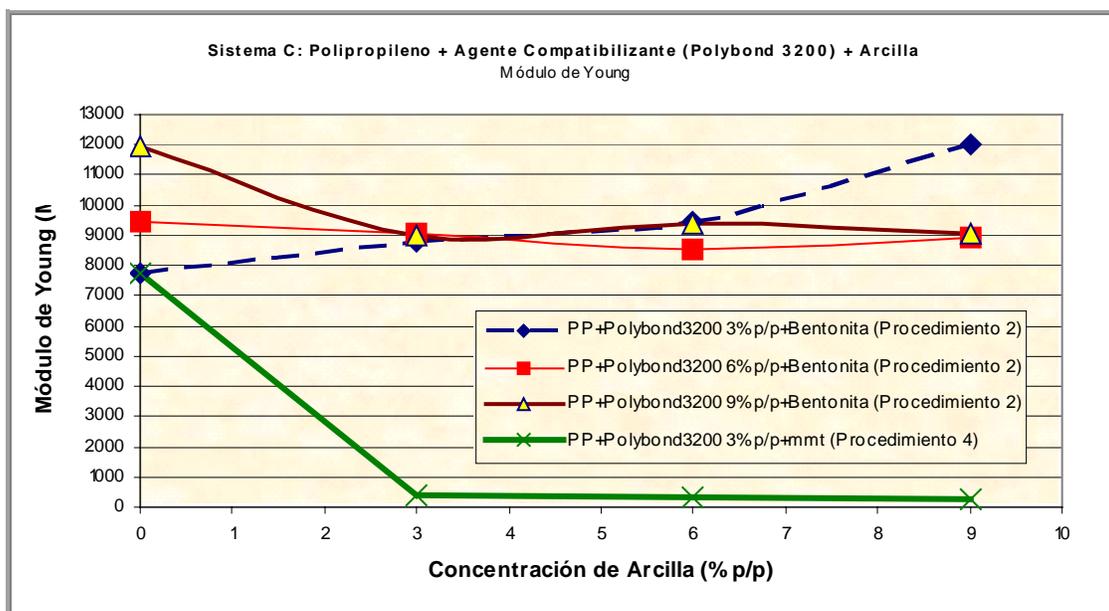
La formación de nanocompuestos del Sistema C, se llevó a cabo utilizando el procesamiento por extrusión e inyección (Procedimiento 2), para la arcilla Bentonita y procesamiento por extrusión únicamente (Procedimiento 4), para la arcilla Montmorillonita sódica.

Los resultados del ensayo de tensión aplicado a estas probetas se encuentran en la Tabla 17.

Tabla 17. Resultados del Ensayo de Tensión Sistema C (Polipropileno – Agente Compatibilizante – Arcilla)

Arcilla	Bentonita			Montmorillonita
Procesamiento	Extrusión e Inyección			Extrusión
Diagrama del proceso	Diagrama 2			Procedimiento 3
Concentración de agente compatibilizante (% p/p)	3	6	9	3
Concentración de arcilla (% p/p)	Módulo de Young (MPa)			
0	7765.860	9460.445	11969.622	7765.860
3	8776.952	9031.008	9027.435	372.638
6	9470.203	8519.339	9408.157	340.784
9	11989.051	8913.597	9075.417	281.653

Los resultados obtenidos en la determinación del Módulo de Young por medio del ensayo de tensión, permite observar el cambio de esta propiedad con respecto al polipropileno sin modificar.



Gráfica 3. Módulo de Young Sistema C (PP/Agente compatibilizante/Arcilla)

Para este Sistema C, los resultados mejoraron lo obtenido para el PP puro y en general para el Sistema A. Utilizando agente compatibilizante al 3% p/p con la arcilla Bentonita los resultados presentan un incremento constante al incrementar la

concentración de la arcilla. Los resultados para las mezclas con agente compatibilizante y montmorillonita indican que la mejor opción es utilizar Bentonita Blanca.

4.2 PATRONES DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La modificación de las propiedades mecánicas del PP puro (Módulo de Young), por la mezcla y procesamiento de los materiales, es un primer indicio de la formación de nanocompuestos, sin embargo la confirmación de esto, puede ser dada por la obtención de imágenes TEM o patrones de difracción de rayos X de los materiales resultantes.

Para el presente trabajo se utilizó la Difracción de rayos X por el método de polvos, las muestras sometidas a este estudio fueron seleccionadas bajo el siguiente criterio: una muestra por Sistema (A y C) y las concentraciones con una mayor cantidad de material nanocompuesto disponible.

Los resultados anteriores indican que el sistema que optimiza las propiedades mecánicas del polímero puro, fue el conformado por PP–Agente compatibilizante 3% p/p–Bentonita, por lo cual fue seleccionado para practicarle un estudio de Difracción de Rayos X (XRD). La concentración de arcilla con una mayor cantidad de material disponible fue la del 6% p/p de arcilla.

Con el fin de comprobar la obtención del nanocompuesto, por medio de la comparación de los patrones del polímero y la arcilla pura, fueron obtenidos los correspondientes al PP, Bentonita Blanca, así como de los sistemas PP/Polybond 3200, PP/Bentonita 6% p/p y PP/Polybond 3% p/p /Bentonita 6% p/p.

La diferencia entre los patrones de los compuestos puros (Figuras 26 y 27), es evidente, mientras que el patrón de la Bentonita Blanca presenta más de 30 “picos”

de difracción de baja intensidad entre los 5° y los 60°, el polímero presenta la mayor difracción entre los 10° y 50° grados con menos de 10 picos de mayor intensidad. Lo anterior indica una superficie del PP más uniforme que la de la arcilla.

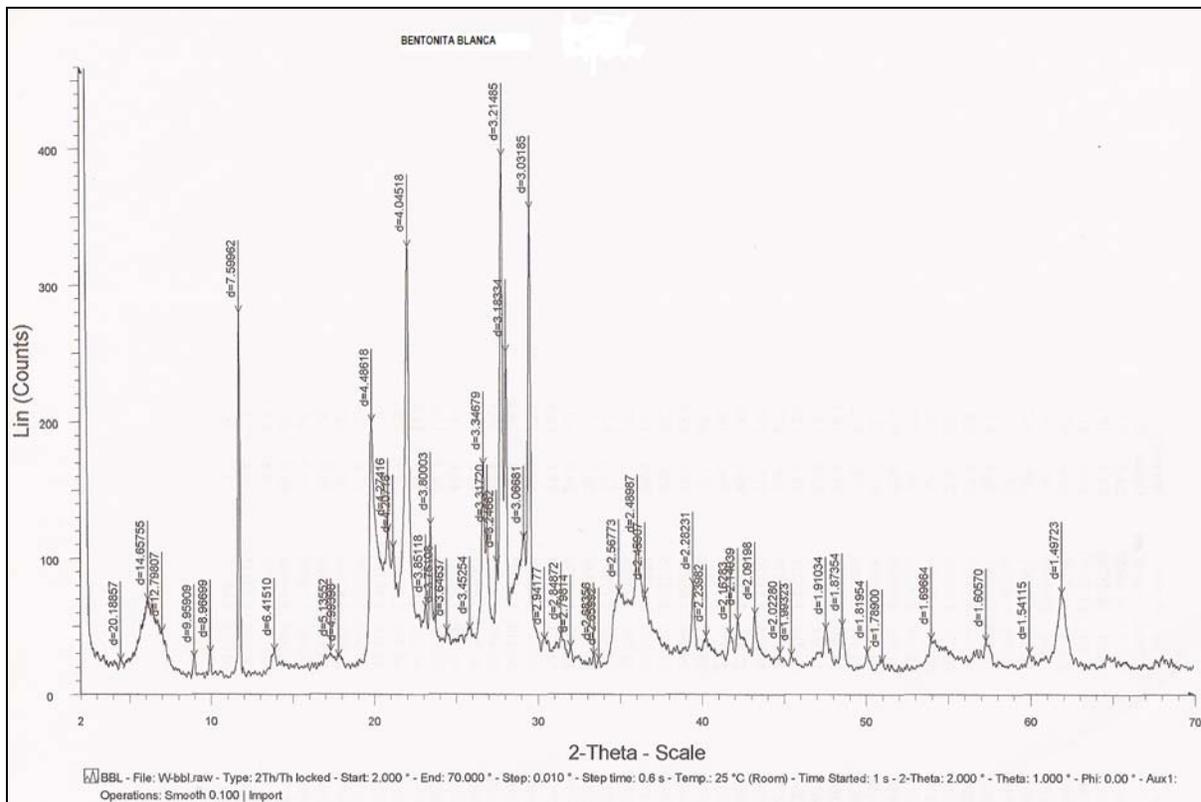


Figura 26. Patrón de difracción de rayos X de la arcilla Bentonita Blanca

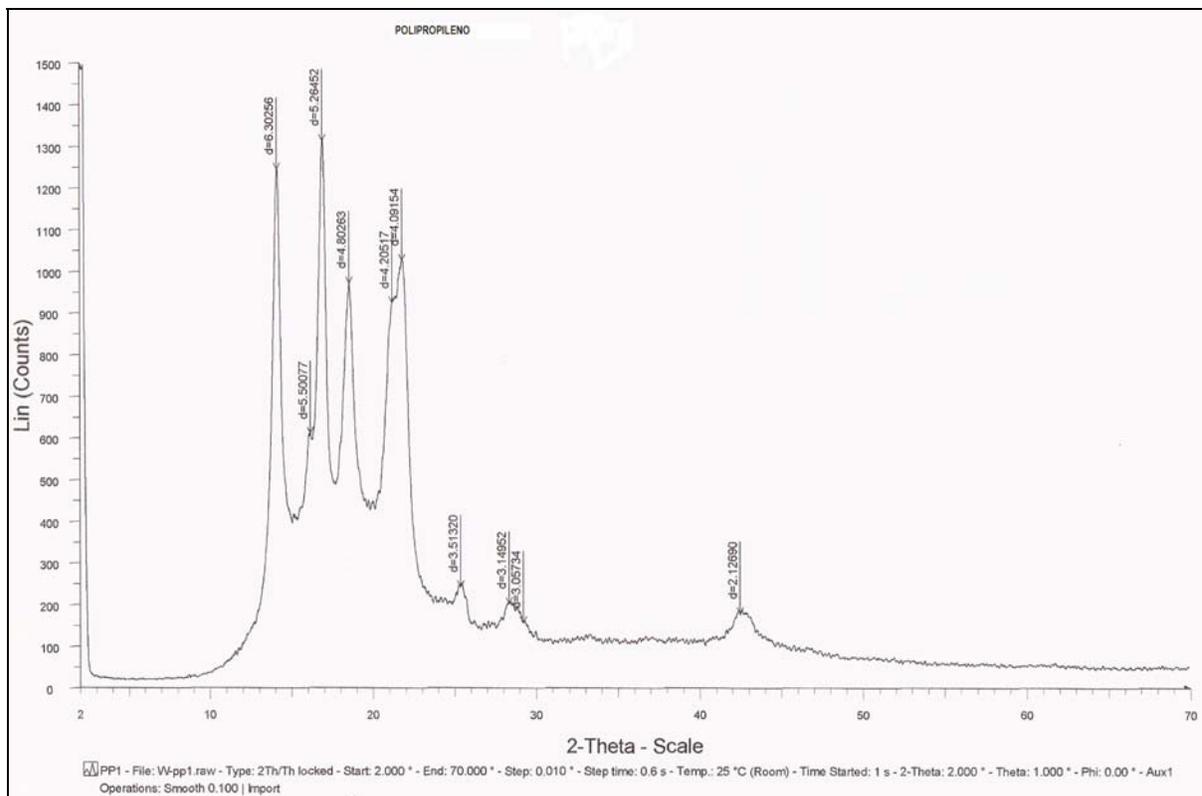


Figura 27. Patrón de difracción de rayos X del Polipropileno puro

El patrón de Difracción del sistema PP/Bentonita 6% p/p representado en la Figura 28 indica la exfoliación de la arcilla, esto por la ausencia de picos correspondientes a la arcilla y por la presencia de los picos del polímero puro en el patrón mencionado. Nuevamente la concentración de los picos entre 10° y 30° , así como la intensidad de los mismos indican que la superficie de la mezcla es uniforme, es decir la estructura del polímero prevaleció.

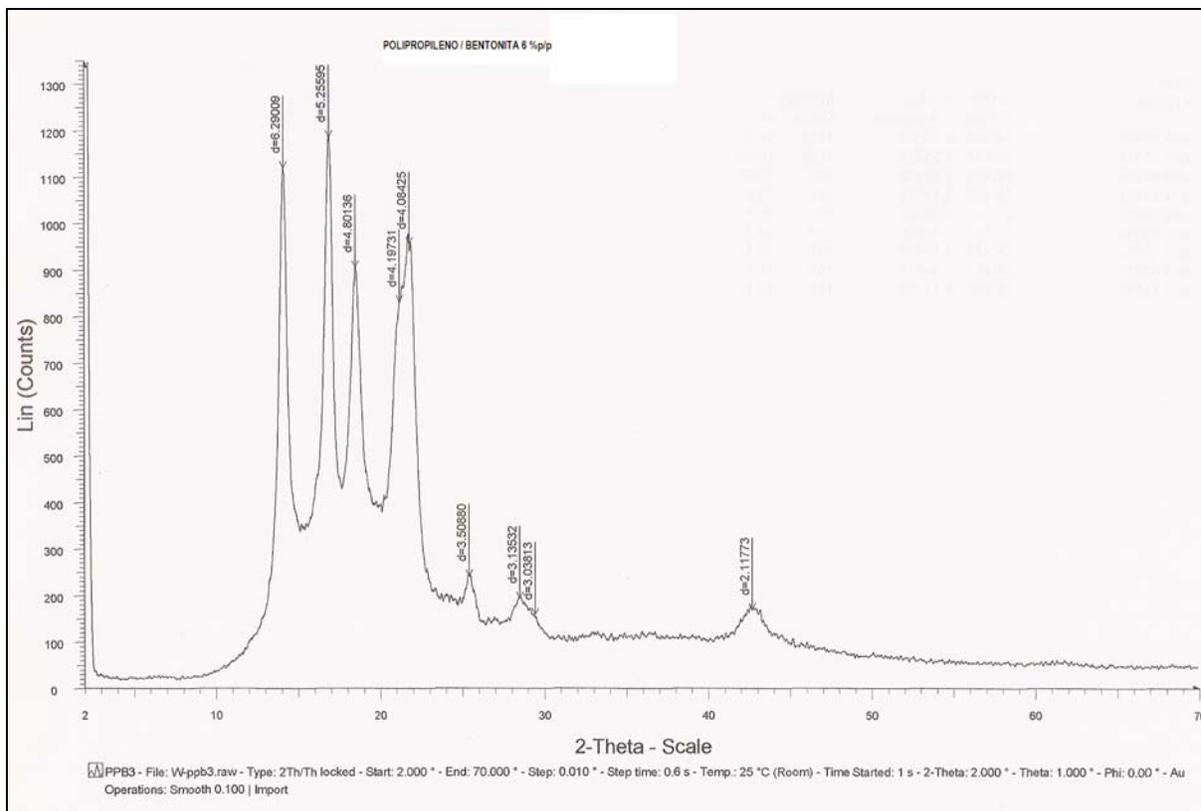


Figura 28. Patrón de difracción de rayos X del sistema PP/Bentonita 6% p/p

La acción del agente compatibilizante (Polybond 3200), en el polímero puro puede verse en el patrón de difracción representado por la Figura 29. La estructura del polímero prevalece, esto es comprensible si consideramos que el agente compatibilizante está conformado de PP modificado con anhídrido maléico. Sin embargo el aumento en la intensidad de los picos indica que la presencia del agente compatibilizante compacta el material, haciendo más uniforme la superficie de la mezcla con picos de mayor intensidad a ángulos pequeños.

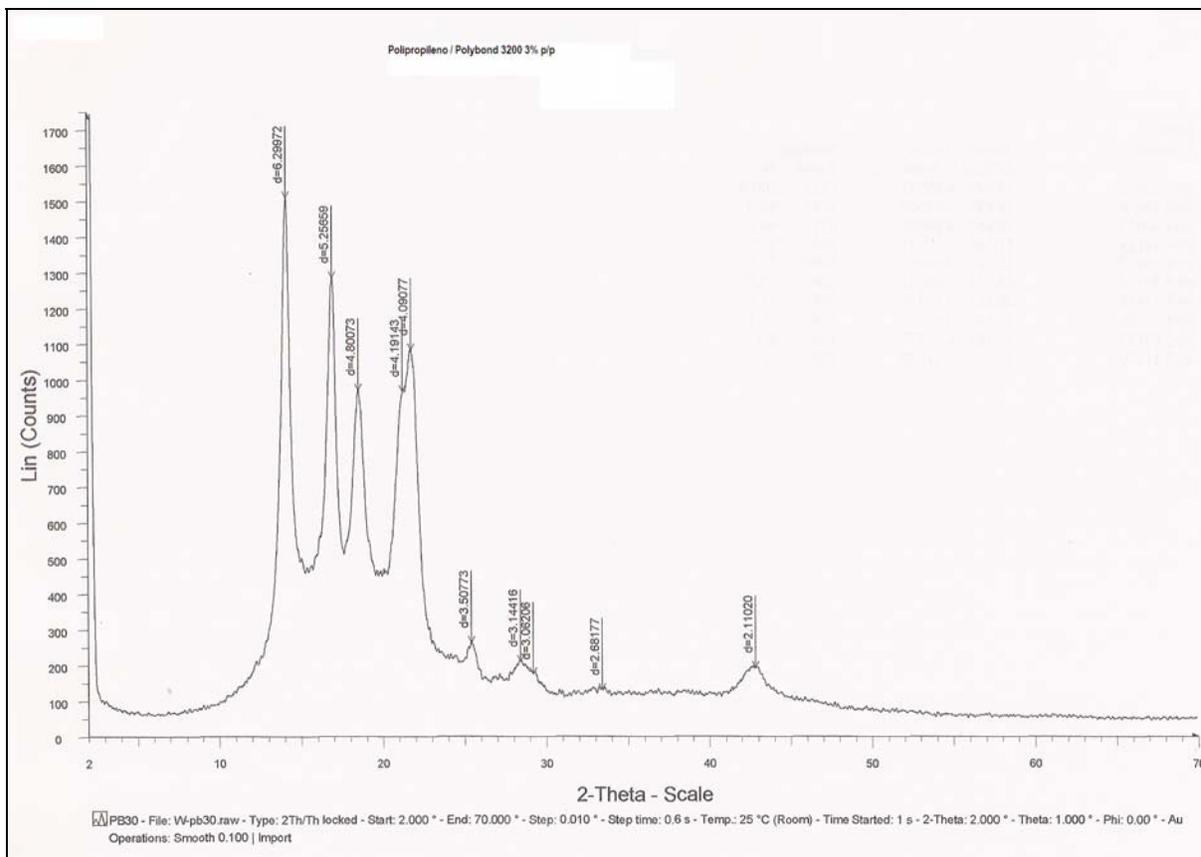


Figura 29. Patrón de difracción de rayos X del Polipropileno+Polybond 3200 3% p/p

Finalmente, la Figura 30 representa el patrón de Difracción de rayos X de la mezcla PP/Polybond 3200 3%p/p/Bentonita 6%. En este patrón al igual que en las anteriores mezclas la estructura del polímero prevalece, esto indica que la arcilla se exfolió, intercalándose en esta estructura.

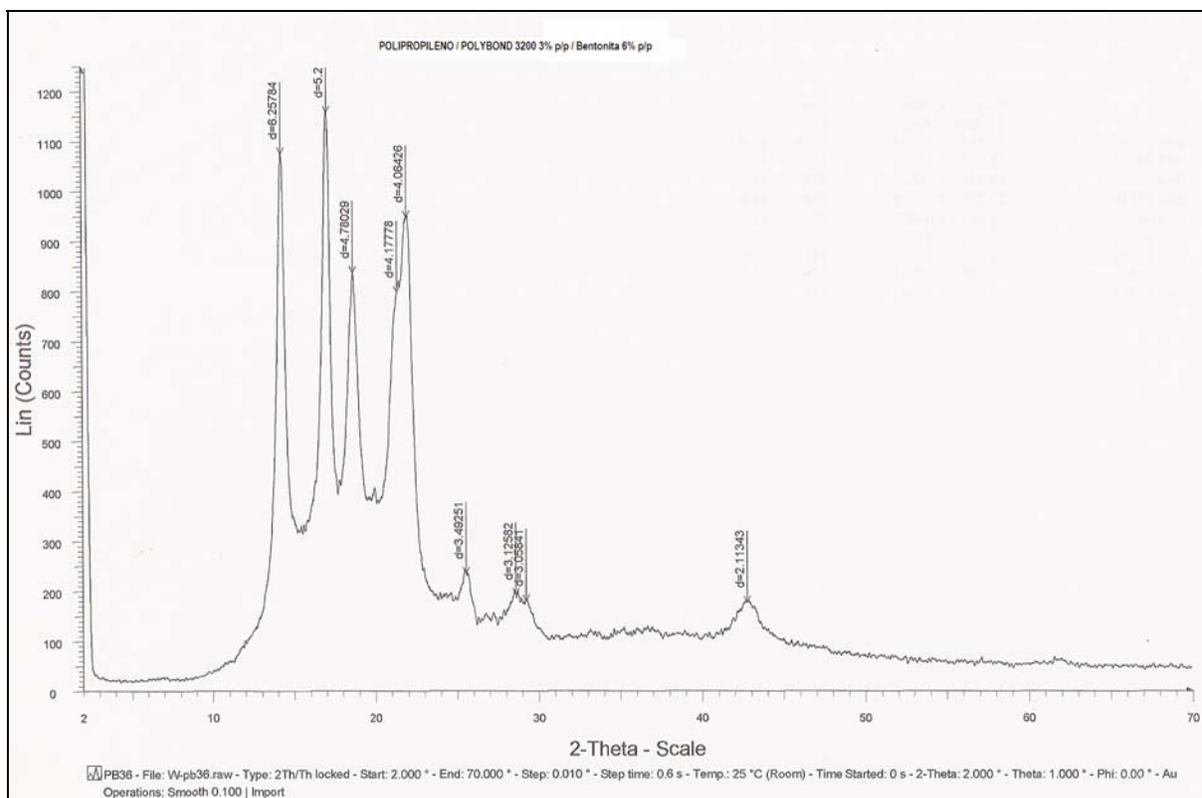


Figura 30. Patrón de difracción de rayos X del Polipropileno+Polybond 3200 3%+ Bentonita 6%

Los patrones antes presentados confirman la formación de nanocompuestos de PP/arcilla.

La obtención de una imagen TEM y un análisis más extenso de estos patrones de difracción podrían proporcionar mayor información acerca del grado de exfoliación de la arcilla y el polímero.

5. ANÁLISIS DE RESULTADOS

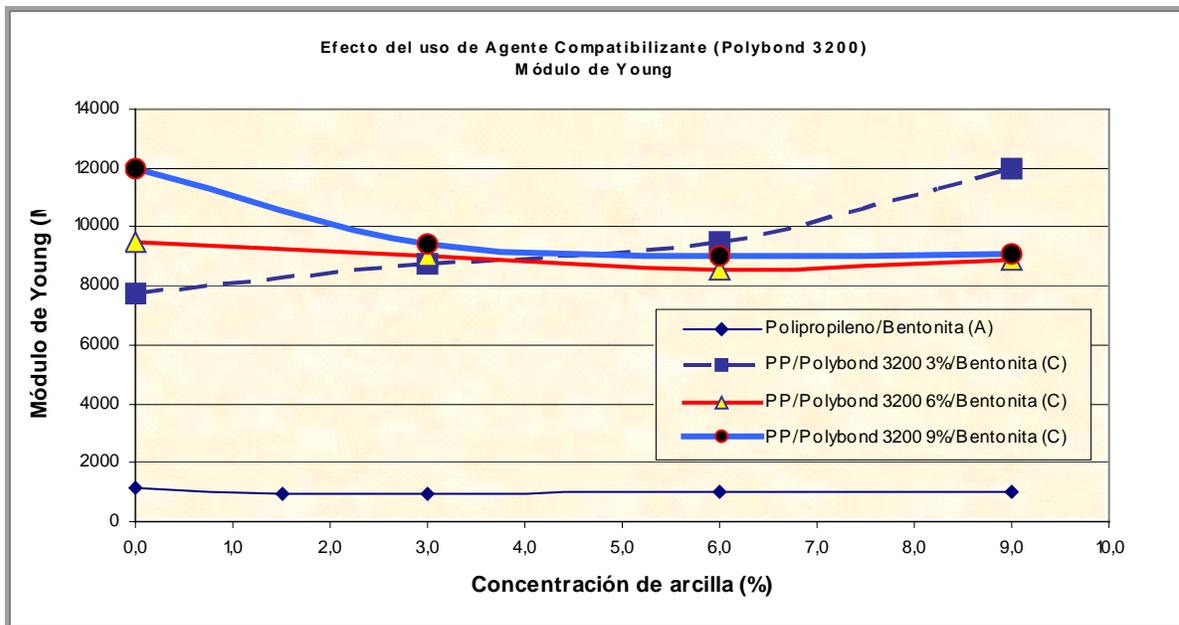
Los resultados obtenidos nos permiten hacer los siguientes planteamientos:

- La arcilla que permite obtener mejores propiedades mecánicas nuevamente es la Bentonita, cuyos resultados son diez veces superiores a los obtenidos utilizando Montmorillonita. Es decir la modificación de la Montmorillonita con la sustitución de Na^+ en la estructura de la arcilla resultó en una pobre exfoliación.
- En relación con el procesamiento, a partir de los resultados se puede inferir que, es preferible la formación de nanocompuestos por medio de la extrusión y posterior inyección de los materiales, al uso únicamente de la extrusión o inyección.
- Los resultados anteriores confirman lo obtenido para el Sistema A.
- Los resultados representados en la Gráfica 4, también permiten señalar que a una concentración menor de agente compatibilizante (3% p/p), se tiene una mejor aceptación de la arcilla, ya que las propiedades mecánicas (Módulo de Young), aumentan hasta en un 50% en la concentración máxima de arcilla (9% p/p) y aumentan conforme se incrementa la carga.
- Con respecto a la concentración del 6% p/p de agente compatibilizante, el Módulo de Young varía muy poco con respecto a la carga agregada, es decir, no se observan mejoras en las características del material. Esto indica un nivel máximo de dispersión de arcilla en el polímero (saturación), por lo que ya no pueden variar más las

propiedades, observándose un decremento del 5% entre la concentración de arcilla mínima 0% p/p y máxima 9% p/p.

- En la concentración máxima de agente compatibilizante (9% p/p), el material presenta una tendencia a la disminución del Módulo de Young. Lo anterior comprueba lo sucedido para la concentración del 6% p/p, para la cual fue alcanzado un nivel de saturación de arcilla en el polímero, lo que ocasiona la ruptura de la muestra al momento de realizar el ensayo de tensión.

Como ya se mencionó, el Módulo de Young de los nanocompuestos del Sistema C, resultó superior a lo obtenido para el Sistema A, la comparación de estos sistemas utilizando el procesamiento, extrusión y posterior inyección de los materiales, puede ser observado en la Gráfica 4:



Gráfica 4. Efecto del uso de Agente Compatibilizante (Comparación Sistemas A y C)

La gráfica anterior permite señalar que a cualquier concentración de agente compatibilizante, el Módulo de Young de los nanocompuestos formados es superior a los nanocompuestos que no cuentan con él.

Con estos resultados se observa que el uso de un agente compatibilizante para el sistema polipropileno/arcilla, es necesario para llegar a un mezclado eficiente y a la correcta obtención de un nanocompuesto, si lo que se quiere realizar, es una mejora en las propiedades mecánicas del polipropileno puro.

Observando los patrones de difracción de rayos X y las gráficas del Módulo de Young, es posible, la formación de materiales híbridos de polipropileno y arcilla mediante un mezclado directo de la arcilla con el polímero fundido, utilizando un extrusor con un solo rotor; en la literatura se recomienda el uso de un extrusor con doble rotor, para proporcionar un mejor mezclado. A pesar de esta limitante, si se hace un buen diseño de experimento, se pueden obtener materiales con estas características a escala de laboratorio, utilizando este tipo de extrusor.

Es necesario un método más sensible para lograr la completa caracterización de los materiales, obtenidos por mezclado directo en fundido. Uno de estos, puede ser la obtención de imágenes TEM, o del uso de un microscopio electrónico; lamentablemente por razones de disponibilidad de equipo, estos métodos no pudieron ser utilizados para la completa caracterización de los materiales obtenidos.

6. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

De acuerdo con los resultados obtenidos se puede concluir que es posible la formación de mezclas de polipropileno–arcilla mediante el mezclado directo en el polímero fundido.

Las propiedades mecánicas de los materiales puros se ven modificadas con la formación de nanocompuestos.

El mejor procedimiento para la obtención de nanocompuestos es aquel que incluye la extrusión del material, así como su posterior inyección.

De las arcillas utilizadas en este trabajo las mejores propiedades obtenidas fueron las de los nanocompuestos de Bentonita.

El uso de un agente compatibilizante como PP funcionalizado con anhídrido maléico (Polybond 3200), permite una mejora considerable de las propiedades mecánicas del polímero puro.

En general, ya que los resultados no fueron del todo lo que se esperaba, se considera que utilizando otro tipo de extrusor o una cámara de mezclado, los resultados mejoren. El uso del extrusor ya mencionado pudo ocasionar que las probetas no tuvieran la resistencia esperada en las pruebas mecánicas realizadas.

Del análisis de los resultados obtenidos en las pruebas mecánicas, se concluye que este trabajo, podemos considerarlo como un estudio exploratorio; que servirá como base en posteriores trabajos para la obtención de nanocompuestos de polipropileno/arcilla.

7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Maul, P. PLASTIC NANOCOMPOSITES: THE CONCEPT GOES COMMERCIAL. Nanocor Inc. EUA 2001.
2. Leaversuch, R. NANOCOMPOSITES BROADEN ROLES IN AUTOMOTIVE, BARRIER PACKAGING. Nanocor Inc. EUA 1996.
3. Vaia, R. Jandt, K. Kramer, E. Giannelis, E. CHEM MATER 1996 No. 8. EUA. 1996.
4. Wu, Z. Zhou, C. Qi, R. Zhang, H. JOURNAL OF APPLIED POLYM SCI 2002 No. 83. EUA. 2002.
5. Tyan, H. Liu, Y. Wei, K. POLYMER 1999 No. 40. EUA 1999.
6. Frohlich, J. Toman, R. Mulhaupt, R. MACROMOLECULES 2003 No. 36. EUA 2003.
7. Chae, H. Lee, Y. Bae, J. Young, J. PREPARATION AND MECHANICAL PROPERTIES OF POLYPROPYLENE/CLAY NANOCOMPOSITES FOR AUTOMOTIVE PARTS APPLICATION. Journal of Applied Polymer Science No. 98. EUA 2005.
8. Betejin, A. CURSO DE MINERALOGÍA. Ed. Mir. Rusia 1970.
9. Millot, G. LA ARCILLA. Ed. Labor. España 1976.
10. Salisbury, E. Farol, W. TRATADO DE MINERALOGÍA. Ed. Confidencial. México 1979.

11. Qin, Z. Quiang, F. Luxia, J. and Young L. PREPARATION AND PROPERTIES OF POLYPROPYLENE MONTMORILLONITE LAYERED NANOCOMPOSITES. Polymer International, Society of Chemical Industry. EUA 2000.
12. Romo, A. NANOCOMPUESTOS CON POLÍMEROS. Tesis de Licenciatura. Facultad de Química UNAM. México. 2002.
13. Mambuscay, A. Viloria, A. DIFRACCIÓN DE RAYOS X, INGENIERÍA METALÚRGICA Y MATERIALES. Universidad Industrial de Santander. España 2003.
14. Manias E. Touny A. Wu, L. Strawhecker, B. Chung, T. Lu, B. POLYPROPYLENE / MONTMORILLONITE NANOCOMPOSITES. REVIEW OF THE SYNTHETIC ROUTES AND MATERIALS PROPERTIES. Chem Mater. EUA 2001.
15. Teaching Comission. THE POWDER METHOD. International Union of Crystallography. EUA 1997.
16. Jenkins, R. Zinder, R. INTRODUCTION TO X RAY POWDER DIFFRACTOMETRY. John Wiley & Sons inc. EUA 1996.
17. Kevin, L. Kimmel, G. QUANTITATIVE X RAY DIFFRACTOMETRY. Springer Verlag. EUA 1995.
18. Jenkins, R. INSTRUMENTATION IN MODERN POWDER DIFFRACTION. Mineralogical Society of America. EUA 1989.
19. Rodríguez, F. PRINCIPIOS DE SISTEMAS DE POLÍMEROS. El Manual Moderno. México 1984.

20. ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS. American National Standards Institute. EUA 1998.
21. Natta, G. Pasquen, P. Zambelli, A. JOURNAL OF AMERICAN CHEMICAL SOCIETY No. 84. EUA 1962
22. Kelly, R. Zweben, D. COMPRESSIVE COMPOSITE MATERIALS. John Wiley & Sons. EUA 2000.
23. Deer, W. A. Howie, R. Zussman, J. AN INTRODUCTION TO THE ROCK FORMING MINERALS. Langman Scientific & Technical, EUA 1989.
24. Avgustinik, A. CERÁMICA. Reverté. España 1983.
25. Kato, M. Usuki, A. JOURNAL OF APPLIED POLYMER SCIENCE No. 66. EUA 1997
26. Kawasumi, M. Hasegawa, N. MACROMOLECULES No. 30. EUA 1997.
27. Balazs, A. Singh, C. MACROMOLECULES No. 31. EUA 1998
28. Rauwendal C. POLYMER EXTRUSION. Hanser. EUA 1990.
29. Morton D. PROCESAMIENTO DE PLÁSTICOS. Grupo Noriega Editores. México 1993.
30. D 5000 DIFFRACTOMETER INSTRUCTIONS. Siemens. EUA 1996.

31. Kim, K. Kim, H. Lee, J. EFFECT OF INTERLAYER STRUCTURE, MATRIX VISCOSITY AND COMPOSITION OF A FUNCTIONALIZED POLYMER ON THE PHASE STRUCTURE OF POLYPROPYLENE-MONTMORILLONITE NANOCOMPOSITES. Polymer Engineering Science. EUA 2001
32. Willard, H. Merritt, L. Dean, J. INSTRUMENTAL METHOD OF ANALYSIS. Van Nostrand Inc. EUA 1985.
33. Hibbeler, R. INGENIERÍA MECÁNICA ESTÁTICA. Prentice Hall. Mexico 1995.
34. Sears, F. Zemansky, M. Young, H. Freedman, R. FÍSICA UNIVERSITARIA. Addison Wesley Longman. Mexico 1998.
35. Passaglia, E. Sulcis, R. Ciardelli, F. EFFECT OF FUNCTIONAL GROUPS OF MODIFIED POLYOLEFINS ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF THEIR COMPOSITES WITH LAMELLAR SILICATES. Society of Chemical Industry. EUA 2005.
36. Dupont, O. Jonas, A. Legras, R. ADAPTATION OF THE RIETVELD METHOD FOR THE CHARACTERIZATION OF THE LAMELLAR MICROSTRUCTURE OF POLYMERS. International Union of Crystallography. EUA 1997.
37. Sura, R. Desai, P. Abhiraman, A. ORIENTED CRYSTALLIZATION IN FIBER FORMATION: INFERENCES FROM THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF MELT SPUN SYNDIOTACTIC POLYPROPYLENE FILAMENTS. Journal of Applied Polymer Science. EUA 2001.
38. Lando, J. Hanes, M. X-RAY ANALYSIS OF POLY(VINYL FLUORIDE). American Chemical Society. EUA 1995.

39. Guadagno, L. Naddeo, C. Vittoria V. TEMPERATURE AND ORIENTED INDUCED POLYMORPHIC BEHAVIOR OF SYNDIOTACTIC POLYPROPYLENE. American Chemical Society. EUA 2005.
40. Lovinger, A. Lotz, B. STRUCTURAL ANALYSIS OF MINIMIZED MODELS FOR SYNDIOTACTIC POLYPROPYLENE. Journal of Polymer Science. EUA 1997.
41. Hay J., Shaw S., A REVIEW OF NANOCOMPOSITES 2000, Materials Chemistry Department, Universidad de Surrey, UK, 2000.
42. Seymour R., POLYMER COMPOSITES, VSP, Utrecht, Holanda, 1990.
43. Oriakhi C., POLYMER NANOCOMPOSITION APPROACH TO ADVANCED MATERIALS, Journal of Chemical Education, 77, 9, EUA, 2000.
44. Forsyth S., THE DYNAMICS OF THE ADVANCED COMPOSITE INDUSTRY, Chemtech, EUA, 1999.
45. Lan T., Cho J., Liang Y., Qian J., Maul P., APPLICATIONS OF NANOMER IN NANOCOMPOSITES: FROM CONCEPT TO REALITY, Nanocor Inc., EUA, 2001.
46. Liang Y., Omchinski S., Logsdon J., Whan J., Lan T., NANO-EFFECT IN IN-SITU NYLON-6 NANOCOMPOSITES, Nanocor Inc., 2001.
47. Ma, J. Xu, J. A NEW APPROACH TO POLYMER/MONTMORILLONITE NANOCOMPOSITES. Elsevier Science. EUA 2003.
48. Solomon, M. Almusallam, A. RHEOLOGY OF POLYPROPYLENE/CLAY HYBRID MATERIALS. American Chemical Society. EUA 2001.

49. Jisheng, M. Zhang, S. CRYSTALLIZATION BEHAVIORS OF POLYPROPYLENE/MONTMORILLONITE NANOCOMPOSITES. John Wiley & Sons. EUA 2002.
50. Custom Scientific Instruments. CSI MAX MIXING EXTRUDER CS-194A & CS-194AV, INSTRUCTION MANUAL. EUA 1992.
51. Maxwell, B. MELT DELIVERY SYSTEMS: NORMAL STRESS PUMPS. Concise Encyclopedia of Polymer Processing & Applications. Pergamon Press. EUA 1991.
52. Maxwell, B. Scalora, A. THE ELASTIC MELT EXTRUDER-WORKS WITHOUT A SCREW. Modern Plastics. EUA 1959.
53. Maxwell, B. SCALING UP THE ELASTIC MELT EXTRUDER. Society of Plastics Engineers Journal. EUA 1970.
54. Custom Scientific Instruments. CSI MINI MAX MOLDER CS-183MMX, INSTRUCTION MANUAL. EUA 1991.
55. Bryce, M. SOCIETY OF PLASTICS ENGINEERS JOURNAL No. 28. EUA 1972.

APÉNDICE A: GLOSARIO DE TÉRMINOS

Abrasión. Erosión por fricción.

Aleación. Producto homogéneo de propiedades metálicas, compuesto de dos o más elementos, uno de los cuales, al menos, debe ser metal. Una aleación puede ser un compuesto intermetálico, una disolución sólida, una mezcla íntima de cristales diminutos de los elementos metálicos constituyentes o cualquier combinación de disoluciones o mezclas de los mismos. Se forma una disolución sólida cuando los átomos de una sustancia se distribuyen por completo alrededor de los de otra.

Arcilla. Término que designa a un mineral perteneciente al grupo de filosilicatos hidratados que se presentan en cristales muy pequeños [algunos μm en láminas hexagonales o a veces en fibras]. Su estructura es identificable por análisis de rayos X y se caracteriza por la superposición de láminas compuestas de capas tetraédricas y de capas octaédricas.

Área superficial. Resultado de la suma de las superficies internas y externas de las partículas constituyentes de una arcilla por unidad de masa, expresada en m^2/g .

Corrosión. Desgaste total o parcial que disuelve o ablanda cualquier sustancia por reacción química o electroquímica con el medio ambiente. El término corrosión se aplica a la acción gradual de agentes naturales, como el aire o el agua salada sobre los metales.

Exfoliación. Acción y efecto de dividir una cosa en láminas o placas. Transformación de un material intercalado a una dispersión de placas individuales en un fluido, como puede ser un polímero fundido, soluciones acuosas o líquidos orgánicos.

Extrusión. Acción de forzar el paso de un plástico o material fundido a través de un dado o boquilla por medio de presión.

Filosilicato. Silicatos cuyos tetraedros $(\text{SiO}_4)^{4-}$ están dispuestos en hojas.

Filosilicatos bilaminares. Filosilicatos formados por dos capas o láminas, una tetraédrica más una octaédrica.

Filosilicatos trilaminares. Filosilicatos formados por tres capas o láminas, una octaédrica y dos tetraédricas.

Inyección. Acción de introducir un plástico o material fundido en un molde cerrado y frío, donde solidifica para obtener un producto de forma específica.

Lámina. Unidad estructural formada por la unión de una capa octaédrica $[(\text{OH})_6\text{Al}]^{3-}$ más una o dos tetraédricas $[(\text{SiO}_4)^{4-}]$.

Material Intercalado. Es formado por la inserción de una o más capas moleculares del polímero en la arcilla. La distancia entre las capas de silicato, se incrementa, pero permanece relativamente constante.

Montmorillonita. Filosilicato de estructura trilaminar dioctaédrica, perteneciente al grupo del mismo nombre, consistente en una red de capas de 1nm de espesor, con una parte central de estructura octaédrica de alúmina fundida entre dos estructuras tetraédricas externas de sílice, su fórmula general es:
 $(\text{Na},\text{K})_{0.7}(\text{Al}_{3.3}\text{Mg}_{0.7})\text{Si}_8\text{O}_{20}(\text{OH})_4.n\text{H}_2\text{O}$

Nanocompuesto. Mezcla a escala nanométrica de moléculas de resinas y nanopartículas, el cual es creado artificialmente.

Nanopartícula. Material con al menos una de sus dimensiones nanométrica.

Polimerización in situ. Polimerización realizada una vez que el monómero y la arcilla están en contacto.

Polipropileno. Termoplástico semicristalino, con una unidad estructural de tipo vinílica $-(C_3H_6)-$. Entre sus características se encuentran un alto punto de fusión ($160^\circ C$), alta resistencia a la rotura y a la abrasión, etc.

Polipropileno Atáctico. Los grupos metilos están distribuidos al azar a ambos lados de la cadena polimérica.

Polipropileno Isotáctico. Todos los grupos metilos de la cadena polimérica están del mismo lado.

Polybond 3200: Polipropileno modificado con el 1% p/p de anhídrido maléico, índice de fluidez 190.

Silicato. Mineral cuya estructura está dominada por los enlaces Silicio – Oxígeno.

Superficie específica. Ver área superficial.

Análisis Térmico. Técnica que mide cambios en las propiedades físicas y químicas de los sistemas de materiales como una función dinámica de la temperatura, ejemplos de esta técnica son la Termogravimetría, DTA, DSC, etc.

Tactoide. Material compuesto formado por la aglomeración de láminas o capas de arcilla resultado de su dispersión en una matriz polimérica.

APÉNDICE B: MANUALES DE OPERACIÓN DE LOS EQUIPOS DE PROCESAMIENTO UTILIZADOS

EXTRUSOR CSI-MAX modelo CS-194AV¹

El extrusor tipo Maxwell utilizado es un extrusor para mezclas de laboratorio con un diseño sin tornillos. Las principales ventajas de este extrusor es el control del mezclado, el corto tiempo de residencia del material, y la versatilidad. El extrusor opera con muy pocas cantidades de polímero y mezclas de polímero. Este extrusor imparte ambos tipos de mezclado, el simple y el intensivo de una manera controlada. Con esto se permite la formulación y el desarrollo de nuevos polímeros que pueden obtenerse de una manera rápida y económica. El extrusor Maxwell opera a bajas temperaturas y el corto tiempo de residencia elimina la degradación del polímero, como cuando es expuesto a altas temperaturas de extrusión por largos periodos de tiempo.

Usando este extrusor se han logrado mezclas y combinaciones de aditivos, concentrados de color, antioxidantes, cargas, plastificantes, estabilizadores, fibra de vidrio, carbón negro, etc. Ejemplos sofisticados de compuestos y mezclados incluyen la unión de dos o más polímeros, la dispersión de cargas de refuerzo como la fibra de vidrio y los compuestos de carbón negro en polímeros sin re-aglomeración.

Las características del mezclado y combinación del extrusor Maxwell son únicas en muchos sentidos. La más importante, es que la cantidad de corte impartida al material, puede ser variada de forma controlada, en dos maneras independientes; por la variación de la velocidad rotacional, y por la capacidad de cambiar la geometría de la zona de corte, aún cuando el aparato se encuentre en operación.

¹ Custom Scientific Instruments. CSI Max Mixing Extruder CS-194A & CS-194AV. Instruction Manual. EUA 1992.

Tabla 18. Características técnicas del extrusor tipo Maxwell

Orificio de salida	Diámetro del rotor	Flujo de salida	Potencia	Velocidad del rotor	Temperatura Máxima
¼ in	2 in (5.1cm)	15lb/hr (6.8kg/hr)	2 HP (1492W)	0-300RPM	400° C

Tabla 19. Control de velocidades del extrusor

% voltaje	RPM
12	16
20	30
30	60
40	90
50	120
60	152
70	180
80	220
90	250
100	270

Principios de operación.

1. Descripción del aparato.

La Figura 31 revela una vista isométrica del interior del aparato. Este extrusor de mezclado opera con un principio que no involucra un tornillo convencional.

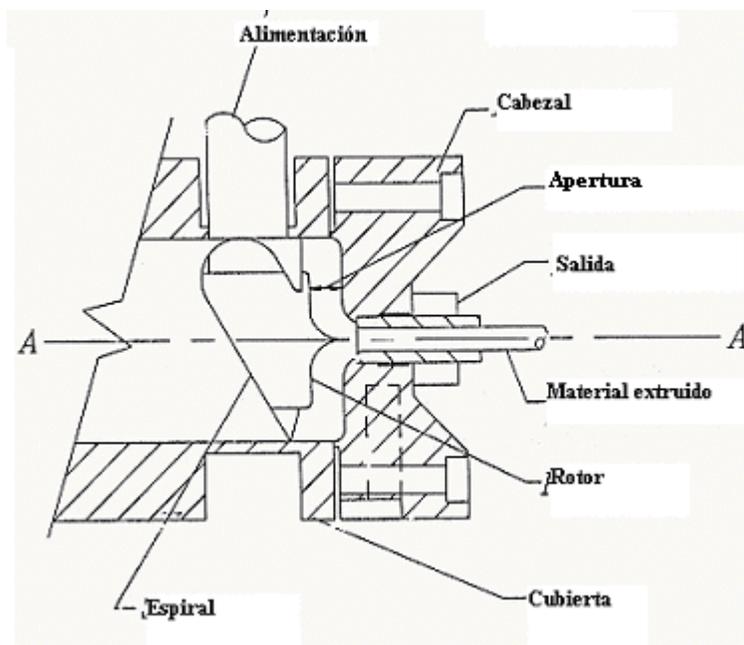


Figura 31. Vista isométrica del interior del Extrusor CSI-MAX modelo CS-194AV

Un "rotor" cilíndrico está localizado a lo largo del eje A-A, y rota sobre este eje por el mecanismo de manejo en la dirección mostrada. Una parte cilíndrica ahuecada llamada el "rollo", rodea el rotor y contiene el "puerto de alimentación". El rolo está cubierto por la "caja". En la parte frontal de la caja una placa esencialmente plana llamada el "cabezal", está unida a una distancia controlada desde la salida hasta el rotor. Esta distancia se conoce como "apertura". El cabezal contiene el "dado de salida". Existe una banda de calentamiento alrededor del cabezal y un cartucho de calentamiento adentro del rotor (no mostrado). Termopares localizados en el cabezal y en el rolo (cerca del rotor) miden y controlan la temperatura de estas dos regiones.

2. ¿Cómo trabaja?

Trayectoria del material

El material polimérico alimentado cae a través de un puerto de alimentación sobre la superficie del rotor. Debido a que la superficie del rotor está caliente, el

material alimentado se pega al rotor y es arrastrado en la dirección "Y" en contra del plano inclinado del rollo, de este modo se imparte un componente de empuje en dirección hacia delante al material. Cuando las condiciones de operación en estado estacionario han sido alcanzadas, un banco rodante de polímero fundido se establece en la región del plano inclinado. Material de este banco rodante pasa por dentro del espacio entre la punta del rotor y la entrada del cabezal (la apertura). Aquí, éste es sometido a un corte rotacional que provoca que el material fluya hacia el centro de la rotación (de manera centrípeta) y salga por el dado de salida (Figura 32).

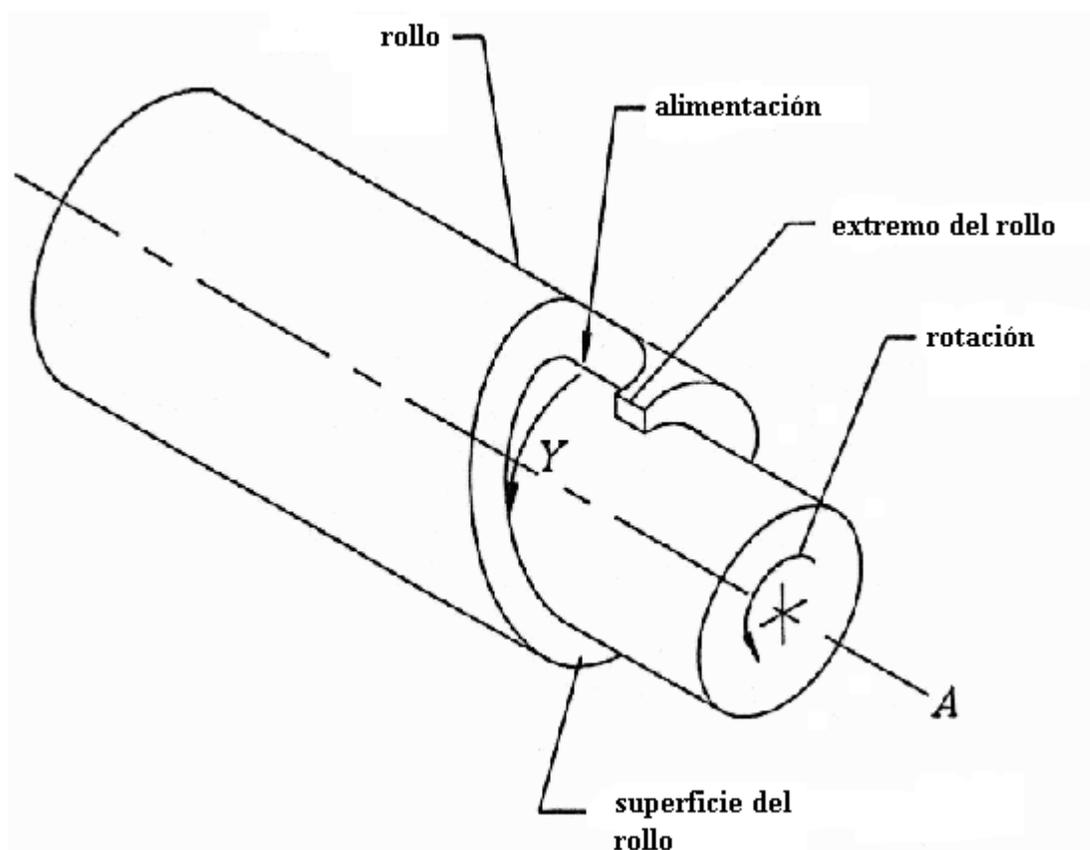


Figura 32. Representación esquemática de la trayectoria del material en el extrusor

Control del mezclado.

Como un nuevo material cae a través del puerto de alimentación dentro del banco rodante de fundido, este es fundido y mezclado con el material anterior. Esto

se conoce como mezclado simple. Entre más tiempo permanezca en el banco rodante más simple es el mezclado. Cuando el material pasa por la apertura, es sometido a un intenso corte, lo cual produce un mezclado intensivo. La rapidez de corte a la que el material es sometido puede ser cambiada de dos maneras; cambiando la velocidad de rotación (velocidad de rotación alta, más rapidez de corte) y cambiando el tamaño de la apertura (menor apertura, rapidez de corte más alta). La magnitud de corte a la que el material es sujeto, puede ser cambiada por la duración del tiempo que el material permanece en la apertura. Esto puede ser cambiado por una variación de la presión de empuje.

3. ¿Por qué trabaja?

Efecto del esfuerzo normal^{2,3,4}

En el punto anterior se describió que el material cae de manera centrípeta al extrusor. A continuación se describe este fenómeno:

Cuando un polímero fundido es cortado entre dos superficies, se desarrolla una fuerza perpendicular a las superficies. Esta fuerza se conoce como fuerza normal o efecto del esfuerzo normal. Si consideramos como la primera superficie la parte frontal del rotor y la segunda la superficie fija dentro del cabezal, entonces el polímero fundido entre ellas en la apertura es cortado cuando el rotor es activado por el control. El esfuerzo normal resultante del corte del polímero fundido, trata de separar las dos superficies.

La consecuencia del esfuerzo normal puede ser vista en la Figura 33. La vista lateral muestra una vista esquemática de la sección del rotor y el cabezal con la

² Maxwell, B. MELT DELIVERY SYSTEMS: NORMAL STRESS PUMPS. Concise Encyclopedia of Polymer Processing & Applications. Pergamon Press. EUA 1991.

³ Maxwell, B. Scalora, A. THE ELASTIC MELT EXTRUDER-WORKS WITHOUT A SCREW. Modern Plastics. EUA 1959.

⁴ Maxwell, B. SCALING UP THE ELASTIC MELT EXTRUDER. Society of Plastics Engineers Journal. EUA 1970.

apertura entre ellos. La vista frontal muestra la parte final del rotor visto a través del cabezal.

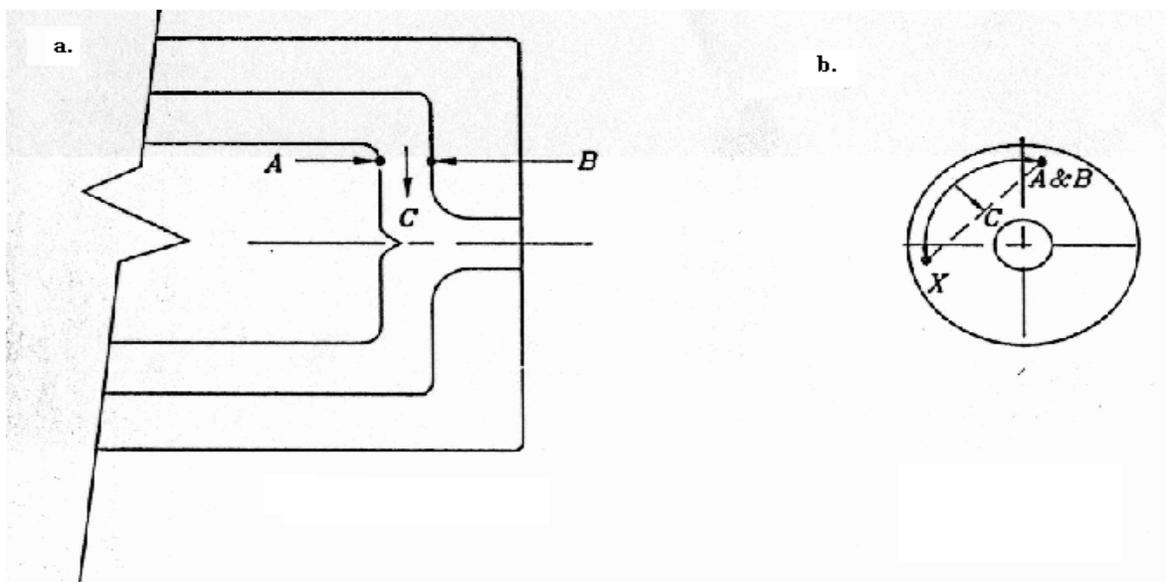


Figura 33. a. Vista lateral: representación esquemática de la sección del rotor y el cabezal con la apertura entre ellos; b. Vista frontal: parte final del rotor visto a través del cabezal.

Considérese, en un instante en el tiempo, un punto "A" en la parte frontal del rotor, y un punto "B", localizado en la superficie interna del cabezal cruzando directamente la apertura desde el punto "A". Debido a su estado fundido, el polímero se pega a los puntos "A" y "B". Como el rotor gira, el punto "A" se mueve hacia alguna posición "X". Esto estira el polímero fundido, con el mismo de la trayectoria circular "B" hacia "X". Las características de elasticidad del polímero provocan que éste quiera recuperarse del estiramiento, moviéndose hacia la línea recta entre "B" y "X", causando un movimiento centrípeto indicado por la flecha "C".

Si no existiera una abertura de salida en el cabezal, entonces el movimiento centrípeto no tendría lugar y la fuerza elástica generada resultaría en una presión hidrostática empujando al rotor y al cabezal en direcciones opuestas. En el extrusor Maxwell, existe una abertura de salida o dado de salida, así la elasticidad del fundido

que podría haber causado un esfuerzo normal provoca un bombeado centrípeto, o extrusión.

Quizá una manera fácil de visualizar como trabaja el extrusor de mezclado, es considerar al polímero fundido, como una masa de bandas de goma siendo estiradas en una trayectoria circular alrededor del eje de rotación y tratando de recuperarse.

Requerimientos del Material

El material polimérico debe tener dos características físicas obvias.

- a. El polímero fundido debe ser elástico, esto es debe tender a recuperarse de una deformación aplicada. Todos los polímeros fundidos, incluyendo materiales con alta rapidez de flujo tales como el nylon, tienen suficiente elasticidad para operar apropiadamente.
- b. El polímero fundido debe ser pegajoso para adherirse a las superficies del rotor y el cabezal. En general, los polímeros fundidos presentan esta característica.

4. Variables.

1. RPM.
2. Apertura.
3. Presión de Empuje.
4. Tiempo de residencia.

5. Casos donde se utiliza el extrusor CS-194AV

1. Cuando se necesita una cantidad pequeña de material.
2. Aditivos caros.
3. Tiempos de residencia cortos.
4. Bajas temperaturas de extrusión.
5. Formulación de la composición estable más óptima.
6. Mezclas de polímeros.
7. Dispersión de carbono negro.
8. Plastificación de cloruro de polivinilo.
9. Control de calidad de concentrados de color.
10. Mezclas apropiadas de poliestireno + poli (metil metacrilato).
11. Procesamiento de hule natural.
12. Extrusión de poliisobutileno.
13. Procesamiento de materiales higroscópicos.
14. Recuperación de hule vulcanizado.
15. Procesamiento de materiales de cadena entrecruzada.
16. Combinación de cargas inertes.
17. Combinación de cargas de refuerzo.
18. Investigación en mezclas de polietileno.
19. Experimentos escolares de laboratorio.

6. Ejemplos de materiales que han sido procesados en el extrusor.

1. Polietileno de baja densidad.
2. Copolímeros de acrilonitrilo-butadieno-estireno.
3. Polietileno de alta densidad.
4. Acetato de celulosa.
6. Poliestireno.
7. Butirato de acetato de celulosa.
8. Polimetilmetacrilato.
9. Etilcelulosa.

10. **Polipropileno.**
11. Hule natural.
12. Cloruro de polivinilo rígido.
13. Policarbonato.
14. Cloruro de polivinilo plastificado.
15. Acetato vinílico de etileno.
16. Acetales.
17. Polisulfonas.
18. Nylon 6/6.
19. Poliestireno de alto impacto.
20. Copolímeros de etileno-propileno.
21. Espuma de poliestireno.
22. Copolímeros de etileno-propileno-diameno.
23. Tereftalato de polietileno.

7. Ejemplos de compuestos que han sido producidos en el extrusor.

1. Mezclas de polietileno y polipropileno.
2. Mezclas de polietileno y poliestireno.
3. Mezclas de polietileno y polimetilmetacrilato.
4. Mezclas de poliestireno y polimetilmetacrilato.
5. Mezclas de polietileno de alta y baja densidad.
6. Mezclas de polipropileno y polimetilmetacrilato.
7. Mezclas de cloruro de polivinilo y resinas acrílicas.
8. Mezclas de polipropileno y tereftalato de polietileno.
9. Mezclas de nylon 6 y polietileno.
10. Compuestos por arriba del 30% de negro de humo en todos los polímeros.
11. Compuestos de antioxidantes, estabilizadores y pigmentos en todos los polímeros.
12. Compuestos de más de 30% de carbonato de calcio en polímeros comunes.
13. Compuestos de más de 30% de dióxido de silicio en polímeros comunes.

14. Compuestos de fibra de vidrio en todos los polímeros.
15. Compuestos de fibra de algodón en todos los polímeros.
16. Compuestos de fibra de grafito en polímeros comunes.

8. Usos únicos del extrusor Maxwell.

1. Extrusión de muy pequeñas cantidades de material.
2. Mezclado controlado.
3. Mezclado de alta intensidad.
4. Mezclado de baja intensidad.
5. Extrusión a baja temperatura.
6. Extrusión con un mínimo de exposición al calor.
7. Determinación de formulaciones óptimas de estabilizadores.
8. Evaluación de cargas de refuerzo.
9. Evaluación de plastificantes.
10. Determinación del contenido óptimo de plastificante.
11. Unión de polímeros compatibles.
12. Unión de polímeros incompatibles.
13. Producción de concentrados de color.
14. Evaluación de dispersión de pigmentos.
15. Modificación del peso molecular.
16. Modificación de la distribución de peso molecular.
17. Extrusión de formas de producto finas.
18. Extrusión de películas.
19. Aislamiento de alambre.
20. Modificación del corte al polímero.
21. Procesamiento de hule natural.
22. Recuperación de hule vulcanizado.

INYECTOR Mini-MAX modelo CS-183MMX⁵

Este inyector es un instrumento versátil de laboratorio diseñado para hacer probetas en miniatura para pruebas dinámicas, de tensión o de impacto. Este mezclador, extrusor e inyector produce moldes con costo efectivo de menos de un gramo de material. El inyector CS-183MMX es una invaluable herramienta para el desarrollo de nuevos polímeros en la industria.

El inyector prepara un polímero fundido para inyección, usando dos tipos de mezclado: extensivo e intensivo. Esta combinación asegura la homogeneidad del material para los procesos de alimentación. El mezclado intensivo produce altas rapidez de corte para romper grumos del material. El mezclado extensivo causa un tipo de plegado de la acción del material, distribuyendo uniformemente los diferentes ingredientes del fundido. El inyector es similar al extrusor. El mezclado comienza cuando las muestras de material son calentadas a través de la conducción y corte mecánico del rotor. Una vez que el material está fundido, el mezclado radial comienza conforme el rotor cambia de dirección y se mueve de arriba abajo. El fundido completo y el polímero mezclado es extruido e inyectado dentro de un molde de prueba, debido al efecto de la presión del rotor y a las condiciones de elasticidad del fundido. Ciclos de tiempo de menos de 30seg desde la alimentación en frío a una probeta fría pueden ser fácilmente alcanzados.

Este instrumento es una compacta herramienta de investigación y desarrollo, que permite producir moldes de costo efectivo para pruebas estándar o desarrollo de nuevos materiales termoplásticos.

⁵ Custom Scientific Instruments. CSI MINI MAX MOLDER CS-183MMX. Instruction Manual. EUA 1991.

Partes del inyector

1. Interruptor de encendido.
2. Control digital de temperatura.
3. Interruptor del rotor.
4. Rotor.
5. Columnas de soporte.
6. Recipiente para el material 2 ó 4 cm³.
7. Resistencia de calentamiento del recipiente.
8. Válvula de salida
9. Molde
10. Elevador de inyección
11. Orificio de salida del recipiente
12. Tornillo para sostener el molde
13. Interruptor de calentamiento
14. Control de velocidad

Velocidades variables del inyector

La siguiente Tabla muestra la relación entre las velocidades de trabajo del rotor del inyector, con relación al % de voltaje aplicado:

Tabla 20. Velocidades variables del inyector

% voltaje	RPM
20	15
30	30
40	40
50	50
60	65
70	70
80	85
90	100
100	120

Características Técnicas:

- Moldea materiales en miniatura para pruebas dinámicas, de tensión e impacto.
- Moldes efectivos desde menos de un gramo de material.
- Control de temperatura digital.
- Consola de control de posición ajustable.
- Depósitos intercambiables.
- Velocidad variable del rotor.

Principio de Operación⁶

La Figura 34 ilustra el mezclado intensivo y el principio de bombeo centrípeto. El material atrapado en el espacio (G) entre el rotor y el depósito, se somete a una rapidez de corte que es proporcional a la velocidad angular (ω) del rotor, a cualquier distancia (r) de la línea central. Si tomamos un punto M sobre la superficie de abajo del rotor, en cualquier instante de tiempo y lo denominamos M_1 , y tomamos un punto N sobre la superficie de la parte superior del depósito y lo denominamos N_1 . Entonces, cuando el rotor gira con una frecuencia angular (ω), el material se somete a una rapidez de corte:

$$\gamma = (2\pi r / G) (\omega)$$

donde γ es la rapidez de corte, r (radio) es la distancia desde el centro del rotor a los puntos M_1 y N_1 , y G es igual al espacio o hueco entre las dos superficies.

⁶ Bryce, M. SOCIETY OF PLASTICS ENGINEERS JOURNAL No. 28. EUA 1972.

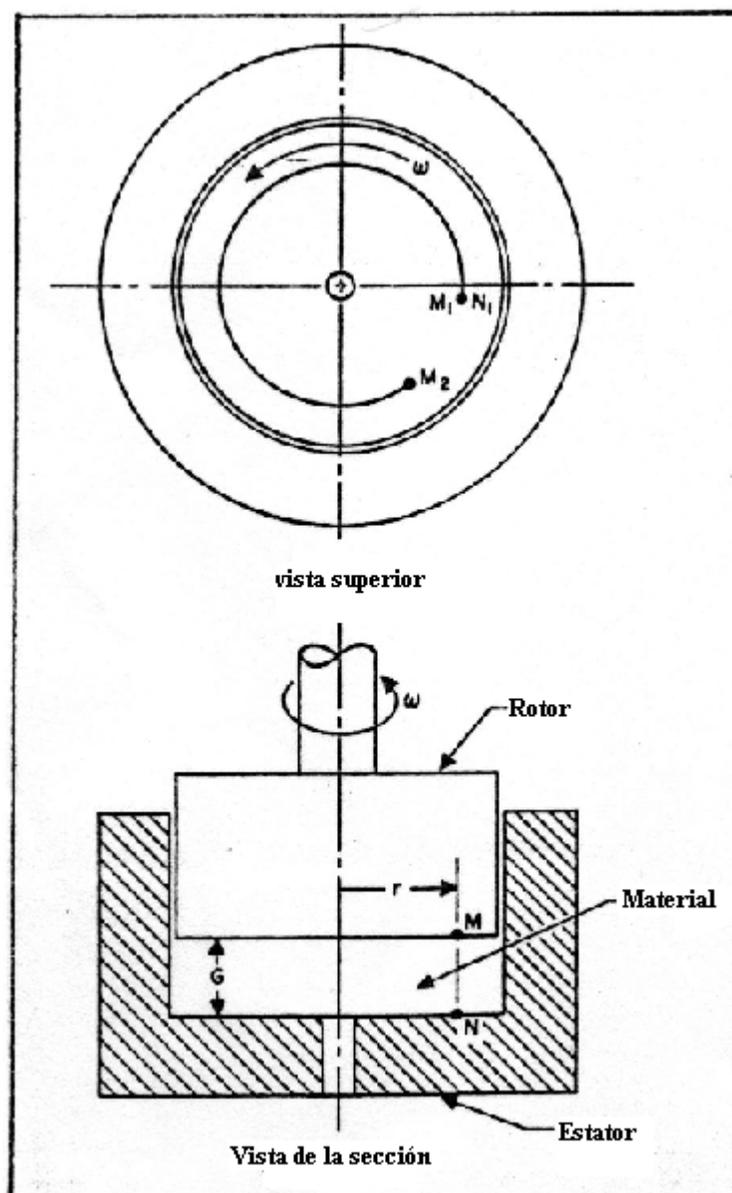


Figura 34. Esquema ilustrativo del mezclado intensivo y del principio de bombeo centrípeto del Inyector

La secuencia total de pasos de mezclado e inyección. Como primer paso, el rotor es elevado y el material frío es introducido dentro del depósito. El rotor desciende y el material atrapado entre el rotor y el estator es calentado por conducción, desde el rotor y estator calentados así como por el trabajo mecánico suministrado desde el rotor en movimiento. El rotor es subsecuentemente elevado y bajado para lograr mezclado extensivo. Este paso se lleva a cabo en repetidas ocasiones.

Cuando el material ha sido fundido y mezclado, una válvula de salida en el depósito se abre y el rotor es forzado hacia abajo. El material es de esta manera inyectado dentro de un molde bajo la acción de la presión del rotor, y el efecto fundido elástico del inyector.

OPERACIÓN DEL EQUIPO DE PROCESAMIENTO

Los aspectos que se deben de observar en el manejo de cada uno de los equipos de procesamiento utilizado se detallan a continuación.

Para el extrusor:

- Espere a que se estabilice la temperatura de operación del equipo. (Normalmente entre 15 y 20 minutos desde el comienzo de la operación del extrusor hasta la estabilización).
- Verificar que la alimentación del extrusor sea constante.
- Mantener la velocidad de mezclado constante.
- Activar el sistema de recirculación para el enfriamiento de la tolva antes de iniciar la mezcla de materiales.
- Seleccionar la temperatura del tambor y del cabezal de acuerdo al material que se va a mezclar. La temperatura del tambor debe ser mayor a la temperatura del cabezal para garantizar un fundido homogéneo del material.
- Procure que los filamentos sean adecuados para su posterior empleo en el inyector. Filamentos muy finos son difíciles de operar en el inyector ya que se funden con facilidad y pueden incluso degradarse.
- Limpie el equipo al término de cada mezcla, removiendo todo el residuo de mezcla contenido en el interior del extrusor.
- NOTA ADICIONAL. En virtud de que este equipo no tenía un dato sobre la velocidad del rotor, fue necesario realizar una curva de calibración para relacionar

las revoluciones por minuto que presenta el equipo con la escala arbitraria de 0 a 100. Dicha curva se anexa al final de este reporte.

Para el inyector:

- ✱ Establezca la temperatura de operación del inyector. (25 a 30 minutos)
- ✱ Alimente únicamente la cantidad que requerirá inyectar al molde. (Entre 2.5 y 3 gramos). El exceso de alimentación al inyector provocará que ésta se desborde por las orillas del equipo y el molde.
- ✱ El rotor deberá ser operado a velocidad de mezclado constante.
- ✱ Suba y baje constante y repetidamente el rotor. Así podrá eliminar la presencia de burbujas de la muestra. Si no lo hace, la probeta resultante no será apta para la realización de pruebas mecánicas.
- ✱ La temperatura de fundido deberá ser tal que el tiempo de residencia en el inyector sea de 5 minutos.
- ✱ Inyecte rápidamente el material fundido al molde, jalando la palanca rápidamente y presionando el rotor hacia abajo, con el fin de forzar la mezcla a entrar al molde.
- ✱ Una vez concluida la operación limpie el inyector, eliminando los residuos presentes en la palanca y en el contenedor de la mezcla.
- ✱ NOTA ADICIONAL. En virtud de que este equipo no tenía un dato sobre la velocidad del rotor, fue necesario realizar una curva de calibración para relacionar las revoluciones por minuto que presenta el equipo con la escala arbitraria de 0 a 10. Dicha curva del inyector se anexa al final de este reporte.

Para la prensa de placas:

- ✚ Establezca la temperatura de operación del equipo. (90 minutos en promedio).
- ✚ Coloque la probeta previamente cortada y perfectamente distribuida en el molde de película. Dicho molde debe estar protegido en ambas caras con un acetato. Evite exceder de 200° C de temperatura para evitar la descomposición de este y

se mezcle con la muestra. El molde con el acetato a su vez llevará un par de placas de metal.

- ✚ Coloque la mezcla en la plancha.
- ✚ Primeramente cierre la prensa sin aplicar carga. Mantener la muestra así por 5 minutos.
- ✚ Aplique la carga (presión) de 3 toneladas. Manténgalo por 5 minutos.
- ✚ Transcurrido el tiempo saque la muestra de la prensa.
- ✚ Enfriar a temperatura ambiente.
- ✚ Retirar la película formada del molde.
- ✚ Deseche el acetato y el molde de película una vez que se hayan desgastado. El empleo de moldes desgastados puede contaminar las películas y hacerlas inutilizables.

APÉNDICE C. RESULTADOS COMPLETOS DE PRUEBAS MECÁNICAS

Tipo de ensayo: Tensión

Velocidad de Cruceta: 50 mm/min.

Humedad Relativa: 50%

Temperatura: 73° F

Carga aplicada: 50 kgf

SISTEMA A: POLIPROPILENO – ARCILLA

POLIPROPILENO

Muestra	Desplazamiento En la carga max. (mm)	Carga en la Carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)	Tensión en fluencia (MPa)
1	1.560	0.046	37.368	0.089	1170.110	0.041	1.902	37.368
2	1.652	0.047	39.095	0.094	1257.144	0.048	2.273	39.095
3	1.468	0.047	32.378	0.084	993.113	0.028	1.090	32.378
4	1.835	0.050	34.677	0.105	1114.391	0.029	1.141	34.677
Media	1.629	0.048	35.880	0.093	1133.690	0.037	1.602	35.880
D. E.	0.157	0.002	2.959	0.009	110.607	0.010	0.582	2.959

POLIPROPILENO + MONMORILLONITA AL 1.5% EXTRUIDO AL 70% V

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)	Tensión en fluencia (MPa)
1	2.027	0.035	26.696	0.116	699.859	0.032	1.422	26.696
2	1.468	0.038	35.108	0.084	994.551	0.034	1.808	35.108
3	1.560	0.037	33.545	0.089	758.376	0.035	1.803	33.545
4	1.468	0.036	34.618	0.084	865.989	0.031	1.737	34.618
5	1.560	0.039	31.827	0.089	868.007	0.034	1.546	31.827
Media	1.617	0.037	32.359	0.092	837.356	0.033	1.663	32.359
D. E.	0.234	0.002	3.407	0.013	113.592	0.002	0.172	3.407

POLIPROPILENO + MONMORILLONITA AL 3% SIN EXTRUIR

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)	Tensión en fluencia (MPa)
1	1.743	0.070	30.508	0.100	896.052	0.051	1.274	30.508
2	2.385	0.034	32.542	0.136	782.160	0.030	1.642	32.542
3	2.752	0.037	30.722	0.157	737.996	0.053	2.492	30.722
4	1.835	0.082	34.920	0.105	905.443	0.065	1.577	34.920
Media	2.179	0.056	32.173	0.125	830.413	0.050	1.746	32.173
D. E.	0.476	0.024	2.046	0.027	83.281	0.015	0.522	2.046

POLIPROPILENO + MONMORILLONITA AL 3% EXTRUIDO AL 70% V

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)	Tensión en fluencia (MPa)
1	1.452	0.035	34.673	0.083	1040.407	0.026	1.453	34.673
2	1.685	0.034	34.808	0.096	969.037	0.025	1.458	34.808
3	1.239	0.034	32.336	0.071	928.660	0.021	1.116	32.336
4	1.743	0.036	31.057	0.100	805.862	0.032	1.553	31.057
5	1.743	0.035	35.602	0.100	1059.360	0.021	1.213	35.602
Media	1.572	0.035	33.695	0.090	960.665	0.025	1.359	33.695
D. E.	0.222	0.001	1.913	0.013	101.437	0.005	0.185	1.913

POLIPROPILENO + MONMORILLONITA AL 3% EXTRUIDO AL 80% V

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)	Tensión en fluencia (MPa)
1	2.007	0.046	41.049	0.115	969.036	0.055	2.836	41.049
2	1.973	0.057	29.818	0.113	824.514	0.043	1.300	29.818
3	1.310	0.057	42.065	0.075	1184.759	0.038	1.588	42.065
4	1.819	0.067	36.333	0.104	879.783	0.062	1.931	36.333
5	1.514	0.062	33.737	0.087	905.596	0.041	1.280	33.737
Media	1.725	0.058	36.600	0.099	952.738	0.048	1.787	36.600
D. E.	0.303	0.008	5.097	0.017	139.719	0.010	0.643	5.097

POLIPROPILENO + MONMORILLONITA AL 3% EXTRUIDO AL 90% V

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)	Tensión en fluencia (MPa)
1	1.468	0.031	35.485	0.084	983.733	0.020	1.276	35.485
2	2.293	0.033	35.418	0.131	861.680	0.025	1.545	35.418
3	2.202	0.040	37.550	0.126	843.884	0.036	1.964	37.550
4	2.293	0.037	35.944	0.131	810.467	0.047	2.562	35.944
5	2.018	0.035	39.547	0.115	1014.470	0.028	1.805	39.547
Media	2.055	0.035	36.789	0.117	902.847	0.031	1.830	36.789
D. E.	0.347	0.003	1.766	0.020	90.426	0.011	0.485	1.766

POLIPROPILENO + MONMORILLONITA AL 6% SIN EXTRUIR

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)	Tensión en fluencia (MPa)
1	1.811	0.044	27.325	0.103	922.927	0.021	0.741	27.325
2	1.330	0.038	28.964	0.076	863.152	0.020	0.868	28.964
3	1.102	0.039	25.288	0.063	831.045	0.017	0.644	25.288
Media	1.414	0.040	27.192	0.081	872.375	0.019	0.751	27.192
D. E.	0.362	0.003	1.842	0.020	46.630	0.002	0.112	1.842

POLIPROPILENO + MONMORILLONITA AL 6% EXTRUIDO AL 70% V

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)	Tensión en fluencia (MPa)
1	3.393	0.035	30.560	0.194	856.776	0.025	1.238	30.560
2	2.206	0.037	33.104	0.126	821.575	0.029	1.485	33.104
3	1.468	0.031	28.484	0.084	913.403	0.015	0.797	28.484
4	1.560	0.030	32.192	0.089	865.041	0.020	1.256	32.192
5	1.285	0.032	35.020	0.073	1002.842	0.022	1.360	35.020
Media	1.982	0.033	31.872	0.113	891.927	0.022	1.227	31.872
D. E.	0.862	0.003	2.486	0.049	70.127	0.005	0.260	2.486

POLIPROPILENO + MONMORILLONITA AL 9% SIN EXTRUIR

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)	Tensión en fluencia (MPa)
1	1.893	0.031	23.571	0.108	750.587	0.015	0.660	23.571
2	2.081	0.032	24.061	0.119	644.258	0.021	0.907	24.061
3	1.882	0.035	24.960	0.108	779.463	0.020	0.831	24.960
Media	1.952	0.033	24.197	0.112	724.769	0.019	0.799	24.197
D. E.	0.112	0.002	0.704	0.006	71.204	0.003	0.127	0.704

POLIPROPILENO + MONMORILLONITA AL 9% EXTRUIDO AL 70% V

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)	Tensión en fluencia (MPa)
1	1.418	0.041	33.850	0.081	958.313	0.030	1.430	33.850
2	1.973	0.046	34.207	0.113	997.171	0.028	1.188	34.207
3	1.511	0.037	32.568	0.086	896.557	0.021	1.093	32.568
4	1.522	0.034	33.312	0.087	907.855	0.023	1.254	33.312
5	1.610	0.043	34.043	0.092	1039.274	0.028	1.289	34.043
Media	1.607	0.040	33.596	0.092	959.834	0.026	1.251	33.596
D. E.	0.216	0.005	0.666	0.012	60.027	0.004	0.125	0.666

POLIPROPILENO + BENTONITA AL 1.5% EXTRUIDO AL 70% V

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)	Tensión en fluencia (MPa)
1	1.431	0.036	35.626	0.082	873.131	0.030	1.685	35.626
2	1.343	0.035	38.311	0.077	977.738	0.025	1.558	38.311
3	1.885	0.038	38.591	0.108	899.923	0.036	2.122	38.591
4	1.610	0.034	36.791	0.092	850.370	0.034	2.110	36.791
5	1.832	0.034	38.316	0.105	1048.160	0.027	1.746	38.316
Media	1.620	0.035	37.527	0.093	929.864	0.030	1.844	37.527
D. E.	0.239	0.002	1.277	0.014	81.732	0.005	0.257	1.277

POLIPROPILENO + BENTONITA AL 3% EXTRUIDO AL 70% V

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)	Tensión en fluencia (MPa)
1	1.886	0.041	32.259	0.108	827.625	0.034	1.663	32.259
2	1.414	0.041	40.131	0.081	1073.287	0.030	1.663	40.131
3	1.585	0.047	33.668	0.091	890.783	0.034	1.401	33.668
4	1.611	0.035	35.639	0.092	953.248	0.027	1.548	35.639
5	1.414	0.051	39.979	0.081	1065.408	0.033	1.461	39.979
Media	1.582	0.043	36.335	0.091	962.070	0.032	1.547	36.335
D. E.	0.193	0.006	3.602	0.011	107.568	0.003	0.118	3.602

POLIPROPILENO + BENTONITA AL 6% EXTRUIDO AL 70% V

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)	Tensión en fluencia (MPa)
1	1.314	0.028	34.366	0.075	1158.946	0.011	0.752	34.366
2	2.352	0.044	39.679	0.134	824.990	0.054	2.784	39.679
3	1.998	0.042	37.363	0.114	875.707	0.040	2.039	37.363
4	1.523	0.041	36.564	0.087	981.970	0.030	1.535	36.564
5	2.843	0.034	36.994	0.162	1066.624	0.025	1.541	36.994
Media	2.006	0.038	36.993	0.114	981.647	0.032	1.730	36.993
D. E.	0.619	0.007	1.900	0.035	136.401	0.016	0.748	1.900

POLIPROPILENO + BENTONITA AL 9% EXTRUIDO AL 70% V

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)	Tensión en fluencia (MPa)
1	1.898	0.037	31.724	0.108	750.279	0.044	2.186	31.724
2	1.407	0.036	35.095	0.080	1162.249	0.024	1.357	35.095
3	2.140	0.038	34.793	0.122	1015.372	0.037	1.907	34.793
4	2.643	0.030	27.423	0.151	844.389	0.022	1.121	27.423
5	1.652	0.030	33.544	0.094	1110.334	0.019	1.173	33.544
Media	1.948	0.034	32.516	0.111	976.525	0.029	1.549	32.516
D. E.	0.475	0.004	3.141	0.027	175.039	0.011	0.473	3.141

Sistema A: Estudio de Velocidad

POLIPROPILENO 52 RPM

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)(%)	Módulo de Young (MPa)	Tensión en punto de ruptura (MPa)	Tensión carga última (MPa)
1	3.027	0.230	34.580	15.138	636.960	18.340	34.000
2	2.844	0.243	37.169	14.221	699.424	17.706	23.000
3	2.202	0.215	33.939	11.008	642.815	33.939	33.000
4	2.293	0.252	39.753	11.467	839.944	28.714	39.000
Media	2.592	0.235	36.360	12.959	704.786	24.675	32.250
D. E.	0.406	0.016	2.658	2.031	94.406	7.976	6.702

POLIPROPILENO 90 RPM

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)(%)	Módulo de Young (MPa)	Tensión en punto de ruptura (MPa)	Tensión carga última (MPa)
1	2.478	0.244	32.523	12.388	681.492	18.135	32.000
2	2.294	0.230	34.286	11.471	730.402	23.685	26.000
3	2.202	0.193	28.855	11.008	604.611	25.805	28.000
4	2.752	0.234	34.881	13.758	693.883	12.154	23.000
5	2.477	0.230	34.323	12.383	697.940	16.655	23.000
Media	2.441	0.226	32.974	12.202	681.666	19.287	26.400
D. E.	0.211	0.019	2.467	1.055	46.709	5.499	3.782

POLIPROPILENO 165 RPM

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)(%)	Módulo de Young (MPa)	Tensión en punto de ruptura (MPa)	Tensión carga última (MPa)
1	2.661	0.218	32.068	13.304	707.667	18.911	32.000
2	2.202	0.224	33.654	11.008	715.453	14.766	33.000
3	2.202	0.226	34.028	11.008	735.894	17.014	34.000
4	2.202	0.218	32.792	11.008	715.452	17.052	19.000
5	2.202	0.215	32.434	11.008	689.593	23.253	32.000
Media	2.294	0.220	32.995	11.467	712.812	18.199	30.000
D. E.	0.205	0.005	0.824	1.027	16.676	3.184	6.205

POLIPROPILENO 244 RPM

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)(%)	Módulo de Young (MPa)	Tensión en punto de ruptura (MPa)	Tensión carga última (MPa)
1	2.304	0.225	30.183	11.521	698.787	12.367	30.000
2	2.293	0.215	28.748	11.467	629.637	24.711	28.700
3	2.293	0.220	29.449	11.467	666.032	18.940	29.400
4	2.110	0.226	30.129	10.550	670.617	23.416	30.600
5	2.385	0.222	31.968	11.925	740.828	16.338	31.500
Media	2.277	0.222	30.095	11.386	681.180	19.154	30.040
D. E.	0.101	0.004	1.199	0.505	41.429	5.077	1.078

POLIPROPILENO + Montmorillonita 3% 14 RPM

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)(%)	Módulo de Young (MPa)	Tensión en punto de ruptura (MPa)	Tensión carga última (MPa)
1	1.836	0.195	29.175	9.179	689.825	29.175	29.000
2	1.981	0.204	30.440	9.904	746.633	21.103	30.400
3	1.927	0.208	31.109	9.633	645.188	26.199	31.000
4	2.110	0.202	30.142	10.550	649.247	24.116	30.100
5	2.202	0.201	29.993	11.008	588.380	24.339	29.500
Media	2.011	0.202	30.172	10.055	663.855	24.986	30.000
D. E.	0.146	0.005	0.703	0.728	58.705	2.970	0.778

POLIPROPILENO + Montmorillonita 3% 52 RPM

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)(%)	Módulo de Young (MPa)	Tensión en punto de ruptura (MPa)	Tensión carga última (MPa)
1	2.294	0.216	32.401	11.471	818.891	18.023	32.400
2	2.293	0.216	32.401	11.467	696.669	27.882	32.400
3	2.202	0.217	32.551	11.008	688.521	11.039	32.500
4	2.202	0.215	32.177	11.008	696.669	11.786	34.000
5	2.385	0.227	34.044	11.925	831.114	18.172	32.000
Media	2.275	0.218	32.715	11.376	746.373	17.380	32.660
D. E.	0.077	0.005	0.755	0.384	71.986	6.761	0.773

POLIPROPILENO + Montmorillonita 3% 90 RPM

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)(%)	Módulo de Young (MPa)	Tensión en punto de ruptura (MPa)	Tensión carga última (MPa)
1	2.294	0.230	30.670	11.471	623.493	16.814	30.000
2	2.477	0.225	33.588	12.383	819.674	16.590	33.000
3	2.714	0.227	33.849	13.571	669.536	13.874	33.800
4	2.114	0.241	35.932	10.571	872.425	22.653	35.900
5	2.110	0.215	32.026	10.550	734.460	13.837	33.500
Media	2.342	0.228	33.213	11.709	743.918	16.754	33.240
D. E.	0.257	0.009	1.988	1.286	102.929	3.593	2.122

POLIPROPILENO + Montmorillonita 3% 165 RPM

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)(%)	Módulo de Young (MPa)	Tensión en punto de ruptura (MPa)	Tensión carga última (MPa)
1	2.019	0.225	32.958	10.096	769.656	16.837	32.500
2	2.293	0.210	30.838	11.467	618.117	16.545	30.800
3	2.110	0.209	30.655	10.550	705.850	25.757	30.600
4	2.331	0.219	32.191	11.654	650.020	19.250	32.000
5	2.293	0.211	30.948	11.467	594.191	23.783	30.700
Media	2.209	0.215	31.518	11.047	667.567	20.434	31.320
D. E.	0.137	0.007	1.007	0.684	70.755	4.154	0.870

POLIPROPILENO + Montmorillonita 3% 244 RPM

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)(%)	Módulo de Young (MPa)	Tensión en punto de ruptura (MPa)	Tensión carga última (MPa)
1	2.202	0.209	29.796	11.013	613.654	17.442	29.500
2	2.293	0.210	29.974	11.467	605.886	21.215	29.500
3	2.111	0.205	29.226	10.554	706.867	18.367	29.300
4	2.385	0.207	29.546	11.925	737.938	16.872	29.600
5	2.202	0.217	30.970	11.008	617.538	19.008	30.500
Media	2.239	0.210	29.902	11.193	656.377	18.581	29.680
D. E.	0.104	0.005	0.660	0.521	61.409	1.687	0.471

POLIPROPILENO + Bentonita 3% 14 RPM

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)(%)	Módulo de Young (MPa)	Tensión en punto de ruptura (MPa)	Tensión carga Última (MPa)
1	1.835	0.218	32.297	9.175	891.913	27.524	32.500
2	2.293	0.201	29.818	11.467	609.407	24.121	29.800
3	2.018	0.208	30.891	10.092	686.087	20.643	30.800
4	1.927	0.209	30.965	9.633	706.266	30.965	30.500
5	2.202	0.207	30.669	11.008	617.478	23.233	30.600
Media	2.055	0.209	30.928	10.275	702.230	25.297	30.840
D. E.	0.190	0.006	0.891	0.951	114.078	4.012	1.001

POLIPROPILENO + Bentonita 3% 52 RPM

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)(%)	Módulo de Young (MPa)	Tensión en punto de ruptura (MPa)	Tensión carga última (MPa)
1	2.111	0.236	33.888	10.554	657.187	27.524	29.000
2	2.110	0.232	33.386	10.550	743.247	28.438	28.600
3	2.202	0.223	32.023	11.008	621.980	11.727	32.000
4	2.239	0.234	33.601	11.196	731.512	17.286	28.000
5	2.293	0.221	31.808	11.467	586.774	31.808	31.000
Media	2.191	0.229	32.941	10.955	668.140	23.357	29.720
D. E.	0.080	0.007	0.956	0.402	68.059	8.466	1.701

POLIPROPILENO + Bentonita 3% 90 RPM

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)(%)	Módulo de Young (MPa)	Tensión en punto de ruptura (MPa)	Tensión carga última (MPa)
1	2.228	0.216	31.465	11.138	754.097	16.476	31.000
2	2.202	0.210	30.664	11.008	702.501	16.476	30.000
3	2.293	0.213	31.137	11.467	710.439	16.403	31.000
4	2.202	0.191	27.936	11.008	563.589	26.662	27.000
5	2.202	0.207	30.192	11.008	635.029	14.438	30.000
Media	2.225	0.207	30.279	11.126	673.131	18.091	29.800
D. E.	0.039	0.010	1.395	0.199	74.601	4.870	1.643

POLIPROPILENO + Bentonita 3% 165 RPM

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)(%)	Módulo de Young (MPa)	Tensión en punto de ruptura (MPa)	Tensión carga última (MPa)
1	2.019	0.209	30.452	10.096	674.719	22.957	30.400
2	2.385	0.207	30.270	11.925	635.029	16.117	30.500
3	2.398	0.206	30.051	11.988	670.750	15.317	30.600
4	2.293	0.211	30.779	11.467	698.532	13.461	30.500
5	2.018	0.206	30.015	10.092	718.377	15.098	30.600
Media	2.223	0.208	30.313	11.114	679.481	16.590	30.520
D. E.	0.191	0.002	0.315	0.952	31.427	3.688	0.084

POLIPROPILENO + Bentonita 3% 244 RPM

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)(%)	Módulo de Young (MPa)	Tensión en punto de ruptura (MPa)	Tensión carga última (MPa)
1	2.202	0.215	31.950	11.013	767.315	31.950	31.500
2	1.834	0.212	31.543	9.171	819.816	21.954	31.300
3	2.293	0.208	30.950	11.467	593.660	14.439	30.500
4	2.285	0.205	30.506	11.425	702.699	16.772	31.600
5	2.118	0.210	31.209	10.592	650.199	16.068	31.800
Media	2.146	0.210	31.232	10.734	706.738	20.237	31.340
D. E.	0.189	0.004	0.552	0.943	90.077	7.126	0.503

SISTEMA C: POLIPROPILENO – AGENTE COMPATIBILIZANTE – ARCILLA

POLIPROPILENO + POLYBOND 3%

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)
1	0.202	1.764	37.414	0.009	7426.751	0.002	0.217
2	0.165	1.139	22.049	0.007	6128.923	0.001	0.086
3	0.202	3.237	33.432	0.009	9689.954	0.004	0.182
4	0.184	2.701	32.821	0.008	7486.531	0.003	0.168
5	0.184	3.215	36.447	0.008	8097.139	0.004	0.190
Media	0.187	2.411	32.433	0.008	7765.860	0.003	0.169
D. E.	0.015	0.929	6.122	0.001	1292.717	0.001	0.050

POLIPROPILENO + POLYBOND 3% + BENTONITA 3%

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)
1	0.169	3.032	33.639	0.007	9540.545	0.002	0.111
2	0.130	2.741	29.018	0.006	7546.698	0.002	0.089
3	0.168	2.630	32.681	0.007	9571.291	0.002	0.129
4	0.120	2.540	31.377	0.005	9163.429	0.002	0.099
5	0.110	2.652	24.951	0.005	8062.796	0.001	0.050
Media	0.139	2.719	30.333	0.006	8776.952	0.002	0.096
D. E.	0.027	0.189	3.472	0.001	920.184	0.000	0.030

POLIPROPILENO + POLYBOND 3% + BENTONITA 6%

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)
1	0.150	3.228	35.526	0.007	11404.132	0.003	0.139
2	0.078	2.380	27.193	0.003	8585.017	0.001	0.049
3	0.135	2.514	36.383	0.006	9327.774	0.002	0.096
4	0.074	1.822	23.423	0.003	8291.545	0.001	0.037
5	0.147	2.916	30.734	0.006	9742.546	0.002	0.098
Media	0.117	2.572	30.652	0.005	9470.203	0.002	0.084
D. E.	0.038	0.537	5.496	0.002	1225.492	0.001	0.041

POLIPROPILENO + POLYBOND 3% + BENTONITA 9%

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)
1	0.074	2.309	30.306	0.003	10107.226	0.001	0.043
2	0.096	2.354	30.828	0.004	13530.952	0.001	0.050
3	0.092	2.622	32.994	0.004	13920.782	0.001	0.057
4	0.080	2.510	31.856	0.003	10035.600	0.001	0.054
5	0.093	2.622	32.119	0.004	12350.693	0.001	0.072
Media	0.087	2.483	31.621	0.004	11989.051	0.001	0.055
D. E.	0.009	0.147	1.066	0.001	1843.710	0.000	0.011

POLIPROPILENO + POLYBOND 6% + BENTONITA 0%

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)
1	0.119	3.151	31.057	0.005	8198.306	0.002	0.078
2	0.129	3.508	38.295	0.006	9171.416	0.003	0.125
3	0.113	3.106	34.257	0.005	10377.449	0.002	0.093
4	0.100	2.392	28.369	0.004	9286.343	0.001	0.048
5	0.093	4.111	30.451	0.004	10268.712	0.002	0.053
Media	0.111	3.254	32.486	0.005	9460.445	0.002	0.079
D. E.	0.014	0.627	3.873	0.001	894.572	0.001	0.031

POLIPROPILENO + POLYBOND 6% + BENTONITA 3%

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)
1	0.129	2.991	28.966	0.006	7701.833	0.001	0.060
2	0.092	0.804	28.181	0.004	12275.831	0.000	0.067
3	0.138	3.192	36.933	0.006	8940.117	0.002	0.123
4	0.147	2.098	32.336	0.006	9062.833	0.001	0.085
5	0.129	2.344	27.799	0.006	7174.426	0.002	0.094
Media	0.127	2.286	30.843	0.006	9031.008	0.001	0.086
D. E.	0.021	0.942	3.847	0.001	1984.424	0.001	0.025

POLIPROPILENO + POLYBOND 6% + BENTONITA 6%

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)
1	0.155	2.950	36.436	0.007	10146.354	0.003	0.146
2	0.110	2.414	31.360	0.005	9021.610	0.001	0.078
3	0.079	1.812	17.113	0.003	5375.798	0.001	0.023
4	0.153	2.660	30.586	0.007	9661.304	0.003	0.132
5	0.169	2.638	30.329	0.007	8391.630	0.003	0.142
Media	0.133	2.495	29.165	0.006	8519.339	0.002	0.104
D. E.	0.037	0.427	7.182	0.002	1877.611	0.001	0.053

POLIPROPILENO + POLYBOND 6% + BENTONITA 9%

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)
1	0.095	2.078	29.272	0.004	12113.001	0.001	0.065
2	0.151	2.636	30.502	0.007	8613.401	0.002	0.111
3	0.132	1.944	25.411	0.006	7751.348	0.001	0.043
4	0.136	1.810	28.826	0.006	8408.209	0.001	0.090
5	0.079	1.252	23.856	0.003	7682.024	0.000	0.040
Media	0.119	1.944	27.573	0.005	8913.597	0.001	0.070
D. E.	0.030	0.498	2.807	0.002	1833.665	0.001	0.031

POLIPROPILENO + POLYBOND 9% + BENTONITA 0%

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)
1	0.130	2.947	34.586	0.006	8592.330	0.002	0.103
2	0.118	3.259	34.146	0.005	11465.059	0.002	0.099
3	0.114	2.545	33.056	0.005	11059.598	0.001	0.078
4	0.112	1.630	30.852	0.005	10657.153	0.001	0.077
5	0.097	5.961	44.880	0.004	18073.969	0.002	0.078
Media	0.114	3.268	35.504	0.005	11969.622	0.002	0.087
D. E.	0.012	1.625	5.437	0.001	3587.285	0.001	0.013

POLIPROPILENO + POLYBOND 9% + BENTONITA 3%

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)
1	0.169	1.764	31.243	0.007	8781.822	0.002	0.137
2	0.118	3.148	33.319	0.005	10491.709	0.002	0.099
3	0.147	3.326	35.136	0.006	9762.718	0.003	0.123
4	0.131	3.192	30.034	0.006	7748.237	0.002	0.090
5	0.130	2.969	33.290	0.006	8352.691	0.002	0.105
Media	0.139	2.880	32.604	0.006	9027.435	0.002	0.111
D. E.	0.020	0.637	1.991	0.001	1099.624	0.000	0.019

POLIPROPILENO + POLYBOND 9% + BENTONITA 6%

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)
1	0.165	3.103	33.531	0.003	7898.860	0.003	0.138
2	0.133	4.197	34.747	0.003	9411.849	0.003	0.104
3	0.129	5.313	39.923	0.003	10437.964	0.003	0.110
4	0.094	3.907	30.070	0.002	9809.790	0.002	0.056
5	0.131	3.460	33.762	0.003	9482.322	0.003	0.109
Media	0.130	3.996	34.407	0.003	9408.157	0.003	0.103
D. E.	0.025	0.847	3.554	0.000	936.123	0.000	0.030

POLIPROPILENO + POLYBOND 9% + BENTONITA 9%

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Deform en la carga max. (mm/mm)	Módulo de Young (MPa)	Energía punto de ruptura (J)	Tenacidad (MPa)
1	0.092	2.411	25.363	0.004	9133.219	0.001	0.040
2	0.131	3.393	33.996	0.006	9035.012	0.003	0.124
3	0.118	3.438	35.724	0.005	10510.661	0.002	0.099
4	0.136	2.366	29.166	0.006	7625.766	0.001	0.066
5	0.147	3.371	33.090	0.006	9072.425	0.002	0.101
Media	0.125	2.996	31.468	0.005	9075.417	0.002	0.086
D. E.	0.021	0.555	4.174	0.001	1020.588	0.001	0.033

POLIPROPILENO + POLYBOND 3% + MONTMORILLONITA 3%

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Módulo de Young (MPa)
1	1.515	0.033	21.998	370.870
2	1.514	0.035	17.724	297.765
3	1.102	0.045	22.382	356.605
4	1.514	0.033	22.129	362.549
5	0.552	0.031	15.371	292.961
6	1.377	0.042	27.947	461.210
7	1.102	0.041	25.718	466.503
Media	1.239	0.037	21.896	372.638
D. E.	0.355	0.005	4.311	69.489

POLIPROPILENO + POLYBOND 3% + MONTMORILLONITA 6%

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Módulo de Young (MPa)
1	1.378	0.035	23.271	406.530
2	1.239	0.032	21.146	343.292
3	1.240	0.038	25.113	382.281
4	1.103	0.029	19.104	351.966
5	1.377	0.035	23.093	381.830
6	1.514	0.031	20.659	277.306
7	1.423	0.028	13.336	242.284
Media	1.325	0.032	20.817	340.784
D. E.	0.138	0.004	3.845	59.989

POLIPROPILENO + POLYBOND 3% + MONTMORILLONITA 9%

Muestra	Desplazamiento en la carga max. (mm)	Carga en la carga max. (kN)	Tensión en la carga max. (MPa)	Módulo de Young (MPa)
1	1.378	0.026	17.296	311.436
2	1.385	0.031	20.669	341.344
3	1.239	0.033	16.536	262.854
4	1.239	0.026	12.774	209.260
5	1.293	0.027	13.676	221.615
6	1.248	0.030	14.996	244.296
7	1.377	0.031	20.669	380.763
Media	1.308	0.029	16.659	281.653
D. E.	0.069	0.003	3.145	64.378

APÉNDICE D. ÍNDICE DE FIGURAS, TABLAS, GRÁFICAS Y DIAGRAMAS.

A. FIGURAS

<i>Figura 1. (a) Un tetraedro SiO₄ aislado y (b) Capa de tetraedros dispuestos en red hexagonal.....</i>	<i>12</i>
<i>Figura 2. (a) Unidad octaédrica aislada, y (b) Hoja de unidades octaédricas.....</i>	<i>13</i>
<i>Figura 3. Estructuras bilaminar (1:1) y trilaminar (2:1) de los Filosilicatos.....</i>	<i>14</i>
<i>Figura 4. Unidad estructural de un filossilicato trilaminar (2:1).....</i>	<i>14</i>
<i>Figura 5. Posibles tipos de compuestos polímero/arcilla.....</i>	<i>16</i>
<i>Figura 6. Patrón de Difracción de rayos X de montmorillonita modificada con octadecilamonio (C-18) y del nanocompuesto PP-b-PMM/Montmorillonita C-18 formado por intercalación en fundido.....</i>	<i>24</i>
<i>Figura 7. Relación convergencia-divergencia en difracción de polvos (a,b) geometría de reflexión; (c,d) geometría de transmisión; (a,c) rayo primario divergente; (b,d) rayo primario convergente.....</i>	<i>26</i>
<i>Figura 8. Diversas configuraciones del difractómetro Bragg-Brentano de parafoco.....</i>	<i>27</i>
<i>Figura 9. Arreglo Geométrico del Difractómetro Bragg – Brentano.....</i>	<i>28</i>
<i>Figura 10. El círculo de foco y goniómetro.....</i>	<i>29</i>
<i>Figura 11. a. Barra antes de aplicarle la fuerza b. Barra sometida a una fuerza de tensión uniaxial F..</i>	<i>31</i>
<i>Figura 12. Probeta utilizada en el Ensayo de Tensión (Pruebas de Tracción).....</i>	<i>33</i>
<i>Figura 13. Gráfica esfuerzo – deformación.....</i>	<i>33</i>
<i>Figura 14. Representación esquemática de un copolímero PP atáctico / PP isotáctico en bloque.....</i>	<i>40</i>
<i>Figura 15. Copolímero PP atáctico / PP isotáctico.....</i>	<i>41</i>
<i>Figura 16. Patrones de Difracción de rayos X de nanocompuestos de PP funcionalizado/montmorillonita modificada, (a) metilestireno 1 % mol, (b) anhídrido maléico 0.5 % mol, (c) grupos hidroxilo 0.5% mol.....</i>	<i>48</i>
<i>Figura 17. Fotografía digital del Polipropileno puro con índice de fluidez 10 (pellets).....</i>	<i>49</i>
<i>Figura 18. Fotografía digital del agente compatibilizante Polybond 3200.....</i>	<i>50</i>
<i>Figura 19. Fotografía digital de la arcilla Montmorillonita Sódica.....</i>	<i>50</i>
<i>Figura 20. Fotografía digital de la arcilla Bentonita Blanca.....</i>	<i>51</i>
<i>Figura 21. Esquema de la sección transversal del Extrusor CSI-MAX modelo CS-194AV.....</i>	<i>53</i>
<i>Figura 22. Inyector Mini-Max modelo CS-183MMX.....</i>	<i>55</i>
<i>Figura 23. Mezclado e Inyección de un material en el equipo INYECTOR Mini-MAX modelo CS-183MMX (Secuencia).....</i>	<i>56</i>
<i>Figura 24. Fotografía digital de probetas de tracción cuajadas a partir de una película de nanocompuesto.....</i>	<i>60</i>

Figura 25. Fotografía digital de probetas de tracción de nanocompuesto generadas por extrusión e inyección.....64

Figura 26. Patrón de difracción de rayos X de la arcilla Bentonita Blanca.....81

Figura 27. Patrón de difracción de rayos X del Polipropileno puro.....82

Figura 28. Patrón de difracción de rayos X del sistema PP/Bentonita 6% p/p.....83

Figura 29. Patrón de difracción de rayos X del Polipropileno+Polybond 3200 3% p/p.....84

Figura 30. Patrón de difracción de rayos X del Polipropileno+Polybond 3200 3%+ Bentonita 6%.....85

Figura 31. Vista isométrica del interior del Extrusor CSI-MAX modelo CS-194AV.....101

Figura 32. Representación esquemática de la trayectoria del material en el extrusor.....102

Figura 33. a. Vista lateral: representación esquemática de la sección del rotor y el cabezal con la apertura entre ellos; b. Vista frontal: parte final del rotor visto a través del cabezal.....104

Figura 34. Esquema ilustrativo del mezclado intensivo y del principio de bombeo centrípeto del Inyector.....112

B. TABLAS

Tabla 1. Nanocompuestos comerciales y usos.....10

Tabla 2. Clasificación de los filosilicatos.....15

Tabla 3. Ejemplos de superficie específica de algunas arcillas.....21

Tabla 4. Técnicas de Análisis Térmico.....30

Tabla 5. Comparación de las propiedades mecánicas del Nylon-6 vs las propiedades del material cargado.....36

Tabla 6. Comparación de las propiedades mecánicas de un polímero, su micro y nanocompuesto.....37

Tabla 7. Propiedades Mecánicas del Polipropileno.....42

Tabla 8. Equipos de Procesamiento.....57

Tabla 9. Procesos realizados en las mezclas obtenidas.....66

Tabla 10. Elaboración de mezclas polímero arcilla. Mezclado por inyección.....67

Tabla 11. Elaboración de mezclas polímero – arcilla. Mezclado por extrusión e inyección.....68

Tabla 12. Elaboración de mezclas polímero – arcilla. Mezclado por extrusión e inyección.....69

Tabla 13. Elaboración de nanocompuestos PP/arcilla/agente compatibilizante (polybond 3200). Mezclado por extrusión e inyección.....70

Tabla 14. Elaboración de mezclas polímero/agente compatibilizante/arcilla.....71

Tabla 15. Resultados de Ensayo de Tensión Mezcla a) (Polipropileno – Arcilla).....75

Tabla 16. Efecto de la velocidad en las propiedades mecánicas del nanocompuesto.....77

Tabla 17. Resultados del Ensayo de Tensión Sistema C.....79

Tabla 18. Características técnicas del extrusor tipo Maxwell.....100
Tabla 19. Control de velocidades del extrusor.....100
Tabla 20. Velocidades variables del inyector.....110

C. GRÁFICAS

Gráfica 1. Módulo de Young Mezcla a): PP/arcilla.....76
Gráfica 2. Efecto de la velocidad de extrusión en el Módulo de Young.....78
Gráfica 3. Módulo de Young Sistema C (PP/Agente compatibilizante/Arcilla).....79
Gráfica 4. Efecto del uso de Agente Compatibilizante (Comparación Sistemas A y C).....87

D. DIAGRAMAS

Diagrama 1. Proceso de formación de nanocompuestos PP/arcilla. Mezclado por inyección.....61
Diagrama 2. Proceso de formación de nanocompuestos PP/arcilla/agente compatibilizante. Mezclado por extrusión e inyección.....63