

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUIMICA

"SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE COPOLÍMEROS DE ESTIRENO CON ARCILLA VÍA POLIMERIZACIÓN EN EMULSIÓN"

IV.- ACRILATO DE BUTILO

ESTRATEGIA DE INCORPORACIÓN DE ARCILLA

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

INGENIERO QUIMICO

(INGENIERÍA QUÍMICA)

PRESENTA:

FRANCISCO GALICIA OLIVARES



MÉXICO, D.F. NOVIEMBRE AÑO 2013





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.





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.

PRESIDENTE: MARCO ANTONIO URESTI MALDONADO
VOCAL: CARLOS GUZMÁN DE LAS CASAS
SECRETARIO: MINERVA ESTELA TELLEZ ORTÍZ
1er. SUPLENTE: NESTOR NOE LÓPEZ CASTILLO
2° SUPLENTE: MA GUADALUPE LEMUS BARAJAS
SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:
LABORATORIO 324 EDIFICIO D FACULTAD DE QUÍMICA UNAM.
ASESOR DEL TEMA:
CARLOS GUZMÁN DE LAS CASAS
SUSTENTANTE (S):

JURADO ASIGNADO:

AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Carlos Guzmán de las Casas por la dirección y el tiempo invertido en este trabajo.

Al M. en C. Marco Antonio Uresti Maldonado por las facilidades para la realización de las probetas para las pruebas mecánicas.

Al Dr. Gabriel Jaramillo y Dr. Alberto Tecante por las facilidades en la realización de las pruebas de distribución de tamaños de partícula y pruebas mecánicas.

Al Profesor Gerardo Arambulo por las facilidades por el uso del microscopio óptico.

DEDICATORIA

A DIOS por permitirme el tiempo y la vida, para terminar esta etapa de mi vida, iGRACIAS SEÑOR!.

A mis padres por siempre apoyarme incondicionalmente, por el amor que me brindan a cada momento, por los regaños, los consejos y por educarme en la fe.

A mis hermanos:

Maris y Olga por el ejemplo de seguir adelante cuando la adversidad llega.

Moni que siempre me impulsaste en los momentos en que ya no quería seguir y cuando ya había abandonado, por ser como eres.

Laura (†) por mostrar siempre un ejemplo de obediencia y demostrarnos siempre tu cariño hacia las personas que aprecias.

Juan por un ejemplo de constancia y superación, por los gratos momentos que compartimos a lo largo de la vida y sobre todo cuando cursábamos la universidad y por ser un gran amigo.

Osiris por tu alegría que siempre contagias. Te quiero mucho.

Lalo por ser un gran hermano y las ganas de superación que contagias.

A todos y cada uno de mis sobrinos que por su presencia me hacen creer en la esperanza de un mundo mejor.

Al padre salvador (†) que me cambio la perspectiva de ver la vida y por el apoyo espiritual cuando más lo necesitaba.

A mi amigo Michel Antonio por su tiempo y su asesoría en el momento en que no entendía mecánica.

A mi hermano Oscar Ojeda por su amistad incondicional, y la asesoría sobre programación y los consejos a lo largo de los 14 años de conocernos.

A mi amigo Ro por su gran amistad que me has brindado y sobre todo por el apoyo que siempre me has brindado.

A mis queridas amigas Maru Avelino y Diana Olvera, que sin ustedes no se como hubiera acabado varias materias, por la alegría que siempre me contagian y sobre todo por la calidad de personas que son juntas o separadas.

A mis amigos Moni Solano, Mario (panda), Mary, Maru, Martha, Nancy.

Gracias a todos y cada uno de las personas que he convivido a lo largo de esta etapa de mi vida que bueno o malo han definido lo que soy.

Notación

Persulfato de potasio (PPS)

Hidroquinona (HQ)

Surfacpol 17.5 (S17.5)

Acrilato de butilo (AB)

Montmorillonita (MMT)

Estireno (S)

DADMAC Cloruro de Dialildimetilamonio

PVOH Alcohol polivinílico

DSC Calorimetría Diferencial de Barrido

cps centipoises

phm Partes por cien de monómeros en peso.

ms Muestra seca.

mh Muestra húmeda.

sol Sólidos.

E Emulsificante.

nm nanómetro

I Iniciador.

M Monómero.

W agua.

X Conversión.

t tiempo.

 $t_{\text{dos}} \hspace{1.5cm} \text{tiempo de la dosificación}. \\$

 $\rho_{\text{mezcla}} \hspace{1cm} \text{densidad de la mezcla}.$

Q rapidez de Flujo.

 F_{M} Fracción de monómero. F_{W} Fracción de agua. F_{E} Fracción de emulsificante. F_{I} Fracción de iniciador. V_{I} volumen del componente i V_{T} volumen total

INDICE

CAPITULO 1. GENERALIDADES.

1.1. Introducción.

1.2. Objetivos.

1.3. Hipótesis.

CAPITULO 2. ANTECEDENTES.
2.1. Arcillas.
2.1.1. Definición.
2.1.2. Clasificación.
2.1.3. Estructura.
2.1.4. Hidratación e hinchamiento.
2.2. Montmorillonita.
2.2.1. Dispersión de la arcilla
2.3. Nanocompuesto
2.4. Coloides Protectores.
2.4.1 Alcohol Polivinílico.
2.5. Copolímeros.
2.5.1. Copolímeros de acrilato de butilo/estireno
2.6. Polimerización en emulsión.
2.6.1 Nucleación micelar.
2.6.2 Nucleación heterogénea.
2.6.3. Mecanismo de la Polimerización en Emulsión

- 2.6.3.1. Etapa I-Nucleación.
- 2.6.3.2. Etapa II-Crecimiento de Partículas.
- 2.6.3.3. Etapa III-Agotamiento.
- 2.7. CARACTERIZACIÓN.
- 2.7.1. Tamaño de Partícula.
- 2.7.2. Avance de la reacción por gravimetría.
- 2.7.3. Microscopía Óptica.
- 2.7.4 Análisis Termogravimétrico. (TGA)
- 2.7.5. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)
- 2.7.6. Pruebas Mecánicas.
- 2.7.6.1. Deformación.
- 2.7.6.2. Esfuerzo
- 2.7.6.3. Módulo de Young.
- 2.7.6.4. Resiliencia
- 2.7.6.5. Ensayos de tracción.

CAPITULO 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

Diseño experimental.

- 3.1. Componentes usados en la experimentación.
- 3.2. Diseño de experimentos
- 3.3. Preparación del PVOH.
- 3.4. Arcilla.
- 3.4.1. Intercalación de la arcilla.
- 3.4.2. Dispersión de la arcilla.
- 3.5. Polimerización en emulsión.

- 3.5.1. Preparación de la semilla.
- 3.5.2. Adición de la arcilla a la matriz polimérica.
- 3.6 Avance de reacción por gravimetría.
- 3.7. Tamaño de partículas.
- 3.8. Identificación de la arcilla por microscopia óptica.
- 3.9. Análisis termogravimétrico (TGA).
- 3.10. Calorimetría diferencial de barrido (DSC).
- 3.11. Propiedades Mecánicas.

CAPITULO 4.RESULTADOS.

- 4.1. Avance de reacción por gravimetría.
- 4.2. Tamaño de partículas en emulsión por dispersión de Luz.
- 4.3. Identificación de la arcilla por microscopia óptica.
- 4.4. Análisis termogravimétrico (TGA).
- 4.5. Calorimetría diferencial de barrido.
- 4.6. Propiedades Mecánicas.
- 4.6.1 Esfuerzo y deformación
- 4.6.2 Módulo de Young.
- 4.6.3 Resiliencia.

CAPITULO 5. CONCLUSIONES.

BIBLIOGRAFIA.

ANEXO

- A.1 Avance de reacción por gravimetría.
- A.2. Tamaño de Partícula.
- A.3 Microscopia Óptica.
- A.4. Análisis Termogravimétrico.
- A.5. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).

- A.6. Propiedades mecánicas.
- A.7. Estructuras químicas.
- A.8. Cálculos.

CAPITULO 1.

GENERALIDADES.

1.1Introducción.

Los nanocompuestos poliméricos fueron desarrollados por primera vez en los laboratorios de investigación y desarrollo de Toyota. A partir de ese momento se incrementó la importancia de la nanotecnología en el campo de los polímeros.

Se han diseñado nuevos nanocompuestos para mejorar las características mecánicas como son: resistencia al impacto, a la tracción, resistencia a altas temperaturas y a las condiciones ambientales.

Las dos rutas más comunes para hacer nanocompuestos son:

- 1) Polimerización en un reactor y
- 2) Mezcla de las nanopartículas con el polímero fundido.

Hoy en día la arcilla mas extensamente utilizada como fase reforzante en la matriz polimérica es la montmorillonita. Los nanocompuestos se obtienen con pequeñas cantidades de arcilla y sus propiedades son diferentes en comparación con polímeros no reforzados.

En el presente trabajo se pretende evaluar los cambios que sufre las propiedades mecánicas del látex (S/BA) al incorporar la arcilla.

La arcilla utilizada en este trabajo es una bentonita del tipo montmorillonita marca PGN, intercalada con cloruro de dialildimetilamonio, la cual se incorporará al momento de la polimerización en emulsión del copolimero S/BA.

1.20bjetivos.

Objetivo General.

-Sintetizar copolímeros S/BA con arcilla mediante el proceso de polimerización en emulsión y su caracterización.

Objetivos particulares.

-Encontrar la mejor proporción de copolímeros S/BA (40/60 ó 60/40) con arcilla y sintetizarlos vía polimerización en emulsión (látex), en semilotes con semilla.

-Estudio de la cinética de las polimerizaciones mediante la técnica de gravimetría para obtener las curvas de conversión contra tiempo.

-Caracterizar los copolímeros por su temperatura de transición vítrea, tamaño de partícula y propiedades mecánicas de los látex sintetizados.

1.3 Hipótesis.

La estrategia de síntesis por semilotes, semilla in situ, arcilla modificada por DADMAC y presencia de PVOH puede lograr dispersar la arcilla sin alterar la estabilidad del látex.

Al incorporar la arcilla montmorillonita se modificaran las propiedades mecánicas, así como su temperatura de transición vítrea, temperatura de descomposición y tamaño de partícula del copolimero S/BA.

CAPITULO 2.

ANTECEDENTES.

2.1. Arcillas.

El uso de arcillas abarca muy diversos productos, como en el sector petrolero (lodos de perforación), en el sector farmacéutico (jabones y cremas), en la producción de moldes de fundición, por mencionar algunos.

2.1.1 Definición.1

Las arcillas son 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 cuyo tamaño es inferior a 4 micras, y que se componen principalmente de silicatos de aluminio hidratados.

Las arcillas están formadas por una serie de láminas apiladas, las cuales se separan al contacto con el agua y se contraen cuando se extrae el agua.

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

2.1.2. Clasificación. 2

Los filosilicatos se clasifican atendiendo a que sean bilaminares o trilaminares y dioctaédricos o trioctaédricos. Como puede verse pertenecen a los filosilicatos grupos de minerales tan importantes como las micas y las arcillas.

	DIOCTAÉDRICOS		TRIOCTAÉDRICOS		CARGA	
		Caolinita		Antigorita		
BILAMINARES	CANDITAS	Nacrita	SERPENTINA	Crisotilo		
T:0		Dickita		Lizardita		
1:1		Halloisita		Bertierina	X = 0	
	Pirofilita		Talco	3 6	X = 0	
		Montmorillonita	()	Saponita	X = 0,2-0,6	
	ESMECTITAS	Beidellita	ESMECTITAS	Hectorita		
TRILAMINARES T:O:T 2:1		Nontronita	§	3 22		
	Vermiculitas		Vermiculitas	8 8	X = 0.6-0.9	
	Illitas			8 S	X = 0.9	
		Moscovita	ė s	Biotita	X = 1	
	MICAS	Paragonita	MICAS	Flogopita		
		-		Lepidolita		
T:0.T:0 2:1:1	CLORITAS					
FIBROSOS	Paligorskita		Sepiolita			

Figura 2.1.Clasificación de los folosilicatos. 19

2.1.3 Estructuras. ²

La unión de varios tetraedros nos genera hojas que se extienden a lo largo y ancho dando origen a las estructuras laminares, las arcillas son consecuencia de sus características estructurales. Por ello es imprescindible conocer la estructura de los filosilicatos para poder comprender sus propiedades.

Las arcillas, al igual que el resto de los filosilicatos, presentan una estructura basada en el apilamiento de planos de iones oxígeno e hidroxilos. Los grupos tetraédricos (SiO)₄⁴⁻ se unen compartiendo tres de sus cuatro oxígenos con otros vecinos formando capas, de extensión infinita y fórmula (Si2O5)²⁻, que constituyen la unidad fundamental de los filosilicatos. En ellas los tetraedros se distribuyen formando hexágonos. El silicio tetraédrico puede estar, en parte, sustituido por Al³⁺ o Fe³⁺.

Estas capas tetraédricas se unen a otras octaédricas de tipo gibbsita o brucita (Figura 2.11).

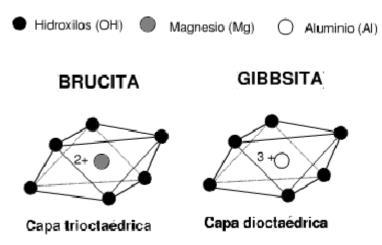


Figura 2.1. Tipo estructura gibbsita y brucita. 19

En ellas algunos Al^{3+} o Mg^{2+} , pueden estar sustituidos por Fe^{2+} o Fe^{3+} y más raramente por Li, Cr, Mn, Ni, Cu o Zn.

El plano de unión entre ambas capas está formado por los oxígenos de los tetraedros que se encontraban sin compartir con otros tetraedros (oxígenos apicales), y por grupos (OH)⁻ de la capa brucitica o gibsitica, de forma que, en este plano, quede un (OH)⁻ en el centro de cada hexágono formado por 6 oxígenos apicales. El resto de los (OH)⁻ son reemplazados por los oxígenos de los tetraedros (Figura 2.11).

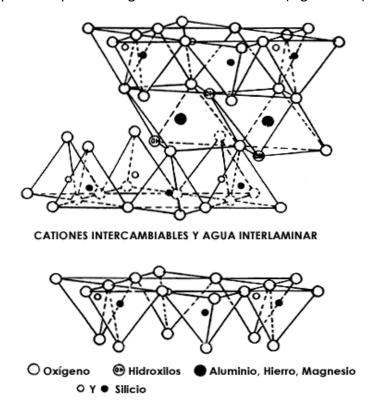


Figura 2.2. Cationes intercambiables y agua interlaminar. 19

Una unión similar puede ocurrir en la superficie opuesta de la capa octaédrica. Así, los filosilicatos pueden estar formados por dos capas: tetraédrica más octaédrica y se denominan **bilaminares,1:1**, o **T:O**; o bien por tres capas: una octaédrica y dos tetraédricas, denominándose **trilaminares**, **2:1** o **T:O:T**. A la unidad formada por la unión de una capa octaédrica más una o dos tetraédricas se la denomina **lámina**.

En algunos filosilicatos como las esmectitas, las láminas no son eléctricamente neutras debido a las sustituciones de unos cationes por otros de distinta carga. Los cationes interlaminares más frecuentes son alcalinos (Na y K) o alcalinotérreos (Mg y Ca).

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.

2.1.4. Hidratación e hinchamiento. 1,2

La hidratación y deshidratación del espacio interlaminar son propiedades características de las esmectitas, y cuya importancia es crucial en los diferentes usos industriales. Aunque hidratación y deshidratación ocurren con independencia del tipo de catión de cambio presente, el grado de hidratación sí está ligado a la naturaleza del catión interlaminar y a la carga de la lámina.

La absorción de agua en el espacio interlaminar tiene como consecuencia la separación de las láminas dando lugar al hinchamiento. Este proceso depende del balance entre la atracción electrostática catión-lámina y la energía de hidratación del catión. A medida que se intercalan capas de agua y la separación entre las láminas aumenta, las fuerzas que predominan son de repulsión electrostática entre láminas, lo que contribuye a que el proceso de hinchamiento pueda llegar a disociar completamente unas láminas de otras. Cuando el catión interlaminar es el sodio, las esmectitas tienen una gran capacidad de hinchamiento, pudiendo llegar a producirse la completa disociación de cristales individuales de esmectita, teniendo como resultado un alto grado de dispersión y un máximo desarrollo de propiedades coloidales. Si por el contrario,

tienen Ca o Mg como cationes de cambio su capacidad de hinchamiento será mucho más reducida.

Veamos ahora en forma secuencial lo que ocurre cuando el agua se aproxima al edificio laminar de la arcilla con ayuda de la figura 2.3.

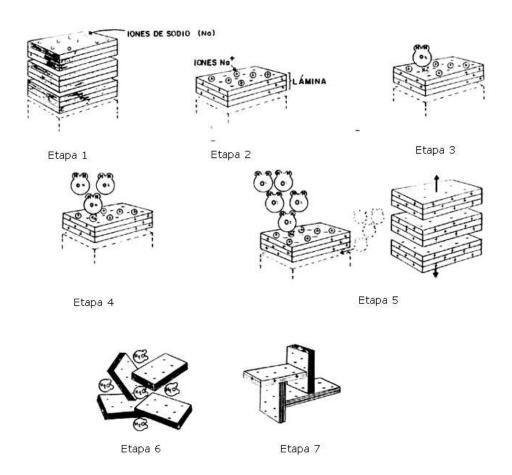


Figura 2.3 Etapas secuenciales en la interacción del agua.¹⁸

Etapa 1: en el principio la arcilla se encuentra en un estado deshidratado, son algunos iones de sodio (Na+), potasio (K+) o tal vez calcio (Ca2+) adsorbidos en el espacio interlaminar.

Etapa 2: desde el punto de vista electrostático, las cargas negativas en la arcilla se acumulan en las superficies planas de las laminillas, mientras que los bordes acumulan

cargas positivas. Luego los iones de sodio tienden a concentrarse sobre las caras planas.

Etapa 3: al ponerse en contacto con la arcilla, las moléculas de agua son atraídas fuertemente hacia las superficies planas debido a la presencia de los iones sodio cargados positivamente. Hay que recordar que, a la escala molecular, las fuerzas electrostáticas son las más importantes.

Etapa 4: en este estado, las moléculas de agua se hacen más dipolares, atrayendo a otras de su especie.

Etapa 5: la carga negativa en la superficie de las laminillas se incrementa conforme las moléculas de agua se enlazan unas con otras al aumentar su polarización. Llega un momento en que la carga superficial es tal, que las láminas se repelen entre sí separándose unas de otras por lo que el espacio interlaminar se expande, originando el hinchamiento característico de las arcillas.

Etapa 6: las moléculas de agua continúan llenando el espacio interlaminar, neutralizando parcialmente las superficies expuestas y manteniendo las láminas apartadas unas de otras, hasta que el agua es eliminada mediante algún procedimiento de secado, lo cual origina una contracción del volumen de la hojuela.

Etapa 7: el equilibrio de la hidratación es alcanzado cuando termina la mezcla de la arcilla con el agua, dando como resultado una estructura interna hidratada que hace coincidir los bordes cargados positivamente con las caras planas cargadas negativamente, de modo que se forma una estructura de castillo de naipes, por lo que las moléculas de agua entran y salen libremente. Este castillo puede derrumbarse mediante una agitación vigorosa de la suspensión, pero tiende a formarse de nuevo si la agitación termina, esto es, si el medio queda libre de esfuerzos mecánicos. Este último efecto se debe a que las hojas mantienen la fuerte carga electrostática que las atrae.

2.2. Montmorillonita.^{3, 4}

Entre las esmécticas destaca la montmorillonita, cuyo nombre se deriva del francés Montmorillon, lugar de Francia en que se encontró esta arcilla típica en 1874.

Es hoy en día la arcilla mineral más extensamente utilizada como fase reforzante en matrices poliméricas. Las arcillas reducen la permeabilidad a los gases y aumentan las propiedades mecánicas, como es el caso de los copolímeros etileno-alcohol vinílico (EVOH). La composición química de una arcilla esméctica tipo montmorillonita es la siguiente:

 $\underbrace{\frac{\text{Al}_{a-y}^{3+} + \text{B}}{\uparrow}}_{\text{Hoja}} \underbrace{\frac{\text{Al}_{y}^{3+} + \text{Si}_{4-y}^{4+}}{\uparrow}}_{\text{Hoja}} \underbrace{\frac{\text{O}_{10}(\text{OH}, \text{F})_{2}}{\uparrow}}_{\text{Aniones}} \underbrace{\frac{\text{X}_{.33}}{\uparrow}}_{\text{Bases}}$ octaédrica B = Fe, Fe, Mg, Cr, Mn, Li

Figura 2.4. Estructura de la montmorillonita.1

Como se observa en esta fórmula estructural, la hoja tetraédrica está compuesta sólo de silicio y aluminio mientras que la hoja octaédrica contiene aluminio y una variedad de cationes (B). Esto muestra la gran cantidad de arcillas tipo esméctica que se pueden conseguir simplemente cambiando el catión de la hoja octaédrica y manteniendo ocupada la hoja T con Si y Al, para cada caso (FIG 4). Por supuesto la sustitución de aluminio (O) y silicio (T) por un catión de menor carga eléctrica, por ejemplo Mg, origina una deficiencia de carga eléctrica que es responsable de algunas de las propiedades superficiales mas importantes de las arcillas: la capacidad de intercambio de cationes, la absorción de moléculas polares como el agua, así como de otros compuestos orgánicos, por ejemplo las aminas, las cuales al introducirse en el espacio interlaminar causan el hinchamiento de la estructura laminar de las arcillas.

Debido a su avidez por el agua y las moléculas orgánicas, las montmorillonitas encuentran aplicaciones muy variadas que van desde la extracción de esencias naturales hasta la fabricación de catalizadores para procesar los hidrocarburos derivados del petróleo.

La composición de la montmorillonita es variable y depende de su lugar de origen, a la que se le atribuye la característica de la diferente capacidad de intercambiar cationes, que en general es muy superior a la caolinita.

2.2.1 Dispersión de la arcilla⁵

La dispersión de arcillas en una matriz polimérica puede dar como resultado la formación de tres tipos de materiales compuestos

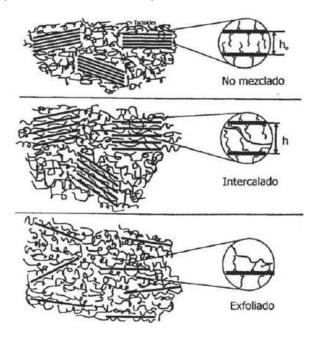


Figura 2.5. Representación esquemática de los tipos de dispersión de nanocompuestos polímero-arcilla ⁵

El primer tipo es el compuesto convencional, es decir, el que contiene arcilla en forma de gránulos o tactoides que son capas o láminas aglomeradas de la arcilla, sin intercalación que se dispersan como una fase segregada, obteniéndose propiedades mecánicas pobres del material resultante.

El segundo tipo es un nanocompuesto intercalado polímero-arcilla el cual se forma por la inserción de una o más capas moleculares del polímero en la galería de la arcilla. En éste, la distancia entre las capas de silicato se incrementa pero se mantiene relativamente constante.

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. El nanocompuesto exfoliado es especialmente deseable para mejorar las propiedades, debido a la dispersión homogénea de la arcilla y a la gran área interfacial que se logra entre el polímero y la arcilla.

La exfoliación puede producirse por alguno de los siguientes procesos:

- Polimerización de un monómero en presencia de una arcilla modificada.
- Formulación de compuestos poliméricos en fundido con una arcilla modificada.
- Suspensiones exfoliadas, por medio de ultrasonido, de arcillas modificadas en líquidos polares de bajo peso molecular (en general se utiliza agua), seguido de su polimerización o formulación en fundido.
- Condiciones del proceso de extrusión.
- Otros métodos.

La arcilla que se utiliza preferentemente para las dispersiones es la montmorillonita (MMT), compuesta de tres capas de silicatos, una octaédrica y dos tetraédricas. Estos apilamientos de 0.96 nm de espesor y con un diámetro promedio de 500-1000 nanómetros son las principales entidades de refuerzo de los nanocompuestos (NCP).38 La purificación de la arcilla es indispensable, ya que sus propiedades se modifican cuando hay partículas extrañas. Se recomienda que la arcilla tenga menos de 5% en peso de impurezas ya que un porcentaje mayor afecta de manera negativa sus propiedades.

La compatibilidad entre las capas de arcilla y la matriz polimérica se alcanza a través de reacciones de intercambio iónico. Esto incrementa la organo-filicidad de la superficie de la capa de la arcilla y mejora la interacción con la matriz polimérica, lo cual favorece la dispersión y exfoliación originando mejores propiedades en los materiales y en su procesamiento; la eficiencia del nanocompuesto esta basada en la uniformidad de la dispersión de las placas a través de la matriz.

2.3. Nanocompuestos⁶⁻¹⁰

Existen una gran variedad de nanocompuestos poliméricos, pero el avance mas comercial es la que envuelve la dispersión de pequeñas cantidades de nanopartículas

en una matriz polimérica. Uno de los materiales más manejables, son las arcillas, las cuales fueron descubiertas por impartir propiedades superiores. Por ejemplo, el aumento de una pequeña cantidad del 2% en volumen de nanopartículas de silicato a una resina de poliamida, produce que la fuerza de tensión se incremente hasta en un 100%. Se debe considerar que el 2% en volumen de partículas muy pequeñas es un gran número de partículas reforzantes. El aumento de nanopartículas no sólo mejora las propiedades mecánicas, sino también ha demostrado mejorar la estabilidad térmica

Dichos incrementos se deben a la alta densidad volumétrica (≈1010 partículas/mm3), a la elevada relación (≥100) y su alto módulo (≈170 GPa) de dichas nanopartículas, así como a la dispersión de las nanopartículas en la matriz y a una fuerte interacción entre la matriz y las nanopartículas. El incremento en las propiedades también puede relacionarse con la pérdida de movilidad de la estructura polimérica con la presencia de nanopartículas completamente exfoliadas debido a la adsorción de cadenas poliméricas en la superficie de las nanopartículas

Las arcillas tienen una estructura laminada, cada lámina está constituida por un coordinado tetraédrico de átomos de Si estructurados dentro de un plano octaédrico de Al(OH)₃ o Mg(OH)₂. De acuerdo a la naturaleza del enlace entre dichos átomos, las láminas pueden mostrar excelentes propiedades mecánicas.

El principio utilizado en los nanocompuestos arcilla-polímero es separar no sólo los agregados de arcilla sino también las láminas de silicato en el polímero. Al realizar dicho proceso, las excelentes propiedades mecánicas de las arcillas pueden funcionar efectivamente, mientras que el número de componentes reforzantes también aumenta fuertemente debido a que cada partícula de arcilla contiene cientos o millones de láminas. Como consecuencia, un amplio intervalo de propiedades ingenieriles pueden mejorarse significativamente con un bajo nivel de arcilla.

También se han examinado las propiedades eléctricas de los nanocompuestos, con la visión de desarrollar nuevos materiales conductores. El uso de polímeros basados en nanocompuestos se ha extendido a capas anticorrosión en metales y sensores de películas delgadas.

Para lograr que las nanopartículas se encuentren en un estado exfoliado se sugiere lo siguiente:

- a) Que las partículas tengan un diámetro promedio muy fino.
- b) Que los métodos de dispersión eviten o imposibiliten la aglomeración de las cargas.

Las partículas son inmediatamente mezcladas con el material matriz, el cual es preferentemente un polímero, pero también puede ser una cerámica, un metal o una combinación. La matriz se puede seleccionar por sus propiedades como es su fácil procesamiento, el bajo costo, disponibilidad comercial y compatibilidad con el tipo de partícula. Las partículas son mezcladas homogéneamente de preferencia dentro de la matriz, pero también pueden mezclarse heterogéneamente si se desea.

La cantidad de partículas que deben ser añadidas para obtener las propiedades mecánicas deseadas y el grosor de ligamento mínimo depende al menos de algunos de los siguientes parámetros: el tipo de carga, la composición del polímero, la técnica de dispersión. La cantidad óptima de partícula puede determinarse experimentalmente.

Aunque cada componente tiene sus propias características físicas y químicas, cuando se combinan, el resultado es un material que tiene propiedades que son diferentes a las de cada componente.

2.4 Coloides Protectores

Los coloides protectores son compuestos de polímeros de alto peso molecular solubles en agua. En forma similar a los emulsificantes, actúan estabilizando las emulsiones, contienen partes hidrofóbicas (hidrofílicas) y son usados en la polimerización por emulsión.

Alternativamente o en combinación con emulsificantes, los coloides protectores pueden utilizarse como agentes estabilizadores en la polimerización por emulsión.

Los compuestos solubles en agua con alto peso molecular, tales como el alcohol polivinílico, se utilizan comúnmente como coloides protectores.

Se pueden utilizar parámetros del coloide protector, tales como la viscosidad (proporcional al peso molecular) y el grado de saponificación (que influencia la densidad de injerto del coloide protector) para determinar las propiedades de dispersión tales como absorción de agua, la viscosidad, o la distribución del tamaño de la partícula. En contraste con los emulsificantes, los coloides protectores no forman micelas y sus soluciones presentan viscosidades mucho mayores que las soluciones de emulsificantes. Además, las dispersiones estabilizadas por coloides protectores a menudo exhiben una viscosidad estructural.

Los coloides protectores más comúnmente usados son derivados celulósicos solubles en agua (debido a la introducción de sustituyentes hidrofílicos). Debido a su alto peso molecular y a su estructura, los coloides protectores se incorporan en parte a las partículas del polímero. Este efecto se denomina polimerización por injerto. Por este hecho, las dispersiones, que se estabilizan utilizando coloides protectores, a menudo exhiben una estabilidad drásticamente más alta con respecto al esfuerzo mecánico que las dispersiones estabilizadas por emulsificantes que se le puedan comparar. Especialmente en las dispersiones que se estabilizan utilizando derivados celulósicos, se podrán inducir interesantes comportamientos de la viscosidad.

En la formulación de algunas pinturas se utiliza la interacción de las funcionalidades hidroxílicas libres de una dispersión estabilizada a través de coloides protectores para lograr estas características especiales de viscosidad.

Por lo general, se puede ver fácilmente que los Emulsificantes, lo mismo que los coloides protectores, juegan un papel importante en una dispersión. Contribuyen principalmente en:

- a) La estabilización del sistema químico coloidal durante la polimerización por emulsión.
- b) La estabilización de la dispersión final durante la formulación, por ej. contra el esfuerzo mecánico en un disolvente.
- c) Al cambiar las propiedades de la viscosidad en una dispersión o de una formulación derivada de una dispersión.

Un ejemplo de colide protector es el alcohol polivinílico.

2.4.1. Alcohol Polivinílico. 11

El alcohol polivinílico es utilizado en aplicaciones farmacéuticas y biomédicas debido a la propiedad de descomponerse sin necesidad de la intervención de otro producto, no es tóxico ni cancerígeno, por lo que se utiliza para lentes de contacto, partes de corazones artificiales, catéteres, piel artificial.

El poli alcohol vinílico es un termoplástico, con una estructura química relativamente simple con un grupo hidroxi pendiente. El PVA comercial tiene un alto grado de hidrólisis (alrededor del 98.5%), este grado de hidrólisis es el contenido de grupos acetato en el polímero que a su vez tiene efecto en las propiedades químicas del PVA como solubilidad y cristalización.

Las propiedades físicas de PVOH, como la resistencia, la solubilidad en el agua, permeabilidad a los gases y el comportamiento térmico varían de acuerdo con el grado de cristalinidad, que depende fuertemente del grado de hidrólisis y el peso molecular promedio del polímero.

Su elevada polaridad lo hace resistente a los hidrocarburos.

Aplicaciones.

- a) Películas para plásticos reforzados.
- b) Parcialmente hidrolizado, para embalajes solubles en agua para sales de baño, blanqueadores, insecticidas, desinfectantes.
- c) Inyectado y extruido da materiales tenaces y resistente a los aceites.
- d) Coloide protector.
- e) Espesante unido a un emulsificante.

El PVOH no es preparado por la polimerización del correspondiente monómero. Dado que el alcohol vinílico es inestable con respecto a la isomerización a acetaldehído su polímero debe prepararse por métodos indirectos. El PVOH se prepara por hidrólisis parcial o total de acetato de polivinilo para eliminar los grupos acetato.

Para efectuar la hidrólisis puede utilizarse etanol o metanol, con un ácido o una base como catalizador.

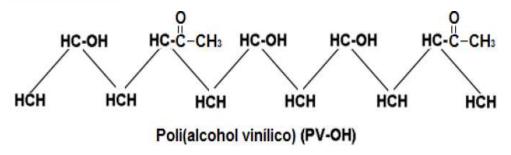


Figura 2.6. Estructura del alcohol polivinílico.

2.5. Copolímeros. 12,13

Los copolímeros consisten en cadenas poliméricos construidas con dos o más unidades químicas que se repiten las cuales pueden estar en diferentes secuencias.

- Copolímeros aleatorios.
- Copolímeros alternados contiene dos unidades monoméricas en cantidades equimolares alternados regularmente a lo largo de la cadena.
- Copolímeros en bloques es un copolímero lineal con una o más secuencias largas interrumpidas de cada especie polimérica.
- Copolímeros de injerto. Son construidos por la formación de: una cadena principal de estructura lineal e injertos de cadenas aleatorias sobre la cadena principal.

2.5.1. Copolimero de Acrilato de Butilo/Estireno. 14,15

La polimerización en emulsión es una de las técnicas más importantes para la producción de polímeros, tiene una amplia gama de aplicaciones en pinturas, recubrimientos, acabados y adhesivos.

Una de las familias más versátiles de los polímeros en emulsión comercialmente importantes se deriva de polímero a partir de monómeros acrílicos. Durante los

últimos 50 años, estos polímeros han encontrado un uso interesante como recubrimientos protectores y decorativos.

El sistema de estireno-acrilato de butilo es una base comercialmente importante para muchas pinturas, adhesivos y recubrimientos. También se usa ampliamente como un componente en la terpolimerización (por ejemplo, producción de ceras). Estos sistemas tienen la flexibilidad de obtener gran número de productos de polímero a través de la variación de la composición de copolímero y el proceso de polimerización.

Los copolímeros de estireno-acrilato de butilo han recibido considerable atención en los últimos años debido a sus aplicaciones exitosas en industrias de la pintura butil acrilato proporciona una buena flexibilidad y una excelente durabilidad, pero tiene una baja resistencia a la tracción y dureza pobres. El estireno se usa como el monómero co con acrilato de butilo para mejorar la dureza, la resistencia a la tensión, agua y álcali. También mejora la reflectividad de recubrimiento y el brillo en la superficie.

2.6. Polimerización en emulsión. 16-18

Una emulsión es una dispersión termodinámicamente inestable de dos o más líquidos inmiscibles o parcialmente miscibles. Los diámetros de las gotas líquidas que se encuentran dispersas se encuentran en el rango de 0.1 y 20 µm. Aunque se traten de dispersiones termodinámicamente inestables, las emulsiones pueden convertirse en cinéticamente estables gracias a la presencia de agentes emulsificantes que presentan la capacidad de absorción en las superficies de las gotas. Las emulsiones con el aceite como fase dispersa se conocen como emulsiones de aceite en agua (oil-in-water, o/w) y las emulsiones con agua como fase dispersa se conocen como emulsiones de agua en aceite (water-in-oil, w/o).

La polimerización en emulsión es una reacción en la cual los monómeros en estado líquido se dispersan en una fase continua con la ayuda de un emulsificante y un iniciador. La polimerización es iniciada vía radicales libres.

Los monómeros que principalmente son polimerizados mediante un proceso de emulsión son: el estireno, el butadieno, los acrílicos, el cloropreno, el acetato de vinilo, el acrilonitrilo.

Los principales componentes de una reacción en emulsión son: monómeros, medio dispersante, emulsificante e iniciador. El medio dispersante es un líquido, principalmente agua, en el cual varios de los componentes se dispersan con ayuda del emulsificante.

La acción del emulsificante se debe a sus segmentos hidrófilos e hidrófobos.

Cuando la concentración de surfactante excede de la concentración micelar crítica (CMC), las moléculas de surfactante en exceso forman pequeños agregados coloidales llamados micelas. El tamaño típico de las micelas es de 2-10 nm y aproximadamente cada micela contiene 50-150 moléculas de surfactante.

Los tipos de iniciación utilizados se pueden clasificar en dos:

- a).- Iniciación Térmica.- La ruptura del iniciador para generar radicales libres se lleva a cabo por un cambio en la temperatura.
- b).- Iniciación Rédox.- La diferencia de potencial eléctrico-químico provoca la ruptura generando los radicales libres.

La primera descripción del mecanismo de la reacción de polimerización en emulsión se le atribuye a Harkins y se describe a continuación brevemente: Las moléculas de emulsificante pueden formar en función de la concentración y la temperatura agregados llamados micelas que contienen 100 o más moléculas comúnmente de forma esférica, con la parte hidrófoba de cada molécula dirigida hacia el centro de la micela. El número de micelas utilizada regularmente en 1 mL. de solución, es del orden de 10^{18}

El sistema contiene:

- a).- Una fase acuosa externa que contiene baja concentración de monómero disuelto.
- b).- Gotas de monómero dispersas a través de toda la fase acuosa.
- c).- Micelas de emulsificante que contienen monómero disuelto.

Existen 2 mecanismos propuestos para la formación de partículas durante el proceso de polimerización en emulsión, a) nucleación micelar y b) nucleación homogénea

2.6.1 Nucleación micelar. 19,20

El modelo de nucleación micelar propuesto por Harkins, Smith y Ewart propone que las partículas de látex se generan a través de la captura de radicales libres por las micelas, las cuales presentan un área interfacial aceite-agua muy grande.

Los radicales libres transmitidos por el agua primero polimerizan con las moléculas disueltas de monómero en la fase acuosa continua. Esto da como resultado un aumento en la hidrofobicidad de los radicales oligoméricos. Cuando una longitud de cadena crítica se alcanza, estos radicales oligoméricos hidrofóbicos muestran una fuerte tendencia a entrar en las micelas de monómero hinchadas y entonces continúa la propagación al reaccionar con las moléculas de monómero en él. Como consecuencia las micelas de monómero hinchadas son transformadas con éxito en los núcleos de las partículas. Estás partículas embrión continuarán creciendo mediante la adquisición de especies reactivas de las gotas de monómero y de las micelas hinchadas de monómero.

Con el fin de mantener una adecuada estabilidad coloidal de los núcleos de partículas en crecimiento, las partículas que no contribuyen a la nucleación se disuelven para satisfacer la demanda creciente de surfactante. Además, las moléculas de surfactante adsorbido en las gotas de monómero pueden desorber de la superficie, difundir a través de la fase acuosa continúa y adsorberse sobre la superficie de la partícula en expansión. El estado de nucleación de partícula (intervalo I) finaliza inmediatamente después del agotamiento de las micelas. Aproximadamente una de cada 10^2-10^3 micelas pueden ser convertidas con éxito en partículas de látex.

La concentración de surfactante es un parámetro importante que controla el proceso de nucleación de partículas. Aunque el período de nucleación es relativamente corto (por arriba 10-20% de conversión de monómero), determina y controla la distribución y tamaño de partícula y como consecuencia las propiedades de aplicación como reología y formación de película.

La mayor cantidad de monómero se consume en la etapa de crecimiento de las partículas que van alrededor de 10-20 a 60% de conversión de monómero (Intervalo II) y termina cuando las gotas de monómero desaparecen en el sistema de polimerización.

En el intervalo III las partículas de látex se convierten en monómero ávido y la concentración de monómero continúa disminuyendo hacia el final de la polimerización. La velocidad de polimerización constante, observada en el intervalo II no puede mantenerse más y disminuye durante el intervalo III.

Esto es atribuido a que la reacción de terminación bimolecular es reducida en gran medida entre dos radicales poliméricos dentro de la partícula, siempre que la polimerización se lleva a cabo a una temperatura por debajo de la temperatura de transición vítrea. Este fenómeno se conoce como efecto gel.

2.6.2 Nucleación heterogénea. 19,20

El modelo de nucleación homogénea propuesto por Priest, Roe, Fitch y Tsai supone que los radicales del iniciador transportados por el agua se generan por la descomposición térmica del iniciador y ellos pueden crecer en tamaño a través de la reacción de propagación con las moléculas de monómero disuelto en la fase acuosa. Cuando una longitud de cadena es crítica los radicales oligoméricos se vuelven insolubles en agua y pueden formar un núcleo de partículas en la fase acuosa, seguido de la formación de partículas primarias estables a través de floculación limitada de los núcleos de partículas relativamente inestables y a la adsorción de las moléculas de surfactante en la superficie. El surfactante necesario para estabilizar las partículas primarias proviene de la fase acuosa y es adsorbido por la superficie de las gotas de monómero.

A diferencia de otros métodos de polimerización, la técnica en emulsión permite sintetizar polímeros de alto peso molecular a altas velocidades de reacción. Además, existe una buena transferencia del calor generado como resultado de la relativamente baja viscosidad y se puede lograr un buen control de temperatura, no requiere el uso de disolventes orgánicos inflamables y tóxicos, se logran conversiones muy altas, el peso molecular puede ser controlado mediante el uso de agentes de transferencia de cadena, ofrece el controlar la microestructura de las cadenas poliméricas, etc.

2.6.3. Mecanismo de la Polimerización en Emulsión. 21-23

2.6.3.1. Etapa I-Nucleación.

Comienza con la formación de partículas. El iniciador soluble en la fase acuosa, al descomponerse en radicales libres reacciona al contacto con el poco monómero disuelto en el agua, formando cadenas de unas cuantas unidades estructurales (oligoradicales).

Esta etapa tiene una duración de unos cuantos minutos. Durante este periodo de reacción se acelera la rapidez de polimerización debido a que el número de partículas incremente durante la nucleación. Esta etapa se termina en aproximadamente un 2 a 10% de conversión.

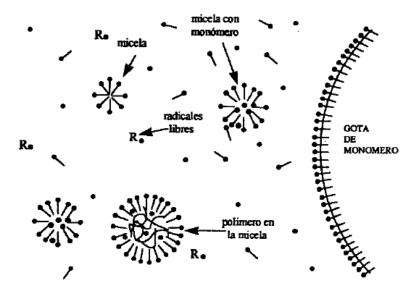


Figura 2.6 Diagrama representativo del sistema durante en la etapa I.

2.6.3.2. Etapa II-Crecimiento de Partículas.

Las partículas crecen en forma continua, alimentadas por el monómero dentro de las gotitas; el emulsificante alrededor de estas gotitas también migra en dirección de las partículas crecientes de polímero. Cada una de las partículas de polímero se encontrará hinchada por el monómero.

Durante esta etapa la velocidad de polimerización se considera constante, y por lo tanto, la conversión es lineal.

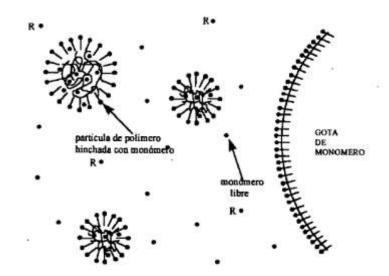


Figura 2.7 Diagrama representativo del sistema durante en la etapa II.

2.6.3.3. Etapa III-Agotamiento.

Esta etapa comienza cuando desaparecen las gotas de monómero. Al disminuir la concentración de monómero dentro de las partículas de polímero, reduce considerablemente la velocidad de polimerización.



Figura 2.8 Diagrama representativo del sistema durante en la etapa III.

Si se representa en una gráfica el porciento de conversión de la emulsión vs. el tiempo que ha transcurrido, se distinguirán varias regiones o fases (Figura 2.9). Inicialmente (fase A), donde la formación de polímero es bastante pobre; después incrementa gradualmente (fase A-B) para pasar a la fase linear B-C, hasta que finalmente el monómero queda totalmente agotado (fase C-D).

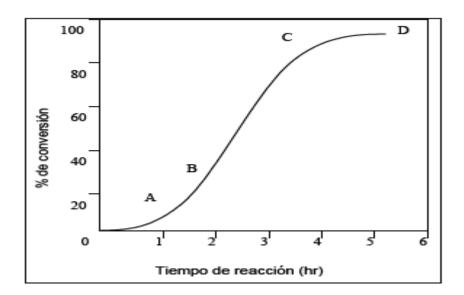


Figura 2.9. Curva conversión-tiempo para una polimerización en emulsión por lotes.

2.7. Caracterización

2.7.1. Tamaño de Partícula.²⁸

Medir las partículas es una tarea difícil debido a muchos factores, entre los que destaca el hecho de que las partículas son muy pequeñas, por lo que se debe tener algún método de observación que las magnifique, o bien debe emplearse un método en el que no sea necesaria la observación directa de las partículas.

Existen diferentes métodos que permiten realizar mediciones precisas de las partículas, o bien hacer estimaciones prácticas de su tamaño.

2.7.2. Avance de la reacción por gravimetría.

Este método de prueba es aplicable para el caso de reacciones de polimerización y copolimerización que utilizan monómeros volátiles, para determinar el porcentaje de

sólidos de la muestra de reacción así como el avance de la reacción, mediante diferencia de pesadas así como la cantidad de monómero que ha reaccionado.

Esta técnica se basa principalmente en conocer la cantidad de una cierta sustancia contenida en una mezcla, a través de una separación física o química seguida de una diferencia de pesadas. En el experimento, esta diferencia de pesadas englobaría la de la muestra de látex, la del peso de la charola de aluminio, y la del contenido final del látex después de una separación de los componentes volátiles, que se evaluarán en cierta proporción de la muestra para obtener el porcentaje de sólidos.

Los sólidos de nuestro sistema de reacción englobarían las siguientes sustancias presentes en la reacción: persulfato de potasio (PPS), surfacpol 17.5 (S17.5), hidroquinona (HQ) y cuando hayan reaccionado de acrilato de butilo (BA), y estireno (S) en forma de copolímero.

La técnica de gravimetría permite determinar el grado de conversión debido a que se puede conocer la cantidad de monómero que no ha reaccionado.

El grado de conversión o el porcentaje de conversión para una reacción de polimerización proporciona información para obtener la historia de la reacción o la curva cinética graficando el porcentaje de conversión versus tiempo, además de obtener algunos datos cinéticos como podría ser la rapidez de polimerización.

2.7.3. Microscopía Óptica. 28,29

Un microscopio es básicamente un instrumento óptico destinado a la observación de objetos extremadamente pequeños que no podrían examinarse a simple vista.

Los microscopios de luz más comunes son el estereoscopio (microscopio de disección) y el microscopio compuesto.

En el microscopio de campo oscuro, la luz no pasa directamente a través del organismo y sólo se observa la luz reflejada de la muestra, por lo cual ésta se verá brillante sobre un fondo oscuro.

El microscopio estereoscópico es siempre binocular y proporciona una visión tridimensional, proporciona aumentos menores, ya que sirve para observar cuerpos sólidos y opacos, como los minerales, los vegetales etc. por este motivo es oportuno

utilizar un microscopio dotado de iluminador para así observar los detalles más ocultos del objeto estudiado. Por norma la iluminación es incidente (desde arriba) aunque a veces es importante también disponer del iluminador también en la base para examinar cuerpos ó vegetales que tienen la propiedad de la transparencia.

El estereoscopio se utiliza para observar objetos relativamente grandes, de aproximadamente 0.05 a 20 milímetros.

2.7.4. Análisis Termogravimétrico (TGA). 13, 24-26

En esta técnica se detectan los cambios de peso que tienen lugar en una muestra sometida a un determinado tratamiento térmico.

Este análisis registra el peso de la muestra en función de la temperatura o el tiempo de calentamiento, mediante el empleo de una termobalanza. Incluye programas de calentamiento dinámico o de temperatura fija (proceso isotérmico). Suministra más información que la pérdida por secado a una temperatura determinada, ya que detecta las temperaturas a las que se desprenden las sustancias volátiles retenidas, además de cuantificar los respectivos desprendimientos.

Dado que el Análisis Termogravimétrico no identifica específicamente los productos de reacción, pueden analizarse los gases desprendidos con metodologías apropiadas. El equipo consta de una microbalanza asociada a una fuente de calor programable. Los aparatos difieren, principalmente, en el intervalo de masas aceptable para las muestras a analizar y la forma de detección de la temperatura de la muestra. Deben realizarse calibraciones periódicas de las determinaciones de masa, mediante el empleo de pesas patrón y de la escala de temperatura, empleando sustancias de referencia apropiadas.

El análisis de TGA representa una forma fácil y rápida de análisis de la estabilidad térmica de los polímeros y puede ser utilizada como medida de las posibilidades de transformación por encima de la temperatura de fusión del polímero.

2.7.5. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC). 27

Una de las técnicas más ampliamente utilizadas para medir la temperatura de transición vítrea (Tg) y la de fusión (Tm) es la calorimetría diferencial de barrido (DSC differential scanning calorimetry). Esta es una de las técnicas modernas analíticas más

fáciles de usar: se requiere una preparación mínima de la muestra y la información cuantitativa puede ser obtenida de solo unos cuantos miligramos de material. La ventaja de ésta técnica es que: permite corridas a alta velocidad, tiene una alta resolución dando muy buenos resultados cuantitativos.

En esta técnica se mide la diferencia en la cantidad de calor requerido para incrementar la temperatura de una muestra que se somete a transformaciones física, tales como transiciones de fase, en comparación con una referencia, en función del tiempo. Tanto la referencia como la muestra se mantienen a la misma temperatura a través del experimento. La referencia es un material inerte como aluminio, o una charola de aluminio vacía. La temperatura tanto de la referencia como de la muestra se incrementa a una rapidez constante.

Los calorímetros son capaces de medir la cantidad de calor absorbido o liberado durante dichas transiciones y registrarlo en un gráfico de flujo de calor en función de la temperatura. El calor que fluye en la muestra depende de si el proceso es exotérmico o endotérmico.

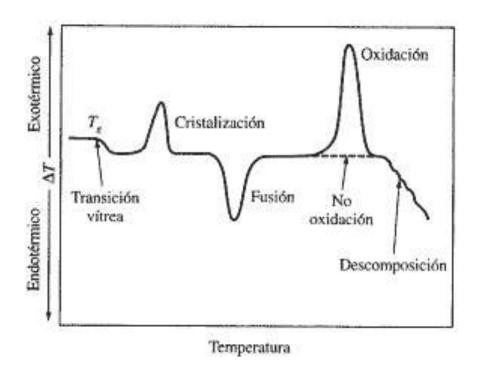


Figura 2.16. Termograma de un DSC que muestra los diferentes tipos de transiciones de fase.³³

Entre los datos que es posible obtener de esta técnica están los siguientes: temperatura de transición vítrea, puntos de fusión, temperaturas de descomposición y puede ser empleado para medidas directas de energía absorbidas en el estudio de calores de fusión, de vaporización, de cristalización, de reacción, descomposición, de solución, de energías de activación y entropías de transición.

2.7.6 .Pruebas Mecánicas.

2.7.6.1. Deformación

La deformación unitaria ingenieril o nominal o unitaria e, se obtiene de la lectura del cambio (incremento o decremento, según la prueba realizada) de la longitud calibrada, ΔL, dividido entre la longitud inicial calibrada, Lo, del espécimen original. Lf es la longitud final.

$$e = \frac{\Delta L}{Lo} = \frac{Lf - Lo}{Lo}$$

2.7.6.2.Esfuerzo

El esfuerzo ingenieril o nominal, σ , se obtiene dividiendo la fuerza aplicada, F, entre el área original, Ao, de la sección trasversal del espécimen.

$$\sigma = \frac{F}{A_0}$$

2.7.6.3. Módulo de Young.

En la norma ASTM E-111-82 se define al módulo de Young como "la relación del esfuerzo tensil o compresivo con la deformación correspondiente debajo del límite de proporcionalidad del material".

La determinación del Módulo de Young se realiza graficando los datos de esfuerzo y deformación y determinando la pendiente de la recta a partir de los datos de incremento de fuerza y del incremento de extensión correspondiente entre dos puntos de la línea lo más apartado posible definida por la siguiente ecuación:

$$E = \frac{\left(\frac{\Delta F}{A_0}\right)}{\left(\frac{\Delta c}{L_0}\right)} = \frac{\Delta \sigma}{\Delta e}$$

 ΔF = Incremento de fuerza,

Lo = Longitud original.

Ao = Área transversal inicial.

 $\sigma = Esfuerzo$

 $\Delta c = \text{extension o disminución de la longitud}$

e = Deformación.

2.7.7.4. Resiliencia.³¹

La resiliencia representa la capacidad de un material de absorber y liberar energía dentro del intervalo elástico. El módulo de resiliencia es igual al área bajo la curva de esfuerzo-deformación unitarias hasta el limite de proporcionalidad

Se determina como la media del producto de la tensión por el alargamiento unitario en el límite elástico. La resiliencia representa la capacidad de un material de absorber y liberar energía dentro del intervalo elástico.

$$\mu = \frac{1}{2} \sigma \varepsilon$$

2.7.6.4. ENSAYOS DE TRACCIÓN.

Los ensayos de tracción son una medida de la respuesta de un material ante una fuerza que tiende a estirarlo. De estos ensayos se suele obtener información sobre la resistencia a la tracción, elongación y módulo. Los aparatos para realizar los ensayos de tracción constan de un brazo fijo y uno móvil, ambos dotados con unas mordazas donde se sujetan las probetas. Los brazos se separan a una velocidad constante mientras se determina la carga y la extensión. Las probetas que se emplean en los ensayos de tracción normalmente se preparan mediante inyección o compresión, o también se pueden obtener recortándolas de zonas planas de las piezas ya transformadas. Las probetas deben tener unas dimensiones normalizadas, que pueden variar según la aplicación.

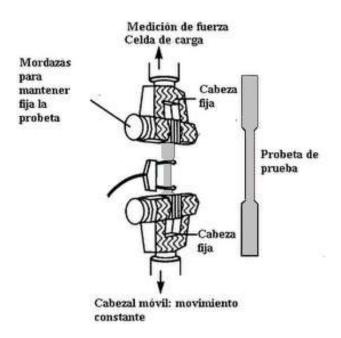


Figura 2.16. Mordaza y probeta tipo halterio para ensayos de tracción.³²

La curva esfuerzo-deformación se puede dividir en varios tramos. El primer tramo de la curva OA es lineal y muestra una proporcionalidad entre esfuerzo y deformación, es decir el material se comporta siguiendo la ley de Hooke. El punto A se conoce como límite de proporcionalidad. Aunque en el tramo AB ya no hay proporcionalidad entre esfuerzo y deformación, el material todavía se comporta como elástico, es decir, la deformación desaparecería totalmente si cesara el esfuerzo.

Las deformaciones por debajo del punto A son relativamente pequeñas y se asocian con la extensión de los enlaces existentes entre los átomos de las moléculas de plástico, tal y como se muestra en la figura 1.19(a). Este tipo de deformación es instantánea y completamente recuperable. No hay desplazamiento de unas moléculas respecto a otras. La deformación que tiene lugar entre los puntos A y B es consecuencia del "estiramiento" de moléculas que se encuentran enrolladas sobre sí mismas.

Tampoco en este caso hay desplazamiento de unas moléculas respecto a otras, por lo que la deformación es recuperable, aunque no de forma instantánea. a partir del punto B la deformación deja de ser elástica por lo que este punto recibe el nombre de límite elástico o punto de fluencia. Los esfuerzos y deformaciones correspondientes a este punto reciben el nombre de esfuerzo límite y deformación límite, respectivamente.

Las deformaciones que tienen lugar por encima del límite elástico dejan de ser recuperables, debido a que estas deformaciones son consecuencia del deslizamiento de unas moléculas respecto de otras. Las moléculas que se han desplazado no pueden volver a su posición original, por lo que la deformación es irreversible. En este caso el material ya no se comporta como un cuerpo elástico si no como un sólido plástico. El tramo BC, es aproximadamente horizontal, como consecuencia de que el material se hace dúctil y fluye a poco que varíe el esfuerzo aplicado. Después del punto C, puede ocurrir que para seguir deformando el material haya que aplicar un esfuerzo algo mayor, debido a que el material puede haber sufrido un ligero reforzamiento. El punto final D corresponde al momento en que el material rompe, con un esfuerzo de rotura σD que recibe el nombre de resistencia a la rotura y una deformación δD que en el caso de ensayos de tracción se llama alargamiento a la rotura. La pendiente de la parte recta de la curva (tramo OA) se conoce como módulo de Young, o simplemente módulo.

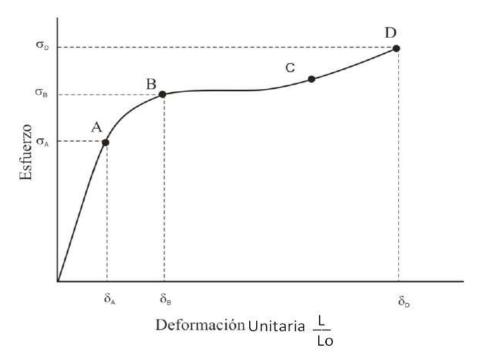


Figura 2.16. Curva típica esfuerzo-deformación de un plástico.⁷

Los polímeros se clasifican en cinco categorías:

• Clase (a) blandos y débiles. Se caracterizan por un bajo módulo de elasticidad, un bajo punto de fluencia y un moderado alargamiento en función del tiempo.

- Clase (b) duros y frágiles. Se caracterizan por un módulo de elasticidad alto, un punto de fluencia poco definido y una deformación pequeña antes de la rotura.
- Clase (c) blandos y tenaces. Tienen un bajo módulo de elasticidad, gran alargamiento y un punto de fluencia bien definido.
- Clase (d) duros y resistentes. Son polímeros que tienen un alto módulo de elasticidad y una alta resistencia a la fluencia.
- Clase (e) duros y tenaces. Experimentan un alargamiento moderado antes del punto de fluencia seguido de una deformación irreversible.

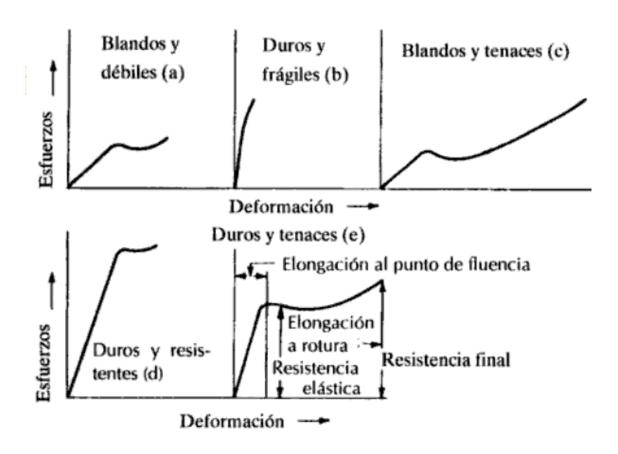


Figura 2.17 Curvas de esfuerzo-deformación típicas para plásticos.⁷

DESARROLLO

EXPERIMENTAL

Diseño experimental.

3.1. Componentes usados en la experimentación.

componente	Nombre	Propiedades
	acrilato de butilo	Se trata de un líquido incoloro, con olor característico, tóxico y corrosivo. Su fórmula es $C_7H_{12}O_2$ y su masa molecular es 128.2 g/mol. Su punto de ebullición está entre 145 y 149°C, su punto de fusión es de -64°C, su densidad a 20°C es 0.8986g/cm ³ .
monómero	estireno	Se trata de un líquido entre incoloro y amarillo, aceitoso. Su fórmula es C_8H_8 (C_6H_5 CH=CH $_2$) y su masa molecular 104.1. Su punto de ebullición es 145°C, su punto de fusión es de -31°C, su densidad a 20°C es 0.9070g/mL.
	Cloruro de dialildimetil amonio (DADMAC)	Es un monómero compatible con estireno y acrilato de butilo, soluble al agua, de baja toxicidad, en solución acuosa es incoloro. Su formula condensada es C ₈ H ₁₆ NCl, su masa molecular 161.5. su función en la experimentación es la de intercalar y/o exfoliar a la arcilla.
emulsificante	surfacpol-EL17.5	Se trata de un solido ceroso. Su formula es $C_{12}H_{25}O[C_2H_4O]_{17.5}H$. Su masa molecular 957.24 g/mol, es soluble al agua, su concentración micelar critica es 4.8×10^{-5} . Su punto de ebullición es de 170-230°C. y se utilizo 400 veces su concentración micelar crítica.
coloide protector	Alcohol Polivinílico	Es un termoplástico. Su formula condensada es [(CH2CHOH)n], con una viscosidad de 28.5-32.5 centipoise al 4% de agua, 25°C y 98%-98.8% hidrolizado.

componente	Nombre	Propiedades
Arcilla	Montmorillonita sódica marca PGN	Es un solido de color rosa, Su capacidad de intercambio catiónico es de 135 meq/100g, gravedad especifica 2.6, diámetro de tamaño de partícula es de 16-22 micras
iniciador	persulfato de potasio	Es una sal formada por cristales blancos. Es un fuerte agente oxidante. Su fórmula condensada es $K_2S_2O_8$, su masa molecular es 272.3 g/mol es soluble en agua a 20°C. Se descompone por debajo del punto de fusión.
inhibidor	hidroquinona	En estado sólido es de aspecto cristalino y de color blanco. Su solución se vuelve de color café al presentar oxidación. Es soluble en alcohol, éter y benceno. Su fórmula condensada es C6H6O2, su temperatura de ebullición se encuentra entre 285 a 287°C y su temperatura de fusión está entre 170 y 171°C.

3.2 Diseño de experimentos.

Para el diseño de experimentos se tomaron como factores la proporción, cantidad de arcilla y el colide protector; teniendo un diseño 2^K ilustrada en la siguiente tabla:

factores	dominio experimental			
Tactores	nivel (-)	nivel(+)		
proporción	S/BA (40/60)	S/BA (60/40)		
cantidad de arcilla	0.33 phm	0.66 phm		
coloide protector	0	2.5 gramos		

Quedando como resultado 8 experimentos:

#Lote	Proporción S/BA	cantidad de arcilla (phm)	cantidad de PVOH (g)
1	40/60	0.33	0
2	40/60	0.33	2.5
3	60/40	0.33	0
5	60/40	0.33	2.5
6	40/60	0.66	0
7	40/60	0.66	2.5
9	60/40	0.66	0
10	60/40	0.66	2.5

Agregando 2 experimentos más con el objetivo de ser los copolímeros de referencia

#Lote	Proporción S/BA	cantidad de arcilla (phm)	cantidad de PVOH (g)
4	40/60	0	0
8	60/40	0	0

Siendo un total de 10 experimentos.

3.3 Preparación de Alcohol Polivinílico (PVOH) al 5%.

Material y reactivos

- Vaso de precipitado de 500 mL.
- Parrilla de agitación y agitador magnético
- Matraz aforado de 1000mL

- Agua desionizada.
- Alcohol Polivinílico (PVOH)
 marca airvol 325.

Metodología

- En un vaso de precipitado de 500 mL. se colocan 250 mL. de agua desionizada.
- > Se agrega 50 gramos de PVOH, al vaso de precipitado dosificando durante 25 minutos, se agitó mecánicamente.
- Una vez disuelto la mayoría de las partículas de PVOH, se calienta la solución a 80° C
- > Se deja enfriar manteniendo la agitación constante y se afora en un matraz de 1000 mL.

3. ARCILLA.

3.4.1. Intercalación de la arcilla.

La arcilla que se estudia es una montmorillonita tipo sódica. Cuyas propiedades físicas son:

Elemento	Cantidad en 100 gramos
Oxígeno	48.7
Sodio	2.14
Magnesio	1.65
Aluminio	12.35
Silicio	29.65
Fósforo	0.03
Azufre	0.56
Potasio	0.29
Calcio	0.6
Titanio	0.1
Manganeso	0.02
Fierro	3.89
Total	100

La intercalación de la arcilla se llevo a cabo con cloruro de dialildimetilamonio (DADMAC).

3.4.2. Dispersión de la arcilla

La dispersión de la arcilla se llevó acabo dos técnicas de agitación una mecánica y otra por medio de ultra-sonido.

A) forma mecánica.

Material y reactivo

- Vaso de precipitado de 500 mL.
- Dispersor de alta velocidad moulinex.
- DADMAC

- PVOH marca Airvol 325
- Montmorillonita
- Agua

Metodología

➤ En un vaso de precipitado de 500 mL. se coloca 150 mL. de agua (para el caso

de los que contenga coloide protector son 100 mL. de agua + 50 mL. de alcohol

polivinílico.).

> Se agrega 1 gramo de arcilla, 1 mL. de DADMAC, al vaso de precipitado de 500

mL. para el caso de 0.66 phm de arcilla (para los casos de 0.33 phm de arcilla la

cantidad es de 0.5 gramos de arcilla y 0.5 mL. de DADMAC.)

> Se somete por una hora al dispersor de alta velocidad.

B) Por ultrasonido.

Material

• La arcilla dispersada mecánicamente.

1 Botella de vidrio de 600 mL.

Baño ultrasónico de agua marca Branson modelo 2210RDTH

Metodología

> Se coloca la arcilla dispersada en un la botella de vidrio y se coloca en el baño

ultrasónico por una hora.

NOTA: este paso se repetirá para cada experimento que requiera de arcilla.

3.5 Polimerización en emulsión

3.5.1 Preparación de Semilla.

Se efectuaron 4 lotes de semillas, a una temperatura de 60°C. Dos lotes de semilla

corresponden a la proporción 60/40 [estireno/ acrilato de butilo] y el resto de los

lotes a la proporción 40/60 [estireno/acrilato de butilo], con 19.46 % de sólidos. Se

coloco en el reactor el 20% de la carga y se dosificó el 80% restante, para mantener

condiciones hambrientas en la reacción.

Página

36

Tabla 3.5.1-Composición de los látex 40/60 y 60/40 sintetizados en phm.

		Carga en	Carga en	
reactivos	Total	Reactor	Dosificador	
Monómeros Estireno/acrilato de butilo	100	20	80	
Agua	500	250	250	
Emulsificante	20	10	10	
Iniciador	0.8	0.5	0.3	

Tabla 3.5.2-Composición de los látex 40/60 y 60/40 sintetizados en porciento en peso.

reactivos	Total(g)	Carga en Reactor (g)	Carga en Dosificador(g)	
Teactivos	TOtal(g)	Neactor (g)	Dosificador(g)	
Monómeros Estireno/acrilato de butilo	150	30 (20%)	120 (80%)	
Agua	750	375	375	
8		(50%)	(50%)	
Emulsificante	30	15	15	
		(50%)	(50%)	
Iniciador	1.2	0.75	0.45	
		(60%)	(40%)	

Material y reactivo

- Reactor de vidrio con 4 bocas enchaquetado con capacidad de un litro.
- 2 Agitadores mecánicos.
- 1 Dosificador de 500 mL.
- 1 termómetro.
- 1 dosificador de 500 mL.

- Estireno
- Acrilato de Butilo
- Surfacpol EL-17.5
- Persulfato de Potasio

Metodología

- ➤ En el reactor enchaquetado de 1L se colocan 30 gramos de monómeros (18 gramos de estireno, 12 gramos de acrilato de butilo para 60/40 y para 40/60 solo se invierten las cantidades), 375 gramos de agua, 15 gramos de surfacpol EL-17.5.
- El reactor se lleva a una temperatura de 60°C durante una hora con agitación constante y se agrega 0.75 gramos de persulfato de potasio.
- ➤ En el dosificador se carga 120 gramos de monómeros (72 gramos de estireno, 48 gramos de acrilato de butilo para 60/40 y para 40/60 solo se invierten las cantidades), 375 gramos de agua, 15 gramos de surfacpol EL-17.5 y 0.45 gramos de persulfato de potasio con agitación constante.
- Se adiciona la mezcla de monómeros contenida en el dosificador durante 2 horas al reactor.
- Finalmente se deja una hora y media para que se agote el monómero.

3.5.2. Adición de la arcilla a la matriz polimérica.

Las cantidades para realizar esta etapa se muestran en las siguientes tablas:

Tabla 3.4.1.-Composición de los látex 40/60 y 60/40 sintetizados en phm.

Reactivos	Total
Monómeros	
Estireno/acrilato de	80
butilo	
Agua	133.3
Emulsificante	6.66
Iniciador	0.073

Tabla 3.4.2.-Composición de los látex 40/60 y 60/40 sintetizados en porciento en peso.

reactivos	Total
Monómeros	
Estireno/acrilato de	120
butilo	
Agua	100
Emulsificante	10
Iniciador	0.11

Material y reactivo

- Reactor de vidrio con 4 bocas enchaquetado con capacidad de un litro.
- 2 Agitadores mecánicos.
- 1 Dosificador de 500 mL.
- 1 termómetro.
- 1 dosificador de 500 mL.
- 200 mL. de semilla
- Estireno

- Acrilato de Butilo
- Surfacpol EL-17.5
- Persulfato de Potasio
- Agua
- Arcilla montmorillonita dispersada.

Metodología

- ➤ En el reactor enchaquetado de 1L se colocan 200 mL. de semilla y 100 mL. de agua a una temperatura de 60°C con agitación constante.
- ➤ En el dosificador se carga 120 gramos de monómeros (72 gramos de estireno, 48 gramos de acrilato de butilo para 60/40 y para 40/60 solo se invierten las cantidades), 100 gramos de agua, 10 gramos de surfacpol EL-17.5 y 0.11 gramos de persulfato de potasio y la arcilla dispersada con agitación constante.

- Se adiciona la mezcla de monómeros contenida en el dosificador durante 2 horas
- Al término de la dosificación se deja 4 horas más para que se agote el monómero.

3.6 Avance de la reacción por gravimetría

Materiales y reactivos.

- Pipeta volumétrica de 10 mL. .
- Charolas de aluminio.
- Balanza
- Estufa a 60°C.

• 5-10 mL. de emulsión

• Hidroquinona.

Metodología

- ➤ Del reactor se toma una alícuota de aproximadamente 10 mL. de emulsión cada 30 minutos mientras dura la polimerización.
- ➤ En una charola pesada previamente se deposita la emulsión y se le coloca 2 gotas de hidroquinona al 1%
- Se pesa la charola y se registra el peso.
- Se coloca en la estufa y se deja por24 horas, posteriormente se pesa y se registra el peso.

3.7. Tamaño de partícula.

Materiales y equipo.

- 1 matraz aforado de 10 mL.
- Analizador de tamaño de partícula Mastersizer 2000 marca Malvern

Metodología

➤ Al término de la polimerización se toman 10 mL. de emulsión del reactor y se colocan en el matraz aforado y se etiqueta.

- ➤ Se especifica los índice de refracción de los copolímeros S/BA para 60/40 (I.R.=1.54324) y para 40/60 (I.R.= 1.52016).
- La muestra a analizar se coloca en el analizador en una celda de vidrio y ésta a su vez se coloca en la cámara portacelda en donde se hace incidir un rayo.

3.8. Identificación de la arcilla por Microscopia Óptica.

Materiales y equipo.

- Pipeta de 5 mL.
- Placa de vidrio de 20 cm x 15 cm
- Microscopio de cuerpos opacos marca Optymus modelo SZ-PT.

Desarrollo experimental.

- > Se delimitan áreas para la colocación de la muestra en la placa de vidrio
- Se toman 2 mL. de emulsión y se distribuye a lo largo de la placa de vidrio.
 La muestra se trabajó en película muy delgada con un espesor menor a un
 1mm.
- Se dejan secar por 24 horas.
- ➤ El análisis se obtiene con un Microscopio de cuerpos opacos marca Optymus modelo SZ-PT

Nota: para las muestras 60/40 se agrego un mL. de agua para facilitar la identificación de la arcilla, debido a que presenta rugosidades en la película.

3.9. Análisis Termogravimétrico (TGA).

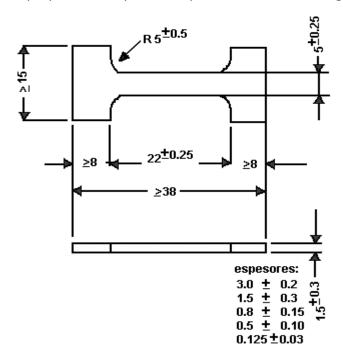
➤ El análisis térmico de las materiales se llevó acabo en un equipo Termo analizador Mester, intervalo de calentamiento de temperatura ambiente a 400°C,

3.10. Calorimetría diferencial de barrido (DSC).

➤ El análisis térmico de las materiales se llevó acabo en un equipo DSC 2910 MV4.4E obteniendo termogramas, en una atmósfera inerte de nitrógeno, el intervalo de temperaturas estudiadas es de -100 a 100 °C.

3.11. Pruebas mecánicas.

> Se prepararon 10 probetas, por muestra, con las siguientes dimensiones (mm):



Para esto se elaboró un suaje. Se coloca una pequeña cantidad del material y se comprime en una prensa de dos platos calentados por resistencias a una temperatura de 140 °C.

➤ Una vez que se tuvieron las probetas se sometieron a pruebas de esfuerzo y deformación un equipo modelo Sintech con una celda de 100 Newton a una velocidad de 100 mm/min para las muestras S/BA (40/60) y de 500 Newton a una velocidad de 130 mm/ min para las muestras S/BA (60/40).

Con los datos obtenidos se calcula el módulo de Young de acuerdo a la ecuación:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon}$$

$$Donde:$$

$$\sigma = esfuerzo$$

$$\varepsilon = deformación$$

> Con los datos obtenidos se calcula la resiliencia de acuerdo a la ecuación :

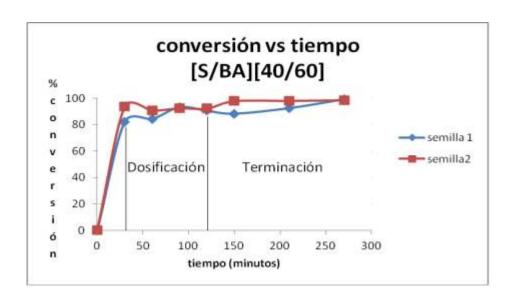
$$\mu = \frac{1}{2} \sigma \varepsilon$$

RESULTADOS

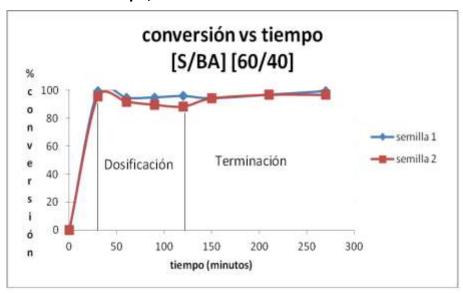
4.1 Gravimetría.

La gráfica 4.1 y 4.2 presenta el avance de la reacción de las semillas con respecto al tiempo. Obteniendo valores por arriba del 90% de conversión, cuya reacción duró 270 minutos.

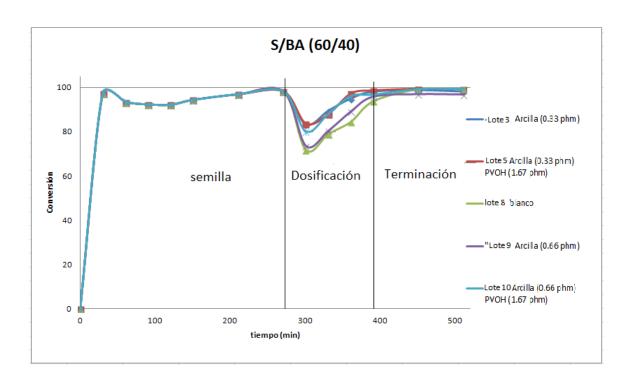
Gráfica 4.1.- Síntesis de semilla estireno/acrilato de butilo [40/60] conversión vs tiempo, 19.46% sólidos.



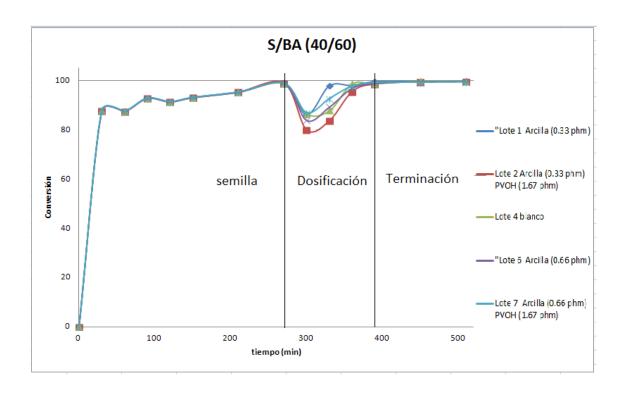
Gráfica 4.2.- Síntesis de semilla estireno/acrilato de butilo [60/40] conversión vs tiempo, 19.46% sólidos.



Gráfica 4.3.- Síntesis de látex estireno/acrilato de butilo [60/40] conversión vs tiempo.



Gráfica 4.4.- Síntesis de látex estireno/acrilato de butilo [40/60] conversión vs tiempo.



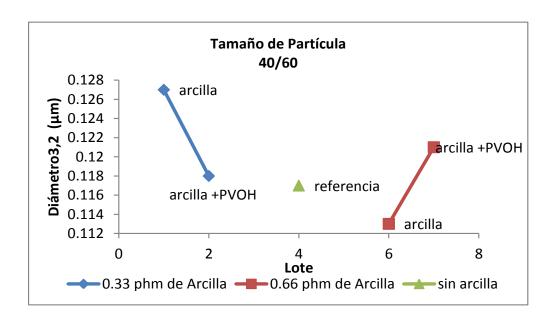
La gráfica 4.3 y 4.4 presenta el avance de reacción de cada lote; Obteniendo valores por arriba del 98% de conversión, cuya reacción duró 510 minutos (considerando la etapa de semilla). Cabe destacar que en la etapa de dosificación se tuvo problemas al manejar el flujo de alimentación, debido a esto se observa variación en la conversión, sin embargo en la etapa de terminación o agotamiento se observa un comportamiento estable.

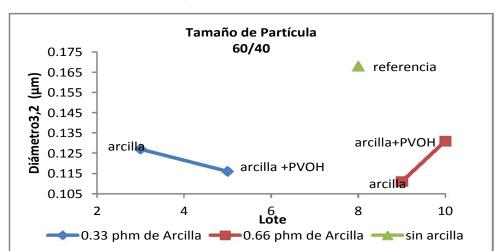
4.2 Tamaño de Partícula.

Tabla 4.1. Tamaño de partícula S/BA (40/60 y 60/40).

Reacción 60/40	Diámetro _{3,2}	Reacción 40/60	Diámetro _{3,2}	
(phm)	(µm)	(phm)	(µm)	
Lote 3 Arcilla (0.33)	0.127	Lote 1 Arcilla (0.33)	0.121	
Lote 5 Arcilla (0.33) PVOH (1.67)	0.116	Lote 2 Arcilla (0.33) PVOH (1.67)	0.118	
Lote 8 sin arcilla	0.168	Lote 4 sin arcilla	0.117	
Lote 9 Arcilla (0.66)	0.111	Lote 6 Arcilla (0.66)	0.113	
Lote 10 Arcilla (0.66) PVOH (1.67)	0.131	Lote 7 Arcilla (0.66) PVOH (1.67)	0.121	

Gráfica 4.5.- Tamaño de partícula estireno/acrilato de butilo [40/60].

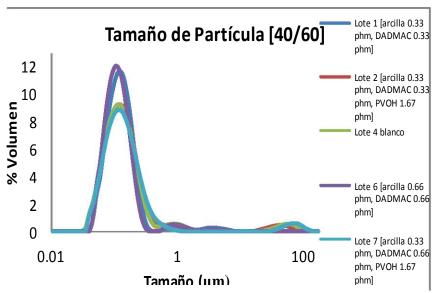




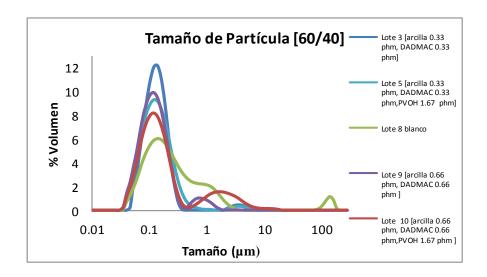
Gráfica 4.6.- Tamaño de partícula estireno/acrilato de butilo [60/40].

De las graficas se observa tanto para 40/60 y 60/40 tienen el mismo comportamiento exceptuando el de referencia; para los copolímeros con menor proporción de arcilla se observa que con PVOH disminuye el tamaño de partícula, esto debido a que le da mas estabilidad a la emulsión; sin embargo para los copolímeros con mayor cantidad de arcilla, se observa un comportamiento opuesto; esto puede deberse a que una mayor cantidad de arcilla queda atrapada en el PVOH, generando un mayor tamaño de partícula, como se puede observar en las graficas siguientes:

Gráfica 4.6.- Tamaño de partícula de los látex de estireno/acrilato de butilo [40/60].



Gráfica 4.7.- Tamaño de partícula de los látex de estireno/acrilato de butilo [60/40].



Como se observa en las graficas 4.6 existe una distribución de partículas en la región de 100 μ m para aquellos que contienen PVOH, comparando las emulsiones que no contienen PVOH, las de mayor cantidad de arcilla presentan una distribución de partículas en la región de 1 μ m.

Para la grafica 7.4, se observa que en la región de $1\mu m$ una considerable distribución de partículas para las emulsiones con mayor cantidad de arcilla, para los de menor cantidad de arcilla se puede observar que presentan una distribución considerable de partículas en la zona cercana a los $10 \ \mu m$.

Por lo tanto la presencia de PVOH en las emulsiones tendrá un aumento en la distribución de tamaño de partícula, así como también como en las emulsiones que contengan mayor cantidad de arcilla.

4.3 Identificación de la arcilla por microscopía óptica.

Se puede observar en el látex 60/40 que presenta rugosidades en la película mientras que el látex 40/60 no las presenta, por lo que se observa en la siguiente figura lado derecho es el fondo que se le puso a la hora de tomar la foto ya que sin este no se apreciaba nada en la imagen.

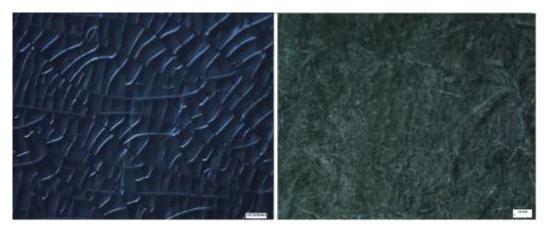


Figura. Comparación látex blanco 60/40 (izquierda) Látex blanco 40/60 (derecha).

A continuación en la tabla 4.2 se reportan los resultados de los tamaños de arcilla por microscopia óptica (ver anexo A.3 para ampliar información).

Tabla 4.2. Tamaño de arcilla.

	1				1	1	1	1	1	
LOTE	Zona	Α	В	С	D	E	F	G	Н	1
1		9	9	6,6	24,12,6,6	6	6	9	21	6
2		3,9	33	12,15	9	21	6	6	6,15	15
6		45	6	6,24	21,21	6	18	12,27	12,18	6,6,6
7	tamaño	21	33	36	18,21	15,36	27	36	36	15
3	(micras)	9	12,9	6	9	12,15	9	6	21	18,18
5		3	9	9,6,6	6	21	24	15,12,6	6,6	6,6
9		42	30	53	18,21	24	12	9,18,24	18	6,6
10		9,9	12,12,24,12	20,14,20	6,6,6	6,9,15,15	9,21,24	21	6,12,9	30,9

Si comparamos los lotes con arcilla 0.33 phm (lote 1,2, 3 y 5), con aquellos con arcilla 0.66 phm (lote 6,7, 9 y 10), se observa un tamaño menor en aquellos con menor cantidad de arcilla que en los de mayor cantidad de arcilla. Por lo tanto tenemos que al agregar mayor cantidad de arcilla se presentarán tamaños de arcilla mayores en comparación con aquellos que contengan menor arcilla. En los copolímeros que presentan PVOH se puede observar la presencia de tamaños mayores en comparación con aquellos que solo contienen arcilla.

Cabe recordar que esta prueba es solo cualitativa, con la finalidad de observar la presencia de arcilla en los copolímeros.

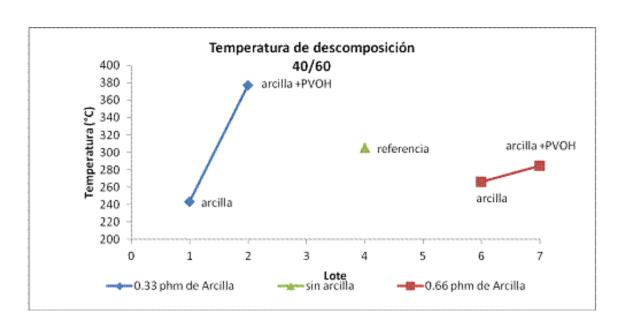
4.3 Análisis Termogravimétrico.

En la tabla 4.3 se reportan las temperaturas de descomposición:

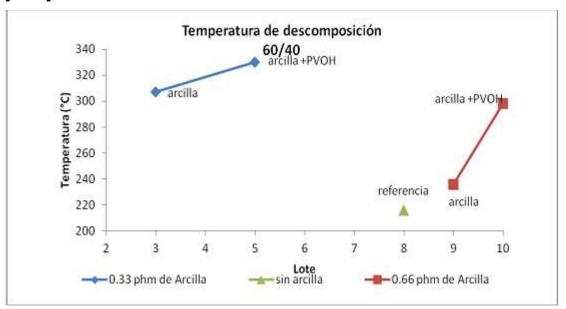
Tabla 4.3. Temperatura de descomposición.

Reacción 60/40	Tdescomposición(°C)
Lote 3 Arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm)	307
Lote 5 Arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm) PVOH (1.67 phm)	330
Lote 8 Blanco	216
Lote 9 Arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm)	236
Lote 10 Arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm) PVOH (1.67 phm)	298
Reacción 40/60	Tdescomposición(°C)
Lote 1 Arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm)	243
Lote 2 Arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm) PVOH (1.67 phm)	377
Lote 4 Blanco	305
Lote 6 Arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm)	266
Lote o Arcina (0.00 pinn) DADIVIAE (0.00 pinn)	

Gráfica 4.8.- Tamaño de partícula de los látex de estireno/acrilato de butilo [40/60].



Gráfica 4.9.- Tamaño de partícula de los látex de estireno/acrilato de butilo [60/40].



Para los copolímeros 40/60 Y 60/40 se aprecia que la temperatura de descomposición aumenta cuando se incorpora PVOH, siendo mayor en aquellos con menor cantidad de arcilla, en comparación con aquellos que presentan una mayor cantidad de arcilla. Sin embargo se puede apreciar un aumento mayor en aquellos que tienen menor cantidad de estireno.

Para los de menor cantidad de estireno puede observarse que en el copolímero sin arcilla tiene una mayor temperatura de descomposición con aquellos que contienen solamente arcilla. Sin embargo para los de mayor proporción de estireno se observa que tienen mayor temperatura de descomposición en comparación con el copolimero que no contiene arcilla.

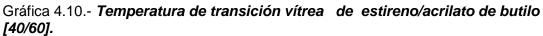
Por lo tanto la presencia de PVOH en los copolímeros aumentara la temperatura de descomposición.

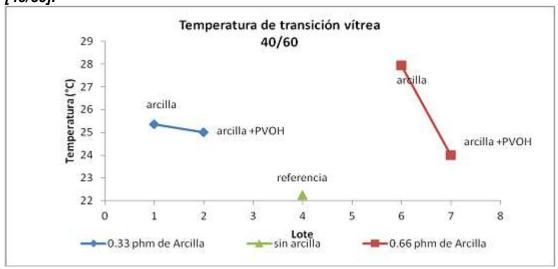
4.5. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).

Los valores obtenidos del DSC se reportan en la tabla 4.4 y son representados en la gráfica 4.10 y 4.11. (Los termogramas se presentan en el anexo)

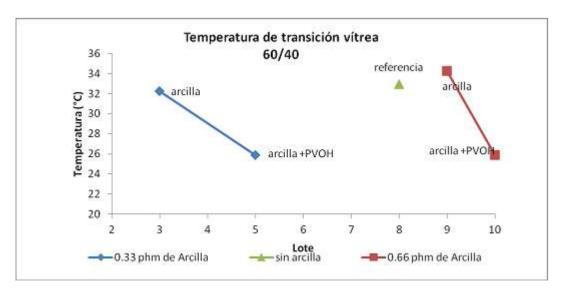
Tabla 4.4. Temperatura de transición vítrea.

	Lote	tg _{teórica} de Fox(°C)	tg _{experimental} (°C)			tg _{promedio}	%incremento respecto al blanco
	1		20.6	30.1		25.35	13.9
40/60	2		25			25	12.3
	4	17	16	28.5		22.25	Blanco
	6		24.4	31.5		27.95	
	7		18.1	29.9		24	7.8
	3		25.7	38.8		32.25	-2.1
60/40	5		25.9			25.9	-21.3
	8	-12	22.8	43.1		32.95	Blanco
	9		25.6	42.9		34.25	3.95
	10		11.9	25.7	40	25.9	-21.39





Gráfica 4.11.- Temperatura de transición vítrea de estireno/acrilato de butilo [60/40].



En las graficas se puede observar que tanto el copolimero 60/40 y 40/60 presenta el mismo comportamiento; una disminución de la tg, en aquellos que contienen PVOH, sin embargo para los copolímeros con mayor cantidad de estireno, se puede apreciar una disminución en comparación con el copolimero sin arcilla, caso inverso para los copolímeros con menor cantidad de estireno.

Por lo tanto a menor cantidad de estireno los copolímeros con arcillas serán mayores en su temperatura de transición vítrea en comparación al copolimero sin arcilla. Para los copolímeros ricos en estireno y PVOH la temperatura de transición vítrea será menor.

4.6 Pruebas mecánicas.

4.6.1 Esfuerzo y Deformación.

En las tablas 4.5 y 4.6 se reportan los resultados obtenidos de esfuerzo y deformación en el punto de cedencia, así como en el punto de cedencia.

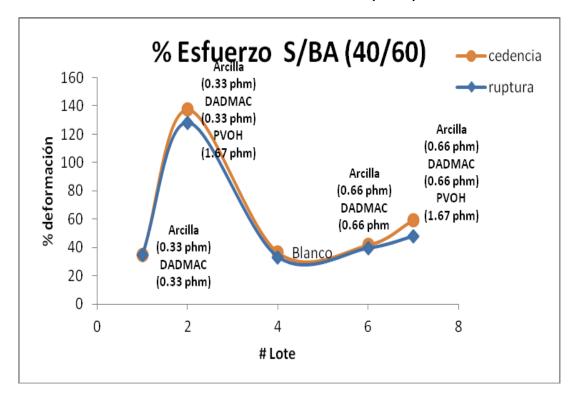
Tabla 4.5. Porcentaje de esfuerzo y deformación en el punto de cedencia.

Punto de cedencia						
	Lote	%esfuerzo	desviación	%deformación	desviación	
			estándar	70delolillacion	estándar	
	1	34.8	0.06	919.8	0.77	
40/60	2	137.3	0.14	640.4	0.76	
	4	36.5	0.07	1173.9	1.45	
	6	41.7	0.08	1190.7	1.69	
	7	59.4	0.11	909.2	1.60	
60/40	3	370.8	0.38	6.6	0.01	
	5	311.6	0.64	8.1	0.02	
	8	305.1	0.67	8.2	0.02	
	9	254.3	0.27	8.2	0.01	
	10	318.0	0.54	11.8	0.15	

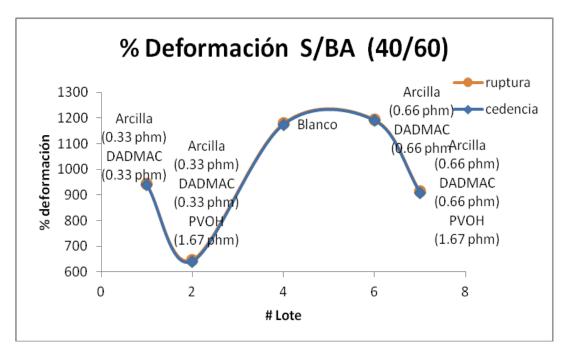
Tabla 4.6. Porcentaje de esfuerzo y deformación en el punto de ruptura.

Punto de ruptura						
	Lote	%esfuerzo	desviación	%deformación	desviación	
			estándar	/ouerormacion	estándar	
	1	35	0.067	922.5	0.773	
40/60	2	128.1	0.174	646.2	0.749	
	4	33.1	0.089	1178.8	1.450	
	6	39.3	0.052	1194.6	1.693	
	7	47.7	0.104	914.1	1.604	
	3	140.1	0.245	230.1	0.715	
60/40	5	141.9	0.257	257.8	0.192	
	8	250.7	0.368	277.8	0.469	
	9	165	0.448	282.1	0.404	
	10	120.4	0.199	282.4	0.172	

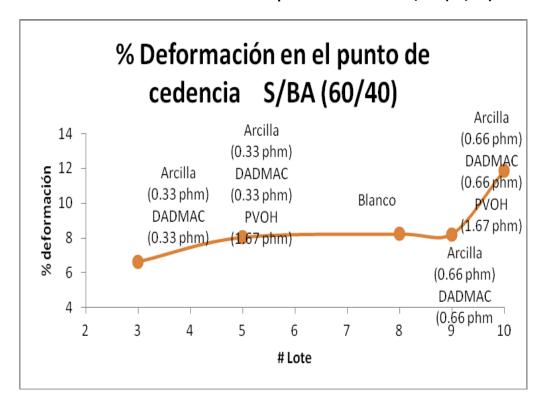
Gráfica 4.12. %Esfuerzo. S/BA (40/60).



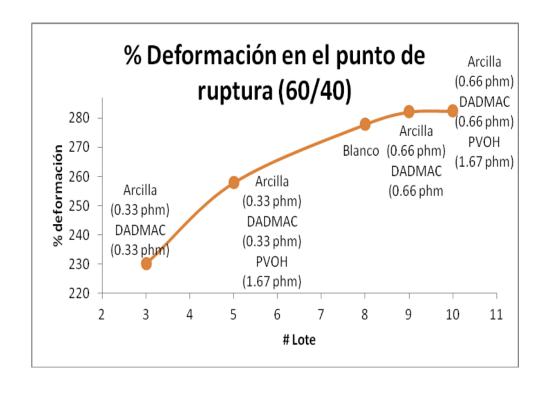
Gráfica 4.13. %Deformación. S/BA (40/60).



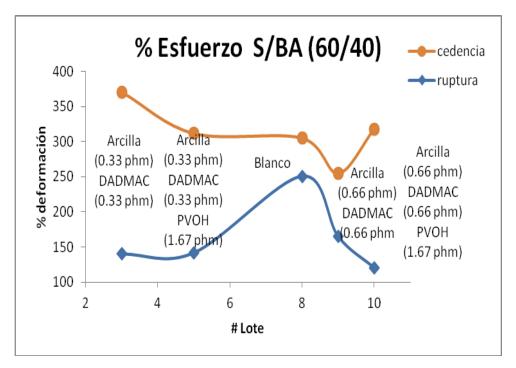
Gráfica 4.14. %Deformación en el punto de cedencia. S/BA (60/40)



Gráfica 4.15. %Deformación en el punto de ruptura. S/BA (60/40)



Gráfica 4.16. %Esfuerzo. S/BA (60/40).



Como se observa en las tablas 4.12 y 4.13, el esfuerzo que presentan los látex 40/60 es mayor en el lote 2 sin embargo presenta menor valor en la deformación.

Tanto el esfuerzo como la deformación muestran una tendencia igual para el punto de cedencia y el de ruptura, tal como se observa en la gráfica 4.18 y 4.19, para el látex 40/60.

Por lo tanto la presencia de menor cantidad de arcilla y PVOH aumenta el esfuerzo y disminuye la deformación.

Para los látex 60/40, se observa en la gráfica 4.14, 4.15, presenta que el esfuerzo que es mayor en el lote 1 sin embargo es el que tiene menor valor en la deformación.

Por lo tanto la presencia de PVOH y arcilla disminuye el esfuerzo y aumenta la deformación,

4.6.2 Módulo de Young

Los módulos de Young se reportan en la tabla 4.7 y 4.8,y representadas en las gráficas 4.16 y 4.17.

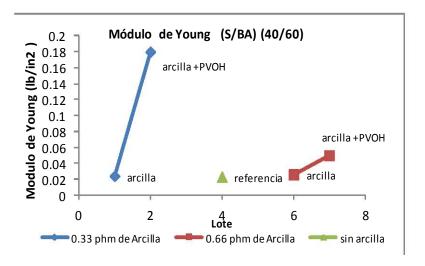
Tabla 4.7 Módulos de Young S/BA (40/60).

	lote	Módulo de Young (lb/in²	Desviación estándar	porcentaje respecto al blanco
40/60	1	0.02	0.004	104.3
	2	0.18	0.01	796.9
	4	0.02	0.01	Blanco
	6	0.02	0.01	113
	7	0.05	0.01	253.9

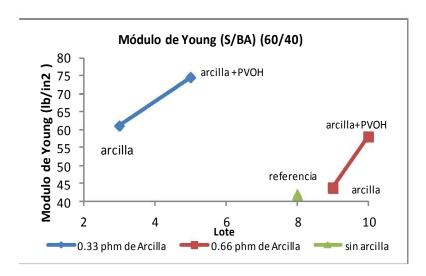
Tabla 4.8. Módulos de Young S/BA (60/40).

	lote	Módulo de Young (lb/in²)	Desviación estándar	porcentaje respecto al blanco
	3	74.5	8.1	176.7
60/40	5	61.1	7.7	215.3
	8	46.2	15.1	Blanco
	9	43.9	4.9	110.1
	10	58.1	4.5	159.1

Gráfica 4.17. Módulo de Young S/BA (40/60).



Gráfica 4.17. Módulo de Young S/BA (60/40).



Para el módulo de Young se observa la misma tendencia tanto para 40/60 y 60/40, Un aumento en los que presentan arcilla en comparación con el copolimero que no la contiene.

Comparando los de menor cantidad de arcilla, los de 40/60 se ve un incremento de aproximadamente 700% en comparación con el de 60/40 que fue de aproximadamente 200%, siendo los de menor cantidad de arcilla los que representan un importante aumento en el módulo de Young en comparación con los de mayor cantidad de arcilla.

Por lo tanto a mayor cantidad de estireno se obtiene menor aumento del módulo de Young en comparación con los de menor proporción de estireno y menor cantidad de arcilla, se puede inferir que a mayor contenido de estireno es mas difícil protegerlo con alcohol polivinílico que en comparación con el de menor proporción de estireno.

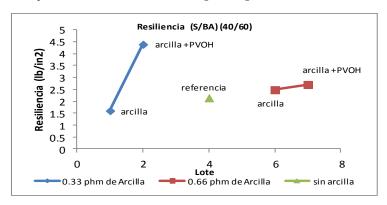
4.6.3 Resiliencia.

La resiliencia se reportan en la tabla 4.9 y representadas en las gráficas 4.18 y 4.19.

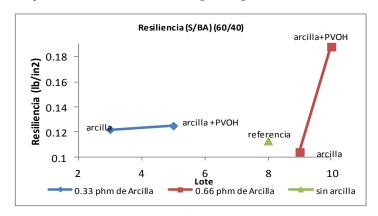
Tabla 4.9. Resiliencia.

	Lote	Resilencia (lb/in)		Lote	Resilencia (lb/in)
	1	1.6		3	0.122
40/60	50 2	4.39	60/40	5	0.125
	4	2.14		8	0.125
	6	2.48		9	0.104
	7	2.7		10	0.188

Gráfica 4.18.- Comparación de Resilencia. [40/60].



Gráfica 4.19.- Comparación de Resilencia. [60/40].

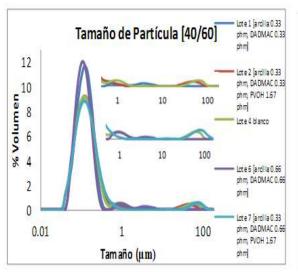


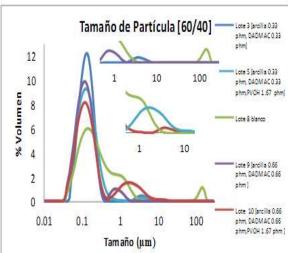
Se observa en la grafica 4.18 y 4.19 que los copolímeros con PVOH presenta una mayor resiliencia en comparación con los que solo contienen arcilla debido al aumento en el módulo de Young. Sin embargo para los ricos en estireno presentan una mayor resiliencia en los de mayor proporción de arcilla siendo el caso contrario para los ricos en acrilato de butilo.

CONCLUSIONES.

Basado en las hipótesis planteadas, se logró sintetizar el copolímero S/BA modificado con arcilla mediante el proceso de polimerización en emulsión en semilotes con semilla ex situ, sin embargo se puede observar en las siguientes graficas que respecto a la sintesis de S/BA 40/60 presenta una apreciable modificación en la estabilidad en la región de $1~\mu m$.

Para la sintesis de S/BA 60/40 presenta en la región de 1 a $10~\mu m$ variación en la estabilidad. Pero esto se pudo haber debido a una mala dosificación ya que en la boca del dosificador se presenta acumulación de arcilla.





Para el caso de la segunda hipótesis se observa que la arcilla modificada con DADMAC modifica las siguientes propiedades que a continuación se muestran en la siguiente tabla.

TABLA. Porcentaje de incremento respecto al látex de referencia

		40/60		
	Temperatura de	Temperatura de	Tamaño de	Módulo de
	descomposición	transición vítrea	partícula	Young
Arcilla 0.33 phm	-20	13.9	3.4	104.3
Arcilla 0.33 phm + PVOH	23	12.3	0.9	796.9
Arcilla 0.66	-12.8	25.6	-3.4	113
Arcilla 0.66 phm + PVOH	-6.5	7.8	3.4	253.9
		60/40		
	Temperatura de	Temperatura de	Tamaño de	Módulo de
	descomposición	transición vítrea	partícula	Young
Arcilla 0.33 phm	42	-2.1	-24.4	176.7
Arcilla 0.33 phm + PVOH	52.7	-21.3	-31	215.3
Arcilla 0.66	9.3	4	-34	110.1
Arcilla 0.66 phm + PVOH	48	-21.39	-22	159.1

Para el látex 40/60 se observa un aumento del módulo de Young en el lote 2 que contiene menor cantidad de arcilla y PVOH, de 797%, así como también en la temperatura de descomposición aumentándola en 23%, sin embargo el tamaño de partícula se puede considerar una variación pequeña con respecto al que no contiene arcilla.

Para el látex 60/40 se observa un aumento del módulo de Young en el lote 5, que contiene menor cantidad de arcilla y PVOH de 215%, así como también en la temperatura de descomposición aumentándola en 52%, en cuanto al tamaño de partícula es uno de los que presenta menor tamaño junto con el lote 9 con mayor cantidad arcilla.

Se puede generalizar que los látex con menor cantidad de arcilla y alcohol poli vinílico son los que presentan un aumento en el módulo de elasticidad y temperatura de descomposición, caso inverso en aquellos que presentan mayor cantidad de arcilla y alcohol polivinílico, por lo tanto se puede llegar a la conclusión que se obtuvo un nanocompuesto.

Basados en los resultados obtenidos con menor cantidad de estireno el coloide protector ayuda a una mejor incorporación de la arcilla.

TRABAJO FUTURO.

Los resultados hasta ahora alcanzados son satisfactorios, sin embargo, es necesario continuar con el estudio para establecer las mejores condiciones del proceso de polimerización y estudiar el efecto de otras variables.

Otros aspectos interesantes para estudiar son la relación de S/BA, con lo cual se puede modificar el módulo de Young del copolímero. Por ejemplo, podría trabajarse con una mayor proporción de BA para la preparación de látex.

Ya que por los resultados obtenidos se esperaría que el copolímero S/BA con alcohol polivinílico arrojara un módulo mayor en comparación en aquellos con menor cantidad de arcilla.

Un mejor sistema de agitación ya que el problema que se tiene es la acumulación de la arcilla en el dosificador.

BIBLIOGRAFIA

- (1)Dominguez J. M. Schiffer, Las arcillas: el barro noble, Ed. Fondo de Cultura Económica
- (2) Emilia García Romero, Las arcillas: propiedades y usos, Universidad de Salamanca
- (3) Edgar A. Franco Urquiza, María Luisa Maspoch Rulduà. Estructura general de las arcillas utilizadas en la preparación de nanocompuestos poliméricos. Centre Català del Plàstic, Univesitat Politècnica de Catalunya (UPC), Julio-Septiembre 2009, Vol. XII.
- (4) I. Bernal, H. cabezas, c. espitia, j. mojica & j. quintero. Análisis próximo de arcillas para cerámica. Rev. Acad. Colomb. Cienc. 27 (105): 569-578, 2003. ISSN 0370-3908
- (5) Gonzalez Ramirez Jorge. "Propiedades de superficie de nanocompuestos de polietilentereftalato y arcillas".
- (6). http://www.csa.com/hottopics/nano/overview.html
- (7). Martin N. Bureau, Minh-Tan Ton-That, Florence Perrin-Sarazin. Essential work of fracture and failure mechanism of polypropylene-clay nanocomposites. Engineering Fracture Mechanics (2006) 1-14.
- (8). Fengge Gao. Clay/polymer composites: the story. Review Feature, 2004, 50-55.
- (9). Anuj Bellare, Wolfgang Fitz, Andrea H. Gomoll, Richard D. Scott, Thomas S. Thornhill; Nanocomposites surgical materials and methos of producing them; Patent No. US 6689823 B1, 2004.
- (10). Tapesh Yadav, Clayton Kostelecky; Nanotechnology for biomedical implants; Patent No. US 0207975 A1, 2003.
- (11) Nigel Hodgkinson and Michael Taylor. **Thermoplastic Poly (Vinyl Alcohol) (PVOH).** Materials World, vol. 8, pp. 24-25, April 2000.
- (12) Smith William F. Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de los Materiales, tercera edición, España (1998)
- (13) Seymour R.B.; Carraher E.C., J. *Introducción a la Química de los Polímeros;* 1ª. ed.; Editorial Reverté, S.A.: España, 2002.

- (15) Ujvala Christian. Effects of different monomer ratio on characteristics of styrene butyl acrylate copolymer synthesized by semi continuous emulsion copolymerization.
- (16) Odian, G. 1981. "Principles of polymerization". Ed. John Waley and Sons USA
- (17) Wiley A. -Interscience, John Wiley & Sons. **Encyclopedia of polymer Science and Engineering**. Edirorial Board. Printed in the U:S:A **1**,3,6,14 (1976).
- (18) Aranberri, B.P. Binks, J.H. Clint, P.D.i. fletcher, "Elaboracion y caracterización de emulsiones estabilizadas por polimeros y agentes tensioactivos", Revista Iberoamericana de Polímeros Volumen 7(3), Agosto de 2006
- (19). Torreblanca Cruz, O. Polimerización en emulsión y termodinámica de tensoactivos en solución. Agua-Acetato de Vinilo-Emulsificante. México: Facultad de Química.
- (20). Chern CS. Emulsion polymerization mechanisms and kinetics. Prog Polym Sci 2006;31:443–486.
- (21) Gary W. Poehlein, "Advances in Emulsion Polymerization and Latex Technology".
- (22) Mohamed El-Aasser, Eric Daniel, "Avances in Emulsion Polymerization and Latex Technology", Emulsión Polymers Institute Lehigh University.
- (23) Peter A. Lovell, Mohamed El-Aasser, "Emulsion Polymerization and emulsion polymers", Ed. John Wiley & Sons, 1997
- (24) Polymer Characterization. Spectroscopic, Chromatographic, and Physical Instrumental Methods, C. D. Craver Ed., Advances in Chemistry Series, American Chemical Society, **1983**.
- (25) Modern Methods of Polymer Characterization, H.G. Barth, J.W. Mays, John Wiley & Sons, **1991**.
- (26) B.J. Hunt & M.I. James. Polymer Characterization. Blackie academic & Professional, 1993.
- (27) Grenewoud, W. Characterization of Polymers by Thermal Analysis. USA, Elseiver 2001.

Microscopia Optica

(28) Mercedes Rivas Cascallar Introduccion a las técnicas microscópicas. Microanalisis
de rayos x en microscopía Electronica de barrido (SEM).

- (29) http://www.coecr.com/files/konus_microscopios.pdf
- (30) http://www.melvynbecerra.cl/images/TeoriaEspanol.pdf
- (31) James M. Gere Mecánica de materiales Cengage Learning Editores, 2006

Anexo

A.1 Avance de reacción por gravimetría.

Tablas de conversiones de reacción de las semillas 60/40 y 40/60.

Tabla 4.1.1. **Semilla 1 y 2. Látex 40/60.**

	Semilla 1 40/60.												
muestra	Tiempo (min)	Masa charola vacía (g)	Masa charola con muestra liquida (g)	Masa charola con muestra solida (g)	muestra masa liquida (g)	muestra masa liquida (g)	Sólidos (%)	Conversión instantánea fracción mol (x)	Etapa				
1	30	0.55	12.01	1.75	11.45	1.19	10.41	93.54	Inicio				
2	60	0.67	9.59	1.84	8.91	1.16	13.06	90.70					
3	90	0.79	10.79	2.27	9.99	1.47	14.73	92.40	Dosificación				
4	120	0.59	9.22	2.14	8.62	1.55	17.98	92.27	Dosilicación				
5	150	1.18	10.42	2.95	9.23	1.76	19.12	97.88					
6	210	0.89	10.68	2.77	9.78	1.87	19.18	98.07	Agotamiento				
7	270	1.26	10.87	3.11	9.60	1.84	19.22	98.51	7 igotal illento				
				Semilla 2 40)/60								
muestra	Tiempo (min)	Masa charola vacía (g)	Masa charola con muestra liquida (g)	Masa charola con muestra solida (g)	muestra masa liquida (g)	muestra masa liquida (g)	Sólidos (%)	Conversión instantánea fracción mol (x)	Etapa				
1	30	0.52	10.09	1.44	9.57	0.928	9.69	82.18	Inicio				
2	60	0.50	10.29	1.79	9.79	1.29	13.19	84.29					
3	90	0.6	11.45	2.23	10.77	1.55	14.47	93.29	Dosificación				
4	120	0.82	10.62	2.48	9.80	1.65	16.91	90.60	DOSINGACION				
5	150	0.51	9.83	2.15	9.31	1.63	17.59	88.39					
6	210	0.51	10.10	2.27	9.58	1.75	18.29	92.61	Agotamiento				
7	270	1.44	12.91	3.66	11.46	2.22	19.36	99.37	Agulainieniu				

Tabla 4.1.2. **Semilla 1 y 2. Látex 60/40.**

				Semilla 1 60	0/40.				
muestra	Tiempo (min)	Masa charola vacía (g)	Masa charola con muestra liquida (g)	Masa charola con muestra solida (g)	muestra masa liquida (g)	muestra masa liquida (g)	Sólidos (%)	Conversión instantánea fracción mol (x)	Etapa
1	30	0.902	9.18	1.8	8.278	0.898	10.848	99.29	Inicio
2	60	0.634	9.887	1.875	9.253	1.241	13.411	94.51	
3	90	0.531	11.139	2.154	10.608	1.623	15.299	94.85	Dosificación
4	120	0.615	9.917	2.339	9.302	1.724	18.533	95.83	Dosilicación
5	150	0.53	10.571	2.432	10.041	1.902	18.942	94.35	
6	210	0.67	10.468	2.525	9.798	1.855	18.932	96.87	Agotamiento
7	270	1.317	11.771	3.34	10.454	2.023	19.351	99.31	Agotamiento
				Semilla 2 60	/40.				
muestra	Tiempo (min)	Masa charola vacía (g)	Masa charola con muestra liquida (g)	Masa charola con muestra solida (g)	muestra masa liquida (g)	muestra masa liquida (g)	Sólidos (%)	Conversión instantánea fracción mol (x)	Etapa
1	30	0.795	9.567	1.72	8.772	0.925	10.544	95.37	Inicio
2	60	0.764	9.445	1.865	8.681	1.101	12.682	91.84	
3	90	0.716	10.198	2.056	9.482	1.34	14.132	89.63	Dosificación
4	120	0.943	10.378	2.32	9.435	1.377	14.594	88.42	Dosilicación
5	150	0.936	10.385	2.525	9.449	1.589	16.816	94.24	
6	210	1.27	11.492	3.34	10.222	1.98	19.369	96.78	Agatamianta
7		1.317	11.771	3.34	10.454	2.023	19.351	96.72	Agotamiento

Tablas de conversiones de reacción de látex S/BA 40/60.

Tabla 4.2.1 Lote 1. Látex (40/60) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm)

	Lote 1 Látex (40/60) arcilla (1g)DADMAC (0.5ml)													
muestra	Tiempo (min)	Masa charola vacía (g)	Masa charola con muestra liquida (g)	Masa charola con muestra solida (g)	muestra masa liquida (g)	muestra masa liquida (g)	Sólidos (%)	Conversión instantánea fracción mol (x)						
1	30	0.5	9.926	2.446	9.426	1.946	20.645	86.14						
2	60	0.642	9.94	2.936	9.298	2.294	24.671	97.88						
3	90	0.465	10.895	3.235	10.43	2.77	26.558	97.98						
4	120	0.513	9.115	2.823	8.602	2.31	26.854	99.54						
5	180	0.475	9.988	3.032	9.513	2.557	26.879	99.7						
6	240	0.453	9.895	2.992	9.442	2.539	26.890	99.74						

Tabla 4.2.2 Lote 2. Látex (40/60) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm) PVOH (1.67 phm)

	Látex (40/60) arcilla (1g)DADMAC (0.5ml) PVOH(2.5g)												
muestra	Tiempo (min)	Masa charola vacía (g)	Masa charola con muestra liquida (g)	Masa charola con muestra solida (g)	muestra masa liquida (g)	muestra masa liquida (g)	Sólidos (%)	Conversión instantánea fracción mol (x)					
1	30	0.514	10.23	2.466	9.716	1.952	20.090	79.85					
2	60	0.517	10.12	2.691	9.603	2.174	22.638	83.63					
3	90	0.514	10.117	3.046	9.603	2.532	26.366	95.45					
4	120	0.56	10.068	3.123	9.508	2.563	26.956	98.56					
5	180	0.615	10.195	3.213	9.58	2.598	27.118	99.43					
6	240	0.517	10.159	3.134	9.642	2.617	27.141	99.54					

Tabla 4.2.3 Lote 4. Látex (40/60) blanco.

	. Látex (40/60) blanco.												
muestra	Tiempo (min)	Masa charola vacía (g)	Masa charola con muestra liquida (g)	Masa charola con muestra solida (g)	muestra masa liquida (g)	muestra masa liquida (g)	Sólidos (%)	Conversión instantánea fracción mol (x)					
1	30	0.48	10.16	2.48	9.67	1.99	20.61	82.18					
2	60	0.51	10.05	2.7	9.54	2.18	22.91	84.3					
3	90	0.59	10.03	3.10	9.43	2.50	26.56	93.3					
4	120	0.51	10.25	3.12	9.73	2.60	26.78	90.6					
5	180	0.64	10.26	3.22	9.62	2.57	26.77	88.4					
6	240	0.49	10.32	3.12	9.82	2.63	26.77	96.8					

Tabla 4.2.4 Lote 6. Látex (40/60) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm)

	Látex (40/60) arcilla (1g)DADMAC (1ml)												
muestra	Tiempo (min)	Masa charola vacía (g)	Masa charola con muestra liquida (g)	Masa charola con muestra solida (g)	muestra masa liquida (g)	muestra masa liquida (g)	Sólidos (%)	Conversión instantánea fracción mol (x)					
1	30	0.49	10.12	2.46	9.62	1.96	20.42	83.86					
2	60	0.52	10.94	2.95	10.42	2.43	23.36	89.31					
3	90	0.79	10.64	3.40	9.84	2.60	26.46	96.88					
4	120	0.53	10.10	3.10	9.57	2.57	26.84	98.89					
5	180	0.52	10.14	3.11	9.62	2.59	26.98	99.61					
6	240	0.50	10.18	3.11	9.68	2.61	26.98	99.6					

Tabla 4.2.5. Lote 7. Látex (40/60) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm) PVOH (1.67 phm)

	Látex (40/60 arcilla (1g)DADMAC (1ml) PVOH(2.5g)												
muestra	Tiempo (min)	Masa charola vacía (g)	Masa charola con muestra liquida (g)	Masa charola con muestra solida (g)	muestra masa liquida (g)	muestra masa liquida (g)	Sólidos (%)	Conversión instantánea fracción mol (x)					
1	30	0.67	10.44	2.73	9.77	2.05	21.07	86.9					
2	60	0.64	10.84	3.11	10.2	2.47	24.21	92.66					
3	90	0.51	10.68	3.25	10.17	2.73	26.90	97.7					
4	120	0.53	10.41	3.22	9.87	2.68	27.17	99.13					
5	180	0.58	10.32	3.23	9.73	2.64	27.18	99.18					
6	240	0.65	10.43	3.31	9.78	2.66	27.22	99.36					

Tablas de conversiones de reacción de látex S/BA

Tabla 4.3.1 Lote 3. Látex (60/40) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm)

	Látex (60/40) arcilla (1g)DADMAC (0.5ml)												
muestra	Tiempo (min)	Masa charola vacía (g)	Masa charola con muestra liquida (g)	Masa charola con muestra solida (g)	muestra masa liquida (g)	muestra masa liquida (g)	Sólidos (%)	Conversión instantánea fracción mol (x)					
1	30	0.52	10.24	2.49	9.72	1.97	20.25	83.13					
2	60	0.48	10.09	2.72	9.61	2.23	23.28	89.41					
3	90	0.50	10.14	3.1	9.64	2.50	25.97	94.91					
4	120	0.30	10.16	2.92	9.86	2.62	26.56	98.02					
5	180	0.64	10.33	3.23	9.69	2.58	26.68	98.66					
6	240	0.53	10.20	3.11	9.66	2.56	26.57	98.08					

Tabla4.3.2 Lote 5. Látex (40/60) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm)

PVOH(1.67 phm)

	Látex (40/60) arcilla (1g)DADMAC (0.5ml)PVOH(2.5g)												
muestra	Tiempo (min)	Masa charola vacía (g)	Masa charola con muestra liquida (g)	Masa charola con muestra solida (g)	muestra masa liquida (g)	muestra masa liquida (g)	Sólidos (%)	Conversión instantánea fracción mol (x)					
1	30	0.49	10.27	2.51	9.77	2.01	20.60	83.6					
2	60	0.51	10.94	2.95	10.42	2.43	23.38	87.9					
3	90	0.50	10.05	3.05	9.55	2.55	26.74	97.15					
4	120	0.54	10.54	3.24	10.0	2.70	27.01	98.56					
5	180	0.51	10.47	3.21	9.95	2.70	27.14	99.23					
6	240	1.25	10.93	3.87	9.67	2.62	27.13	99.2					

Tabla 4.3.3. Lote 8. Látex (60/40) blanco.

Látex (60/40) blanco.								
muestra	Tiempo (min)	Masa charola vacía (g)	Masa charola con muestra liquida (g)	Masa charola con muestra solida (g)	muestra masa liquida (g)	muestra masa liquida (g)	Sólidos (%)	Conversión instantánea fracción mol (x)
1	30	0.54	10.44	2.39	9.89	1.85	18.68	0.82
2	60	0.55	10.33	2.65	9.78	2.09	21.44	0.84
3	90	0.53	10.28	2.85	9.75	2.32	23.84	0.93
4	120	0.53	10.45	3.07	9.92	2.54	25.61	0.90
5	180	0.55	10.53	3.21	9.97	2.65	26.64	0.88
6	240	0.59	10.41	3.21	9.82	2.62	26.67	0.96

Tabla 4.3.4. Lote 9. Látex (60/40) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm).

	Látex (60/40) arcilla (1g)DADMAC (1ml)								
muestra	Tiempo (min)	Masa charola vacía (g)	Masa charola con muestra liquida (g)	Masa charola con muestra solida (g)	muestra masa liquida (g)	muestra masa liquida (g)	Sólidos (%)	Conversión instantánea fracción mol (x)	
1	30	0.45	10.30	2.83	9.85	2.37	24.13	73.49	
2	60	0.59	10.35	2.45	9.75	1.85	19.05	80.33	
3	90	0.56	10.48	2.73	9.92	2.16	21.84	89.03	
4	120	0.45	10.24	2.89	9.78	2.43	24.91	95.77	
5	180	0.56	10.47	3.15	9.91	2.59	26.19	96.86	
6	240	0.57	10.19	3.11	9.62	2.54	26.40	96.73	

Tabla 4.3.5 Lote 10. Látex (60/40) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm)

PVOH(1.67 phm)

	Látex (60/40 arcilla (1g)DADMAC (1ml) PVOH(2.5g)							
muestra	Tiempo (min)	Masa charola vacía (g)	Masa charola con muestra liquida (g)	Masa charola con muestra solida (g)	muestra masa liquida (g)	muestra masa liquida (g)	Sólidos (%)	Conversión instantánea fracción mol (x)
1	30	10.64	2.62	10.64	10.04	2.02	20.18	80.01
2	60	10.89	2.96	10.89	10.3	2.43	23.45	88.02
3	90	10.55	3.20	10.55	10.01	2.66	26.58	96.01
4	120	10.43	3.23	10.43	9.82	2.62	26.70	96.64
5	180	10.98	3.38	10.98	10.44	2.83	27.18	99.15
6	240	10.90	3.32	10.90	10.40	2.83	27.20	99.25

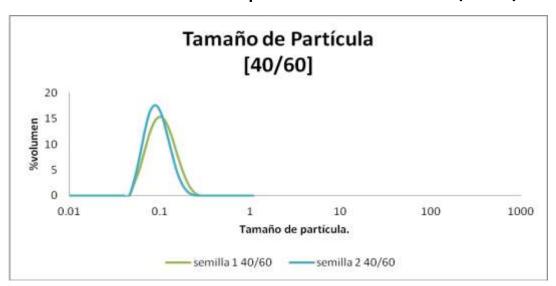
A.2. Tamaño de Partícula.

Tamaños de partícula de las semillas de látex S/BA 60/40 y 40/60.

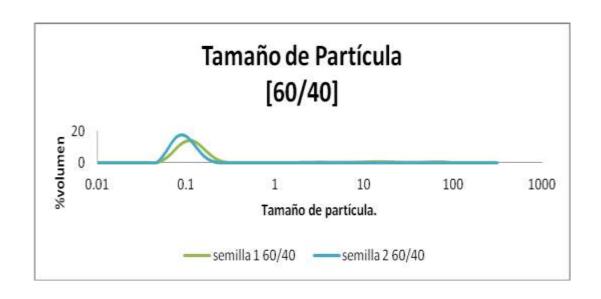
Tabla 4.4. Tamaño de partícula S/BA (40/60 y 60/40).

reacción 60/40	tamaño de partícula (µm)
semilla1	0.124
semilla2	0.096
reacción 40/60	tamaño de partícula
10000011 40/00	(µm)
semilla1	(μm) 0.106

Gráfica 4.5.1. Tamaños de partícula semilla de látex S/BA 40/60.

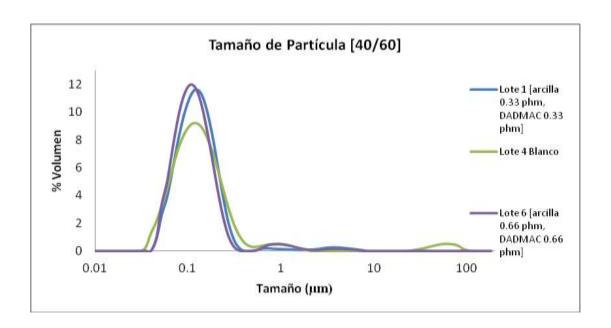


Gráfica 4.5.2. Tamaños de partícula semilla de látex S/BA 60/40.

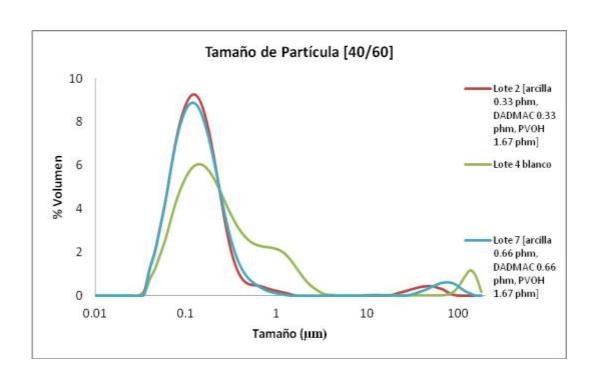


Tamaños de partícula látex S/BA 40/60.

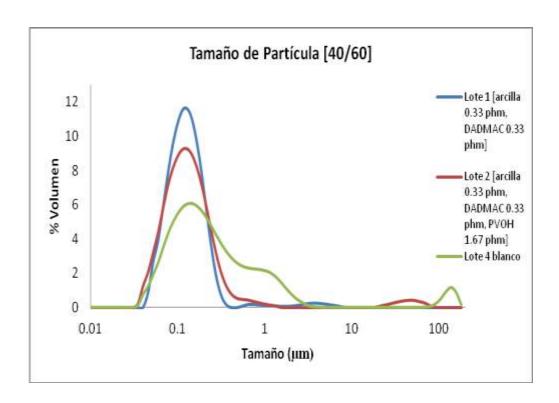
Gráfica 4.6.1- Comparación de tamaño de partícula, variando la cantidad de arcilla en el látex estireno/acrilato de butilo [40/60].



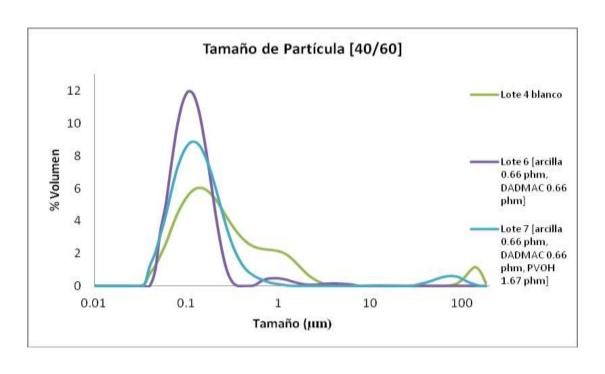
Gráfica 4.6.2- Comparación de tamaño de partícula, variando la cantidad de arcilla en el látex estireno/acrilato de butilo [40/60] con alcohol polivinílico.



Gráfica 4.6.3- Comparación de látex con 0.33 phm de arcilla vs látex con 0.33 phm de arcilla y alcohol polivinílico estireno/acrilato de butilo [40/60].

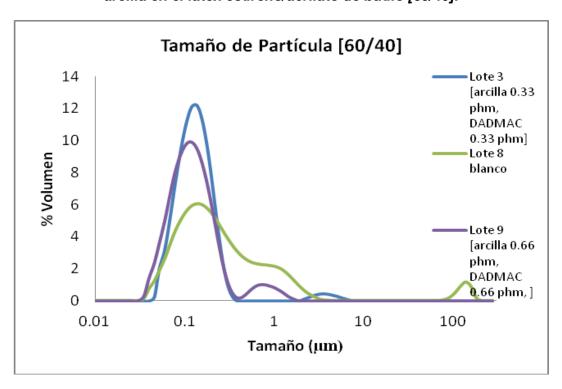


Gráfica 4.6.4- Comparación de látex con 0.66 phm de arcilla vs látex con 0.66 phm de arcilla y alcohol polivinílico estireno/acrilato de butilo [40/60].

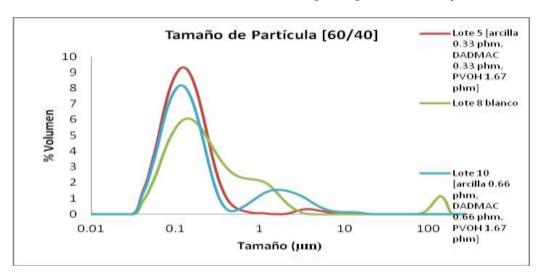


Tamaños de partícula látex S/BA 60/40.

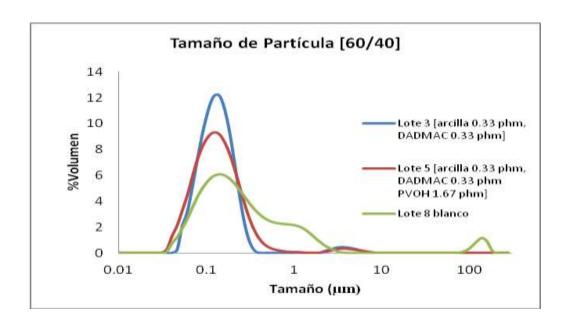
Gráfica 4.7.1- Comparación de tamaño de partícula, variando la cantidad de arcilla en el látex estireno/acrilato de butilo [60/40].



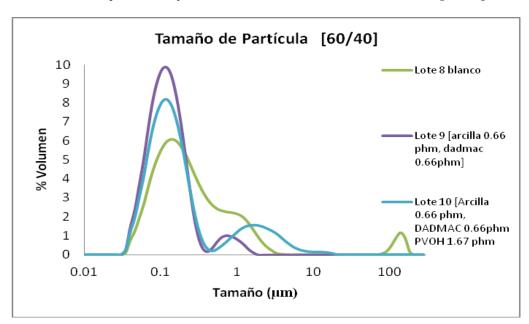
Gráfica 4.7.2- Comparación de tamaño de partícula, variando la cantidad de arcilla en el látex estireno/acrilato de butilo [60/40] con alcohol polivinílico.



Gráfica 4.7.3- Comparación de látex con 0.33 phm de arcilla vs látex con 0.33 phm de arcilla y alcohol polivinílico estireno/acrilato de butilo [60/40].



Gráfica 4.7.4- Comparación de látex con 0.66 phm de arcilla vs látex con 0.66 phm de arcilla y alcohol polivinílico estireno/acrilato de butilo [60/40].



A.3 Microscopia Óptica.

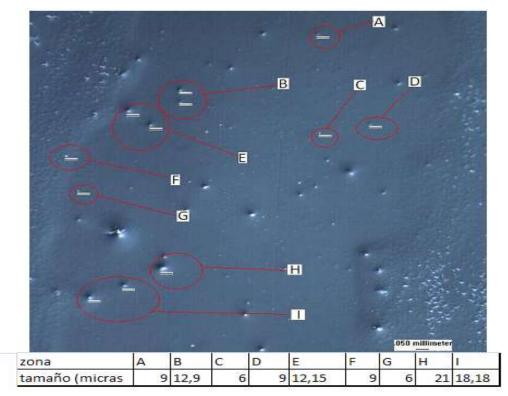
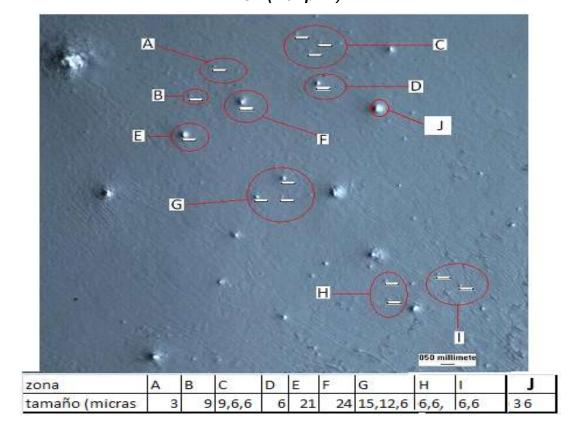


Figura 4.9.1 Lote3 (60/40) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm).

Figura 4.9.2 Lote 5 (60/40) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm) PVOH (1.67 phm).



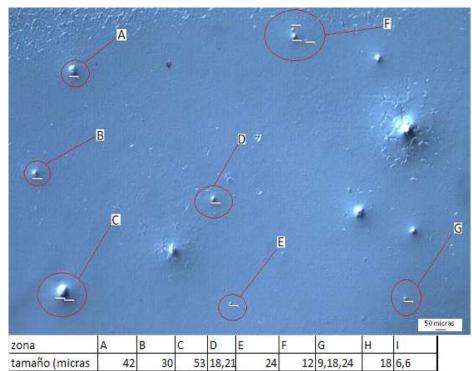
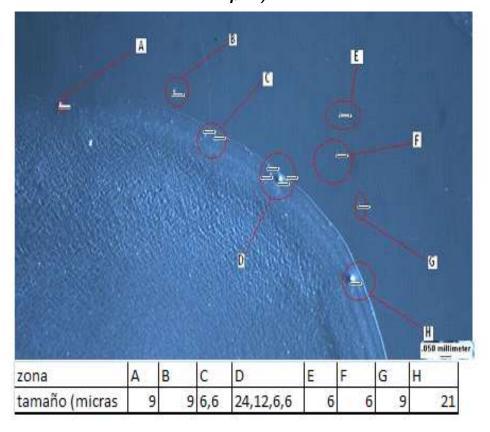


Figura 4.9.3 Lote9 (60/40) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm).

Figura 4.9.4 Lote10 (60/40) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm) PVOH (1.67 phm).



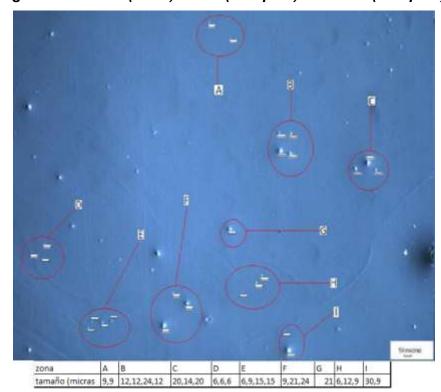


Figura 4.9.5 Lote1 (40/60) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm).

Figura 4.9.6 Lote2 (40/60) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm) PVOH (1.67 phm).

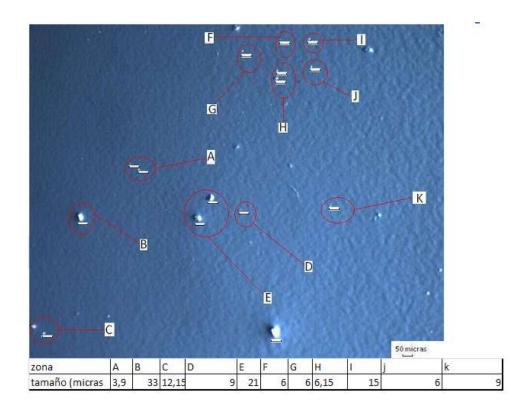


Figura 4.9.7 Lote6 (40/60) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm).

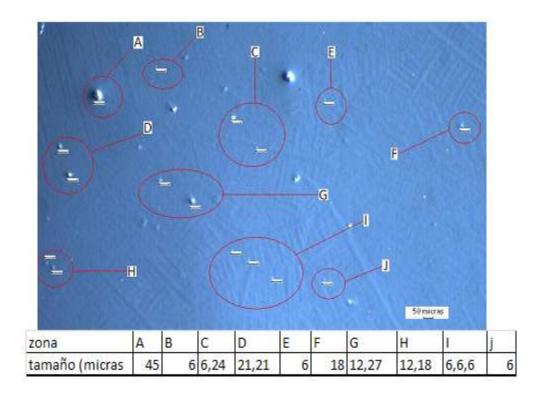
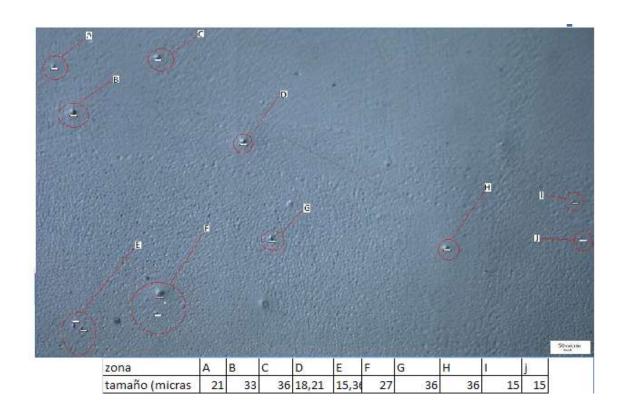


Figura 4.9.8 Lote7 (40/60) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm) PVOH (1.67 phm).



A.4. Análisis Termogravimétrico.

Figura 4.10.1 Lote1 (40/60) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm).

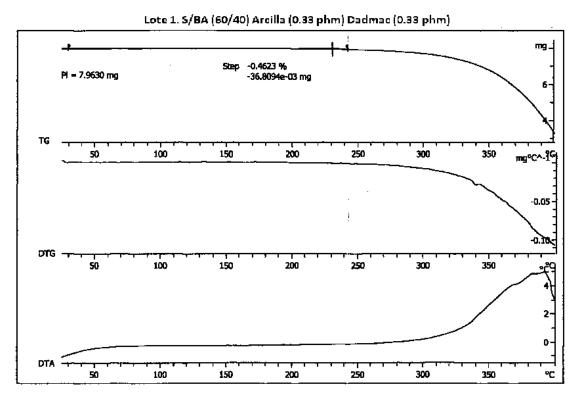


Figura 4.10.2 Lote2 (40/60) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm) PVOH (1.67 phm).

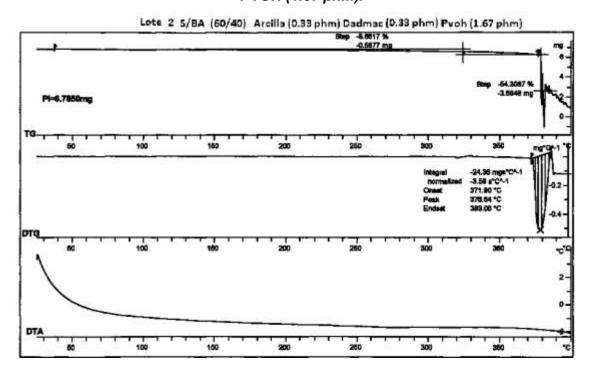


Figura 4.10.3 Lote 4 (40/60). Blanco

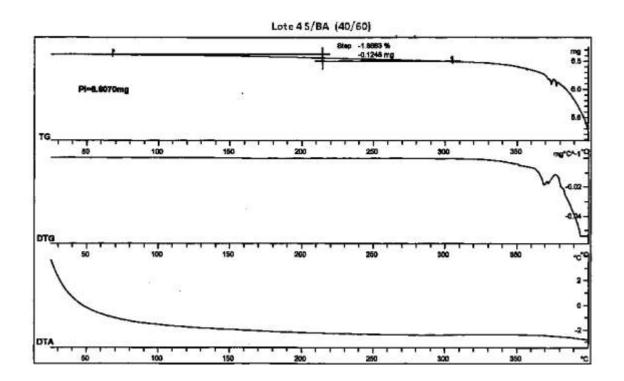


Figura 4.10.4 Lote6 (40/60) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm).

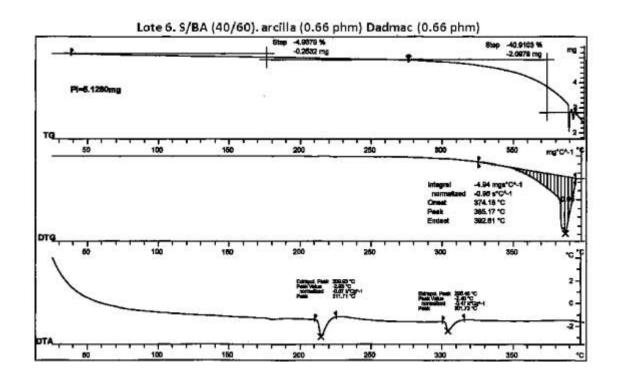


Figura 4.10.5 Lote7 (40/60) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm) PVOH (1.67 phm).

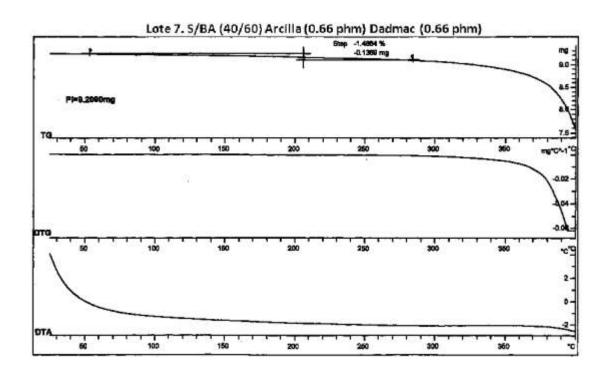


Figura 4.10.6 Lote3 (60/40) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm).

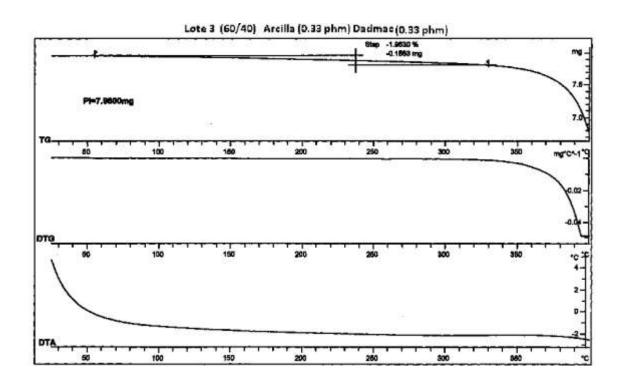


Figura 4.10.7 Lote 5 (60/40) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm) PVOH (1.67 phm).

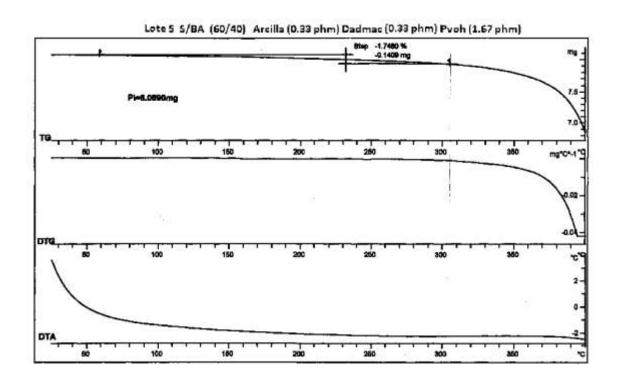


Figura 4.10.8. Lote8 (60/40) Blanco.

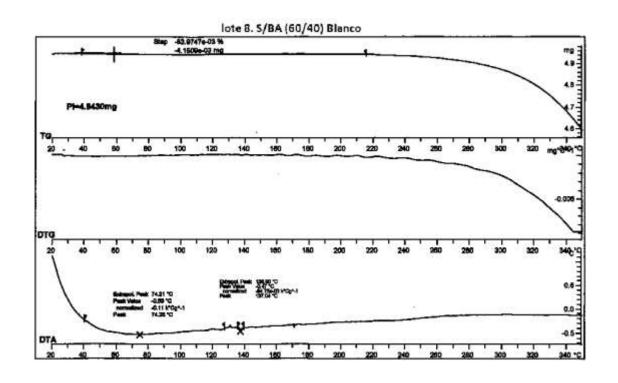


Figura 4.10.9 Lote9 (60/40) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm).

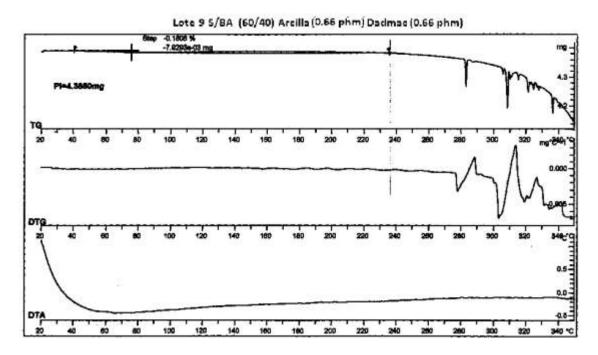
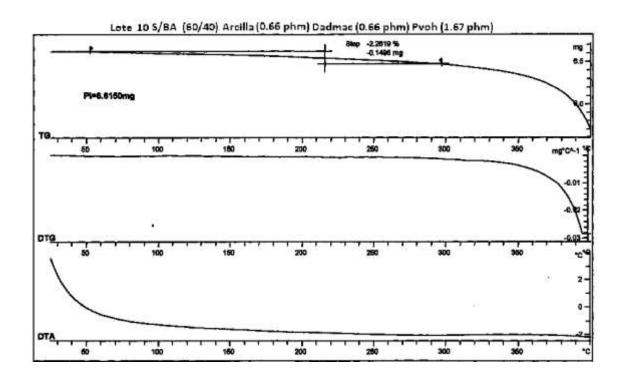
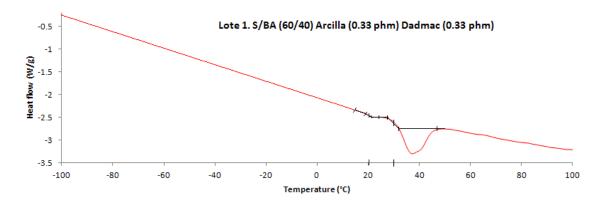


Figura 4.10.10 Lote10 (60/40) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm) PVOH (1.67 phm).

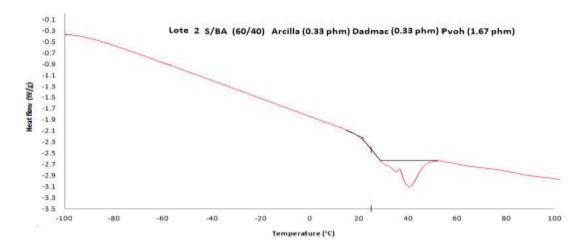


A.5. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).

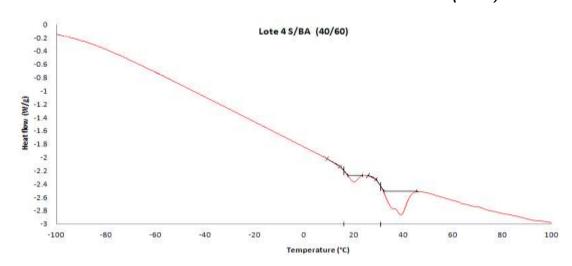
Gráfica 4.12.1. Calorimetría Diferencial de Barrido. Lote 1. S/BA (40/60) Arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm)



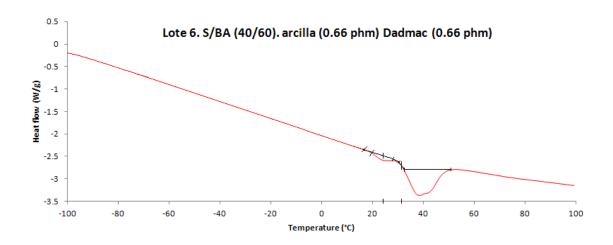
Gráfica 4.12.2. Calorimetría Diferencial de Barrido. Lote 2. S/BA (40/60) Arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm) PVOH (1.67 phm)



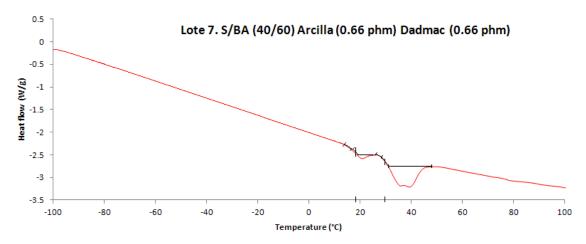
Gráfica 4.12.3. Calorimetría Diferencial de Barrido. Lote 4. S/BA (40/60) Blanco.



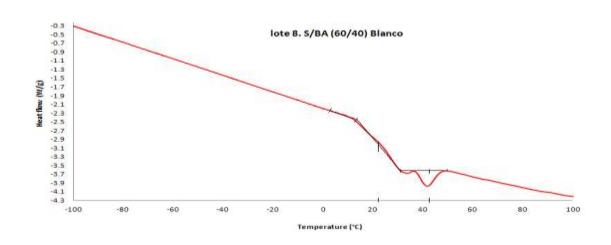
Gráfica 4.12.4. Calorimetría Diferencial de Barrido. Lote 6. S/BA (40/60) Arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm)



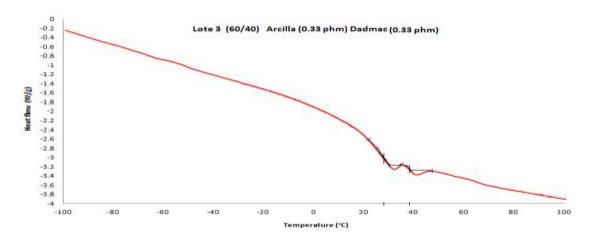
Gráfica 4.12.5. Calorimetría Diferencial de Barrido. Lote 7. S/BA (40/60) Arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm) PVOH (1.67 phm)



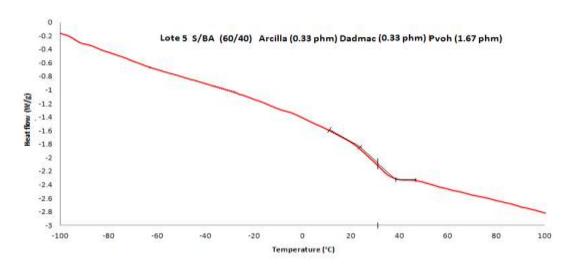
Gráfica 4.13.1. Calorimetría Diferencial de Barrido. Lote 8. S/BA (60/40) Blanco.



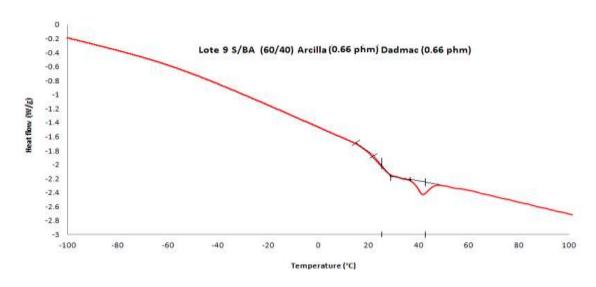
Gráfica 4.13.2. Calorimetría Diferencial de Barrido. Lote 3. S/BA (60/40) Arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm)



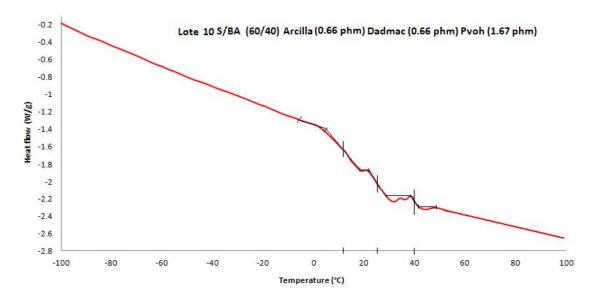
Gráfica 4.13.3. Calorimetría Diferencial de Barrido. Lote 5. S/BA (60/40) Arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm) PVOH (1.67 phm)



Gráfica 4.13.4. Calorimetría Diferencial de Barrido. Lote 9. S/BA (60/40) Arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm)



Gráfica 4.13.5. Calorimetría Diferencial de Barrido. Lote 10. S/BA (60/40) Arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm) PVOH (1.67 phm)



A.6. Propiedades mecánicas.

Grafica 4.14.1 Esfuerzo vs deformación lote 1

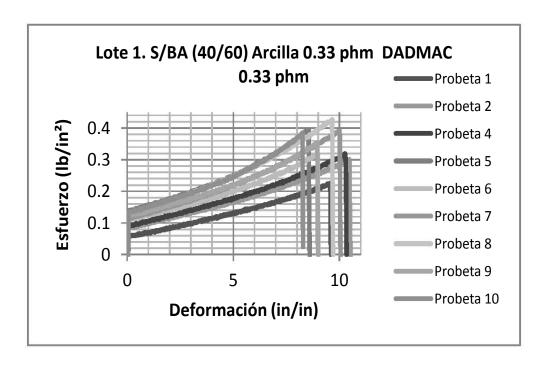


Tabla 4.7.1 Módulo de Young. Lote 1. Látex (40/60) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm.)

	N A 4 -1l1 -		
	Módulo de		
Muestra.	Young. (lb/in ²	Ecuación	R ² .
)		
	,		
1	0.0173	y=0.0173x+0.0481	0.9927
2	0.0201	y=0.0201+0.0719	0.9884
4	0.0215	y=0.0215+0.0776	0.9878
5	0.0285	y=0.0285+0.1201	0.9772
_			
6	0.0226	y=0.0226+0.0946	0.9832
7	0.0272	v 0 0070 t0 0000	0.9838
/	0.0272	y=0.0272+0.0939	0.9636
8	0.0307	y=0.0307+0.1046	0.9878
	0.0307	y=0.0007 +0.1040	0.5576
9	0.0245	y=0.0245+0.1066	0.9814
	3.32 10	, 5.52.510.1000	3.5511
10	0.0285	y=0.0285+0.116	0.9764
		•	

Grafica 4.14.2 Esfuerzo vs deformación lote 2

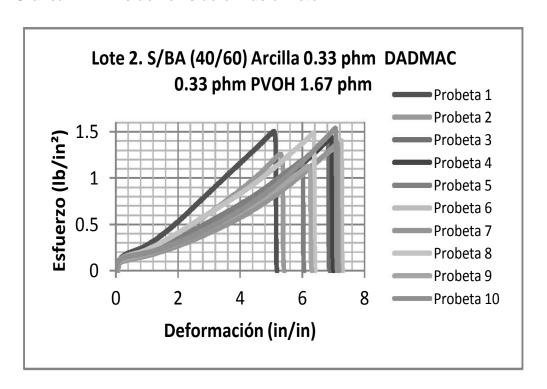


Tabla 4.7.2 Módulo de Young. Lote 2. Látex (40/60) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm) PVOH (1.67 phm.)

Muestra.	Módulo de Young. (lb/in²)	Ecuación.	R ² .
1	0.2939	y=0.2939x-0.0329	0.9954
2	0.2143	y=0.2143x-0.0116	0.9903
3	0.1761	y=0.1761x-0.0238	0.9831
4	0.1749	y=0.1749x-0.03	0.9807
5	0.1797	y=0.1797x-0.0013	0.9969
6	0.1647	y=0.1647x-512	0.9818
7	0.1647	y=0.1647x-0.0532	0.9808
8	0.2136	y=0.2136x-0.0084	0.996
9	0.1642	y=0.1642x-0.0109	0.9902
10	0.1786	y=0.1786x-0.0343	0.9793

Grafica 4.14.3. Esfuerzo vs deformación lote 3

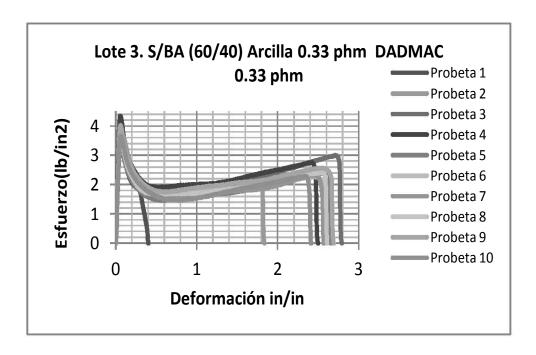


Tabla 4.7. 3 Módulo de Young. Lote 3. Látex (60/40) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm).

Muestra.	Módulo de Young. (lb/in²)	Ecuación.	R ² .	
1	70.022	y=70.022x+0.5629	0.9443	
2	85.562	y=85.562x-0.2624	0.9489	
3	42.094	y=42.094x+ 0.1913	0.9105	
4	Se reventó en la parte de la mordaza			
5	90.348	y=90.348x+ 0.2877	0.9575	
6	69.442	y=69.442x-0.0495	0.9852	
7	75.391	y=75.391x -0.3183	0.974	
8	70.862	Y=70.862x- 0.0201	0.9969	
9	85.784	y=85.784x -0.2663	0.9607	
10	64.862	y=64.862x- 0.211	0.9901	

Grafica 4.14.4. Esfuerzo vs deformación lote 4

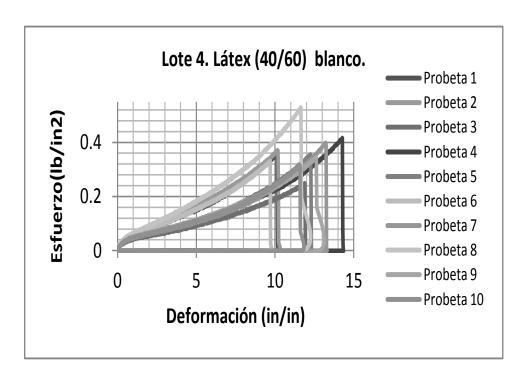


Tabla 4.7.4 Módulo de Young Lote 4. Látex (40/60) blanco.

Muestra.	Módulo de Young. (lb/in²)	R ² .	Ecuación.
1	0.0271	0.9886	y=0.0271x+0.0206
2	0.0298	99.59	y=0.0298x+0.0189
3	0.0159	0.986	y=0.0159x+0.018
4	0.0198	0.9855	y=0.0198x+0.0152
5	0.0208	0.9779	y=0.0208x+0.0142
6	0.0285	0.9892	y=0.0285x+0.0166
7	0.0197	0.9763	y=0.0197x+0.0126
8	0.0351	0.9909	y=0.0351x+0.0144
9	0.0213	0.9828	y=0.0213x+0.0129
10	0.0185	0.987	y=0.0185x+0.0211

Grafica 4.14.5. Esfuerzo vs deformación lote 5

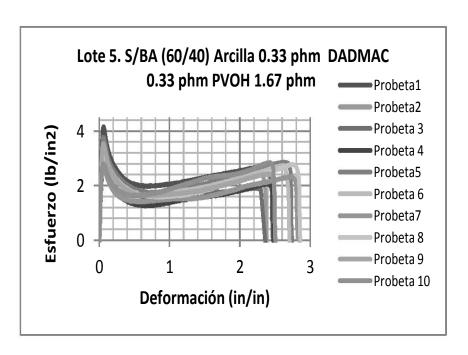


Tabla 4.7.5 Módulo de Young. Lote 5. Látex (60/40) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm) PVOH (1.67 phm.)

Muestra.	Módulo de Young.(lb/in²)	Ecuación.	R ² .
1	Se	descarto esta probeta	
2	57.35	y=57.358x+.512	0.90
3	57.42	y=57.423x+0.5748	0.92
4	84.07	y=84.073x1177	0.97
5	49.80	y=49.805x+0.532	0.92
6	51.38	y=51.385x+0.6647	0.89
7	58.83	y=58.83x-0.3835	0.94
8	59.423	y=59.423x-0.4745	0.94
9	74.394	y=74.394x+0.0032	0.95
10	68.319	y=68.319x+0.0903	0.96

Grafica 4.14.6. Esfuerzo vs deformación lote 6

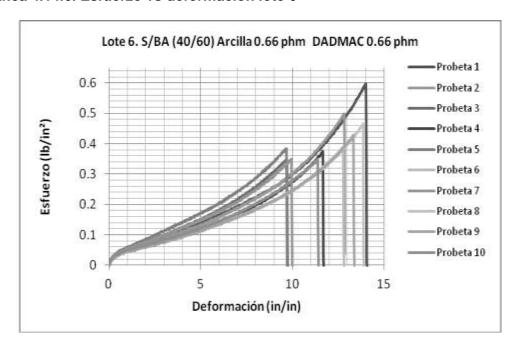


Tabla 4.7.6. Módulo de Young Lote 6. Látex (40/60) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm).

Muestra.	Módulo de Young. (lb/in²)	Ecuación.	R ² .
1	0.03	y=0.0333x-27	0.92
2	0.02	y=0.0288x-0.0016	0.97
3	0.02	y=0.0267x+0.0206	0.99
4	0.02	y=0.023x+0.0099	0.98
5	0.03	y=0.0307x+0.0223	0.99
6	0.02	y=0.0277x-0.0215	0.96
7	0.02	y=0.0267x+0.0197	0.99
8	0.02	y=0.0283x-0.0275	0.97
9	0.02	y=0.0226x+0.0072	0.98
10	0.02	y=0.0214x+0.0201	0.98

Grafica 4.14.7. Esfuerzo vs deformación lote 7

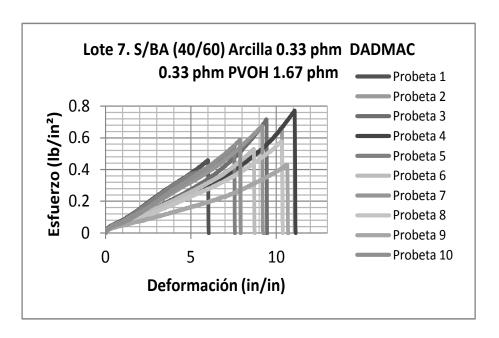


Tabla 4.7.7 Módulo de Young Lote 7. arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm)

PVOH (1.67 phm.)

Muestra.	Módulo de Young. (lb/in²)	Ecuación.	R ² .
1	0.07	y=0.0749+0.0055	0.99
2	0.05	y=0.0501x-0.0048	0.98
3	0.06	y=0.0611-0.0195	0.99
4	0.04	y=0.0493+0.0077	0.99
5	0.07	y=0.0758x-0.0015	0.99
6	0.05	y=0.0517x+0.0036	0.99
7	0.06	y=0.0687x-0.017	0.99
8	0.04	y=0.048x-0.0058	0.99
9	0.032	y=0.0325x+0.0059	0.99
10	0.071	y=0.0719x-0.0149	0.99

Grafica 4.14.8. Esfuerzo vs deformación lote 8

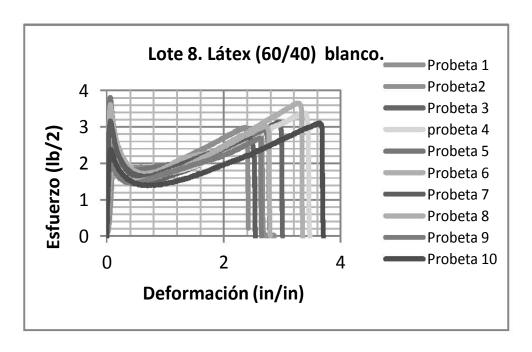


Tabla 4.7.8 Módulo de Young. Lote 8. Látex (60/40) blanco.

Muestra.	Módulo de Young. (lb/in²)	Ecuación.	R ² .
1	70	y= 70.022x+0.5629	0.94
2	85.5	y= 85.562x+0.2624	0.94
3	35.1	y= 35.198x+0.2742	0.91
4	36.8	y= 36.869x+0.1609	0.85
5	90.3	y= 90.348x+0.2877	0.95
6	61.3	y= 61.391x+0.1552	0.95
7	61.1	y=61.14 x-0.1243	0.95
8	57.8	y= 57.883x+0.3509	0.95
9	85.7	y=85.784 x-0.2663	0.96
10	57	y=57.009 x+0.209	0.95

Grafica 4.14.9. Esfuerzo vs deformación lote 9

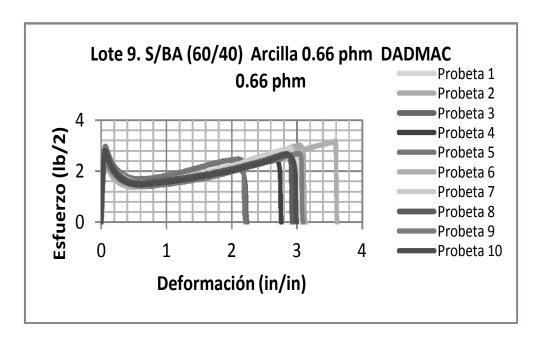


Tabla 4.7.9. Módulo de Young. Látex (60/40) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm).

-	·		
Muestra.	Módulo de	Termino	R^2 .
	Young. (lb/in²)	independiente	
1	41.1	y=41.156x+0.5937	0.85
2	38.5	y=38.508x+0.5627	0.89
3	40.6	y=40.588x+0.8448	0.83
4	47.2	y=47.287x+0.0999	0.93
5	43.3	y=43.326x+0.0474	0.95
6	54.8	y=54.803x+0.0131	0.94
7	41.2	y=41.217x+0.0374	0.95
8	46.8	y=46.899x+0.0508	0.94
9	41.4	y=41.495x+0.6217	0.87
10	41.1	y=41.156x+0.5937	0.85

Grafica 4.14.10. Esfuerzo vs deformación lote 10

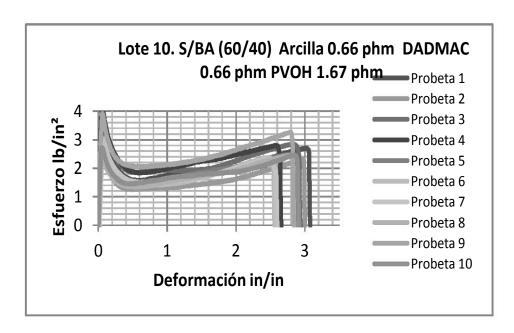


Tabla 4.7.10.Módulo de Young. Látex (60/40) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm) PVOH (1.67 phm.)

Muestra.	Módulo de Young. (lb/in²)	Termino independiente	R ² .
1	60.9	y=60.941x+0.5518	0.93
2	50.5	y=50.572x+0.2783	0.93
3	66.7	y=66.72x+0.1913	0.98
4	63.7	y=63.734x+0.7327	0.90
5	59.6	y=59.619x+0.1884	0.96
6	62.2	y=62.275x+0.2043	0.94
7	49.3	y=49.3x-0.4836	0.94
8	58.7	y=58.752x-0.1536	0.96
9	54.5	y=54.508x+0.5571	0.94
10	53.8	y=53.889x+0.2141	0.94

Tabla 4.10.1 Esfuerzo y deformación en el punto de cedencia y de ruptura. Látex (40/60) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm).

lote 1				
	Punto de	e cedencia	Punto de ruptura	
probeta	esfuerzo	deformación	esfuerzo	deformación
1	0.2249	9.53	0.22	9.56
2	0.3	10.467	0.3	10.49
3	S	e rompió por fa	lla en la probe	eta
4	0.3146	10.28	0.31	10.31
5	0.393	8.54	0.39	8.57
6	0.319	8.97	0.43	9.01
7	0.389	10.01	0.31	10.04
8	0.426	9.65	0.38	9.68
9	0.352	8.95	0.42	8.98
10	0.384	8.26	0.35	8.28
Promedio	0.344	9.41	0.34	9.43
Desviación estándar	0.061	0.77	0.06	0.77

Tabla 4.10.2. Esfuerzo y deformación en el punto de cedencia y de ruptura. Látex (40/60) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm) PVOH (1.67 phm.)

	lote 2				
	Punto de	cedencia	Punto	de ruptura	
probeta	esfuerzo	deformación	esfuerzo	deformación	
1	1.50	5.07	1.35	5.15	
2	1.25	5.30	1.12	5.38	
3	1.44	6.83	1.44	6.84	
4	1.43	6.93	1.42	6.95	
5	1.18	5.94	1	6.04	
6	1.40	7.24	1.1	7.28	
7	1.37	7.11	1.36	7.17	
8	1.48	6.36	1.44	6.40	
9	1.12	6.19	1.07	6.28	
10	1.53	7.04	1.39	7.10	
Promedio	1.37	6.40	1.26	6.46	
Desviación estándar	0.14	0.76	0.17	0.74	

Tabla 4.10.3. Esfuerzo y deformación en el punto de cedencia y de ruptura. Látex (60/40) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm).

lote 3				
	Punto de	e cedencia	Punto de ruptura	
probeta	esfuerzo	deformación	esfuerzo	deformación
1	4.33	0.05	1.01	0.40
2	3.48	0.05	1.46	1.83
3	3.48	0.06	1.81	2.78
4	4.31	0.06	1.56	2.49
5	3.27	0.06	1.18	2.65
6	3.32	0.07	1.40	2.58
7	3.65	0.09	1.07	2.56
8	3.55	0.06	1.72	2.61
9	4.01	0.06	1.33	2.66
10	3.64	0.06	1.56	2.41
Promedio	3.71	0.06	1.38	2.31
Desviación estándar	0.38	0.01	0.24	0.71

Tabla 4.10.4. Esfuerzo y deformación en el punto de cedencia y de ruptura. Látex (40/60) Blanco.

lote 4				
	Punto de	e cedencia	Punto d	e ruptura
probeta	esfuerzo	deformación	esfuerzo	deformación
1	0.35	10.13	0.35	10.17
2	0.36	10.14	0.22	10.23
3	0.24	11.84	0.24	11.92
4	0.41	14.27	0.41	14.30
5	0.35	12.26	0.25	12.31
6	0.33	9.69	0.32	9.71
7	0.39	13.21	0.38	13.27
8	0.52	11.63	0.52	11.70
9	0.34	12.61	0.34	12.64
10	0.31	11.58	0.31	11.61
Promedio	0.36	11.73	0.33	11.78
Desviación estándar	0.07	1.45	0.08	1.45

Tabla 4.10.5. Esfuerzo y deformación en el punto de cedencia y de ruptura. Látex (60/40) arcilla (0.33 phm) DADMAC (0.33 phm) PVOH (1.67 phm.).

lote 5				
	Punto de	e cedencia	Punto de ruptura	
probeta	esfuerzo	deformación	esfuerzo	deformación
1	4.15	0.06	1.33	2.46
2	3.52	0.06	1.69	2.38
3	2.36	0.13	1.18	2.29
4	2.4	0.12	1.83	2.48
5	2.42	0.10	1.42	2.74
6	3.75	0.05	1.11	2.7
7	2.98	0.06	1.14	2.83
8	2.62	0.06	1.38	2.85
9	3.42	0.06	1.76	2.51
10	3.52	0.06	1.43	2.5
Promedio	3.11	0.08	1.43	2.57
Desviación estándar	0.64	0.02	0.25	0.19

Tabla 4.10.6. Esfuerzo y deformación en el punto de cedencia y de ruptura. Látex (40/60) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm).

lote 6				
	Punto de	e cedencia	Punto de ruptura	
probeta	esfuerzo	deformación	esfuerzo	deformación
1	0.59	14.01	0.41	14.05
2	0.49	12.82	0.49	12.85
3	0.34	9.70	0.34	9.74
4	0.3	11.65	0.37	11.68
5	0.38	9.66	0.38	9.70
6	0.38	12.72	0.38	12.78
7	0.34	9.94	0.34	9.98
8	0.46	13.84	0.46	13.86
9	0.42	13.33	0.42	13.38
10	0.34	11.38	0.34	11.39
Promedio	0.41	11.90	0.39	11.94
Desviación estándar	0.08	1.69	0.05	1.69

Tabla 4.10.7. Esfuerzo y deformación en el punto de cedencia y de ruptura. Látex (40/60) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm) PVOH (1.67 phm.).

lote 7				
	Punto de	e cedencia	Punto d	e ruptura
probeta	esfuerzo	deformación	esfuerzo	deformación
1	0.45	5.98	0.43	6.03
2	0.66	10.31	0.40	10.37
3	0.71	9.41	0.71	9.45
4	0.77	11.07	0.37	11.12
5	0.54	7.53	0.47	7.56
6	0.52	8.62	0.52	8.72
7	0.67	9.16	0.61	9.20
8	0.57	10.31	0.50	10.36
9	0.42	10.62	0.42	10.67
10	0.58	7.87	0.42	7.89
Promedio	0.59	9.09	0.49	9.14
Desviación estándar	0.11	1.60	0.10	1.60

Tabla 4.10.8. Esfuerzo y deformación en el punto de cedencia y de ruptura. Látex (60/40) Blanco.

lote 8				
	Punto de	e cedencia	Punto de ruptura	
probeta	esfuerzo	deformación	esfuerzo	deformación
1	3.53	0.09	2.69	2.44
2	3.27	0.06	2.19	2.42
3	3.01	0.08	2.62	2.99
4	3.65	0.08	2.48	2.11
5	3.81	0.06	2.36	2.78
6	3.62	0.06	3.39	3.34
7	3.14	0.06	2.12	2.53
8	2.10	0.13	2.77	2.79
9	2.05	0.08	2.67	2.64
10	2.28	0.09	2.30	3.70
Promedio	3.05	0.08	2.56	2.77
Desviación estándar	0.67	0.02	0.36	0.46

Tabla 4.10.9. Esfuerzo y deformación en el punto de cedencia y de ruptura. Látex (60/40) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm).

lote 9						
probeta	Punto de cedencia		Punto de ruptura			
	esfuerzo	deformación	esfuerzo	deformación		
1	2.27	0.08	1.56	2.85		
2	3.08	0.08	1.91	2.85		
3	2.30	0.08	1.32	2.23		
4	2.61	0.08	1.18	2.75		
5	2.89	0.08	1.77	2.20		
6	2.28	0.08	2.73	3.60		
7	2.36	0.10	1.93	2.71		
8	2.61	0.06	1.83	2.92		
9	2.35	0.06	1.56	3.08		
10	2.70	0.08	1.28	2.98		
Promedio	2.54	0.08	1.71	2.82		
Desviación estándar	0.27	0.01	0.44	0.40		

Tabla 4.10.10. Esfuerzo y deformación en el punto de cedencia y de ruptura. Látex (60/40) arcilla (0.66 phm) DADMAC (0.66 phm) PVOH (1.67 phm.

lote 10						
probeta	Punto de cedencia		Punto de ruptura			
	esfuerzo	deformación	esfuerzo	deformación		
1	3.66	0.05	1.11	3.07		
2	2.76	0.05	1.07	2.99		
3	3.74	0.07	1.01	2.93		
4	4.12	0.05	1.18	2.65		
5	3.09	0.05	1.31	2.86		
6	3.04	0.55	1.13	2.55		
7	2.99	0.08	1.38	2.59		
8	3.38	0.10	1.01	2.83		
9	2.57	0.08	1.42	2.91		
10	2.43	0.05	1.61	2.83		
Promedio	3.18	0.11	1.22	2.82		
Desviación estándar	0.54	0.15	0.19	0.17		

A.7. Estructuras químicas.

COMPONENTES USADOS EN LA POLIMERIZACIÓN EN EMULSIÓN.

Estireno.

Persulfato de potasio.

Acrilato de butilo.

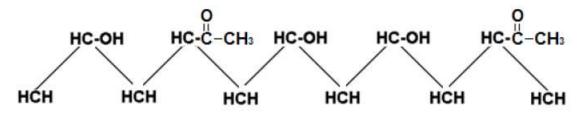
$${
m CH_2} = {
m CH} - {
m COO} - {
m CH_2} - {
m CH_2} - {
m CH_2} - {
m CH_3}$$

Hidroquinona.

Cloruro de dialildimetilamonio.

$$CH^{3}$$
 = CH - CH^{3} CH^{3} - CH^{3}

Alcohol polivinílico



Montmorillonita PGN

$$\underbrace{Al_{a-y}^{3+} + B}_{O} \underbrace{Al_{y}^{3+} + Si_{4-y}^{4-y}}_{T} \underbrace{O_{10}}_{Aniones} \underbrace{(OH, F)_{2}}_{Aniones} \underbrace{X_{33}}_{Bases}$$

Surfacpol 17.5

$$H_3C$$

$$O = \begin{pmatrix} O & H \\ 17.5 \end{pmatrix}$$

A.8. Cálculos.

Capacidad de intercambio cationico

$$(0.5ml) \left(1.04 \frac{g}{ml}\right) \left(\frac{mol}{161.67g}\right) \left(1 \frac{equivalente}{mol}\right) = 0.0032 equivalentes$$

$$0.5 g_{ARCILLA} \frac{135meq}{100 g_{ARCILLA}} \frac{1eq}{1000meq} = 0.000675eq$$

Gravimetría.

Determinación de la conversión durante la semilla.

% sol =
$$\frac{E + I + [(M) * (X)]}{E + I + M + W}$$

Despejando la conversión de la ecuación

$$X = \frac{[(\% sol) * (E + I + M + W)] - (E + I)}{M}$$

Determinación de porciento de sólidos.

$$\% \text{ sol} = \left[\frac{ms}{mh}\right] * (100)$$

Determinación de la conversión durante la dosificación.

$$X = \frac{\left[(\% \, sol) * (E_0 + I_0 + M_0 + W_0) \right] - (E_0 + I_0)}{M_0}$$

$$E_0 = E + (Q * \rho_{mezcla} * t * F_E)$$

$$W_0 = W + (Q * \rho_{mezcla} * t * F_W)$$

$$M_0 = M + (Q * \rho_{mezcla} * t * F_M)$$

$$I_0 = I + (Q * \rho_{mszcla} * t * F_I)$$

Determinación de la fracción.

$$F = \frac{V_i}{V_T}$$

Determinación de la densidad de mezcla.

$$\rho_{mezcla} = \frac{\sum (\rho_{i*}V_i)}{V_T}$$

Determinación de la rapidez del flujo.

$$Q = \frac{V_T}{t_{dos}}$$

Cálculo de la Tg de Fox.

Mediante la Ley de Fox, se puede calcular de manera teórica la temperatura de transición vítrea (Tg) de un copolímero, conociendo las temperaturas de transición vítrea de cada homopolímero:

Donde:

w= fracción en peso del monómero

Tg= temperatura de transición vítrea del homopolímero (K)

Las temperaturas de transición vítrea para cada uno de los homopolímeros que forman el copolímero son:

$$Tg_s = 100 \, ^{\circ}C$$

$$\frac{1}{T_g} = \frac{w_{\textit{estireno}}}{T_{\textit{g}_{\textit{estireno}}}} + \frac{w_{\textit{acrilato de butilo}}}{T_{\textit{acrilato de butilo}}} \qquad \qquad \frac{1}{T_g} = \frac{60}{373.15} + \frac{40}{219.05}$$