ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA

CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ EPÓXICA REFORZADOS CON PARTÍCULAS DE CARBÓN ACTIVADO

TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR PRESENTADO COMO REQUISITO PARA LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO MECÁNICO

BRYAN ISRAEL CEDEÑO ROJAS

bryan.cedeno02@epn.edu.ec

DIRECTOR: ING. PATRICIA ISABEL PONTÓN BRAVO PhD.

patricia.ponton@epn.edu.ec

DMQ, febrero 2024

CERTIFICACIONES

Yo, BRYAN ISRAEL CEDEÑO ROJAS declaro que el trabajo de integración curricular aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que he consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

BRYAN ISRAEL CEDEÑO ROJAS

Certifico que el presente trabajo de integración curricular fue desarrollado por BRYAN ISRAEL CEDEÑO ROJAS, bajo mi supervisión.

ING. PATRICIA PONTÓN, PhD DIRECTOR

Certificamos que revisamos el presente trabajo de integración curricular.

REVISOR 1 DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR REVISOR 2 DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR

DECLARACIÓN DE AUTORÍA

A través de la presente declaración, afirmamos que el trabajo de integración curricular aquí descrito, así como el (los) producto(s) resultante(s) del mismo, son públicos y estarán a disposición de la comunidad a través del repositorio institucional de la Escuela Politécnica Nacional; sin embargo, la titularidad de los derechos patrimoniales nos corresponde a los autores que hemos contribuido en el desarrollo del presente trabajo; observando para el efecto las disposiciones establecidas por el órgano competente en propiedad intelectual, la normativa interna y demás normas.

BRYAN ISRAEL CEDEÑO ROJAS

ING. PATRICIA ISABEL PONTÓN BRAVO, PhD.

DEDICATORIA

"A Dios, cuya gracia y guía han sido mi faro en momentos de desafío y mi razón de esperanza en cada paso del camino

A mi amada mamá, Irene, cuyo amor incondicional ha sido mi inspiración constante. Gracias por ser mi fuente de fuerza, apoyo y sabiduría a lo largo de este viaje. Que Dios te pague mamá porque a mí no me va a alcanzar la vida para pagarte todo lo que has hecho por mí.

A mi querida mamita Blanca, cuyo legado de amor y perseverancia ha dejado una marca indeleble en mi corazón. Su memoria es mi motivación para alcanzar las estrellas, este trabajo representa el valor de la promesa que le hice el día que la vi partir.

A mis tíos Elena y Martin, cuyo apoyo constante y palabras alentadoras han sido un viento favorable en mi travesía. Gracias por ser mis pilares en los días difíciles.

A mis primos Omar, Belén y Juan, compañeros de risas, cómplices en las travesuras de la vida y recordatorios constantes de la importancia de la familia.

Cada uno de ustedes ha contribuido de manera única a mi crecimiento y éxito. Este logro es también suyo, reflejo de la red de amor y apoyo que me rodea.

Que este logro sea un tributo a su amor inquebrantable y al papel vital que cada uno de ustedes ha desempeñado en mi camino."

AGRADECIMIENTO

En el umbral de este logro, expreso mi más profundo agradecimiento a Dios, la guía constante en mi vida. En cada desafío y victoria, he sentido su presencia, iluminando y fortaleciendo mi camino académico. Esta tesis es un testimonio de su gracia y amor incondicional, y dedico cada página a su divina influencia.

Al amor de mi vida, mi mamita Irene, mi pilar y fuente de inspiración, le agradezco de todo corazón. Su amor inquebrantable y apoyo han sido el impulso que ha marcado cada paso de mi vida. En los momentos difíciles, su aliento me ha dado fuerzas, y en los momentos de alegría, su celebración ha multiplicado mi felicidad. Esta tesis es un reflejo de su amor y dedicación. ¡Gracias, mamá, porque tu fe en mí, me hizo creer en mí mismo!

A mi querida mamita Blanca, quien ya no está físicamente presente, pero cuya esencia sigue guiándome. Su sabiduría, paciencia y amor eterno han dejado una huella imborrable en mi corazón. Cada palabra de aliento que compartió y cada enseñanza que me transmitió han sido mi faro, y esta tesis es un tributo a su legado.

Un agradecimiento especial a las ingenieras Jenni, Salito, Carlita y Danny por su apoyo, guía y paciencia durante la elaboración del presente trabajo. Agradezco infinitamente a la Ing. Patricia Pontón, PhD, cuyo conocimiento y guía me ayudaron a fortalecerme a nivel académico. También, quiero agradecer al Ing. Luis Guevara, MSc, por creer en mí y motivarme a estudiar en la Escuela Politécnica Nacional. De igual manera, agradezco a todos mis profesores por todo el conocimiento que me brindaron en este camino.

Mi más sincero agradecimiento a tres mujeres excepcionales que han sido mis pilares durante esta travesía académica. A mi querida Andrea Micaela, quiero expresarle mi más profundo agradecimiento por su amor incondicional y su apoyo inquebrantable, tu presencia en mi vida ha sido un regalo invaluable, y cada día a tu lado es un recordatorio constante de cuánto me inspiras y me haces crecer. A Mishell, mi querida hermana, por su constante apoyo y aliento, por ser mi ejemplo de perseverancia. A Abi, mi mejor amiga, por su comprensión infinita, por demostrarme lo que es una amiga de verdad y por estar siempre presente en los momentos más difíciles.

Por último, pero no menos importante, me agradezco a mí mismo por la dedicación, perseverancia y esfuerzo invertidos en este camino. Cada desafío superado, cada hora de estudio, y cada decisión tomada han contribuido a este logro. Reconozco mi propio valor y compromiso, y celebro el triunfo que representa ser Ingeniero Mecánico de la Escuela Politécnica Nacional.

ÍNDICE DE CONTENIDO

CERT	TIFICACIONES	I
DECL	_ARACIÓN DE AUTORÍA	11
DEDI	CATORIA	111
AGRA	ADECIMIENTO	. IV
ÍNDIC	CE DE CONTENIDO	V
INDIC	CE DE FIGURAS	VIII
INDIC	CE DE TABLAS	. XI
RESU	JMEN	XII
ABST	RACT	XIII
1 DESC	CRIPCIÓN DEL COMPONENTE DESARROLLADO	1
1.1 C	Dbjetivo general	2
1.2 C	Dbjetivos específicos	3
1.3 A	Alcance	3
1.4 N	/larco teórico	4
1.5 N	Aateriales compuestos de matriz polimérica termoestable	4
1.5.1	Nanocompuestos de matriz polimérica termoestable	5
1.6 R	Resina Epóxica	5
1.6.1	Agentes endurecedores	7
1.6.2	Polimerización de la resina epóxica	8
1.7 E	Etanol y su papel como medio de dispersión de material particulado	10
1.8 R	Refuerzos particulados de origen natural	10
1.9 C	Carbón Activado	11
1.9.1	Proceso de obtención del carbón activado	.12
1.9.2	Tamaño de partícula y activación del carbón	.13
1.10 M 1	Aétodos de preparación de compuestos de matriz polimérica termoesta 4	ble
1.10.1	1 Procesamiento de compuestos de matriz epóxica	.16
1.11 M térmica	Métodos experimentales para determinar las propiedades mecánicas as de materiales compuestos con matriz epóxica	зу 16
1.11.1	1 Ensayo de flexión	.16
1.11.2	2 Ensayo de densidad y gravedad específica de materiales compuestos	.19
1.11.3	3 Análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC)	.20
1.11.4	4 Análisis termogravimétrico (TGA)	.21

	1.12 Est reforzado	udios de casos de materiales compuestos de matriz polimé	rica . 21
2	METO	DOLOGÍA	. 23
	2.1 Ma	teriales v equipos	. 23
	2.1.1	Resina Epóxica	23
	2.1.2	Agente de Curado	24
	2.1.3	Carbón activado	24
	2.1.4	Moldes de acrílico	25
	2.1.5	Balanza analítica	26
	2.1.6	Ultrasonido	27
	2.1.7	Bomba de vacío	28
	2.1.8	Pistola de aire caliente	28
	2.1.9	Horno de secado	29
	2.2 Se	lección del material de refuerzo	. 30
	2.2.1	Selección del tamaño y porcentaje de refuerzo óptimo	30
	2.3 Pre particulad	eparación de materiales compuestos de matriz epóxica y refue lo de carbón	erzo . 31
	2.3.1	Procedimiento A	31
	2.3.2	Procedimiento B	25
	2.4 Ca compues	racterización de las propiedades mecánicas y térmicas de los materia tos de matriz epóxica reforzados con carbón activado	ales . 24
	2.4.1	Ensayo de Flexión	24
	2.4.2	Ensayo de calorimetría diferencial de barrido	24
	2.4.3	Ensayo de densidad y gravedad específica	24
3	RESUL	TADOS Y DISCUSIÓN	. 26
	3.1 De activado.	finición del tamaño de partícula y porcentajes en peso de carl	oón . 26
	3.1.1	Tipo de carbón activado	26
	3.1.2	Tamaño de partícula y porcentaje en peso de carbón activado	27
	3.1.3	Acondicionamiento del carbón activado	29
	3.2 Pre carbón ac	eparación de materiales compuestos de matriz epóxica reforzados ctivado	con . 32
	3.2.1	Calidad superficial de las probetas resultantes	33
	3.3 Ca materiale	racterización mecánica y térmica del compuesto de matriz epóxica y s compuestos de matriz epoxi reforzados con carbón activado	los . 34
	3.3.1	Caracterización mecánica	34
	3.3.2	Caracterización térmica	38

	3.3 vac acti	.3 :íos d ivado.	Ensay le los	vo de de materia	ensidac les de	l, anális matriz	is y eva epóxica	uación d reforzad	e la fra la con	acción (partícu	en vo Ilas o	olum de d	ien de carbón 39
4	CO	NCL	USIO	NES Y I	RECO	MENDA	CIONE	S					42
4	.1	Con	clusic	nes									42
4	.2	Rec	omen	dacione	s								44
5	RE	FER	ENCI	AS BIBL	.IOGR	ÁFICAS	S						45
6	AN	EXO	S										51
AN	EXC) I FI	CHA ⁻	ΓÉCNIC	A DE	LA RES	SINA EP	ÓXICA E	PON	828			51
AN	EXC) II FI	ICHA	TÉCNIC	CA DE		NTE DE	CURAD) EPII	KURE 2	2332		53
AN	EXC) III. F	FICHA	TÉCNI	CA DE	LCAR	BÓN AC	TIVADO	WILD	COAS	TOF	۲GA	NICS
AN	EXC) IV F	ICHA	TÉCNI	CA DE	EL CAR	BÓN AC	TIVADO) BDH	COMP	ANY	, 	55
AN TA	EXC MAÑ) V N NO DI	IICRO E PAF)GRAFÍ RTÍCUL	AS DE A	E LOS ⁻	TIPOS D	DE CARE	BÓN A	CTIVA	DO s	segi	ún SU 56
AN	EXC) VI F	PLAN	DS DE I	AS P	ROBET	AS						61
AN	EXC) VII -	TGA I	DEL CA	RBON	BDH C		۱Y					65
AN	EXC) VIII	PRO	BETAS	FRAC	TURAD	AS						66
AN	EXC) IX C	CURV	AS DE I	ESFUI	ERZO D	DEFORM	ACION	DE LA	S PRC	BET	AS	68
AN	EXC	хс	URVA	AS OBT	ENIDA	S POR	DSC						72

INDICE DE FIGURAS

Figura 1. 1 Elementos que constituyen un material compuesto	4
Figura 1. 2 Grupo Funcional epóxido	6
Figura 1. 3 Estructura química del diglicidil éter de bisfenol-(A) (DGBEA)	6
Figura 1. 4 Molécula de dietilentriamina (DETA)	8
Figura 1. 5 Grupos polares presentes en la resina epóxica	8
Figura 1. 6 Formación de enlaces covalentes de C-O de los grupos epóxicos	9
Figura 1. 7 Estructura química de las moléculas de (DGEBA) y (DETA)	9
Figura 1.8 Estructura química de la molécula de etanol	10
Figura 1. 9 Estructura química del carbón activado	12
Figura 1. 10. Proceso de obtención del carbón activado	12
Figura 1.11 Curva de temperatura de activación y tamaño de partícula del carbó	n activado
	14
Figura 1. 12 Dispersión de partículas por ultrasonido	15
Figura 1.13 Máquina universal de ensayos y esquema de prueba de flexión en t	res puntos
Figura 1. 14 Curva típica de esfuerzo vs deformación para materiales termoest	ables 17
Figura 1. 15 Equipo empleado para ensavos de densidad	20
Figura 1. 16 Diagrama de DSC y determinación de la T _a	20
Figura 2. 1 Metodología implementada	23
Figura 2. 2 a) Molino planetario de bolas RETSCH-PM400, y b) equipo de	tamizado
RETSCH-AS200	25
Figura 2. 3 Molde de acrílico, (a) vista superior y (b) vista lateral	26
Figura 2. 4 Balanza analítica RADWAG AS 220.R2	26
Figura 2. 5 Ultrasonido SONICATOR ULTRASONIC PROCESSOR S-4000	27
Figura 2. 6 Bomba de vacío Rocker R300	28
Figura 2. 7 Pistola de aire caliente Einhell TH-HA 2000/1	29
Figura 2. 8 Horno de secado THERMO SCIENTIFIC V0914C-1	29
Figura 2. 9 Ilustración esquemática del procedimiento A para elaboración de	materiales
compuestos que incorporan un refuerzo particulado a una matriz epóxica	23
Figure 2, 10 Adjuién de refuerze particulade de carbén activade a la matrix ané	vica 23

Figura 3.1 Compuestos reticulados con carbón activado de Tipo1 con distintos porcentajes en peso: a) 0.75 %, b) 1.5 %, y c) 3 %......29 Figura 3. 2 Compuesto preparados en el trabajo de Liu et al, reticulados con CA en distintos Figura 3. 3 Compuestos preparados en el trabajo de Wang, reticulados con CA en distintos Figura 3. 5 Módulo de elasticidad de cada compuesto según su %p/p de carbón activado Figura 3. 6 Resistencia a la flexión de cada compuesto según su %p/p de carbón activado Figura 3. 7 Deformación máxima de cada compuesto según su %p/p de carbón activado Figura 3.8 Temperatura de transición vítrea de cada compuesto según su %p/p de carbón Figura 3. 9 Fracción en volumen de vacíos según su %p/p de carbón activado (BDH

Figura B. 1 Micrografías del carbón activado Wild Coast Organics para partículas menores
a 37µm con aumento de 750x56
Figura B. 2 Micrografías del carbón activado Wild Coast Organics para partículas entre 1
y 37µm con aumento de 1000x56
Figura B. 3 Micrografías del carbón activado Wild Coast Organics para partículas entre 1
y 37µm con aumento de 2501x57
Figura B. 4 Micrografías del carbón activado Wild Coast Organics para partículas entre 1
y 37µm con aumento de 750x57
Figura B. 5 Micrografías del carbón activado Wild Coast Organics para partículas entre 37
y 100 µm con aumento de 1000x58
Figura B. 6 Micrografías del carbón activado Wild Coast Organics para partículas entre 37
y 100 µm con aumento de 1000x58

Figura B. 7 Micrografías del carbón activado BDH Company para partículas entre 250	y
500 μm con aumento de 750x5	9
Figura B. 8 Micrografías del carbón activado BDH Company para partículas entre 250	y
500 μm con aumento de 1000x5	9
Figura B. 9 Micrografías del carbón activado BDH Company para partículas entre 250	y
500 μm con aumento de 1000x6	0

Figura C. 1 Ensayo de TGA del carbón activado sin proceso de secado65 Figura C. 2 Ensayo de TGA del carbón activado con proceso de secado de 5 ciclos.....65

Figura D. 1 Probetas fracturadas de EP	66
Figura D. 2 Probetas fracturadas de EP-M-0.75%AC-T2-NS	66
Figura D. 3 Probetas fracturadas de EP-M-1.5%AC-T2-S	67
Figura D. 4 Probetas fracturadas de EP-M-3%AC-T2-S	67

Figura E. 1 Gráficas de Esfuerzo vs Deformación de las muestras EP6	8
Figura E. 2 Gráficas de Esfuerzo vs Deformación de las muestras EP-M-0.75%AC-T2-N	S
6	9
Figura E. 3 Gráficas de Esfuerzo vs Deformación de las muestras EP-M-1.5%AC-T2-	S
7	0
Figura E. 4 Gráficas de Esfuerzo vs Deformación de las muestras EP-M-3%AC-T2-S7	1

Figura F. 1 Termograma obtenido por DSC de la matriz epóxica EP-1	72
Figura F. 2 Termograma obtenido por DSC de la matriz epóxica EP-2	72
Figura F. 3 Termograma obtenido por DSC de la muestra EP-M-0.75%AC-T2-NS-1	73
Figura F. 4 Termograma obtenido por DSC de la muestra EP-M-0.75%AC-T2-NS-2	73
Figura F. 5 Termograma obtenido por DSC de la muestra EP-M-1.5%AC-T2-S-1	74
Figura F. 6 Termograma obtenido por DSC de la muestra EP-M-1.5%AC-T2-S-2	74
Figura F. 7 Termograma obtenido por DSC de la muestra EP-M-3%AC-T2-S-1	75
Figura F. 8 Termograma obtenido por DSC de la muestra EP-M-3%AC-T2-S-2	75

INDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 Estudio de casos de materiales	compuestos de matriz	epóxica reforzados con
partículas de carbón activado		

Tabla 2.1 Propiedades de la resina epóxica EPON 828.
Tabla 2. 2 Propiedades del agente de curado DETA. 2
Tabla 2. 3 Especificaciones técnicas de la balanza RADWAG AS 220.R2.
Tabla 2. 4 Especificaciones técnicas del Ultrasonido SONICATOR ULTRASONIO
PROCESSOR S-40002
Tabla 2. 5 Especificaciones técnicas de la bomba de vacío Rocker R3002
Tabla 2. 6 Especificaciones técnicas de la pistola de aire caliente Einhell TH-HA 2000/
Tabla 2. 7 Especificaciones técnicas del horno de vacío THERMO SCIENTIFIC V09140
1
Tabla 2.8 Fracciones volumétricas de carbón activado para cada tipo de compuesto3
Tabla 2. 9 Pesos calculados de cada constituyente que intervienen en el procedimiento a
Tabla 2. 10 Peso de los constituyentes que intervienen en el procedimiento B 2.

Tabla 3. 1 Nomenclatura de los compuestos elaborados. 2	29
Tabla 3. 2 Porcentaje de humedad presente en cada tipo de carbón activado. 3	51
Tabla 3. 3 Estado final de las probetas elaboradas. 3	62
Tabla 3. 4 Resultados de las propiedades mecánicas evaluadas en los materiale	s
compuestos resultantes3	5
Tabla 3. 5 Temperatura de transición vítrea de los materiales compuestos elaborados. .3	8
Tabla 3. 6 Resultados obtenidos del ensayo de densidad especifica y fracción en volume	'n
de vacíos4	0

RESUMEN

Las partículas de carbón activado (CA), son los refuerzos ideales para compuestos de matrices epóxicas, debido a su alta área superficial específica. Para verificar su potencial como refuerzo particulado de origen natural, se elaboraron y caracterizaron compuestos de matriz epóxica con carbón activado. Contenidos del 0.75, 1.5 y 3 %p/p de refuerzo particulado de carbón fueron utilizados con el propósito de evaluar su impacto e influencia en las propiedades térmicas y mecánicas de los materiales obtenidos. Para ello, se elaboraron materiales compuestos aplicando el método de casting y se sometieron a pruebas de flexión, análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) y densidad especifica. Se observó que, el proceso de secado del carbón activado y el medio de dispersión de partículas, desempeñan un papel fundamental en la elaboración de materiales compuestos. La única propiedad mecánica que mejoró fue el módulo de elasticidad en un 7.90 % y 19.60 % para 1.5 y 3 %p/p de carbón activado, respectivamente. La resistencia a la flexión disminuyó en todos los casos hasta un 46.0 %. Del mismo modo, la temperatura de transición vítrea disminuyó en todos los casos hasta un 34.8 %. El carbón activado como refuerzo de matrices termoestables altera la química de las reacciones de curado y las redes tridimensionales de la resina epóxica debido a su estructura porosa. Esto fue verificado a través de la reducción de las propiedades mecánicas y térmicas evaluadas en el presente trabajo.

PALABRAS CLAVE: carbón activado, matriz epóxica, propiedades mecánicas, propiedades térmicas, resistencia a la flexión, tamaño de partícula, módulo de elasticidad, secado, medio de dispersión

ABSTRACT

Activated carbon (AC) particles are ideal reinforcements for epoxy matrix composites, due to their high specific surface area. To verify their potential as particulate reinforcement of natural origin, epoxy matrix composites with activated carbon were elaborated and characterized. Contents of 0.75, 1.5 and 3 % w/w of carbon particulate reinforcement were used in order to evaluate their impact and influence on the thermal and mechanical properties of the materials obtained. For this purpose, composite materials were elaborated by applying the casting method and were subjected to flexural tests, differential scanning calorimetry analysis (DSC) and specific density. It was observed that the activated carbon drying process and the particle dispersion medium play a fundamental role in the elaboration of composite materials. The only mechanical property that improved was the modulus of elasticity by 7.90 % and 19.60 % for 1.5 and 3 % w/w of activated carbon, respectively. The flexural strength decreased in all cases up to 46.0 %. Similarly, the glass transition temperature decreased in all cases up to 34.8 %. Activated carbon as a reinforcement of thermoset matrices alters the chemistry of the curing reactions and the three-dimensional networks of the epoxy resin due to its porous structure. This was verified through the reduction of the evaluated mechanical and thermal properties.

KEYWORDS: Activated carbon, Epoxy matrix, Mechanical properties, Thermal properties, Particle size, Flexural strength, Elastic modulus, Drying process, Dispersion medium.

1 DESCRIPCIÓN DEL COMPONENTE DESARROLLADO

Durante la última década el interés por los materiales compuestos poliméricos preparados con refuerzos naturales se ha incrementado debido a la facilidad de fabricación de piezas de geometrías complejas, bajo costo, alto rendimiento y diversas aplicaciones. Asimismo, se espera que los materiales compuestos poliméricos con refuerzos naturales reduzcan la escasez de energética y la contaminación en un 18 % y 35 %, respectivamente [1]. De la misma forma, este tipo de materiales compuestos tienen una extensiva aplicación en la industria automotriz, electrónica, aeroespacial, alimenticia, entre otros [2], [3]. Los materiales compuestos combinan las propiedades de los constituyentes que lo conforman, de tal manera que se pueden generar componentes con propiedades especificas mejoradas y geometrías complejas [4].

Dentro de los materiales compuestos de matriz epóxica fabricados con refuerzos naturales, el uso del carbón activado como refuerzo ha despertado la atención de varios investigadores [5]. Si bien la resina epóxica posee una larga vida útil, alta resistencia química, bajo costo, elevada resistencia a la flexión y a tracción en comparación otros termoestables, la adición de partículas de carbón activado, un material poroso, con elevada área superficial específica, de naturaleza no abrasiva y baja densidad, podría mejorar las propiedades mecánicas de la resina epóxica. El carbón activado se fabrica a partir de productos derivados de residuos agrícolas, tales como los tallos de maíz, cáscaras de coco, tallos de bambú, entre otros, lo cual representa una ventaja significativa en relación con refuerzos particulados obtenidos por métodos de síntesis química [6].

Dentro de los estudios de los materiales compuestos de resina epóxica y reforzados con partículas de carbón activado, las propiedades son analizadas principalmente por ensayos de flexión, tracción e impacto [5], [7]. Estas propiedades son dependientes del porcentaje en peso del refuerzo, de manera que, un mayor porcentaje en peso se ve reflejado en mayor módulo de elasticidad y resistencia a la tracción [8], hasta alcanzar un valor por encima del cual las partículas de carbón activado son difíciles de dispersar debido a la aglomeración. Un potencial uso de los materiales de matriz epóxica reforzados con carbón activa podría ser el área de recubrimientos, en los cuales se espera mejorar las propiedades mecánicas de las matrices termoestables.

En este caso, el material compuesto estará sujeto a diversas condiciones ambientales, así como diversas cargas y temperaturas. Esto provoca que, los recubrimientos poliméricos sufran deterioros constantes [9]. En vista de lo anterior, los materiales compuestos pueden ser una opción óptima para mejorar las propiedades de los recubrimientos [10].

1

Adicionalmente, varias industrias han desarrollado estudios sobre materiales compuestos como BMW en la producción de recubrimientos poliméricos para asientos a partir de las fibras de coco y Ford en la elaboración de cojines de asientos para automóviles [11], lo cual demuestra el potencial de uso de materiales compuestos reforzados con materiales naturales.

Con base en la literatura, se espera que la adición de carbón activado a la resina epóxica proporcione una mayor resistencia estructural y mejore sus propiedades mecánicas y térmicas [12]. Así, el refuerzo de carbón activado en porcentajes menores al 10 % en peso, mejora la resistencia a la flexión hasta un 16.6 % y el módulo de elasticidad hasta un 65.1 % [13], [14]. Se debe considerar que, la mejora de estas propiedades depende de varios factores, como las fracciones volumétricas de la matriz y el refuerzo, y las propiedades mecánicas de ambos constituyentes. Por otro lado, existen diversas investigaciones que han demostrado que las concentraciones superiores al 10 % de carbón activado, disminuyen un 40 % las propiedades mecánicas, probablemente debido al efecto de aglomeración [15].

El carbón activado se produce en Ecuador, a partir de las fibras de coco y tallos de maíz con métodos de activación fisicoquímicos. Está disponible en varios tamaños (106-500 µm). Sin embargo, su uso ha sido restringido a ciertas aplicaciones como materiales de construcción y purificación de aguas. Por esta razón, se ha identificado una falta de estudios relacionados con la influencia del carbón activado como refuerzo de materiales compuestos de matriz epóxica y su efecto en las propiedades térmicas y mecánicas de los compuestos resultantes. De esta forma, el presente trabajo de integración curricular (TIC) busca incrementar el valor agregado de este material obtenido a partir de recursos agroindustriales de bajo costo.

En este contexto, se propone la elaboración de materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con partículas de carbón activado al (0,75 %, 1.5 %, 3 % y 6 %) en peso, con tamaños de partícula menores a 50 μ m. De esta forma, se prepararon probetas estandarizadas que posteriormente fueron sometidas a ensayos de flexión y análisis térmicos de calorimetría de barrido (DSC, por sus siglas en inglés).

1.1 Objetivo general

Evaluar el efecto de incorporar partículas de carbón activado en las propiedades mecánicas y térmicas de compuestos de matriz epóxica.

1.2 Objetivos específicos

- 1. Definir el tamaño de partícula y porcentaje en peso de carbón activado.
- Preparar materiales compuestos de matriz epóxica con dos tamaños de partículas de carbón activado y con distintos porcentajes en peso de este refuerzo.
- Caracterizar los materiales compuestos preparados a través de ensayos mecánicos y térmicos.

1.3 Alcance

El proyecto consiste en la preparación de materiales compuestos de matriz epóxica, polímero termoestable ampliamente utilizado a nivel industrial, reforzados con partículas de carbón activado, obtenidas a partir de desechos derivados de residuos orgánicos, como es la cáscara de coco de producción nacional. Para ello, fueron seleccionados dos tamaños de partículas de carbón activado considerando la disponibilidad en el país, y se definieron diversos porcentajes en peso de este refuerzo con base en una revisión bibliográfica. Posterior a ello, las partículas de refuerzo fueron dispersadas en la matriz epóxica por medio de la técnica de ultrasonido para obtener los compuestos que fueron moldeados a seguir por el método de casting. Las probetas preparadas fueron caracterizadas mecánicamente a través de ensayos de flexión con el propósito de determinar el módulo de elasticidad, resistencia a flexión y deformación máxima. De la misma manera, las probetas también fueron caracterizadas térmicamente, utilizando la técnica de análisis térmico conocida como calorimetría diferencial de barrido (DSC), con el fin de identificar la temperatura en la que ocurre la transición vítrea. De esta manera, el análisis de resultados permitió validar la selección del tamaño de partícula de carbón activado, así como su respectivo porcentaje en peso y su efecto en las propiedades mecánicas y térmicas de la matriz epóxica.

1.4 Marco teórico

1.5 Materiales compuestos de matriz polimérica termoestable

Los materiales compuestos de matriz termoestable se producen a partir de la unión de dos o más fases insolubles y químicamente diferentes entre sí. Estos materiales se caracterizan por exhibir propiedades específicas que superan la de cada uno de sus constituyentes, a través de una interacción sinérgica. Se componen por una fase continua, también conocida como matriz, que presenta un mayor porcentaje en peso y una fase dispersa de menor porcentaje en peso, también denominada refuerzo, como se exhibe en la Figura 1.1 [16], [17].



Figura 1. 1 Elementos que constituyen un material compuesto (Adaptado de [18]).

La matriz polimérica termoestable (fase continua), se caracteriza por su capacidad de mantener su forma después de atravesar un proceso de curado y post-curado. La matriz desempeña funciones esenciales en el interior del compuesto como: distribuir equitativamente las cargas aplicadas al material y transferirlas de forma uniforme al refuerzo, preservando su orientación y disposición [19]. Por otro lado, el refuerzo (fase dispersa), confiere las propiedades funcionales a la matriz (físicas, térmicas, eléctricas, mecánicas, magnéticas, etc.), a través de la superficie de contacto denominada interfaz [20].

Durante el proceso de curado, los polímeros termoestables producen una reacción exotérmica (liberación de calor), que resulta en una reticulación tridimensional de las cadenas poliméricas, formando una estructura insoluble, rígida y de alta estabilidad dimensional [21]. Las propiedades finales que adquiera el material compuesto dependerán exclusivamente del tipo de refuerzo, cantidad, tamaño, orientación, grado de dispersión, morfología, así como, del método de fabricación y proceso de curado. Las resinas

termoestables más utilizadas como matriz a nivel industrial son: epóxica, fenólica y poliésteres insaturados. La resina epóxica es la principal matriz de referencia, debido a que, no emite subproductos volátiles durante el proceso de curado a temperatura ambiente y post-curado a temperaturas elevada [17], [22].

Los materiales compuestos de matriz polimérica termoestable son ampliamente utilizados en las industrias aeronáutica, automotriz, naval y aeroespacial, ya que presentan una alta relación resistencia-peso y bajos costos de producción. Su aplicación fundamental en cada una de estas áreas es la protección de componentes mecánicos por efectos corrosivos, y abrasivos [23].

1.5.1 Nanocompuestos de matriz polimérica termoestable

Los compuestos se clasifican según la naturaleza del refuerzo utilizado, es decir, si es reforzado con nanopartículas, partículas o fibras. Los materiales multifacéticos que son reforzados con partículas que poseen al menos una de sus dimensiones en la escala nanométrica (1 - 100 nm), se consideran nanocompuestos [20], [24]. Este tipo de materiales presentan elevadas propiedades físicas, mecánicas y térmicas en comparación a los materiales compuestos convencionales (microcompuestos), debido a su alta interacción interfacial como resultado de la elevada área superficial específica de las nanopartículas. Sin embargo, las nanopartículas suelen aglomerarse precisamente para reducir su alta área superficial específica, lo cual dificulta su dispersión homogénea a lo largo de la material compuesto resultante [25].

En la actualidad, el interés por los nanocompuestos poliméricos ha despertado el interés de la comunidad científica, debido al incremento de las propiedades mecánicas para bajas fracciones en peso de refuerzo, usualmente menores al 5 % en peso [14]. Este aumento en las propiedades del material compuesto se genera en función del porcentaje en peso del refuerzo. Sin embargo, sobre el porcentaje de refuerzo óptimo, las propiedades del compuesto resultante tienden a disminuir drásticamente.

1.6 Resina Epóxica

La resina epóxica es un compuesto prepolimérico o también conocido como oligómero de bajo peso molecular, que presenta una estructura química formada por varios grupos funcionales epóxicos, ver Figura 1.2 [22]. Los oligómeros presentan la capacidad de transformarse en un polímero termoestable mediante un proceso de curado. La resina

epóxica, es considerada un polímero de adición, debido a que no produce subproductos volátiles en el transcurso de su proceso de curado [26], [27].



Figura 1. 2 Grupo Funcional epóxido [16].

La diglicidil éter de bisfenol-(A), cuyas siglas son (DGBEA) por sus siglas en inglés, es la resina epóxica más utilizada en la elaboración de materiales compuestos, como consecuencia de su gran capacidad para interactuar con diferentes agentes de curado. Forma parte de los oligómeros bifuncionales, ya que su comportamiento y propiedades dependen de la repetición de (n) unidades en toda su estructura química, como se observa en la Figura 1.3 [21], [27].



Figura 1. 3 Estructura química del diglicidil éter de bisfenol-(A) (DGBEA) [Adaptado de[28]].

La resina epóxica se ha convertido en uno de los materiales en constante desarrollo debido a su amplio campo de aplicaciones, donde se requiere una alta dureza y resistencia a elevadas temperaturas. Entre las diversas aplicaciones de este prepolímero, se destacan las aplicaciones ingenieriles. Así, por ejemplo, en la industria de la electrónica, la resina epóxica se utiliza como rellenos y encapsulantes de los circuitos electrónicos internos en dispositivos como celulares, ordenadores o juegos de video, etc. [7]. Otro sector que también ha hecho un uso extensivo de este termoestable es el sector aeroespacial, esta industria utiliza la resina epóxica como adhesivo de alto rendimiento para unir componentes mecánicos de diferentes materiales. Adicionalmente, se utiliza como recubrimientos protectores para componentes aeroespaciales debido a su alta capacidad anticorrosiva y no abrasiva [16].

De la misma forma en el área de recubrimientos, la resina epóxica de utiliza como película anticorrosiva de alta resistencia para recipientes, válvulas y tuberías metálicas para transporte de fluidos, esto debido a su alta resistencia anticorrosiva y fácil adhesión a sustratos [12]. Por otro lado, en la industria alimenticia la resina también se utiliza comúnmente para preservar alimentos envasados en recipientes metálicos que requieren de recubrimientos que eviten el contacto directo entre los alimentos y el recipiente, en este caso, la resina epóxica se utiliza como una fina lamina de protección [11], [29].

En la industria naval, se utiliza ampliamente en estructuras metálicas offshore ya que, al estar en constante contacto con el agua, requieren de recubrimientos anticorrosivos que no afecten al ecosistema marino, convirtiendo así a la resina epóxica como el principal recubrimiento naval [9].

Estas aplicaciones son posibles debido a la extensa vida útil y estabilidad química de la resina epóxica. Sin embargo, debido a su naturaleza esencialmente frágil y quebradiza, es indispensable incorporar un refuerzo particulado a la matriz, con la finalidad de mejorar sus propiedades mecánicas e incrementar sus campos de aplicación a nivel industrial.

1.6.1 Agentes endurecedores

Los agentes endurecedores o de curado son sustancias químicas que se integran a las redes estructurales poliméricas de la resina epóxica, para formar la red tridimensional en el proceso de curado [30]. Debido al comportamiento multifuncional de la resina epóxica, versatilidad y estabilidad química, su proceso de curado se puede efectuar con varios agentes según el tiempo y temperatura de curado. Existen diversos tipos de agentes endurecedores como aminas, amidoaminas, poliamidas, polisulfuros, anhídridos o ácidos [27], [31]. Las aminas son el agente de curado ampliamente empleado en la industria debido a su elevada reactividad química y facilidad para formar estructuras epóxicas tridimensionales compactas entre los átomos de hidrógenos activos que integran los grupos amina. Las aminas se clasifican en: alifáticas (primarias), aromáticas (secundarias) y cicloalifáticas (terciaria) [30].

La dietilentriamina (DETA), es un agente de curado de tipo alifático primario ampliamente utilizado con la resina epóxica del tipo DGEBA, debido a su comportamiento multifuncional. La Figura 1.4 exhibe la representación gráfica de su estructura química y la disposición de

7

átomos de hidrógenos activos disponibles para enlazar los grupos epóxicos propios de la resina.



Figura 1. 4 Molécula de dietilentriamina (DETA) [32].

1.6.2 Polimerización de la resina epóxica

La polimerización de la resina epóxica es producto de la reticulación de los grupos epóxicos presentes a lo largo de la estructura química de la resina y el agente de curado como poliácidos, aminas o fenoles [21]. Como se observa en la Figura 1.5, la molécula de DGEBA presenta grupos funcionales de tipo polar como: epóxicos, hidroxilos y éter a lo largo de su estructura química, por esta razón, exhibe un comportamiento hidrofílico. La reticulación completa de la molécula se consigue cuando se establecen enlaces covalentes cruzados entre los grupos epóxicos y los agentes de curado [30], [33]. Es importante mencionar que agente endurecedor provoca cambios irreversibles en la resina epóxica e incide de forma directa sobre las propiedades mecánicas y químicas resultantes.



Figura 1. 5 Grupos polares presentes en la resina epóxica [34].

Durante el proceso de reticulación, se genera una ruptura de cada enlace covalente existente entre los átomos de carbono y oxígeno (C-O) presentes en cada grupo funcional epóxico. De inmediato, se forma un nuevo grupo funcional entre los átomos de carbono e hidrógeno (-CH₂) capaz de interactuar con el agente endurecedor DETA (Figura 1.6) [35]. De este modo, se crean entre los átomos de carbono y nitrógeno nuevos enlaces covalentes (ver Figura 1.7).



Figura 1. 6 Formación de enlaces covalentes de C-O de los grupos epóxicos (Adaptado de [32]).

Como se observa en la Figura 1.7, los enlaces covalentes producidos enlazan una molécula de DETA con cinco moléculas de DGEBA



Figura 1. 7 Estructura química de las moléculas de (DGEBA) y (DETA) [36].

La resina epóxica alcanza su reticulación completa y desarrollo de propiedades finales durante un proceso de post-curado. Es importante mencionar que, durante este proceso no se forman subproductos volátiles, lo cual convierte a la resina epóxica reticulada en un polímero termoestable de baja densidad, alta temperatura de transición vítrea (T_g) , químicamente estable y de altas propiedades mecánicas. Por estas razones, la resina epóxica es uno de los materiales de preferencia en aplicaciones ingenieriles como recubrimientos y adhesivos estructurales, marítimos, navales y aeroespaciales [31], [37], como se mencionó en la sección anterior.

1.7 Etanol y su papel como medio de dispersión de material particulado.

El etanol conocido también como alcohol etílico, es un compuesto químico orgánico de tipo alifático, cuya estructura presenta un grupo funcional carboxilo como se exhibe en la Figura 1.8. El etanol este compuesto por cadenas de átomos de carbono enlazados con un grupo funcional hidroxilo. Este grupo funcional confiere al etanol la capacidad de disolver otros tipos de compuestos polares [38].



Figura 1.8 Estructura química de la molécula de etanol (Adaptado de [39]).

El etanol es ampliamente utilizado en la industria química, farmacéutica y mecánica debido a su amplia versatilidad. Una de sus principales aplicaciones es la síntesis de polímeros y dispersión de partículas [39]. El etanol disuelve los precursores poliméricos antes de la polimerización y facilita la mezcla uniforme de sus constituyentes. Adicionalmente, actúa como medio de dispersión de partículas en una etapa previa a la incorporación a la matriz para reducir el grado de aglomeración del material particulado y facilitar la posterior dispersión a lo largo de la matriz [38].

1.8 Refuerzos particulados de origen natural

Actualmente, la elaboración de materiales compuestos con matrices termoestables ha sido motivada por la incorporación de refuerzos particulados de origen natural. El fundamento principal de emplear refuerzos de origen natural es que, el refuerzo aporte y mejore las propiedades iniciales de la matriz en bajas proporciones volumétricas, de modo que, se conserve su densidad, aumente su relación costo-beneficio y reduzca el consumo energético [21]. Por esta razón, las partículas de origen natural utilizadas como refuerzo constituyen una alternativa ideal y sustentable para elaborar materiales más ligeros, con mejores propiedades mecánicas, químicas y de bajo consumo energético, en contraste con los refuerzos convencionales como las partículas cerámicas [40].

Adicionalmente, durante la selección del refuerzo particulado es indispensable asegurar una dispersión homogénea del refuerzo sobre la matriz y garantizar una correcta interacción interfacial [41]. Para ello, se debe mejorara la compatibilidad entre los constituyentes, la cual aumenta cuando la matriz y el refuerzo exhiben la misma naturaleza química, en otras palabras, ambos componentes deben ser polares (hidrofílicos) o apolares (hidrofóbicos) [42].

De acuerdo con la literatura, algunas partículas de origen natural que han sido postuladas como candidatas para reforzar matrices de resina epóxica son: a) nanopartículas de carbón activado, b) carbonato de cascara de nuez, c) carbonato de cascara de huevo, d) nanopartículas de arenas ferrotitaniferas ecuatorianas (FS).

Las propiedades mecánicas que exhiben los materiales compuestos que emplean como refuerzo el carbón activado se presentan detalladamente en la Sección 1.11 del presente trabajo. Es importante mencionar que, el carbón activado elaborado a partir de las fibras de coco ha despertado la atención de la comunidad científica debido a la mayor área superficial específica, alto grado de microporosidad y alta capacidad de adsorción a diferencia otros refuerzos [43], [44], [45].

Con base en lo expuesto previamente, para el desarrollo del presente TIC, el refuerzo seleccionado para mejorar las propiedades de la matriz epóxica es el carbón activado derivado de las fibras de coco.

1.9 Carbón Activado

El carbón activado está constituido principalmente de carbón (C), naturalmente combinado en pequeñas cantidades con hidrógeno (H), nitrógeno (N), oxígeno (O) y cenizas minerales, como se muestra en la Figura 1.9. Las cenizas minerales presentes en el tipo de carbón activado provienen de la materia orgánica de fabricación [46].



Figura 1.9 Estructura química del carbón activado [46].

La red tridimensional de enlaces covalentes que forman los átomos de carbón con los átomos de oxígeno genera una estructura porosa y de alta área superficial, provocando la alta capacidad de adsorción de moléculas de otros materiales [29], [46].

1.9.1 Proceso de obtención del carbón activado

El carbón de origen orgánico se obtiene de residuos derivados de materias agrícolas tales como: la cáscara de coco, la cáscara de arroz, tallos de maíz, cáscara de almendra, tallos de bambú, entre otros. Una vez seleccionados los residuos agrícolas son secados, triturados o molidos, carbonizados, activados, enfriados y tamizados, (ver Figura 1.10) [47], [48].



Figura 1. 10. Proceso de obtención del carbón activado (Adaptado de [33]).

Los residuos orgánicos se encuentran ampliamente distribuidos en las regiones tropicales y subtropicales de todo el mundo, específicamente en Filipinas, China, Jamaica, Tailandia, Republica Dominicana, Vietnam, India, Fiji, Indonesia, Samoa y Australia. A partir de las regiones productoras de residuos orgánicos se puede extraer la cascara de arroz y coco [49]. El carbón activado de origen orgánico se utiliza en refuerzos de materiales compuestos, filtros de aire y ventilación, recubrimientos de automóviles, purificadores de agua, aplicaciones medioambientales, químicas y mecánicas, debido a su alta microporosidad, bajo contenido de cenizas, alta reactividad y solubilidad en agua [50].

Las regiones tropicales de Sudamérica también presentan grandes reservas de residuos orgánicos y producción de carbón activado en países como: Brasil, Perú, Ecuador, Colombia, Venezuela y Bolivia. Sin embargo, en la actualidad existe una baja cantidad de estudios en la literatura sobre su composición, aplicaciones, valoración económica y viabilidad de explotación [51].

De manera general, existen dos métodos diferentes de activación, los cuales corresponden a un proceso físico y un proceso químico. La activación física, implica la carbonización de residuos orgánicos a temperaturas elevadas entre 800 °C y 1100 °C en presencia de agentes oxidantes en estado gaseoso como el dióxido de carbono. Por otro lado, la activación química consiste en la mezcla de residuos orgánicos con agentes químicos mediante un proceso de pirolisis que varía entre 400 °C y 600 °C sin presencia de aire [52].

La composición del carbón activado varía según la materia orgánica, proceso de activación, temperatura y tiempo, ya que, durante su activación, la interacción con otros elementos afecta su estabilidad química y capacidad de adsorción [53].

1.9.2 Tamaño de partícula y activación del carbón

El carbón activado presenta diversos tamaños de partícula según su método de activación, es importante mencionar que, la temperatura de activación ya sea, en un proceso de activación físico o químico es un factor determinante para obtener un tamaño de grano especifico [54]. Los procesos de activación que varían entre 500 y 700 °C producen un tamaño de partícula entre 26 µm y 51 µm. Por otro lado, la activación entre temperaturas de 900 a 1000 °C produce partículas con tamaños variables entre 60 µm y 96 µm. Finalmente, los procesos de activación química a temperaturas elevadas o superiores a los 900 °C generan tamaños de partículas superiores a las 500 µm debido a los agentes químicos utilizados durante el proceso de activación [55]. En la Figura 1.11 se exhben las curvas de temperatura de activación y su relación con el tamaño de partícula.



Figura 1. 11 Curva de temperatura de activación y tamaño de partícula del carbón activado [56].

El carbón activado presenta diversas propiedades las cuales varían según el tamaño de partícula, entre ellas se destacan la elevada área superficial específica, naturaleza no abrasiva, baja densidad y alta porosidad. Sin embargo, la eficacia y propiedades del carbón activado dependen en gran medida de los precursores, activadores y técnicas de producción utilizadas durante su elaboración. Es importante mencionar que, durante el proceso de activación del carbón activado la elevada área superficial específica, la capacidad de adsorción y la energía superficial aumentan de manera considerable y los espacios entre las partículas de carbono pueden desempeñar un papel catalítico. Los sitios activos, facilitan la reabsorción de reactivos y, por ende, aceleran la reacción de curado al tener contacto con el agente endurecedor [57]. Por lo tanto, el carbón activado, puede actuar como catalizador durante el proceso de curado.

1.10 Métodos de preparación de compuestos de matriz polimérica termoestable

Los métodos para elaborar compuestos de matriz polimérica están directamente condicionados por la matriz, la interfaz, el refuerzo y la técnica de moldeo empleada como compresión, transferencia de resina, proceso de reticulación e inyección (manual o rotacional) [58].

Existen casos como el de Hu [56] y Pervin [59], en los cuales, los refuerzos particulados nanométricos o submicrónicos, a base de óxidos sufren aglomeraciones. Los aglomerados se producen por varias razones, entre las más importantes se destaca su alta área superficial específica y el proceso de sinterizado de partículas cerámicas. De manera particular, la elevada área superficial específica del refuerzo provoca una gran superficie de contacto con la matriz, es decir, incrementa la interfaz, siempre y cuando las partículas se encuentren bien dispersas en la matriz [60].

Con el objetivo de controlar estos efectos, se deben emplear métodos que permitan dispersar homogéneamente las partículas a lo largo de la matriz y reducir el tamaño de los aglomerados, tales como: agitadores mecánicos, sondas de ultrasonido o molinos de bolas [61].

Es importante mencionar que, a escala de laboratorio, el ultrasonido es método más empleado debido a su alta eficiencia. El método de ultrasonido consiste básicamente en propagar las ondas acústicas de mediana y alta intensidad en un medio líquido, en este caso la matriz epóxica [62]. Las oscilaciones generadas por las ondas ultrasónicas generan fuerzas mecánicas que tienen la capacidad de superar las fuerzas de atracción existentes entre las nanopartículas, llevando a cabo su desaglomeración. La representación esquemática de este proceso de dispersión mediante una sonda ultrasonido se observa en la Figura 1.12.



Figura 1. 12 Dispersión de partículas por ultrasonido [26].

1.10.1 Procesamiento de compuestos de matriz epóxica

De acuerdo con lo mencionado en la sección anterior, existen varios métodos que son empleados para preparar materiales compuestos de matriz epóxica con refuerzos particulados de origen natural. Sin embargo, dentro de estas opciones, la técnica de moldeo manual o también conocida como casting (verter el compuesto final en el molde), resulta superior a las demás técnicas de conformado debido a su fácil implementación, amplia diversidad de geometrías y bajo costo de inversión. Por otro lado, durante la elaboración y preparación de los materiales compuestos pueden surgir problemas como grietas internas, puntos fríos o de vacío y formación de burbujas. Considerando esto, es indispensable disponer de equipos que aborden estos problemas: a) dispersión del refuerzo particulado en toda la matriz epóxica, para ello se emplea la sonda ultrasónica, y b) desgasificación del compuesto utilizando cámaras de vacío y pistolas de calor [63], [64].

Es importante mencionar que, el uso de la sonda ultrasónica produce ondas acústicas de baja y alta presión, las mismas que generan un aumento en la temperatura del material (matriz polimérica) y pueden disminuir considerablemente sus propiedades. Por ello, para reducir este impacto en el material, se emplean baños de hielo o mezclas frigoríficas durante la sonicación [65].

1.11 Métodos experimentales para determinar las propiedades mecánicas y térmicas de materiales compuestos con matriz epóxica

Los materiales compuestos exhiben mejores propiedades en comparación a cada uno de sus constituyentes. Por esta razón, para determinar, evaluar y comparar sus propiedades mecánicas y térmicas, se emplean métodos experimentales de caracterización mecánica y térmica. Las pruebas estandarizadas generan en los resultados obtenidos la fiabilidad necesaria para elaborar controles de calidad y especificaciones técnicas [27].

1.11.1 Ensayo de flexión

El ensayo de flexión es un método comúnmente empleado para la caracterización mecánica, con el fin de evaluar propiedades como la resistencia a la flexión, módulo de Young y deformación unitaria de un material. En el contexto de los materiales compuestos con matriz polimérica, se realizan pruebas de flexión conforme a la norma ASTM D790-17, empleando una máquina universal de ensayos [27]. Esta norma define las dimensiones,

geometría específica y las tolerancias aceptables que deben presentar las muestras para ser aceptadas o rechazadas. Adicionalmente, las probetas no deben presentar defectos superficiales como poros, socavamientos o anomalías como burbujas, que afecten los resultados del ensayo. El ensayo de flexión en tres puntos implica la disposición de la probeta sobre dos puntos de apoyo o soportes, seguido por la aplicación de una carga de compresión sobre la superficie de la probeta [26]. En la Figura 1.13 se muestra un esquema de la máquina universal de ensayos empleada en ensayos de flexión de tres puntos.



Figura 1. 13 Máquina universal de ensayos y esquema de prueba de flexión en tres puntos [26].

La máquina universal opera a una velocidad de 0.01mm/min y 0.10 mm/min para materiales con baja y alta deformación, respectivamente. Asimismo, registra la carga aplicada para deformar la probeta hasta que alcance un máximo del 5% de deformación o se produzca su fractura [66]. Los datos de deformación y carga se registran en la computadora conectada a la máquina universal de ensayos, con el objetivo de elaborar una gráfica de esfuerzo-deformación similar al que se presenta en la Figura 1.14.



Figura 1. 14 Curva típica de esfuerzo vs deformación para materiales termoestables [18].

Con el objetivo de cuantificar y evaluar la información obtenida de la curva esfuerzodeformación, la norma ASTM D790-17 establece las ecuaciones 1, 2, 3, 4 para calcular la deformación de la probeta, velocidad de carga, módulo de Young y resistencia la flexión respectivamente. Estas ecuaciones se detallan a continuación:

Deformación en la probeta (ε), requiere de parámetros dimensionales como: deformación máxima en el centro de la probeta (D), espesor de la probeta (d) y la distancia entre apoyos (L). Todos los valores dimensionales se expresan en mm, y se calculan empleando la Ecuación 1.

$$\varepsilon = \frac{6 \cdot D \cdot d}{L^2}$$

Ecuación 1. Deformación en probetas.

De la misma forma, la velocidad de carga (V) depende, adicionalmente de los parámetros dimensionales, de un factor importante como es la velocidad de deformación (Z), y se calcula con la siguiente ecuación:

$$V = \frac{Z \cdot L^2}{6 \cdot d}$$

Ecuación 2. Velocidad de carga.

Asimismo, el módulo de Young (E), se calcula a partir de la pendiente de la curva esfuerzo vs deformación (m) y los parámetros dimensionales de las probetas a ensayar, acorde a la Ecuación 3:

$$E = \frac{L^3 \cdot m}{4 \cdot b \cdot d^3}$$

Ecuación 3. Módulo de Young.

Finalmente, el esfuerzo en el punto medio (σ_f), depende exclusivamente de la carga aplicada (*F*) y los parámetros dimensionales de las probetas, como se indica en la Ecuación 4:

$$\sigma_f = \frac{3 \cdot F \cdot L}{2 \cdot b \cdot d^2}$$

Ecuación 4. Resistencia a la flexión.

1.11.2 Ensayo de densidad y gravedad específica de materiales compuestos

La identificación del nivel de homogeneidad en materiales compuestos y la detección de posibles vacíos, es decir, porosidades internas originadas durante el proceso de curado y el método de procesamiento, son posibles a través de la evaluación de la densidad y gravedad específica (también llamada densidad relativa). Estas propiedades físicas se establecen mediante el ensayo de densidad según la norma ASTM D792-20, que implica la medición de la masa de una muestra en condiciones de aire, su inmersión en un líquido y la determinación de la masa aparente posterior a la inmersión [26].

La norma ASTM D792-20 presenta dos enfoques y sus correspondientes procesos, los cuales se seleccionan según las circunstancias del ensayo como son: a) el análisis de sólidos en agua y b) la evaluación de sólidos en un líquido distinto al agua, especialmente diseñado para materiales susceptibles al agua o con una densidad inferior a la misma. Ambos métodos deben llevarse a cabo bajo las siguientes condiciones: a) condiciones ambientales entre 21 °C y 23 °C, b) humedad relativa con tolerancias de 61 °C y 65%, c) temperatura del medio líquido entre 21 °C y 25 °C, y d) condiciones de la muestra con dimensiones de 1mm por cada 1g de peso, con un volumen mínimo de 1cm³ y una superficie con bordes lisos [27].

En la Figura 1.15 se exhibe el conjunto de herramientas esencial para llevar a cabo la evaluación de densidad, que incluye: a) una balanza analítica, b) termómetro, c) soporte del termómetro, d) recipiente de vidrio, e) soporte para el recipiente, f) pedestal y g) portamuestras [27].



Figura 1. 15 Equipo empleado para ensayos de densidad [26].

1.11.3 Análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC)

El análisis de calorimetría diferencial de barrido o (DSC, por sus siglas en inglés), implica exponer una muestra, así como un material de referencia, a un flujo controlado de calor, modificando la velocidad de calentamiento o enfriamiento. Se utiliza para determinar la temperatura de transición vítrea (T_g) de estos materiales con base en un monitoreo constante de la energía absorbida, los cambios termodinámicos experimentados en el material y la obtención de la curva termogravimétrica. La Figura 1.16 exhibe el método grafico para determinar la T_g de los materiales resultantes, así como la relación existente entre la temperatura y el flujo de calor que experimenta el material [67].



Figura 1. 16 Diagrama de DSC y determinación de la T_g [68].

1.11.4 Análisis termogravimétrico (TGA)

La termogravimetría (TGA) se emplea como una técnica analítica en diversos ámbitos de la investigación científica para explorar la composición y las propiedades térmicas de materiales. Este método implica la medición de los cambios en la masa de una muestra en relación con la temperatura o el tiempo, sometiéndola a un programa de calentamiento controlado [69]. Este ensayo analiza la estabilidad térmica de un material mediante la medición de sus cambios gravimétricos, es decir, las variaciones de masa, en función de la temperatura en una atmósfera controlada. Dichas alteraciones de masa pueden estar relacionadas con procesos como la degradación, oxidación y liberación de componentes volátiles, dependiendo de la naturaleza del material. En el caso del presente trabajo, esta técnica de caracterización fue realizada con el propósito de determinar el porcentaje de humedad presente en el carbón activado, como se indicará posteriormente en la sección 2.3.2, de la Metodología [70].

1.12 Estudios de casos de materiales compuestos de matriz polimérica reforzados con carbón activado.

El material más utilizado como matriz de materiales compuestos es la resina epóxica debido a su larga vida útil, alta resistencia química, ausencia de emisión de subproductos volátiles, bajo costo, alta resistencia a la flexión y tracción en comparación a otros termoestables. Con el objetivo de mejorar las propiedades mecánicas y térmicas, se ha propuesto la incorporación de un refuerzo de origen natural como una solución eficaz. Es importante mencionar que, estas propiedades dependen de factores como: a) dimensiones, b) geometría de las partículas de refuerzo, c) grado de dispersión y d) interacción interfacial de sus componentes (matriz y refuerzo). En este contexto, se consideró la implementación de partículas de carbón activado proveniente de las fibras de coco, debido a su elevada área superficial (1000 m²/g), baja densidad, alta rigidez y compatibilidad [18], [55].

La Tabla 1.1 recopila información de las propiedades mecánicas de materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con partículas de carbón activado. Además, se exhiben los valores cuantificados de las propiedades mecánicas y térmicas evaluadas según la fracción de refuerzo empleado.

Tipo de resina epóxica	Tipo de agente de curado	Porcentaje en peso de agente de curado	Temperatura de secado [°C]	Materia orgánica del refuerzo	Tamaño de partícula [µm]	*Contenido de refuerzo [%p/p]	Módulo de Young (GPa)	Resistencia a la flexión (MPa)	Resistencia a la tracción (MPa)	Temperatura de transición vítrea (°C)	Variación del módulo de Young respecto a la matriz	Ref
Sikadur 52	DETA	-	N/A	Cáscara de manzana	14.74	0	1.01	37.87	21.34	147.76	0	[58]
						5	1.945	45.89	25.3	151.39	↑ 14	
						10	1.539	26.09	23.304	162.13	↓ 12	
						15	2.902	41.65	-	177.48	↓ 15	
DGEBA	IPD 8161	12:100	220	Cáscara de coco	>38	2	1.97	33.67	32.46	88	↑ 6.27	- [24]
						4	2.62	35.53	27.89	102	↑ 12.74	
						6	3.08	-	21.77	89	↓ 7.35	
						8	4.74	-	17.56	78	↑ 3.45	
105-B	206-B	8:100	180	Palma de almendra	>300	25	7.84	48,76	5.06	-	1 9.27	[59]
						30	9.1	56,89	-	-	13.74	
						35	7.56	54.76	-	-	↓ 5	
LY 5052	LY Aradur 5052	12:100	190	Tallos de maíz	>300	0	2.26	52.06	56.07	-	0	[70]
						1	2.47	54.59	64.65	-	↑ 8.10	
						2	2.5	50.01	59.02	-	↑ 11.14	
						3	2.19	-	-	-	↓ 6.29	
DER 331	905-3S	-	N/A	Cascara de banana	>400	0	1.6	69.4	49.98	62.11	0	[44]
						1	1.67	74.9	-	65.23	↑ 5.74	
						3	1.72	62.6	-	65.58	↓ 3.57	
						5	1.93	77.5	-	67.01	↑ 9.74	

 Tabla 1.1 Estudio de casos de materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con partículas de carbón activado.

[Fuente: propia].
2 METODOLOGÍA

El esquema representado en la Figura 2.1 exhibe la metodología implementada para la preparación de materiales compuestos y la posterior caracterización mecánica y térmica desarrollada en el presente trabajo.



Figura 2. 1 Metodología implementada [Fuente: propia].

2.1 Materiales y equipos

2.1.1 Resina Epóxica

El material utilizado como matriz epóxica para el presente trabajo es conocido comercialmente como EPON 828. Este tipo de resina es de tipo diglicidil éter de bisfenol-(A) o epiclorhidrina (DGEBA), cuya estructura química se indicó previamente en la Figura 1.3. La resina EPON 828 (ver ANEXO I), en estado líquido, es bifuncional y se caracteriza por su transparencia y propiedades mecánicas, adhesivas, anticorrosivas, dieléctricas y químicas, que sobresalen en relación con otras resinas epóxicas. De hecho, esta resina se emplea en el campo aeroespacial. Esta resina fue donada por la empresa HEXION Inc. situada en Ohio, Estados Unidos [71].

Las propiedades de la matriz epóxica se representan en la Tabla 2.1:

Propiedad	Dimensión	Valor/Rango
Resistencia a la tracción	[MPa]	69
Módulo de Young	[MPa]	2750
Resistencia al corte	[MPa]	41
Resistividad por volumen	[ohm/cm]	1X10 ⁶
Peso (por epóxido)	[g/eq]	185-192
Viscosidad	[Pa·s]	110-150
Densidad	[lb/gal]	9.7

Tabla 2.1 Propiedades de la resina epóxica EPON 828.

Fuente: [71].

2.1.2 Agente de Curado

El agente de curado dietilentriamina (DETA) seleccionado, tiene el nombre comercial de EPIKURE 2332 (ANEXO II), forma parte del grupo de aminas alifáticas. Esta amina líquida, presenta una alta reactividad química al combinarse con el EPON 828, lo que incrementa notablemente sus propiedades mecánicas, térmicas y químicas durante la reticulación. Para implementar el proceso de curado, se consideró inicialmente las especificaciones otorgadas por el fabricante, tomando así una relación de 12 a 100 (EPIKURE 2332/ EPON 828), respectivamente, la cual será modificada según se explica en la sección 3.2 [72].

A continuación, la Tabla 2.2 exhibe las propiedades del agente de curado utilizado.

Tabla 2.	2	Propiedades	del	agente	de	curado	DETA.

Propiedad	Dimensión	Valor/Rango
Resistencia a la tracción	[MPa]	76
Módulo de Young	[MPa]	3200
Resistencia al impacto	[J/m]	26
Viscosidad	[Pa⋅s]	0.76

Fuente: [72].

2.1.3 Carbón activado

En el presente trabajo se emplearon tres muestras de carbón activado de distintos tamaños de partícula. La primera y segunda muestra fueron de la marca ecuatoriana Wild Coast Organics (ver ANEXO III). La primera muestra tuvo un tamaño de partícula de 37 μ m - 100 μ m, que fue obtenido por el método de tamizaje, utilizando el equipo mostrado en la Figura 2.2. La fracción utilizada correspondió al material que pasó por un tamiz malla 400.

La segunda muestra fue obtenida a través de molienda en seco, empleando un molino planetario de bolas marca RETSCH-PM400, con una relación másica bolas: carbón activado de 20:1, y un tiempo de 9 min. La separación granulométrica fue realizada utilizando el equipo de tamizado RETSCH-AS200, mostrado en la Figura 2.2.



Figura 2. 2 a) Molino planetario de bolas RETSCH-PM400, y b) equipo de tamizado RETSCH-AS200 [Fuente: propia].

Finalmente, la tercera muestra de carbón activado fue de la marca BDH Company (ANEXO IV), empresa inglesa, cuyo tamaño de partícula fue de 200 µm - 500 µm, tamaño que fue verificado por el método de tamizaje, utilizando el mismo equipo mencionado anteriormente, con un tamiz malla 400.

En el ANEXO V se muestras imágenes de microscopia electrónica de barrido de las tres muestras de carbón analizadas. Las micrografías fueron obtenidas en un equipo ASPEX-PSEM eXpress.

2.1.4 Moldes de acrílico

Los moldes empleados para la elaboración de las probetas en el presente trabajo constan de una base y dos soportes tipo "L" a 90°, fabricados en acrílico. Se seleccionó el acrílico como material para los moldes debido a su facilidad de desmontaje y alta resistencia térmica. Se debe mencionar que, los moldes utilizados fueron elaborados bajo la norma ASTM D792-20, la misma que define las dimensiones geométricas que se muestran en el ANEXO VI, así como las condiciones para efectuar los ensayos de flexión. En la Figura 2.3, se exhibe una representación gráfica del molde empleado.





2.1.5 Balanza analítica

Para definir el %p/p de matriz epóxica (EPON 828), agente de curado (EPIKURE 2332) y carbón activado utilizado para el desarrollo del presente trabajo, se empleó una balanza analítica de marca RADWAG AS 220.R2. La Figura 2.3 muestra una fotografía del equipo y en la Tabla 2.4, describen las características técnicas.



Figura 2. 4 Balanza analítica RADWAG AS 220.R2 [73].

Tabla 2. 3 Especificaciones técnicas de la balanza RADWAG AS 220.R2.

Especificaciones técnicas	Unidad	Valor
Capacidad máxima	[gr]	220
Capacidad mínima	[gr]	10
Rango de Tara	[gr]	-220
Tiempo de estabilización	[s]	2

Fuente: [73].

2.1.6 Ultrasonido

En la sección 1.10 se explicó la importancia del método de ultrasonido y su eficiencia para homogeneizar la mezcla de la matriz y el refuerzo. Por esta razón, el equipo empleado para dispersar las partículas de carbón activado en la matriz epóxica es el SONICATOR ULTRASONIC PROCESSOR S-4000 de la empresa MISONIX, Inc, Nueva York. La Figura 2.5, muestra la representación gráfica del equipo y sus componentes, y la Tabla 2.4 presenta las características técnicas del equipo [74].



Figura 2. 5 Ultrasonido SONICATOR ULTRASONIC PROCESSOR S-4000 [74].

Tabla 2. 4 Especificaciones técnicas del Ultrasonido SONICATOR UI	TRASONIC
PROCESSOR S-4000.	

Especificaciones técnicas	Unidad	Valor
Voltaje de entrada	[V]	100-120
Peso	[Kg]	6.1
Frecuencia de salida	[KHz]	20
Frecuencia de entrada	[Hz]	50-60

Fuente: [74].

2.1.7 Bomba de vacío

Para el proceso de eliminación de burbujas en las probetas preparadas se implementó un sistema de vacío. En este caso, se utilizó un desecador SIMAX como cámara de vacío y una bomba de vacío marca ROCKER R300. La Figura 2.6. Muestra una representación gráfica del equipo y las especificaciones técnicas se exhiben en la Tabla 2.5.



Figura 2. 6 Bomba de vacío Rocker R300 [75].

|--|

Especificaciones técnicas	Unidad	Valor
Voltaje	[V]	220-240
Peso	[Kg]	4.1
Frecuencia de trabajo	[Hz]	60
Vacío máximo	[mmHg]	680

Fuente:[75].

2.1.8 Pistola de aire caliente

Para eliminar las burbujas residuales y mejorar la calidad superficial de las probetas, se utilizó una pistola de aire de marca Einhell, modelo TH-HA 2000/1, como se muestra en la Figura 2.7. Las especificaciones técnicas de este equipo se detallan en la Tabla 2.6.



Figura 2. 7 Pistola de aire caliente Einhell TH-HA 2000/1 [76].

Especificaciones técnicas	Unidad	Valor
Voltaje	[V]	230-240
Frecuencia	[Hz]	50
Temperatura mínima	[L/min]	300
Temperatura máxima	[L/min]	500

Fuente: [76].

2.1.9 Horno de secado

El Horno de secado THERMO SCIENTIFIC, modelo Lindbergh/Blue M don código V0914C-1, (ver Figura 2.8), se utilizó para realizar el post-curado de las probetas y facilitar el desmontaje de los moldes de acrílico. Las características técnicas de este equipo se detallan en la Tabla 2.7.



Figura 2. 8 Horno de secado THERMO SCIENTIFIC V0914C-1 [77].

Tabla 2. 7 Especificaciones técnicas del horno de secado THERMO SCIENTIFICV0914C-1.

Especificaciones técnicas	Unidad	Valor
Voltaje	[V]	208-240
Frecuencia	[Hz]	50-60
Uniformidad de temperatura	[°C]	±1
Vacío alcanzable	[mbar]	1,33

Fuente: [77].

2.2 Selección del material de refuerzo

2.2.1 Selección del tamaño y porcentaje de refuerzo óptimo

Existen diversos estudios, como los de Kumar [11], Zahit [49] y Martínez [61], que sugieren tres tamaños de partículas para la elaboración de materiales compuestos los cuales son: 1 μ m - 37 μ m, 37 μ m - 100 μ m y 250 μ m – 500 μ m, respectivamente. Estos estudios han demostrado que, esta combinación de tamaños de partículas puede garantizar un incremento en propiedades mecánicas clave de la resina epóxica como: la resistencia a la flexión, módulo de elasticidad y resistencia a la tracción. Vale la pena mencionar que, estos cambios en las propiedades del compuesto final en comparación a sus constituyentes se efectuaron con un porcentaje en peso de refuerzo menores al 5 %.

Con base en lo anterior, las cantidades de carbón activado (CA) incorporadas a la matriz epóxica fueron de 0.75 % 1.5 % y 3.0 % en peso. El porcentaje en volumen de los compuestos elaborados se presenta en la Tabla 2.8. Las fracciones volumétricas correspondientes a cada porcentaje en peso se determinaron con base en la Ecuación 5.

$$\phi = \frac{\frac{W_{CA}}{\rho_{CA}}}{\frac{W_m}{\rho_m} + \frac{W_{CA}}{\rho_{CA}}}$$

Ecuación 5. Fracción volumétrica.

Donde,

φ: fracción volumétrica de carbón activado (CA).

 ρ_f : densidad de partículas nanométricas de carbón activado = 0,717 g/cm³.

 ρ_m : densidad de la resina epóxica = 1.16 g/cm³.

 w_f : fracción en peso de las partículas de carbón activado.

 w_m : fracción en peso de resina epóxica.

Tabla 2.8 Fracciones volumétricas de carbón activado para cada tipo de compuesto

Fracción en peso de CA	Fracción volumétrica de CA
(%p/p)	(%v/v)
0.00	0.00
0.75	1.21
1.50	2.40
3.00	4.77

[Fuente: propia]

2.3 Preparación de materiales compuestos de matriz epóxica y refuerzo particulado de carbón

2.3.1 Procedimiento A

Para la elaboración de materiales compuestos, se implementó el procedimiento detallado en los trabajos de titulación de Alex Tamayo [26] y Daniela Sánchez [27]. La representación gráfica de este procedimiento se muestra en la Figura 2.8.



Figura 2. 9 Ilustración esquemática del procedimiento A para elaboración de materiales compuestos que incorporan un refuerzo particulado a una matriz epóxica (Adaptado de: [26], [27]).

En la fase inicial del proceso, se pesó 60 g de resina epóxica en la balanza analítica y se agregó el porcentaje de refuerzo requerido, según la fracción en peso del refuerzo como se mostró en la Tabla 2.8.



Figura 2. 10 Adición de refuerzo particulado de carbón activado a la matriz epóxica [Fuente: propia].

El cálculo del porcentaje en peso de refuerzo y de agente de curado necesario se realizó mediante una proporción. Considerando 60 g de resina y un porcentaje en peso de refuerzo del 0.75 % en peso de carbón activado (CA), se tiene:

Resina EPON 828: 60 g

$$W_{CA} = \frac{0.75 \,[\%] \cdot 60[g]}{100 \,[\%]} = 0.45 \,[g]$$

Para el agente de curado EPIKURE 3223 (DETA), se consideró la recomendación del fabricante es decir 12:100, de esta forma la cantidad de DETA es la siguiente:

$$W_{DETA} = \frac{12 \, [\%] \cdot 60[g]}{99.25[\%]} = 7.25[g]$$

Los resultados obtenidos se exponen en la Tabla 2.9.

Material	Componente	Peso [g]
EPON 828	Matriz	60
EPIKURE 3223	Agente de curado	7.25
Carbón Activado (AC)	Refuerzo	0.45

Tabla 2. 9 Pesos calculados de cada constituyente que intervienen en el procedimiento A

[Fuente: propia]

Una vez agregados la matriz y el refuerzo, en este caso, la resina epóxica (EPON 828) y el carbón activado (CA), se sometió la mezcla a tres ciclos de dispersión ultrasónica con una amplitud del 60 %, durante 5 min, con intervalos de encendido y apagado entre 5 s y 20 s, respectivamente. Durante la dispersión ultrasónica, la muestra se expuso a un baño de hielo, como se muestra en la Figura 2.11, para evitar un aumento excesivo de temperatura como se explicó en la sección 1.10.1.



Figura 2. 11 Dispersión ultrasónica del material compuesto [Fuente propia].

Posteriormente, se agregó el agente de curado EPIKURE 3223 (DETA) en una relación 12:100, como indicado por el fabricante. La mezcla se agitó durante 10 min, primero de forma manual durante 5 min y finalmente utilizando un agitador mecánico (impeler). Finalizado el proceso de mezclado, se colocó el compuesto resultante en la cámara de vacío (desecador), durante 30 min para eliminar las burbujas que se sitúan en la base del recipiente, enseguida se vertió la mezcla polimérica en los moldes de acrílico mencionados en la sección 2.1.4.



Figura 2. 12 Materiales compuestos resultantes (a) eliminación de burbujas empleando el sistema de vacío y (b) probetas de materiales compuestos de resina epóxica y carbón activado [Fuente: propia].

Por último, las probetas se expusieron a temperatura ambiente durante 24 h (proceso de curado) y al horno a 80 °C, durante 24 h más (proceso de post-curado). Es importante señalar que, el proceso de curado y post-curado son indispensables para garantizar un incremento máximo en las propiedades mecánicas y térmicas de los materiales resultantes.

2.3.2 Procedimiento B

Por otro lado, se analizó el procedimiento implementado por Hunain et al. [55]. El procedimiento descrito en aquel trabajo incorpora el proceso de secado previo del carbón activado (220 °C durante 24 h), y la adición de etanol al carbón activado. La utilización de etanol cumple un rol esencial en la dispersión de partículas a lo largo de la matriz, evitando la formación de aglomerados, los cuales afectan a las propiedades mecánicas como la resistencia a la flexión del compuesto, además de la calidad superficial del mismo.

Con base en una exhaustiva revisión bibliográfica y experimentación, se ha modificado el procedimiento originalmente propuesto por Daniela Sánchez [26] y Alex Tamayo [27]. Este nuevo procedimiento permitió evaluar el efecto del tamaño de partícula utilizado, el secado del carbón activado y la reducción del agente de curado. La Figura 2.13 muestra el procedimiento modificado.



Figura 2. 13 Ilustración esquemática del procedimiento B para elaboración de materiales compuestos que incorporan un refuerzo particulado a una matriz epóxica (Adaptado de [55]).

Inicialmente, se realizó un análisis de TGA (ver ANEXO VII) en el carbón seleccionado, siguiendo las condiciones que se detallan en la sección 3.1.3 del presente trabajo para determinar el porcentaje de humedad presente en el carbón activado. El proceso de acondicionamiento del carbón activado consistió en secar el carbón en un horno o termobalanza a elevadas temperaturas. Para este trabajo, el carbón activado fue sometido a un proceso de calentamiento de 5 ciclos, en una termobalanza, en el cual se calentó el carbón activado a 190 °C durante 10 min cada ciclo. Este proceso se detalla en la sección 3.1.3. Una vez terminado el proceso de secado, se continuó con el proceso detallado en la Figura 2.13.

Considerando las cantidades de resina EPON 828, EPIKURE 2332 y carbón activado mencionadas como ejemplo en la sección anterior, se añadió un 5 % v/v de etanol para garantizar una correcta dispersión de las partículas del refuerzo a lo largo de la matriz y evitar aglomerados. De modo que el volumen de etanol adicionado fue de 3.80 cm³, conforme se indica a continuación:

$$W_{etanol} = \frac{5 [\%] \cdot 60[g]}{100 [\%]} = 3[g]$$
$$\rho = \frac{m}{V}$$

Donde:

 ρ : densidad de etanol, 0.789 [g/cm³] [38].

m: masa de etanol.

V: volumen de etanol.

$$V = \frac{3 [g]}{0.789 [g/cm^3]} = 3.80 [cm^3]$$

Se sometió la mezcla a un proceso de dispersión ultrasónica y posteriormente, se expuso la mezcla al vacío durante 30 min para evaporar los residuos de etanol presentes en la muestra. Una vez terminado el proceso de vacío se agregó el agente de curado (DETA) y nuevamente se expuso la mezcla al vacío durante 25 min para eliminar las burbujas presentes. Los procesos siguientes no presentan modificaciones y se ejecutan como se describieron en la sección anterior. El peso de cada constituyente que interviene en el procedimiento B se detalla en la Tabla 2.10.

Material	Componente	Peso [g]
EPON 828	Matriz	60.00
EPIKURE 3223	Agente de curado	7.25
Carbón Activado (AC)	Refuerzo	0.45
Etanol	Medio de dispersión	3.00

Tabla 2. 10 Peso de los constituyentes que intervienen en el procedimiento B

[Fuente: propia]

2.4 Caracterización de las propiedades mecánicas y térmicas de los materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con carbón activado.

2.4.1 Ensayo de Flexión

La caracterización mecánica de los materiales compuestos elaborados se llevó a cabo mediante el ensayo de flexión en tres puntos. Este ensayo se ejecutó utilizando máquina universal de ensayos de marca Tinius Olsen-H25KS, considerando los siguientes parámetros de configuración: velocidad de deformación: 0.01 [mm/min], velocidad de carga: según la Ecuación 1, carga controlada: carga aplicada hasta alcanzar una deformación máxima de 5 % y dimensiones de probetas: 61.5 x 12.7 x 3.2 mm (± 0.1 mm).

2.4.2 Ensayo de calorimetría diferencial de barrido

El ensayo termogravimétrico o DSC se realizó utilizando el equipo TA Instruments-Q2000, que incluye el software TA Instrument Explorer y lector de datos TA Universal Analysis para el tratamiento de datos. En este ensayo se caracterizaron 2 muestras de forma cilíndrica, de dimensiones de 4 mm de diámetro y 2 mm de altura. Las condiciones establecidas para efectuar dicho ensayo son las siguientes: atmósfera de nitrógeno, un ciclo de calentamiento de 30 °C a 200 °C, velocidad de calentamiento de 10 °C/min, flujo de gas de15 mL/min y de masa de la muestra entre 5 mg – 30 mg.

2.4.3 Ensayo de densidad y gravedad específica

Para determinar la densidad y gravedad específica del material compuesto elaborado, se realizó el ensayo de densidad utilizando el equipo SMK-401/SMK-301 según las pautas establecidas por la norma ASTM D792-13. Se analizaron dos muestras de matriz epóxica pura y de cada material compuesto según la concentración en peso de refuerzo, siguiendo las condiciones descritas en la norma, como se detalló en la sección 1.11.2. Estas muestras

presentan una forma rectangular de sección transversal con dimensiones de 25.0 x 12.7 x 3.2 mm, con una tolerancia de $\pm 0.2 \text{ mm}$.

La densidad y gravedad especifica del material compuesto elaborado de determinaron considerando las siguientes ecuaciones:

$$\rho_a = \frac{\rho_w \cdot W_a}{W_a - W_b}$$

Ecuación 6. Densidad del compuesto.

Donde:

 ρ_a : densidad del compuesto [g/cm³]

 ρ_w : densidad del agua destilada a 27 °C, 0.998 [g/cm³]

$$\rho_r = \frac{W_a}{W_a - W_h}$$

Ecuación 7. Gravedad específica.

Donde:

 ρ_r : gravedad especifica del compuesto, [g/g]

 W_a : masa de la probeta medida en el aire, [g]

 W_b : masa de la probeta sumergida completamente [g]

Según la norma ASTM D2734-03, se evaluó la uniformidad de los materiales compuestos al contrastar la densidad experimental con la densidad teórica. La diferencia entre las densidades señala la presencia de vacíos o poros en el material. Este análisis implica calcular la densidad teórica del compuesto mediante la Ecuación 8 y determinar la fracción de volumen de vacíos mediante la Ecuación 9.

$$\rho_t = \frac{1}{\frac{W_{CA}}{\rho_{CA}} + \frac{W_m}{\rho_m}}$$

Ecuación 8. Densidad teórica del compuesto.

Donde:

 ρ_t : densidad teórica del compuesto, [g/cm³]

$$v_v = \frac{(\rho_t - \rho_a)}{\rho_t} \cdot 100 \%$$

Ecuación 9. Densidad teórica del compuesto.

Donde:

 v_v : fracción en volumen de vacíos [%]

3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Definición del tamaño de partícula y porcentajes en peso de carbón activado.

En esta sección, se presentan y discuten los criterios empleados para la selección del tamaño de partícula y porcentajes en peso de carbón activado, empleados para elaborar materiales compuestos.

3.1.1 Tipo de carbón activado

Considerando la Tabla 1.1 presentada en la sección 1.11 de la revisión bibliográfica, la adición de carbón activado proveniente de la cáscara de coco a una matriz epóxica resulta una alternativa viable para incrementar el módulo de Young de los materiales compuestos preparados. Si bien, el carbón activado también puede ser obtenido de materias primas como el tallo de maíz, la cáscara de banana o la palma de almendra, la disponibilidad en el país de este recurso fue un factor fundamental para la selección de uno de los tipos de carbón activado empleados en el presente trabajo: el carbón proveniente de la empresa ecuatoriana Wild Coast Organics. Como se indicó en la sección 2.1.3, se emplearon dos muestras de distinto tamaño de partícula de este carbón activado.

Por otro lado, se ha demostrado que la cáscara de coco, después de atravesar el proceso de carbonización y activación, produce un carbón activado con una mayor área superficial en comparación con otros tipos de carbón activado producidos a partir de otras fuentes renovables. Es decir, genera una mayor cantidad de espacios activos disponibles para interactuar con la matriz, y así incrementar su interfaz. Es importante mencionar que, al incrementar la interfaz entre la matriz y el refuerzo, se esperaría que la resistencia mecánica y la rigidez del material compuesto resultante aumenten de manera significativa [23].

Finalmente, la cáscara de coco es uno de los residuos orgánicos más abundantes en las regiones tropicales de Sudamérica, como Ecuador, Colombia, Panamá y Brasil, por lo cual, este recurso es asequible, de bajo costo y amigable con el medio ambiente [55]. Por lo expuesto anteriormente, el carbón activado proveniente de las fibras de coco cumple con los requerimientos óptimos para ser empleado como refuerzo de materiales compuestos bajo una visión sustentable.

Además, para el presente trabajo, se seleccionó como material de referencia al carbón activado BDH Company, también proveniente de la cáscara de coco.

3.1.2 Tamaño de partícula y porcentaje en peso de carbón activado

En la actualidad, existe una falta de información en la literatura sobre del tamaño de partícula para elaborar materiales compuestos reforzados con carbón activado. Diversas investigaciones indican que el tamaño óptimo para elaborar materiales compuestos con refuerzos particulados de origen orgánico varía entre 50 µm y 600 µm [61]. Sin embargo, existen dos estudios de caracterización de materiales compuestos, como se muestran en la Tabla 1.1, donde se emplean partículas menores a 50 µm y se obtiene un incremento aproximadamente del 27 % en el módulo de Young. Por otro lado, las concentraciones recomendadas para elaborar este tipo de materiales varían desde 1 % hasta el 10 % en peso de carbón activado; esto se debe a que concentraciones superiores provocan una disminución en las propiedades mecánicas del material compuesto atribuida a la aglomeración del refuerzo [78].

En el trabajo de Khalil [43], se prepararon materiales compuestos reforzados con carbón activado proveniente de la cáscara de coco y palma de bambú, cuyas partículas fueron menores a 37 μ m. El autor utilizó como matriz resina epóxica DGEBA e IPD 8161 (amina primaria), como agente de curado. Durante la elaboración de los materiales compuestos, se llevó a cabo un secado del refuerzo antes de utilizarlo (180 °C durante 72 h) para eliminar la humedad presente en el refuerzo. Aunque no se describe el procedimiento utilizado para elaborar los materiales compuestos, el trabajo explica brevemente el uso del baño ultrasónico para la dispersión de partículas y las concentraciones en %p/p de refuerzo utilizadas, las cuales fueron de 0 %, 1 %, 5 % y 10 %. No obstante, las propiedades mecánicas como la resistencia a la flexión y el módulo de elasticidad disminuyeron en un 33 % y 27 %, respectivamente, para una concentración del 10 % en peso de carbón ativado.

De la misma manera, en el trabajo de Su y Wang [7], se elaboraron materiales compuestos reforzados con partículas de carbón activado. Sin embargo, utilizaron un refuerzo comercial proveniente de la empresa China Jiangsu Zuxi Activated Carbon Co. Si bien no se muestra

información del tipo de carbón activado utilizado, fuentes bibliográficas indican que, el carbón comercializado por dicha empresa es de origen orgánico (cáscara de coco y tallos de maíz), con tamaños de partícula entre 90 µm a 500 µm. Adicionalmente, utilizaron como matriz resina epóxica zy5410A y como agente de curado zy5401B. Es importante mencionar que, en este trabajo no se presenta un proceso de acondicionamiento del refuerzo (secado) ni tampoco se especifica el procedimiento utilizado para la elaboración de sus materiales compuestos. Las concentraciones en peso utilizadas fueron de 0.3 %, 0.5 %, 1.5 % y 4 %. Vale la pena mencionar que, la temperatura de transición vítrea se redujo en un 30.7 % y la resistencia a la flexión aumentó en un 19.4 % para un % en peso de carbón activado de 1.5 %.

Por otro lado, Salleh y Rosdi [78], reportaron la elaboración de materiales compuestos de matriz termoestable y reforzados con carbón activado, cuya materia orgánica de origen fue la cáscara de manzana. Para llevar a cabo esta investigación, utilizaron como matriz resina epóxica 3554A. Cabe mencionar que, no se menciona el tipo de agente de curado implementado y tampoco el proceso de acondicionamiento del refuerzo. Sin embargo, las partículas de carbón activado utilizadas fueron lavadas con agua purificada y secadas en un horno a 80 °C durante 5 min antes de tener contacto con la resina epóxica. Las concentraciones en peso utilizadas fueron de 0 %, 2 %, 6 %, 8 %, 10 % y 12 % y sus propiedades mecánicas como la resistencia a la flexión y tracción aumentaron en un 20.8 % y 17.65 %, respectivamente. Por otro lado, para concentraciones mayores al 6 % en peso de carbón activado, las propiedades mecánicas anteriormente disminuyeron hasta un 56.4 %.

Con base en lo expuesto, se utilizaron dos tipos de carbón activado como refuerzo orgánico para elaborar los materiales compuestos del presente TIC. El primero de la empresa ecuatoriana Wild Coast Organics (Tipo 1: T1) y el otro de BDH Company (Tipo 2: T2). De esta forma, la revisión bibliográfica permitió definir los siguientes porcentajes en peso de carbón activado 0.75%, 1.5% y 3%, así como los siguientes tamaños de partícula de 1 µm a 37 µm, de 37 µm a 100 µm y de 250 µm a 500 µm. La Tabla 3.1, presenta la nomenclatura de los tipos de materiales compuestos elaborados según el tipo de refuerzo, secado (NS: no secado y S: secado) y tamaño de partícula.

Designación	Secado	%p/p de refuerzo	Tamaño de partícula [µm]	Тіро	
EP	-	-	-	-	
EP-0.75%AC-T1-NS	NO	0.75			
EP-M-1.5%AC-T1-NS	NO	1.5	1 – 37	Wild Coast Organics	
EP-M-3%AC-T1-NS	NO	3			
EP-0.75%AC-T2-NS	NO	0.75		BDH Company	
EP-M-1.5%AC-T2-S	SI	1.5	37 – 100		
EP-M-3%AC-T2-S	SI	3			
EP-M-0.75%AC-T2-NS	SI	0,75		BDH Company	
EP-M-1.5%AC-T2-S	SI	1.5	250 - 500		
EP-M-3%AC-T2-S	SI	3			

 Tabla 3. 1
 Nomenclatura de los compuestos elaborados.

[Fuente: propia]

3.1.3 Acondicionamiento del carbón activado

En la revisión bibliográfica existe una brecha en el conocimiento en relación con el acondicionamiento del carbón activado antes de ser incorporado como refuerzo en la matriz epóxica. De esta manera, algunos trabajos sugieren realizar un proceso de secado previo conforme se indicó en la sección anterior. Por tal razón, en el presente trabajo se decidió comenzar la preparación de los compuestos sin secar el carbón activado. En este caso, los materiales compuestos reforzados con partículas entre 1 μ m - 37 μ m, 37 μ m - 100 μ m y 250 μ m - 500 μ m de la empresa Wild Coast Organics y BDH Company reticulaban inmediatamente en el vaso de precipitación antes de colocarlo en el sistema de vacío. La Figura 3.1 muestra los compuestos reticulados según su porcentaje en peso. Sin embargo, los materiales compuestos elaborados con partículas entre 250 μ m a 500 μ m, no presentaron ningún inconveniente durante su proceso de elaboración para porcentajes de hasta 0.75 % en peso de carbón activado.



Figura 3. 1 Compuestos reticulados con carbón activado de Tipo1 con distintos porcentajes en peso: a) 0.75 %, b) 1.5 %, y c) 3 %. [Fuente: propia].

Resultados similares fueron obtenidos en las investigaciones de Liu et al. [21] y Wang [20], en los cuales muestran que, el carbón activado actúa como catalizador del proceso de curado. Además, estos trabajos sugieren que la presencia de humedad provoca un efecto negativo durante la reticulación. Esto fue atribuido a la posible formación de puentes de hidrógeno entre el agua adsorbida en la superficie del carbón activado y los grupos polares de la resina epóxica. Los resultados se pueden observar en las Figuras 3.2 y 3.3.



Figura 3. 2 Compuesto preparados en el trabajo de Liu et al. [21] reticulados con CA en distintos porcentajes en peso: a) 1 %, b) 3 %, c) 6 %, y d) 8 %.



Figura 3. 3 Compuestos preparados en el trabajo de Wang [20] reticulados con CA en distintos porcentajes en peso a) 2 %, b) 4 %, c) 6 %, y d) 8 %.

Diversos estudios como los de Negi [49], Firdus [51] y Rohini [24], indican que se debe realizar un proceso de secado del carbón activado. Este proceso consiste en someter al carbón activado a temperaturas de 180 °C o 220 °C durante uno a tres días para eliminar el exceso de humedad.

Considerando lo mencionado, se decidió realizar un análisis de termogravimetría (TGA) con el equipo TA Instruments Q500. Este equipo incluye el software TA Instruments Universal para realizar el análisis de datos y obtener las curvas de temperatura del material. Las condiciones usadas para efectuar los ensayos fueron: atmósfera de nitrógeno, a 20 mL/min, velocidad de calentamiento de 10 °C, rango de temperatura del 30 °C a 900 °C y rampa de enfriamiento de 10 °C/min. La curva termogravimétrica del carbón activado de la empresa BDH Comapny, se muestra en el ANEXO VII.

De la misma forma, se determinó la humedad existente en cada tipo de carbón utilizando una termobalanza. Para ello, se sometió a cada tipo de carbón activado a una temperatura de 190 °C durante 5 ciclos de 10 min. La Tabla 3.1 muestra los resultados obtenidos

Ciclo	Humedad [%]
1	8.02
2	2.91
3	1.65
4	0.97
5	0,32

Tabla 3. 2 Porcentaje de humedad presente en el carbón activado de la empresa BDHCompany.

[Fuente: propia]

Como se puede observar en la Tabla 3.2, el porcentaje de humedad en el carbón activado de BDH Company obtenido por la técnica de secado en termobalanza fue de 8.02 %, inferior al contenido de humedad obtenido por TGA (13.96 %, ver ANEXO VII). Esta diferencia se puede explicar, debido a que la precisión de medición del TGA es mayor a la de la termobalanza (equipamiento de menor costo, que permite el secado de materiales en minutos). No obstante, después de secar el carbón activado a 190 °C durante cinco ciclos de 10 min cada uno, se obtuvo un porcentaje de humedad menor al 1 %. Se puede evidenciar que, el porcentaje de humedad incide directamente en el proceso de reticulación, así como el área superficial específica y la capacidad de adsorción del carbón activado. Por esta razón, los materiales compuestos reforzados con partículas menores a 250 µm y sin un proceso de secado reticulan *in situ* y actúan como catalizadores acelerando el proceso de curado de la resina.

De acuerdo con lo expuesto, el refuerzo debe ser secado con el objetivo de reducir el porcentaje de humedad, evitando así efectos negativos durante la reticulación. Se determinó que, el tamaño óptimo de partícula de refuerzo es de 200 µm a 500 µm, con el objetivo de reducir su área superficial específica y así, disminuir el efecto catalizador del carbón.

Pese a que, inicialmente se definió un proceso de secado a 190 °C durante tres días, este proceso no se pudo completar de manera satisfactoria debido a los cortes de energía que sufría el país, por lo cual el carbón activado fue secado únicamente 22 h, antes de ser utilizado. No obstante, considerando los porcentajes de humedad obtenidos en el ANEXO VII, se decidió realizar un secado con una termobalanza de 5 ciclos con un tiempo de 10 min por ciclo, conforme se explicó.

31

3.2 Preparación de materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con carbón activado.

La preparación de los materiales compuestos se realizó bajo el procedimiento mostrado en la Figura 2.9 de la sección 2.3. Para ello, se prepararon materiales compuestos con tres tamaños de partículas diferentes, los cuales fueron de: 1 a 37 μ m, de 37 μ m a 100 μ m y de 250 μ m a 500 μ m y con porcentajes en peso de 0 %, 0.75 %, 1.5 % y 3 %, cada uno. Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 3.3.

Designación	Tamaño de partícula [µm]	Temperatura de secado [°C]	Agente de curado	Procedimiento	Estado
EP	-	-	12:100		Completo
EP-0.75%AC-T1-NS		-	12:100		Fallo
EP-M-1.5%AC-T1-NS	1 – 37	-	12:100		Fallo
EP-M-3%AC-T1-NS		-	12:100	Inicial	Fallo
EP-0.75%AC-T2-NS		-	12:100		Fallo
EP-M-1.5%AC-T2-NS	37 – 100	-	12:100		Fallo
EP-M-3%AC-T2-NS		-	12:100		Fallo
EP-M-0.75%AC-T2-NS		-	12:100		Completo
EP-M-1.5%AC-T2-S	250 - 500	180	8:100	Modificado	Completo
EP-M-3%AC-T2-S		180	8:100		Completo

Tabla 3. 3 Estado final de las probetas elaboradas.

* Wild Coast Organics (Tipo 1: T1) y el otro de BDH Company (Tipo 2: T2), (NS: no secado y S: secado). [Fuente: propia]

La Tabla 3.3 muestra que, el procedimiento original, no fue el más eficiente. Esto debido a que, los materiales elaborados con dicho proceso presentaron una reticulación *in situ* como se muestra en la Figura 3.1, lo cual no permitió finalizar el proceso, y, en consecuencia, no fue posible caracterizar los materiales resultantes. Es fundamental señalar que, todos los materiales compuestos fallidos presentaron una reticulación *in situ* posterior a la adición del agente de curado y durante el proceso de vacío. Por lo cual, se decidió implementar un nuevo procedimiento con base al trabajo de Hunain [3], como se detalló en la Figura 2.12. Este procedimiento permitió evaluar tres factores importantes como: tamaño de partícula, secado del carbón activado y relación de agente de curado.

Dado que, los materiales compuestos elaborados con partículas entre 1 μ m – 37 μ m y 37 – 100 μ m, presentaron una reticulación *in situ*, se decidió utilizar partículas entre 250 μ m -

500 µm, considerando los casos de estudios presentados en la Tabla 1.1. Es relevante señalar que, partículas de menor tamaño generan una mayor área superficial específica, lo cual provoca que, el carbón activado genere sitios activos y acentúa el comportamiento del carbón activado como catalizador.

De la misma forma, varios casos de estudio presentados en la Tabla 1.1, sugieren la disminución del agente de curado, de esta forma se reduce la formación de enlaces entrecruzados entre los grupos amina del agente de curado y los grupos hidroxilo del carbón activado. Además, se decidió utilizar etanol para dispersar las partículas de carbón activado a lo largo de la matriz, con el objetivo de reducir la formación de aglomerados y el efecto catalizador del carbón activado. Es indispensable mencionar que, la reducción del agente de curado incide en el proceso de curado y una menor cantidad del mismo puede reducir las propiedades finales del compuesto, tales como: la resistencia a la flexión y resistencia a la tracción. Por lo tanto, es importante realizar un estudio de la cantidad óptima de agente de curado en este sistema resina epóxica-carbón activado.

Es así como, en primera instancia se esperaría que el procedimiento B resulte más eficiente que el procedimiento A, ya que los materiales compuestos resultantes no presentaron una reticulación *in situ* y fue posible disminuir el comportamiento catalizador del carbón activado. Adicionalmente, se comprobó que, el agente de curado, y el proceso de secado son procesos indispensables al trabajar con carbón activado.

3.2.1 Calidad superficial de las probetas resultantes

A continuación, se comenta la calidad superficial de las muestras de material compuesto de matriz epóxica y reforzados con partículas de carbón activado, las cuales fueron elaboradas mediante el método de casting, explicado en la sección 2.2.1. Aquellas muestras que contenían fracciones en peso de refuerzo híbrido del 0.75 % de carbón activado de BDH Company, mostraron mayor número de defectos (poros) que probetas conforme evidenciado en la Figura 3.4. Este fenómeno se atribuye posiblemente a la interferencia de la humedad presente en el carbón activado en el proceso de reticulación, puesto que esta muestra no fue secada.



Figura 3. 4 Calidad superficial de las probetas elaboradas [Fuente: propia].

Los poros no solo se originan por una interacción interfacial baja o la presencia de agrupaciones de partículas que impiden una incorporación uniforme del refuerzo por parte de la matriz, sino que también son inherentes a los procesos de mezcla del compuesto DETA:DGBEA y al vertido manual del compuesto en el molde de acrílico [35], [68]. Aunque el método de preparación de materiales compuestos empleado en este proyecto ha sido previamente definido en trabajos académicos anteriores y modificado, se reconoce que el espesor del compuesto desempeña un papel crucial, ya que a mayores espesores surgen porosidades internas difíciles de eliminar mediante el uso de una pistola de calor. A modo de ejemplo, en el estudio de Kumar y Khalil [22], los investigadores optaron por aumentar el número de aplicaciones de la pistola de calor en las probetas destinadas a ensayos de microindentación e impacto, con espesores de 5 mm y 9 mm respectivamente, con el objetivo de eliminar la mayoría de las burbujas presentes en las muestras. En consecuencia, en el presente TIC, tres de las dieciséis probetas preparadas fueron descartadas después de una inspección visual, dado que estos defectos podrían funcionar como concentradores de esfuerzos, desencadenar grietas y afectar los resultados del ensayo de flexión.

3.3 Caracterización mecánica y térmica del compuesto de matriz epóxica y los materiales compuestos de matriz epoxi reforzados con carbón activado.

3.3.1 Caracterización mecánica

Las pruebas de flexión en tres puntos se realizaron conforme a la normativa ASTM D790-17 para evaluar las propiedades mecánicas tanto de la matriz epóxica pura como de los materiales compuestos elaborados, como se mencionó previamente. Las muestras fracturadas se exhiben a detalle en el ANEXO VIII, mientras que las curvas de esfuerzo vs deformación se encuentran en el ANEXO IX. Por último, los resultados de las propiedades mecánicas obtenidas del ensayo de flexión se presentan en la Tabla 3.4.

Compuesto	Módulo de elasticidad (GPa)	Resistencia a la flexión (MPa)	Deformación máxima (%)
EP	2.91 ± 0.066	111.35 ± 0.055	4.94 ± 0.033
EP-M-0.75%AC-T2-NS	2.85 ± 0.095	77.34 ± 0.020	2.83 ± 0.025
EP-M-1.5%AC-T2-S	3.14 ± 0.089	84.36 ± 0.097	2.84 ± 0.182
EP-M-3%AC-T2-S	3.48 ± 0.077	76.18 ± 0.137	2.18 ± 0.136

 Tabla 3. 4 Resultados de las propiedades mecánicas evaluadas en los materiales compuestos resultantes.

* Wild Coast Organics (Tipo 1: T1) y el otro de BDH Company (Tipo 2: T2), (NS: no secado y S: secado). [Fuente: propia]

En relación con el módulo de elasticidad, se observa en la Figura 3.5 que la adición de partículas de carbón activado en concentraciones superiores al 1.5 % en peso permitió incrementar esta propiedad mecánica, con un aumento máximo de 19.58 % para el compuesto reforzado con 3 % en peso de carbón activado en comparación con la matriz epóxica pura. Incrementos similares fueron observados en los trabajos Zhang [52] y Saeed [31], lo cual fue atribuido a la mayor rigidez del refuerzo en comparación con la matriz. Vale la pena destacar que, en el caso del compuesto EP-M-0.75%AC-T2-NS prácticamente no hubo un incremento en su módulo de elasticidad, lo cual pudo deberse al hecho de que el carbón activado no fue secado antes de preparar el compuesto.



Figura 3. 5 Módulo de elasticidad de cada compuesto según su %p/p de carbón activado (BDH Company), con tamaño de partícula entre 200 μm – 500 μm [Fuente: propia].

En el caso de la resistencia a la flexión (ver Figura 3.6), esta propiedad mecánica disminuyó para todos los compuestos preparados. Sin embargo, la reducción fue menor en los compuestos EP-M-1.5%AC-T2-S y EP-M-3%AC-T2-S, probablemente porque el carbón activado fue secado previo a la preparación del compuesto. La resistencia a la flexión es una propiedad mecánica que indica la calidad de la interfaz. Al ser el carbón activado un refuerzo altamente poroso, puede ser que esta característica afectó la superficie de contacto con la resina epóxica, generando un mayor contenido de vacíos en los compuestos preparados. Esto fue verificado, a través de los ensayos de densidad, que demostraron que la fracción de vacíos en los compuestos reforzados con 1.5 % y 3 % incrementaron un 10 % y 20 %, respectivamente, conforme se comentará en la sección 3.3.3. Es importante notar que, los resultados en la literatura con respecto a la resistencia a la flexión son diversos. En los trabajos de Yuan [45], hubo un incremento de 16.59 % para concentraciones en peso del 3 % de carbón activado y en otros trabajos como el de Rudawska [22], indican una reducción en esta propiedad del 27.5 % para un 5 %p/p de carbón activado. Otro factor importante que debe ser considerado es el hecho de haber empleado una menor cantidad de agente de curado de para la elaboración de los compuestos con 1.5 y 3% de carbón activado en peso. Esto sugiere que se deben realizar estudios posteriores para definir la cantidad optima de agente de curado a ser empleado. Notar que en el presente trabajo se utilizaron únicamente 2/3 de la cantidad de agente de curado recomendada por el fabricante, puesto que se asumió con base en la literatura que el carbón activado actuaba como catalizador y a la vez también participaba en la reacción de curado [21].



Figura 3. 6 Resistencia a la flexión de cada compuesto según su %p/p de carbón activado (BDH Company), con tamaño de partícula entre 200 μm – 500 μm [Fuente: propia].

Como se observa en la Figura 3.7, la deformación máxima disminuyó para todos los compuestos preparados. En el caso de los compuestos reforzados con 1.5 % y 3% en peso de carbón activado, esta disminución puede estar asociada a la mayor rigidez de dichos compuestos.



Figura 3. 7 Deformación máxima de cada compuesto según su %p/p de carbón activado (BDH Company), con tamaño de partícula entre 200 μm – 500 μm [Fuente: propia].

3.3.2 Caracterización térmica

El análisis mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC) ha permitido identificar la temperatura de transición vítrea (T_g) de los materiales compuestos preparados, así como de la matriz epóxica, mediante la evaluación de los termogramas, como se detalla en el ANEXO X. Los valores de T_g tanto de la matriz epóxica como de cada compuesto se encuentran resumidos en la Tabla 3.5. Los datos de la T_g se pueden visualizar en la Figura 3.8.

T _g (°C)					
Muestra	EP	EP-M-0.75%AC-T2-NS	EP-M-1.5%AC-T2-S	EP-M-3%AC-T2-S	
1	141.34	137.83	91.35	91.56	
2	140.21	137.34	91.75	91.81	
X	140.77 ± 0.1	137.58 ± 0.17	91.55 ± 0.3	91.68 ± 0.25	

Tabla 3. 5 Temperatura de transición vítrea de los materiales compuestos elaborados.

[Fuente propia]

Conforme observado en la Figura 3.8, la temperatura de transición vítrea disminuyó para los compuestos reforzados con 1.5 % y 3 % en peso de carbón activado. Resultados similares fueron observados en los trabajos de Jawaid [2] y Zhou [2], en donde se reportó una disminución de esta propiedad en aproximadamente 13.72 % y 19.64 %, respectivamente. Aunque las razones para estas disminuciones en la temperatura de transición vítrea no han sido clarificadas en la literatura, estas podrían estar relacionadas con el mayor número de sitios activos presentes en la superficie del carbón activado, lo cual pudo tener un efecto en la reacción de curado, sobre todo en el caso del presente trabajo en el que fue disminuida la cantidad de agente de curado.



Figura 3. 8 Temperatura de transición vítrea de cada compuesto según su %p/p de carbón activado (BDH Company), con tamaño de partícula entre 200 μm – 500 μm [Fuente: propia].

3.3.3 Ensayo de densidad, análisis y evaluación de la fracción en volumen de vacíos de los materiales de matriz epóxica reforzada con partículas de carbón activado.

La medición de densidad y gravedad específica tanto de la matriz epóxica como de los compuestos resultantes se llevó a cabo mediante el ensayo de densidad, siguiendo las directrices establecidas por la norma ASTM D792-13. Sin embargo, las discrepancias

observadas entre los valores experimentales de densidad y los valores teóricos se atribuyen a la presencia de vacíos en el material compuesto. La fracción de volumen de vacíos se calculó utilizando la Ecuación 5. Los resultados de densidad, densidad relativa y fracción de volumen de vacíos de los compuestos de matriz epóxica reforzados con partículas de carbón activado se presentan en la Tabla 3.6.

 Tabla 3. 6 Resultados obtenidos del ensayo de densidad especifica y fracción en volumen de vacíos.

Compuesto	Gravedad específica (g/g)	Densidad experimental (g/cm³)	Densidad teórica (g/cm³)	Fracción en volumen de vacíos (%)
EP	1.430 ± 0.240	1.125 ± 0.240	1.123	-0.178 ± 0.240
EP-M-0.75%AC-T2-NS	1.428 ± 0.142	1.123 ± 0.142	1.122	-0.267 ± 0.142
EP-M-1.5%AC-T2-S	1.433 ± 0.716	1.128 ± 0.716	1.129	0.088 ± 0.716
EP-M-3%AC-T2-S	1.445 ± 0.423	1.137 ± 0.423	1.139	0.175 ± 0.423

* Wild Coast Organics (Tipo 1: T1) y el otro de BDH Company (Tipo 2: T2), (NS: no secado y S: secado). [Fuente propia].

De acuerdo con los resultados presentados en la Figura 3.9, se observa que para los compuestos preparados con la adición de 1.5 % y 3 % de adición de carbón activado hubo un incremento de la fracción de vacíos de 9 % y 18 %, respectivamente. Como ya fue mencionado, la alta porosidad del carbón activado desempeñó un papel fundamental en la formación de vacíos en el material compuesto final. A pesar de todas las mejoras realizadas al proceso de elaboración de materiales compuestos, la adición de etanol implicó que este solvente tuvo que ser evaporado después del proceso de ultrasonido, una parte al momento de realizar el vacío y otra parte cuando se realizó el curado, lo cual también pudo tener influencia en la formación de vacíos internos en las probetas preparadas.



Figura 3. 9 Fracción en volumen de vacíos según su %p/p de carbón activado (BDH Company), con tamaño de partícula entre 200 μm – 500 μm [Fuente: propia].

El contenido de porosidad en los compuestos cumplió con el límite establecido por la norma ASTM D2734-03 (≤ 1 % vol.), lo que indica que el proceso de preparación fue adecuado y garantizó la obtención de sólidos homogéneos.

4 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1 Conclusiones

El presente trabajo permitió preparar materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con carbón activado y evaluar sus propiedades mecánicas y térmicas. Se obtuvieron las siguientes conclusiones:

- Se utilizaron dos tipos de carbón activado en el estudio: uno de producción nacional (Wild Coast Organics), con tamaños de partícula entre 1 μm - 37 μm y 37 μm - 100 μm, y otro de producción internacional (BDH Company), con tamaños de partícula entre 200 μm - 500 μm. Se determinó que el carbón de la empresa BDH Company, con tamaños de partícula entre 200 μm - 500 μm, fue el más adecuado para la fabricación de compuestos. Este tamaño de partícula redujo el efecto catalizador del carbón activado, lo que permitió la preparación de compuestos sin reticulación *in situ.*
- Para la elaboración de materiales compuestos de matriz epóxica reforzados con partículas de carbón activado, es indispensable implementar un proceso de secado. De esta forma, se reduce la humedad superficial y se evitan efectos negativos durante el proceso de reticulación como la posible formación de puentes de hidrógeno, conforme sustentado en la literatura.
- Se concluyó que el Procedimiento B, que implica el uso de etanol y dos ciclos de vacío, fue efectivo para reducir el efecto de reticulación *in situ* debido a la actividad catalítica del carbón activado. El efecto de reticulación *in situ* fue observado para materiales compuestos elaborados con cantidades superiores al 0.75 % en peso de carbón activado y un tamaño de partícula entre 200 µm 500 µm.
- La evaluación de las propiedades mecánicas a través de ensayos de flexión demostró que el módulo de elasticidad aumentó en un 7.9% y 19.6% para 1.5% y 3% en peso de carbón activado, respectivamente. Sin embargo, no se observó un efecto en el módulo elástico para el 0.75% en peso de carbón activado, posiblemente por la baja cantidad del refuerzo o por la falta de secado del mismo. La resistencia a la flexión disminuyó para todos los materiales preparados, lo cual se atribuyó a la reducción del agente de curado, que fue la solución para desacelerar la reticulación *in situ* de las probetas. En cuanto a la temperatura de transición vítrea, esta propiedad también disminuyó para todos los compuestos preparados, llegando incluso a reducirse en un 34.8%.

 El carbón activado como refuerzo de matrices termoestables altera la química de las reacciones de curado y las redes tridimensionales de la resina epóxica debido a su estructura porosa. Esto fue verificado a través de la reducción de las propiedades mecánicas y térmicas evaluadas en el presente trabajo.

4.2 Recomendaciones

- Realizar estudios adicionales para determinar la relación óptima de agente de curado, considerando el efecto catalizador del carbón activado, dado que este puede actuar como un agente de curado secundario. Estos estudios permitirán identificar la cantidad adecuada de agente de curado primario y evaluar cómo la presencia del carbón activado puede influir en las propiedades finales del material compuesto.
- Es necesario definir un proceso de secado más eficiente para cantidades superiores de carbón activado, ya que la termobalanza tiene una aplicación limitada para cantidades pequeñas y tiempos cortos de secado. Se recomienda investigar métodos alternativos de secado, que puedan manejar eficazmente mayores cantidades de carbón activado y reducir los tiempos de secado.
- Estudiar el efecto de la adición de distintas cantidades de etanol y su papel como medio de dispersión de partículas en la matriz polimérica. Esto permitirá determinar la cantidad óptima de etanol necesaria para lograr una dispersión uniforme de las partículas, así como evaluar cómo esta adición afecta las propiedades mecánicas y térmicas del material compuesto resultante.
- Considerar el uso de mezclas frigoríficas durante el proceso de dispersión ultrasónica. Esto podría mejorar la eficiencia del proceso al controlar la temperatura y evitar el sobrecalentamiento que desencadena en una reacción de curado *in situ*.
5 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Y. Kan, Q. Yue, B. Gao, y Q. Li, "Preparation of epoxy resin-based activated carbons from waste printed circuit boards by steam activation", *Mater Lett*, vol. 159, pp. 443–446, jul. 2015, doi: 10.1016/j.matlet.2015.07.053.
- [2] H. P. S. Abdul Khalil, M. Jawaid, P. Firoozian, E. S. Zainudin, y M. T. Paridah, "Dynamic Mechanical Properties of Activated Carbon-Filled Epoxy Nanocomposites", *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, vol. 18, núm. 4, pp. 247–256, may 2013, doi: 10.1080/1023666X.2013.766553.
- [3] M. B. Hunain, S. N. Alnomani, y Q. Razzaq, "An Investigation of Tensile and Thermal Properties of Epoxy Polymer Modified by Activated Carbon Particle", *IOP Conf Ser Mater Sci Eng*, vol. 1094, núm. 1, p. 012164, feb. 2021, doi: 10.1088/1757-899x/1094/1/012164.
- [4] C. O. Chin, X. Yang, S. C. Paul, Susilawati, L. S. Wong, y S. Y. Kong, "Development of thermal energy storage lightweight concrete using paraffin-oil palm kernel shellactivated carbon composite", *J Clean Prod*, vol. 261, jul. 2020, doi: 10.1016/j.jclepro.2020.121227.
- [5] M. A. Nahil y P. T. Williams, "Recycling of carbon fibre reinforced polymeric waste for the production of activated carbon fibres", *J Anal Appl Pyrolysis*, vol. 91, núm. 1, pp. 67–75, 2011, doi: 10.1016/j.jaap.2011.01.005.
- [6] Y. Zhou, F. Pervin, L. Lewis, y S. Jeelani, "Fabrication and characterization of carbon/epoxy composites mixed with multi-walled carbon nanotubes", *Materials Science and Engineering A*, vol. 475, núm. 1–2, pp. 157–165, feb. 2008, doi: 10.1016/j.msea.2007.04.043.
- [7] Q. Wang y D. S. Su, "Reinforcing epoxy resin with activated carbon: A way of high rate of quality and price", *Composites Communications*, vol. 9, pp. 54–57, sep. 2018, doi: 10.1016/j.coco.2018.03.008.
- [8] M. Kara, S. Ak, M. Uyaner, A. Gunoz, y Y. Kepir, "The Effect of Hydrothermal Aging on the Low-Velocity Impact Behavior of Multi-Walled Carbon Nanotubes Reinforced Carbon Fiber/Epoxy Composite Pipes", *Applied Composite Materials*, vol. 28, núm. 5, pp. 1567–1587, oct. 2021, doi: 10.1007/s10443-021-09923-w.
- [9] P. Negi y A. Kumar, "BIOMASS DERIVED ACTIVATED CARBON/EPOXY COMPOSITE AS MICROWAVE ABSORBING MATERIAL".
- [10] A. Martone, C. Formicola, M. Giordano, y M. Zarrelli, "Reinforcement efficiency of multi-walled carbon nanotube/epoxy nano composites", *Compos Sci Technol*, vol. 70, núm. 7, pp. 1154–1160, jul. 2010, doi: 10.1016/j.compscitech.2010.03.001.
- [11] Z. Salleh, M. Y. M. Yusop, y M. S. Rosdi, "Mechanical Properties of Activated Carbon (AC) Coir Fibers Reinforced with Epoxy Resin", *JOURNAL OF MECHANICAL ENGINEERING AND SCIENCES*, vol. 5, pp. 631–638, dic. 2013, doi: 10.15282/jmes.5.2013.9.0060.

- [12] H. P. S. A. Khalil, M. Jawaid, P. Firoozian, O. Y. Alothman, M. T. Paridah, y E. S. Zainudin, "FLEXURAL PROPERTIES OF ACTIVATED CARBON FILLED EPOXY NANOCOMPOSITES (Sifat Lenturan Nanokomposit Epoksi Berpengisi Karbon Teraktif)", 2014.
- [13] S. Chandra Dubey, V. Mishra, y A. Sharma, "A review on polymer composite with waste material as reinforcement", en *Materials Today: Proceedings*, Elsevier Ltd, 2021, pp. 2846–2851. doi: 10.1016/j.matpr.2021.03.611.
- [14] N. Saba, Paridah, K. Abdan, y N. A. Ibrahim, "Dynamic mechanical properties of oil palm nano filler/kenaf/epoxy hybrid nanocomposites", *Constr Build Mater*, vol. 124, pp. 133–138, oct. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.07.059.
- [15] A. Rudawska, "Experimental study of mechanical properties of epoxy compounds modified with calcium carbonate and carbon after hygrothermal exposure", *Materials*, vol. 13, núm. 23, pp. 1–30, dic. 2020, doi: 10.3390/ma13235439.
- [16] F. L. Jin, X. Li, y S. J. Park, "Synthesis and application of epoxy resins: A review", *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 29. Korean Society of Industrial Engineering Chemistry, pp. 1–11, el 25 de septiembre de 2015. doi: 10.1016/j.jiec.2015.03.026.
- [17] H. Cai *et al.*, "A high corrosion-resistant waterborne epoxy resin coating improved by addition of multi-interface structured zinc phosphate particles", *Journal of Materials Research and Technology*, sep. 2023, doi: 10.1016/j.jmrt.2023.09.109.
- [18] G. Gryglewicz, J. Machnikowski, E. Lorenc-Grabowska, G. Lota, y E. Frackowiak, "Effect of pore size distribution of coal-based activated carbons on double layer capacitance", *Electrochim Acta*, vol. 50, núm. 5, pp. 1197–1206, ene. 2005, doi: 10.1016/j.electacta.2004.07.045.
- [19] F. Zhu, Q. Fu, M. Yu, J. Zhou, N. Li, y F. Wang, "Synthesis and curing properties of multifunctional castor oil-based epoxy resin", *Polym Test*, vol. 122, may 2023, doi: 10.1016/j.polymertesting.2023.108017.
- [20] C. Wang *et al.*, "Construction of an epoxidized, phosphorus-based poly(styrene butadiene styrene) and its application in high-performance epoxy resin", *Compos B Eng*, vol. 268, ene. 2024, doi: 10.1016/j.compositesb.2023.111075.
- [21] B. Xu, S. Wei, Y. Liu, S. Zhao, y L. Qian, "Preparation of an organometallic complex based on phosphonitrile and its flame retardant application in epoxy resin", *Journal* of *Materials Research and Technology*, vol. 21, pp. 4921–4939, nov. 2022, doi: 10.1016/j.jmrt.2022.11.099.
- [22] A. Rudawska, "Experimental study of mechanical properties of epoxy compounds modified with calcium carbonate and carbon after hygrothermal exposure", *Materials*, vol. 13, núm. 23, pp. 1–30, dic. 2020, doi: 10.3390/ma13235439.
- [23] M. Mohmad *et al.*, "Physical-mechanical properties of palm kernel activated carbon reinforced polymeric composite: Potential as a self-lubricating material", 2018.
- [24] R. Rohini, P. Katti, y S. Bose, "Tailoring the interface in graphene/thermoset polymer composites: A critical review", *Polymer*, vol. 70. Elsevier Ltd, pp. A17–A34, el 15 de julio de 2015. doi: 10.1016/j.polymer.2015.06.016.

- [25] A. Kausar, "Role of Thermosetting Polymer in Structural Composite", Issue 1 Kausar A. American Journal of Polymer Science & Engineering, vol. 5, pp. 1–12, 2017, [En línea]. Disponible en: http://www.ivyunion.org/ttp://www.ivyunion.org/index.php/ajpse/http://www.ivyunion .org
- [26] E. De, L. A. De Un, R. Híbrido, E. N. Las, S. Moncayo, y J. Daniela, "ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA PROPIEDADES MECÁNICAS Y TÉRMICAS DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ EPÓXICA TRABAJO DE TITULACIÓN PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO MECÁNICO".
- [27] T. Aguilar y A. Ivan, "ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA PREPARACIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ EPÓXICA REFORZADOS CON NANOTUBOS DE TITANATO Y SU CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y TÉRMICA TRABAJO DE TITULACIÓN PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO MECÁNICO".
- [28] V. D. Ramos, H. M. Da Costa, V. L. P. Soares, y R. S. V. Nascimento, "Modification of epoxy resin: A comparison of different types of elastomer", *Polym Test*, vol. 24, núm. 3, pp. 387–394, may 2005, doi: 10.1016/j.polymertesting.2004.09.010.
- [29] A. K. Pathak, M. Borah, A. Gupta, T. Yokozeki, y S. R. Dhakate, "Improved mechanical properties of carbon fiber/graphene oxide-epoxy hybrid composites", *Compos Sci Technol*, vol. 135, pp. 28–38, oct. 2016, doi: 10.1016/j.compscitech.2016.09.007.
- [30] C. B. Bucknall y A. H. Gilbert, "Toughening tetrafunctional epoxy resins using polyetherimide", 1989.
- [31] A. Saeed, A. Alaqab, E. Banoqitah, M. M. Damoom, y N. Salah, "Graphitic carbonrich oil fly ash as effective reinforcements to enhance the mechanical, thermal, and radiation shielding properties of high-grade epoxy polymer", *Polym Test*, vol. 115, nov. 2022, doi: 10.1016/j.polymertesting.2022.107739.
- [32] M. Dong, H. Zhang, L. Tzounis, G. Santagiuliana, E. Bilotti, y D. G. Papageorgiou, "Multifunctional epoxy nanocomposites reinforced by two-dimensional materials: A review", *Carbon*, vol. 185. Elsevier Ltd, pp. 57–81, el 15 de noviembre de 2021. doi: 10.1016/j.carbon.2021.09.009.
- [33] A. Hartono, E. F. da Silva, y H. F. Svendsen, "Kinetics of carbon dioxide absorption in aqueous solution of diethylenetriamine (DETA)", *Chemical Engineering Science*, vol. 64, núm. 14. pp. 3205–3213, el 15 de julio de 2009. doi: 10.1016/j.ces.2009.04.018.
- [34] A. Hartono y H. F. Svendsen, "Density, viscosity, and excess properties of aqueous solution of diethylenetriamine (DETA)", *Journal of Chemical Thermodynamics*, vol. 41, núm. 9. pp. 973–979, septiembre de 2009. doi: 10.1016/j.jct.2008.11.012.
- [35] F. Mei, Z. Li, K. Dai, J. Zhang, y C. Liang, "Article (Special Issue on Photocatalytic H 2 Production and CO 2 Reduction) Step-scheme porous g-C 3 N 4 /Zn 0.2 Cd 0.8 S-DETA composites for efficient and stable photocatalytic H 2 production", 2020. [En línea]. Disponible en: http://www.sciencedirect.com/science/journal/18722067

- [36] L. Guadagno *et al.*, "Mechanical and barrier properties of epoxy resin filled with multiwalled carbon nanotubes", *Carbon N Y*, vol. 47, núm. 10, pp. 2419–2430, ago. 2009, doi: 10.1016/j.carbon.2009.04.035.
- [37] T. Kim *et al.*, "Structural pore elucidation of super-activated carbon based on the micro-domain structure model", *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 101, pp. 186–194, sep. 2021, doi: 10.1016/j.jiec.2021.06.013.
- [38] A. E. Farrell, R. J. Plevin, B. T. Turner, A. D. Jones, M. O'Hare, y D. M. Kammen, "Ethanol can contribute to energy and environmental goals", *Science (1979)*, vol. 311, núm. 5760, pp. 506–508, ene. 2006, doi: 10.1126/science.1121416.
- [39] M. Von Sivers y G. Zacchi, "ETHANOL FROM LIGNOCELLULOSICS: A REVIEW OF THE ECONOMY", 1996.
- [40] B. Demir y T. R. Walsh, "Electronic Supplementary Information for: A robust and reproducible procedure for cross-linking thermoset polymers using molecular simulation", 2016.
- [41] G. Ramorino, F. Bignotti, S. Pandini, y T. Riccò, "Mechanical reinforcement in natural rubber/organoclay nanocomposites", *Compos Sci Technol*, vol. 69, núm. 7–8, pp. 1206–1211, jun. 2009, doi: 10.1016/j.compscitech.2009.02.023.
- [42] S. Chandra Dubey, V. Mishra, y A. Sharma, "A review on polymer composite with waste material as reinforcement", en *Materials Today: Proceedings*, Elsevier Ltd, 2021, pp. 2846–2851. doi: 10.1016/j.matpr.2021.03.611.
- [43] H. P. S. A. Khalil, M. Jawaid, P. Firoozian, O. Y. Alothman, M. T. Paridah, y E. S. Zainudin, "FLEXURAL PROPERTIES OF ACTIVATED CARBON FILLED EPOXY NANOCOMPOSITES (Sifat Lenturan Nanokomposit Epoksi Berpengisi Karbon Teraktif)", 2014.
- [44] Z. Salleh, M. M. Islam, M. Y. M. Yusop, y M. A. M. M. Idrus, "Mechanical Properties of Activated Carbon (AC) Coconut Shell Reinforced Polypropylene Composites Encapsulated with Epoxy Resin", *APCBEE Procedia*, vol. 9, pp. 92–96, 2014, doi: 10.1016/j.apcbee.2014.01.017.
- [45] G. H. Yuan, Z. H. Jiang, A. Aramata, y Y. Z. Gao, "Electrochemical behavior of activated-carbon capacitor material loaded with nickel oxide", *Carbon N Y*, vol. 43, núm. 14, pp. 2913–2917, nov. 2005, doi: 10.1016/j.carbon.2005.06.027.
- [46] A. L. Solano et al., "Acknowledgments Introduction to the Scope of the Text".
- [47] A. N. A. El-Hendawy, A. J. Alexander, R. J. Andrews, y G. Forrest, "Effects of activation schemes on porous, surface and thermal properties of activated carbons prepared from cotton stalks", *J Anal Appl Pyrolysis*, vol. 82, núm. 2, pp. 272–278, 2008, doi: 10.1016/j.jaap.2008.04.006.
- [48] Sudirman, M. Anggaravidya, E. Budianto, y I. Gunawan, "Synthesis and Characterization of Polyester-Based Nanocomposite", *Procedia Chem*, vol. 4, pp. 107–113, 2012, doi: 10.1016/j.proche.2012.06.016.
- [49] P. Negi y A. Kumar, "BIOMASS DERIVED ACTIVATED CARBON/EPOXY COMPOSITE AS MICROWAVE ABSORBING MATERIAL".

- [50] M. Mohmad *et al.*, "Physical-mechanical properties of palm kernel activated carbon reinforced polymeric composite: Potential as a self-lubricating material", 2018.
- [51] M. A. F. Mazlan *et al.*, "Activated Carbon from Rubber Wood Sawdust by Carbon Dioxide Activation", en *Procedia Engineering*, Elsevier Ltd, 2016, pp. 530–537. doi: 10.1016/j.proeng.2016.06.549.
- [52] T. Zhang, W. P. Walawender, y L. T. Fan, "Grain-based activated carbons for natural gas storage", *Bioresour Technol*, vol. 101, núm. 6, pp. 1983–1991, 2010, doi: 10.1016/j.biortech.2009.10.046.
- [53] V. K. Srivastava y S. Singh, "A Micro-Mechanical Model for Elastic Modulus of Multi-Walled Carbon Nanotube/Epoxy Resin Composites", *International Journal of Composite Materials*, vol. 2, núm. 2, pp. 1–6, ago. 2012, doi: 10.5923/j.cmaterials.20120202.01.
- [54] C.-T. Hsieh y H. Teng, "Influence of mesopore volume and adsorbate size on adsorption capacities of activated carbons in aqueous solutions", 2000.
- [55] M. Molina-Sabio, M. T. Gonzalez, F. Rodriguez-Reinoso, y A. Sepiijlveda-Escribano, "EFFECT OF STEAM AND CARBON DIOXIDE ACTIVATION IN THE MICROPORE SIZE DISTRIBUTION OF ACTIVATED CARBON", 1996.
- [56] Z. Hu y M. P. Srinivasan, "Mesoporous high-surface-area activated carbon". [En línea]. Disponible en: www.elsevier.nl/locate/micromeso
- [57] S. Guo *et al.*, "Effects of CO 2 activation on porous structures of coconut shell-based activated carbons", *Appl Surf Sci*, vol. 255, núm. 20, pp. 8443–8449, jul. 2009, doi: 10.1016/j.apsusc.2009.05.150.
- [58] S. M. A. K. Mohammed, T. Paul, D. John, C. Zhang, y A. Agarwal, "Understanding the role of ultrasonic cavitation assisted casting of boron nitride nanotube-reinforced aluminum matrix composite", *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 25, pp. 2405–2418, jul. 2023, doi: 10.1016/j.jmrt.2023.06.111.
- [59] F. Pervin, Y. Zhou, V. K. Rangari, y S. Jeelani, "Testing and evaluation on the thermal and mechanical properties of carbon nano fiber reinforced SC-15 epoxy", *Materials Science and Engineering: A*, vol. 405, núm. 1–2, pp. 246–253, sep. 2005, doi: 10.1016/j.msea.2005.06.012.
- [60] M. S. Goyat y P. K. Ghosh, "Impact of ultrasonic assisted triangular lattice like arranged dispersion of nanoparticles on physical and mechanical properties of epoxy-TiO2 nanocomposites", *Ultrason Sonochem*, vol. 42, pp. 141–154, abr. 2018, doi: 10.1016/j.ultsonch.2017.11.019.
- [61] M. L. Martínez, M. M. Torres, C. A. Guzmán, y D. M. Maestri, "Preparation and characteristics of activated carbon from olive stones and walnut shells", *Ind Crops Prod*, vol. 23, núm. 1, pp. 23–28, ene. 2006, doi: 10.1016/j.indcrop.2005.03.001.
- [62] I. O. Oladele, B. A. Makinde-Isola, A. A. Adediran, M. O. Oladejo, A. F. Owa, y T. M. A. Olayanju, "Mechanical and wear behaviour of pulverised poultry eggshell/sisal fiber hybrid reinforced epoxy composites", *Mater Res Express*, vol. 7, núm. 4, abr. 2020, doi: 10.1088/2053-1591/ab8585.

- [63] A. S. Yargic y N. Ozbay, "Effect of chemical activation on the cellular structure of biopitch-derived green carbon foam", *Diam Relat Mater*, vol. 96, pp. 58–66, jun. 2019, doi: 10.1016/j.diamond.2019.04.032.
- [64] W. T. Tsai, C. Y. Chang, y S. L. Lee, "Preparation and characterization of activated carbons from corn cob".
- [65] Y. Zheng, Y. Zheng, y R. Ning, "Effects of nanoparticles SiO2 on the performance of nanocomposites", *Mater Lett*, vol. 57, núm. 19, pp. 2940–2944, jun. 2003, doi: 10.1016/S0167-577X(02)01401-5.
- [66] C. Pelekani y V. L. Snoeyink, "COMPETITIVE ADSORPTION IN NATURAL WATER: ROLE OF ACTIVATED CARBON PORE SIZE".
- [67] J. H. Flynn, "Analysis of DSC results by integration", 1993.
- [68] D. Feldman y D. Banu, "thermochimica acta DSC analysis for the evaluation of an energy storing wallboard 1", 1996.
- [69] Y. Tian, Y. Li, X. Xu, y Z. Jin, "Starch retrogradation studied by thermogravimetric analysis (TGA)", *Carbohydr Polym*, vol. 84, núm. 3, pp. 1165–1168, mar. 2011, doi: 10.1016/j.carbpol.2011.01.006.
- [70] A. A. Jain, A. Mehra, y V. V. Ranade, "Processing of TGA data: Analysis of isoconversional and model fitting methods", *Fuel*, vol. 165, pp. 490–498, feb. 2016, doi: 10.1016/j.fuel.2015.10.042.
- [71] "Processing/How to use".
- [72] "e30e0058-8af5-4d81-8147-c1603177ddf3".
- [73] "Balanza analítica AS 220.R2 PLUS > Balanzas de laboratorio Radwag Balanzas Electrónicas". Consultado: el 10 de diciembre de 2023. [En línea]. Disponible en: https://radwag.com/es/balanza-analitica-as-220-r2-plus,w1,ZAE,101-101-125-100#3
- [74] "9cad5925-0191-4400-9e13-1584b77a33e0".
- [75] "Bomba de vacío de laboratorio libre de aceite rocker r300".
- [76] "TH-HA 2000/1 D Originalbetriebsanleitung Heißluftpistole F Instructions d'origine Pistolet à air chaud I Istruzioni per l'uso originali Pistola ad aria calda NL Originele handleiding Heteluchtpistool E Manual de instrucciones original Pistola decapadora P Manual de instruções original Pistola de ar quente", 2000.
- [77] "Hornos de vacío Thermo Scientific". [En línea]. Disponible en: www.thermofisher.com/vacuumovens
- [78] A. L. Solano et al., "Acknowledgments Introduction to the Scope of the Text".

6 ANEXOS

ANEXO I FICHA TÉCNICA DE LA RESINA EPÓXICA EPON 828

NEXION

Technical Data Sheet

Re-issued September 2005

EPON™ Resin 828

Product Description

EPON[™] Resin 828 is an undiluted clear difunctional bisphenol A/epichlorohydrin derived liquid epoxy resin. When cross-linked or hardened with appropriate curing agents, very good mechanical, adhesive, dielectric and chemical resistance properties are obtained. Because of this versatility, EPON Resin 828 has become a standard epoxy resin used in formulation, fabrication and fusion technology.

Benefits

- Fiber reinforced pipes, tanks and composites
- Tooling, casting and molding compounds
- Construction, electrical and aerospace adhesives
- High solids/low VOC maintenance and marine coatings
- Electrical encapsulations and laminates
- Chemical resistant tank linings, flooring and grouts
- Base resin for epoxy fusion technology

Sales Specification

Property	Units	Value	Test Method/Standard
Weight per Epoxide	g/eq	185 – 192	ASTM D1652
Viscosity at 25°C	Р	110 – 150	ASTM D445
Color	Gardner	1 max.	ASTM D1544

Typical Properties

Property	Units	Value	Test Method/Standard
Density at 25°C	lb/gal	9.7	ASTM D1475
Denisty at 25°C	g/ml	1.16	
Vapor pressure @ 25°C (77° F)	mm Hg	0.03	
Refractive index @ 25°C (77° F)		1.573	
Specific heat	BTU/lb/°F	0.5	

EPON Resin 828

Processing/How to use

General Information

The low viscosity and cure properties of EPON Resin 828 allow its use under various application and fabrication techniques including:

 Spraying and brushing 	Pultrusion
 Filament winding 	 Casting
Pressure laminating	 Molding
 Vacuum bag laminating 	 Toweling

Curing Agents

EPON Resin 828 can be cured or cross-linked with a variety of curing agents depending on properties desired in the finished product and the processing conditions employed. Some commonly used curing agents, recommended concentrations, typical cure schedules employed in major end-use applications, plus sources for these curing agents are displayed in Table 1.

Performance Properties

Perfomance Characteristics of Cured EPON Resin 828

Mechanical Properties

High performance, high strength materials are obtained when this resin is cured with a variety of curing agents. Unfilled systems in common use have tensile values greater than 10,000 psi (69 MPa) with modulus values greater than 400,000 psi (2750 MPa). Such systems are normally very rigid. If greater flexibility is needed systems can be formulated to provide up to 300% elongation.

Adhesive Properties

One of the most widely recognized properties of cured EPON Resin 828 is strong adhesion to a broad range of substrates. Such systems exhibit shear strength of up to 6,000 psi (41 Mpa). One factor which contributes to this property is the low shrinkage shown by these systems during cure. Compared to other polymers, epoxy resins have low internal stresses resulting in strong and durable finished products.

Electrical Properties

EPON Resin 828 cured systems have very good electrical insulating characteristics and dielectric properties. For example, systems can be obtained with anhydride and amine curing agents having volume resistivities up to 1 x 10E16 ohm-cm, dielectric constants of 3-5 and dissipation factors of 0.002 to 0.020 at ambient conditions. Electrical encapsulations, laminates and molding compounds are frequently based on EPON Resin 828.

Chemical Resistance

Cured EPON Resin 828 is highly resistant to a broad range of chemicals, including caustic, acids, fuels and solvents. Chemically resistant reinforced structures and linings or coatings over metal can be formulated with EPON Resin 828.

Formulating Techniques

The primary components of a thermosetting resin formula are the epoxy resin and the hardener or curing

ANEXO II FICHA TÉCNICA DEL AGENTE DE CURADO EPIKURE 2332

Technical Data Sheet

EPIKURE™ Curing Agent 3200 3223 3234 3245

Product Description

EPIKURE™ Curing Agents 3200, 3223, 3234, and 3245 are unmodified aliphatic amines. They are used in a variety of applications including epoxy curing agents. Due to their tendency to form complexes with atmospheric carbon dioxide, particularly in humid conditions, they are most often formulated, adducted or otherwise reacted to inhibit amine blush.

Application Areas/Suggested Uses

- Epoxy curing agentsPolyamides for inks and adhesives
- Wet strength resins
 Corrosion inhibitors
- · Oil and fuel additives
- · Chelating agents

Benefits

• As members of the ethylene amine family, they lend themselves to a wide variety of chemical reactions and enduse applications.

Sales Specifications

		3200	3223	3234	3245	
		AEP	DETA	TETA	TEPA	
Property	Units	Value	Value	Value	Value	Test Method/Standard
Amine value	mg/g	1,275 – 1,325	1,600 – 1,625	1,410 – 1,460	1,290 – 1,375	ASTM D2896
Color	Pt-Co	200 max.	30 max.	50 max.		ASTM D1209
Color	Gardner				2 max.	ASTM D1544
Water	% wt.	0.5 max.	0.5 max.	0.5 max.	0.5 max.	ASTM E1064
Purity	% wt.	98.0	98.5	96.0	95.0	

Typical Properties

		3200	3223	3234	3245	
		AEP	DETA	TETA	TEPA	
Property	Units	Value	Value	Value	Value	Test Method/Standard
Viscosity at 20°C	cP	20	10	25	100	
Equivalent weight, approx.		43	20.7	24.5	27.2	
Density @ 20 °C	g/ml	0.98	0.95	0.98	0.99	
Boiling Point, 760 mm Hg	°C	222	207	227	Decomp.	

EPIKURE Curing Agent 3200 3223 3234 3245

http://www.westlakeepoxy.com/en-US/product/epikure-curing-agent-3200-3223-3234-3245

Generated: May 24, 2022 Issue Date:

Revision: 8/1/2005 12:00:00 AM

® and ™ Licensed trademarks of Westlake Inc.

The information provided herein was believed by Westlake Inc. ("Westlake ") to be accurate at the time of preparation or prepared from sources believed to be reliable, but it is the responsibility of the user to investigate and understand other pertinent sources of information, to comply with all laws and procedures applicable to the safe handling and use of the product and to determine the suitability of the product for its intended use. All products supplied by Westlake Epoxy are subject to Westlake Epoxy's terms and conditions of sale. WESTLAKE MAKES NO WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, CONCERNING THE PRODUCT OR THE MERCHANTABILITY OR FITNESS THEREOF FOR ANY PURPOSE OR CONCERNING THE ACCURACY OF ANY INFORMATION PROVIDED BY WESTLAKE, except that the product shall conform to Westlake's specifications. Nothing contained herein constitutes an offer for the sale of any product.

ANEXO III. FICHA TÉCNICA DEL CARBÓN ACTIVADO WILD COAST ORGANICS



FICHA TÉCNICA CARBÓN ACTIVADO

Actualización 2024

1.- CARACTERÍSTICAS

CA-ST Este carbón activado se fabrica a partir de maderas duras. CA-VO Este carbón activado se fabrica a partir de concha de coco seleccionada.

2.- PROPIEDADES

Parámetros	Unidades	Especificaciones
Base		Carbón de Cáscara de Coco
Código		CA-VO
Apariencia		Micro-pulverizado
Humedad	%	3%-10%
Cenizas	%	3%-7%
Método de activación		Térmica
Área superficial especifica	M²/g	948
Volumen de poro	Cc/g	0.3-0.4
Ph	%	4-8
Yodo	mg I₂/g	800-950
Tamaño	Malla	Malla 200 min93%

3.- ESPECIFICACIONES

Condiciones de Manejo y almacenamiento Debe evitarse el contacto del producto con oxidantes fuertes como ozono, oxígeno líquido y permanganato de potasio. Almacénese en lugar seco y libre de solventes Biodegradable El carbón activado de origen vegetal es un producto orgánico y totalmente biodegradable.

Precauciones

El Carbón Activado no es un producto peligroso; sin embargo, cuando se encuentra pulverizado debe utilizarse protección respiratoria y gafas de seguridad.

La Armenia 2, Angel Polibio Chaves y Cesar Endara. Quito – Ecuador | Tlf. 0985558708 | <u>wildcoast.ec@qmail.com</u> www.wildcoastorganics.com @ @wildcoast_organics

ANEXO IV FICHA TÉCNICA DEL CARBÓN ACTIVADO BDH COMPANY



ANEXO V MICROGRAFÍAS DE LOS TIPOS DE CARBÓN ACTIVADO SEGÚN SU TAMAÑO DE PARTÍCULA.



Figura B. 1 Micrografías del carbón activado Wild Coast Organics para partículas menores a 37µm con aumento de 750x [Fuente: propia].



Figura B. 2 Micrografías del carbón activado Wild Coast Organics para partículas entre 1 y 37µm con aumento de 1000x [Fuente: propia].



Figura B. 3 Micrografías del carbón activado Wild Coast Organics para partículas entre 1 y 37µm con aumento de 2501x [Fuente: propia].



Figura B. 4 Micrografías del carbón activado Wild Coast Organics para partículas entre 1 y 37µm con aumento de 750x [Fuente: propia].



Figura B. 5 Micrografías del carbón activado Wild Coast Organics para partículas entre 37 y 100 µm con aumento de 1000x [Fuente: propia].



Figura B. 6 Micrografías del carbón activado Wild Coast Organics para partículas entre 37 y 100 µm con aumento de 1000x [Fuente propia].



Figura B. 7 Micrografías del carbón activado BDH Company para partículas entre 250 y 500 µm con aumento de 750x [Fuente propia].



Figura B. 8 Micrografías del carbón activado BDH Company para partículas entre 250 y 500 µm con aumento de 1000x [Fuente: propia].



Figura B. 9 Micrografías del carbón activado BDH Company para partículas entre 250 y 500 µm con aumento de 1000x [Fuente: propia].

ANEXO VI PLANOS DE LAS PROBETAS







ANEXO VII TGA DEL CARBON BDH COMPANY



Figura C. 1 Ensayo de TGA del carbón activado sin proceso de secado [Fuente propia].



Figura C. 2 Ensayo de TGA del carbón activado con proceso de secado de 5 ciclos [Fuente propia].

ANEXO VIII PROBETAS FRACTURADAS



Figura D. 1 Probetas fracturadas de EP [Fuente: propia].



Figura D. 2 Probetas fracturadas de EP-M-0.75%AC-T2-NS [Fuente: propia].



Figura D. 3 Probetas fracturadas de EP-M-1.5%AC-T2-S [Fuente: propia].



Figura D. 4 Probetas fracturadas de EP-M-3%AC-T2-S [Fuente: propia].



ANEXO IX CURVAS DE ESFUERZO DEFORMACION DE LAS PROBETAS.

Figura E. 1 Gráficas de Esfuerzo vs Deformación de las muestras EP [Fuente: propia].



Figura E. 2 Gráficas de Esfuerzo vs Deformación de las muestras EP-M-0.75%AC-T2-NS [Fuente: propia].



Figura E. 3 Gráficas de Esfuerzo vs Deformación de las muestras EP-M-1.5%AC-T2-S [Fuente: propia].



Figura E. 4 Gráficas de Esfuerzo vs Deformación de las muestras EP-M-3%AC-T2-S [Fuente: propia].

ANEXO X CURVAS OBTENIDAS POR DSC



Figura F. 1 Termograma obtenido por DSC de la matriz epóxica EP-1 [Fuente: propia].







Figura F. 3 Termograma obtenido por DSC de la muestra EP-M-0.75%AC-T2-NS-1 [Fuente: propia].



Figura F. 4 Termograma obtenido por DSC de la muestra EP-M-0.75%AC-T2-NS-2 [Fuente: propia].



Figura F. 5 Termograma obtenido por DSC de la muestra EP-M-1.5%AC-T2-S-1

[Fuente: propia].





[Fuente: propia].



Figura F. 7 Termograma obtenido por DSC de la muestra EP-M-3%AC-T2-S-1

[Fuente: propia].



Figura F. 8 Termograma obtenido por DSC de la muestra EP-M-3%AC-T2-S-2 [Fuente propia].