

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA

OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE COMPUESTOS DE POLIPROPILENO REFORZADO CON NANOARCILLAS MEDIANTE EXTRUSIÓN E INYECCIÓN

**PROYECTO PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO
MECÁNICO**

JONATHAN FERNANDO CASTRO REVELO

jonathfercho@hotmail.com

CRISTIAN ALEXANDER FAJARDO PRUNA

cristianfajardopruna@hotmail.com

DIRECTOR: VÍCTOR HUGO GUERRERO BARRAGÁN, Ph.D.

victor.guerrero@epn.edu.ec

Quito, septiembre de 2014

ABREVIATURAS

AMCOL	: The American Colloid Company
Ca-MMT	: Montmorillonita de calcio (calcium montmorillonite)
CMNC	: Nanocompuestos de matriz cerámica (ceramic matrix nanocomposites)
CPNC	: Nanocompuestos de matriz polimérica reforzados con nanoarcillas (clay polymer nanocomposite)
EVA	: Etileno vinil acetato (ethylene-vinyl acetate)
FEA	: Análisis de elementos finitos (finite element analysis)
GM	: General Motors
H-MMT	: Montmorillonita de hidrógeno (hydrogen montmorillonite)
HMSPP	: Polipropileno de alta resistencia (high-melt-strength polypropylene)
LS	: Capas de silicatos (layered silicates)
MMNC	: Nanocompuestos de matriz metálica (metallic matrix nanocomposites)
MMT	: Montmorillonita (montmorillonite)
Na-MMT	: Montmorillonita de sodio (sodium montmorillonite)
NSF	: Fundación Estadounidense para la Ciencia (National Science Foundation)
ODA	: Cloruro de amonio octadecilo (octadecyl ammonium chloride)
PEEK	: Poliéter éter cetona (polyether ether ketone)
PEO	: Polietilenglicol (polyethylene oxide)
PET	: Tereftalato de polietileno (polyethylene terephthalate)
PLA	: Ácido poli-láctico (polylactic acid)
PMNC	: Nanocompuestos de matriz polimérica (polymer matrix nanocomposites)

PP	: Polipropileno (polyethylene)
PP-g-MA	: Polipropileno maleizado (maleic anhydride grafted polypropylene)
TGA	: Análisis termogravimétrico (thermogravimetric analysis)
UHMWPE	: Polietileno de ultra alto peso molecular (ultra – high – molecular – weight – polyethylene)
PA-6	: Poliamida 6 (polyamide 6)
EVA	: Etilvinilacetato (ethylene vinyl acetate)
PEI	: Polietilenimina (polyethylenimine)
NR	: Caucho natural (natural rubber)
PS	: Poliestireno (polystyrene)
PHRR	: Velocidad liberación de calor pico (peak heat release rate)
LDPE	: Polietileno de baja densidad (low-density polyethylene)
HDPE	: Polietileno de alta densidad (high-density polyethylene)
uPVC	: Policloruro de vinilo (polyvinyl chloride)
SBR	: Caucho estireno-butadieno (styrene-butadiene rubber)
SAN	: Estireno acrilonitrilo (styrene acrylonitrile resin)
PMMA	: Polimetilmetacrilato (poly(methyl methacrylate))
ABS	: Acrilnitrilo butadieno estireno (acrylonitrile butadiene styrene)
WF	: Polvo de madera (wood flour)
CF	: Fibra de carbono (carbon fiber)
GF	: Fibra de vidrio (glass fiber)
WPC	: Compuestos poliméricos de madera (wood polymer composites)
CNF	: Nanofibras de carbono (carbon nanofibers)

DECLARACIÓN

Nosotros, Jonathan Fernando Castro Revelo y Cristian Alexander Fajardo Pruna, declaramos bajo juramento que el trabajo aquí descrito es de nuestra autoría, que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y que hemos consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

A través de la presente declaración cedemos nuestros derechos de propiedad intelectual correspondientes a este trabajo a la Escuela Politécnica Nacional, según lo establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su Reglamento y por la normatividad institucional vigente.

Jonathan Fernando Castro Revelo

Cristian Alexander Fajardo Pruna

CERTIFICACIÓN

Certificamos que el presente trabajo previo a la obtención del título de Ingeniero Mecánico fue desarrollado por los señores Jonathan Fernando Castro Revelo y Cristian Alexander Fajardo Pruna, bajo nuestra supervisión.

Víctor Hugo Guerrero, Ph.D.

DIRECTOR DEL PROYECTO

Ing. Salomé Galeas

CODIRECTORA DEL PROYECTO

AGRADECIMIENTO

A Sixto, mi padre que siempre ha sabido luchar por brindarme todo lo que he necesitado.

A Olga, mi madre que me ha enseñado que con perseverancia todo es posible, incluso lo que para muchos es imposible.

A mis hermanas y sobrina que me han enseñado que a pesar de los inconvenientes hay que ser felices como lo son todos los niños.

A mis amigos y novia que han estado acompañándome en los buenos y malos momentos de mi vida estudiantil.

Al Dr. Víctor Guerrero por ser un gran profesor y una guía tanto en el LAEV como en la dirección del presente proyecto de titulación.

A mis compañeros del LAEV, especialmente a Lucho y Edison que han sido mis maestros.

A las personas que trabajan en el LANUM, especialmente a la Ing. Salomé Galeas y a la Ing. Carla Valdivieso por su constante apoyo.

A General Motors Ecuador y Texticom, conjuntamente con el Ing. Oscar Mejía por facilitarnos los equipos necesarios para fabricar el prototipo.

Jonathan Castro

A mis padres, por su confianza y apoyo, pues en todo momento han estado ahí, dándome aliento en las horas buenas y en las difíciles.

A mi difunta abuelita que siempre me inculcó la sed de saber y prepararse para estar apto para afrontar la vida.

A mis hermanos, quienes me motivan a esforzarme, a demostrar que soy competente, autosuficiente, solvente y capaz.

A mis amigos, por acompañarme en los momentos satisfactorios así como en los compromisos y responsabilidades, siempre con una sonrisa.

A General Motors Ecuador, especialmente al Ing. Oscar Mejía, por coordinar con la empresa Texticom el uso de las instalaciones para la fabricación del prototipo.

A la Ing. Salomé Galeas y a la Ing. Carla Valdivieso por su apoyo y guía para el desarrollo del presente proyecto.

Al Dr. Víctor Guerrero por su guía para el desarrollo del presente proyecto de titulación.

Cristian Fajardo

DEDICATORIA

A Sixto Castro y Olga Revelo, ya que este triunfo no es solamente mío, sino también de ellos por saber ser padres.

Jonathan Castro

Dedico este trabajo de investigación a mis padres, que siempre han tenido como objetivo el preparar como profesionales a sus hijos.

Cristian Fajardo

CONTENIDO

ABREVIATURAS.....	i
DECLARACIÓN	iii
CERTIFICACIÓN	iv
AGRADECIMIENTO.....	v
DEDICATORIA.....	vii
CONTENIDO.....	viii
CONTENIDO DE TABLAS	xiv
CONTENIDO DE FIGURAS	xvii
RESUMEN	xxiv
PRESENTACIÓN	xxv
CAPÍTULO 1. COMPUESTOS REFORZADOS CON NANOARCILLAS.....	1
1.1. COMPUESTOS Y NANOCOMPUESTOS	1
1.1.1. COMPUESTOS.....	1
1.1.2. NANOCOMPUESTOS	3
1.1.3. ARCILLAS.....	4
1.1.4. NANOCOMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA REFORZADOS CON NANOARCILLAS.....	8
1.1.5. APLICACIONES DE LOS COMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA Y REFUERZO DE NANOARCILLAS	11
1.2. PROCESAMIENTO DE COMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA Y REFUERZO DE NANOARCILLAS	12
1.2.1. MÉTODO DE POLIMERIZACIÓN IN-SITU.....	14
1.2.2. MÉTODO DE SOLUCIÓN.....	15
1.2.3. MÉTODO DE MEZCLA DIRECTA FUNDIDA	16

1.3. PROPIEDADES DE LOS COMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA Y REFUERZO DE NANOARCILLAS	18
1.3.1. PROPIEDADES MECÁNICAS	19
1.3.1.1. Resistencia de tracción	19
1.3.1.2. Resistencia a flexión	22
1.3.1.3. Módulo de elasticidad	25
1.3.1.4. Resistencia al impacto	26
1.3.2. PROPIEDADES FÍSICAS	26
1.3.2.1. Propiedades de barrera	27
1.3.2.2. Retardo a la flama.....	29
1.3.2.3. Estabilidad térmica.....	30
1.4. JUSTIFICACIÓN.....	33
1.5. OBJETIVOS Y ALCANCE	33
1.5.1. OBJETIVOS.....	33
1.5.2. ALCANCES.....	34
CAPÍTULO 2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	35
2.1. MATERIALES UTILIZADOS	35
2.2. PROCESOS Y MÁQUINAS UTILIZADAS	36
2.2.1. PROCESO DE EXTRUSIÓN	40
2.2.1.1. Balanza digital ADAM PGL 6001	40
2.2.1.2. Extrusora Coperion ZSK 18 ML	41
2.2.1.3. Tina de enfriamiento	42
2.2.1.4. Peletizadora K-Tron Colormax.....	43

2.2.2. PROCESO DE INYECCIÓN	44
2.2.3. PROCESO DE SECADO	46
2.2.3.1. Termobalanza Ohaus MB45	46
2.2.3.2. Estufa Venticell 404	47
2.2.4. ENSAYOS MECÁNICOS	48
2.2.4.1. Máquina universal de ensayos Tinius Olsen H25KS	48
2.2.4.2. Máquina de ensayos de impacto Tinius Olsen IT 504	49
2.2.5. ENSAYOS TERMOMECÁNICOS	50
2.3. ENSAYOS PRELIMINARES	52
2.3.1. PARÁMETROS DE EXTRUSIÓN	52
2.3.2. PARÁMETROS DE INYECCIÓN	53
2.3.3. PARÁMETROS DE SECADO DEL MATERIAL DE REFUERZO.....	54
2.3.4. PARÁMETROS PARA LA CARACTERIZACIÓN MECÁNICA	54
2.4. OBTENCIÓN DE PELLETS DE NANOCOMPUESTO.....	55
2.5. ELABORACIÓN DE PROBETAS DE NANOCOMPUESTOS PARA ENSAYOS MECÁNICOS	55
2.6. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y TERMOMECÁNICA DE LAS PROBETAS OBTENIDAS	56
2.6.1. ENSAYO DE TRACCIÓN	57
2.6.2. ENSAYO DE FLEXIÓN	59
2.6.3. ENSAYO DE IMPACTO.....	61
2.6.4. CÁLCULO DE DENSIDAD.....	62
2.6.5. ENSAYO DE DUREZA	63

2.6.6. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO	63
2.7. OBTENCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y OPTIMIZACIÓN DEL PROTOTIPO ..	64
2.7.1. SELECCIÓN DEL PROTOTIPO	64
2.7.2. FABRICACIÓN DEL PROTOTIPO.....	70
2.7.3. CARACTERIZACIÓN DEL PROTOTIPO.....	71
2.7.3.1. Ensayo de tracción del prototipo.....	71
2.7.3.2. Ensayo de flexión del prototipo	72
2.7.3.3. Ensayo de carga puntual del prototipo.....	72
2.7.3.4. Ensayo termogravimétrico del prototipo.....	73
2.7.4. SIMULACIÓN.....	73
2.7.4.1. Pre-procesamiento.....	75
2.7.4.2. Procesamiento	78
2.7.4.3. Post-procesamiento	80
CAPÍTULO 3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	81
3.1. ENSAYOS PRELIMINARES DE CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y TERMOMECAÁNICA	81
3.1.1. ENSAYO DE TRACCIÓN	82
3.1.2. ENSAYO DE FLEXIÓN	84
3.1.3. ENSAYOS DE IMPACTO, DUREZA Y DENSIDAD.....	86
3.1.4. ENSAYO TERMOGRAVIMÉTRICO	87
3.2. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y TERMOMECAÁNICA DE LAS PROBETAS OBTENIDAS.....	88
3.2.1. ENSAYO DE TRACCIÓN	88

3.2.2. ENSAYO DE FLEXIÓN	93
3.2.3. ENSAYO DE IMPACTO	98
3.2.4. ENSAYO DE DUREZA	101
3.2.5. MEDICIÓN DE DENSIDAD	103
3.2.6. ENSAYO TERMOGRAVIMÉTRICO	105
3.2.7. COMPARACIÓN DE PROPIEDADES OBTENIDAS	108
3.2.8. COMPARACIÓN CON RESULTADOS DE OTROS AUTORES	112
3.2.8.1. Propiedades a tracción	112
3.2.8.2. Propiedades a flexión	117
3.2.8.3. Propiedades a impacto	121
3.3. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y TERMOMECAÁNICA DEL PROTOTIPO SELECCIONADO	122
3.3.1. ENSAYO DE TRACCIÓN DEL PROTOTIPO	123
3.3.2. ENSAYO DE FLEXIÓN DEL PROTOTIPO	124
3.3.3. ENSAYO DE CARGA PUNTUAL DEL PROTOTIPO	125
3.3.4. ENSAYO TERMOGRAVIMÉTRICO DEL PROTOTIPO	126
3.4. POST-PROCESAMIENTO DE LA SIMULACIÓN	127
3.4.1. SIMULACIÓN DEL PROTOTIPO SIN CAMBIOS DE LA GEOMETRÍA..	127
3.4.2. OPTIMIZACIÓN DEL PROTOTIPO	129
3.4.2.1. Reducción de espesores	129
3.4.2.2. Modificación de la geometría	131
3.4.3. COSTO DEL PROTOTIPO	133
CAPÍTULO 4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	136

4.1. CONCLUSIONES.....	136
4.2. RECOMENDACIONES	139
BIBLIOGRAFÍA	140
ANEXOS	145

CONTENIDO DE TABLAS

Tabla 1.1. Compuestos poliméricos	2
Tabla 1.2. Propiedades de arcillas montmorilloníticas MMT	7
Tabla 1.3. Ejemplos de matrices poliméricas de nanocompuestos y sus propiedades mejoradas.....	9
Tabla 1.4. Propiedades mecánicas de compuestos de polipropileno y sus propiedades.....	10
Tabla 1.5. Nanocompuestos poliméricos y sus respectivos objetivos de mercado .	10
Tabla 1.6. Aplicaciones potenciales de sistemas de polímeros nanocompuestos. .	12
Tabla 1.7. Propiedades mecánicas luego de la incorporación de compatibilizante y variación de composiciones de arcillas bentoníticas.	21
Tabla 1.8. Propiedades mecánicas con distintas composiciones de arcillas pelletizadas.	22
Tabla 1.9. Propiedades mecánicas de compuestos reforzados con 1, 3, 5, 7 y 10 wt % de nanoarcillas con una relación de compatibilizante:arcillas de 1:1.	25
Tabla 1.10. Variación de las propiedades mecánicas y absorción de agua de compuestos con PP.	28
Tabla 1.11. Propiedades mecánicas y reducción de permeabilidad con variación de nanoarcillas	29
Tabla 1.12. Resultados del estudio de Lan con nanoarcillas como retardantes a la llama.....	30
Tabla 1.13. Composiciones de las muestras.....	31
Tabla 1.14. Temperaturas en función de la pérdida de masa y residuo a 600°C.....	32
Tabla 2.1. Propiedades del polipropileno homopolímero Petroquim PH1310.	36
Tabla 2.2. Nomenclatura utilizada en los nanocompuestos obtenidos.....	39

Tabla 2.3. Composiciones de las muestras fabricadas con matriz de PP.....	40
Tabla 2.4. Parámetros de inyección según la norma ASTM D4101-11.....	53
Tabla 2.5. Parámetros utilizados en el análisis termogravimétrico.....	63
Tabla 2.6. Ponderación del peso específico de cada criterio.	67
Tabla 2.7. Ponderación del peso específico del criterio de la producción.....	67
Tabla 2.8. Ponderación del peso específico del criterio del tamaño.	68
Tabla 2.9. Ponderación del peso específico del criterio de la sollicitación mecánica.	68
Tabla 2.10. Ponderación del peso específico del criterio del periodo de carga.....	69
Tabla 2.11. Ponderación del peso específico del criterio del costo del material	69
Tabla 2.12. Prioridad a la selección del prototipo.....	70
Tabla 2.13. Propiedades del PP y el nanocompuesto de arcillas.....	75
Tabla 3.1. Resistencia a la tracción, deformación en el punto de esfuerzo máximo, módulo elástico del PP y de los nanocompuestos evaluados en los ensayos preliminares.	83
Tabla 3.2. Resistencia a la flexión, deformación en el punto de esfuerzo máximo, módulo de elasticidad tangencial del PP y de los nanocompuestos evaluados en los ensayos preliminares.....	85
Tabla 3.3. Resistencia al impacto, dureza y densidad del PP y de los nanocompuestos evaluados en los ensayos preliminares.	86
Tabla 3.4. Resistencia a la tracción, deformación en el punto de esfuerzo máximo, módulo elástico del PP y de los nanocompuestos ensayados.	89
Tabla 3.5. Resistencia, deformación y módulo tangencial a flexión para el PP y sus nanocompuestos.	94
Tabla 3.6. Resistencia al impacto promedio del PP y de los nanocompuestos ensayados.....	99

Tabla 3.7. Dureza Shore D del PP y de los nanocompuestos ensayados.	102
Tabla 3.8. Densidad promedio del PP y de los compuestos obtenidos.....	104
Tabla 3.9. Temperaturas a las que se pierde el 10% y el 50% de masa de los nanocompuestos.	106
Tabla 3.10. Propiedades a tracción, flexión, impacto, dureza y densidad de los materiales obtenidos.	109
Tabla 3.11. Resistencia, deformación y módulo de elasticidad a tracción de probetas extraídas de las bandejas de batería de PP y de PP5EI-1:2.....	123
Tabla 3.12. Resistencia, deformación y módulo de elasticidad a flexión de probetas extraídas de las bandejas de batería de PP y de PP5EI-1:2.....	124
Tabla 3.13. Datos obtenidos de la simulación de la bandeja de PP y de la bandeja de material compuesto.	128
Tabla 3.14. Propiedades y resultados de las simulaciones sobre la bandeja provista por GM y las bandejas con reducción de espesor.....	129
Tabla 3.15. Peso de la bandeja original y la bandeja con reducción del espesor. ...	131
Tabla 3.16. Propiedades y resultados de las simulaciones sobre la bandeja provista por GM y las bandejas con modificación sobre la geometría.	132
Tabla 3.17. Peso de la bandeja original y la bandeja con modificación sobre la geometría y cambio de material.	133
Tabla 3.18. Costo de los materiales	134
Tabla 3.19. Costo del prototipo y sus optimizaciones.	134
Tabla 3.20. Costo de materiales poliméricos en relación al PP.	135

CONTENIDO DE FIGURAS

Figura 1.1.	Estructura idealizada de un filosilicato con una celda unitaria $[\text{Al}_2(\text{OH})_2(\text{Si}_2\text{O}_5)_2] + 5 \text{ wt\% H}_2\text{O}$	5
Figura 1.2.	Estructura idealizada de un filosilicato en la que se ilustran los cationes intercambiables.	6
Figura 1.3.	Nanorcillas y compuestos reforzados con nanoarcillas.....	11
Figura 1.4.	Representación esquemática de la estructura de un compuesto obtenido usando capas de silicato.	13
Figura 1.5.	Representación esquemática de un nanocompuesto polímero/capas de silicato obtenido por polimerización in-situ.	15
Figura 1.6.	Representación esquemática de un nanocompuesto polímero/capas de silicato obtenido por el método de solución.....	16
Figura 1.7.	Representación esquemática de un nanocompuesto polímero/capas de silicato obtenido por el método de mezcla directa fundida.	17
Figura 1.8.	Resistencia a la tracción y módulo respecto al porcentaje en peso de arcillas en una matriz de PP.....	20
Figura 1.9.	Tipos de masterbatch.....	20
Figura 1.10.	Efecto de arcilla montmorillonita orgánica en matriz de PP.	23
Figura 1.11.	Resistencia a flexión de compuestos con diferentes cargas de nanoarcillas y PP-g-MA.....	24
Figura 1.12.	Módulo a flexión de compuestos con diferentes cargas de nanoarcillas y PP-g-MA.....	24
Figura 1.13.	Propiedades de impacto respecto a la carga de arcilla.....	26
Figura 1.14.	Laberinto o camino tortuoso en nanocompuestos polímero / capas de silicato.	27

Figura 1.15. Termograma de PP, matrices compatibilizadas y matrices reforzadas con nanoarcillas	32
Figura 2.1. Arcillas monmorilloníticas: (a) arcillas en masterbatch y (b) arcillas en polvo.....	35
Figura 2.2. Diagrama de ensayos preliminares.....	37
Figura 2.3. Diagrama de ensayos definitivos.	38
Figura 2.4. Balanza digital ADAM PGL 6001.	41
Figura 2.5. Extrusora Coperion ZSK 18 ML.	41
Figura 2.6. Tornillo cilíndrico de la extrusora Coperion ZSK 18 ML.	42
Figura 2.7. Tina de enfriamiento.....	43
Figura 2.8. Peletizadora K-TronColormax.....	43
Figura 2.9. Elementos de la unidad de cierre.....	44
Figura 2.10. Elementos de la unidad de inyección.....	45
Figura 2.11. Inyectora Milacron MT55.....	46
Figura 2.12. Termobalanza Ohaus MB45.	47
Figura 2.13. Estufa Venticell 404.....	47
Figura 2.14. Probeta ensayada a tracción en la máquina universal de ensayos Tinius Olsen H25KS.	48
Figura 2.15. Probeta ensayada a flexión en la máquina universal de ensayos Tinius Olsen H25KS.	49
Figura 2.16. Máquina de ensayos de impacto Tinius Olsen IT 504.....	50
Figura 2.17. Diagrama esquemático de una termobalanza moderna.....	51
Figura 2.18. Analizador termogravimétrico TGA Q500.....	52
Figura 2.19. Probetas obtenidas del proceso de inyección.....	56

Figura 2.20. Dimensiones de probetas tipo I para ensayo de tracción según la norma ASTM D638-10.	57
Figura 2.21. Dimensiones de las probetas para ensayo de flexión según norma ASTM D790-10.	59
Figura 2.22. Dimensiones de probetas tipo E para ensayo de impacto según la norma ASTM D256-10.	61
Figura 2.23. Inyectora WELTEC 160 F2 de Texticom.	70
Figura 2.24. Montaje del molde de la bandeja de batería en la inyectora.	71
Figura 2.25. Montaje en la máquina universal de ensayos de las probetas de tracción extraídas del prototipo.	72
Figura 2.26. Montaje de la bandeja de batería para el ensayo de carga puntual.	73
Figura 2.27. Proceso de una simulación mediante un FEA.	74
Figura 2.28. Geometría a analizarse.	76
Figura 2.29. Asignación de los apoyos del modelo.	76
Figura 2.30. Asignación de cargas del modelo.	77
Figura 2.31. Deformación total de la bandeja provista por GM Ecuador con material nanocompuesto.	79
Figura 2.32. Máximo esfuerzo principal de la bandeja provista por GM Ecuador con material nanocompuesto.	79
Figura 3.1. Esfuerzo vs. porcentaje de deformación de los ensayos de tracción realizados en los ensayos preliminares.	82
Figura 3.2. Fractura de las probetas de tracción obtenidas en los ensayos preliminares: (a) PP, (b) PP5EI*-1:2 y (c) PP5I*-1:2.	83
Figura 3.3. Esfuerzo vs. porcentaje de deformación en materiales ensayados a flexión durante los ensayos preliminares.	84

- Figura 3.4. Falla de las probetas de flexión obtenidas en los ensayos preliminares: (a) PP, (b) PP5EI*-1:2 y (c) PP5I*-1:2.....85
- Figura 3.5. Fractura de las probetas de impacto obtenidas en los ensayos preliminares: (a) PP, (b) PP5EI*-1:2 y (c) PP5I*-1:2.87
- Figura 3.6. Porcentaje de masa vs. temperatura del ensayo termogravimétrico del PP y de los nanocompuestos evaluados en los ensayos preliminares.88
- Figura 3.7. Curvas esfuerzo vs. porcentaje de deformación de los ensayos de tracción realizados a los materiales sin variar la cantidad de compatibilizante.90
- Figura 3.8. Fractura de las probetas de tracción del PP y de nanocompuestos en los que no se modificó la cantidad de compatibilizante: (a) PP, (b) PP3EI-1:2, (c) PP5EI-1:2 y (d) PP7EI-1:2.91
- Figura 3.9. Esfuerzo vs. porcentaje de deformación a tracción de nanocompuestos reforzados con 5 wt% de arcillas y con diferentes cantidades de compatibilizante.92
- Figura 3.10. Fractura de las probetas de tracción de nanocompuestos con 5 wt% en los que se modificó la cantidad de compatibilizante: (a) PP5EI-1:2, (b) PP5EI-1:1 y (c) PP5EI-2:1.....93
- Figura 3.11. Esfuerzo vs. porcentaje de deformación de los ensayos de flexión realizados.....95
- Figura 3.12. Falla de las probetas de flexión del PP y de nanocompuestos en los que no se modificó la cantidad de compatibilizante: (a) PP, (b) PP3EI-1:2, (c) PP5EI-1:2 y (d) PP7EI-1:2.96
- Figura 3.13. Esfuerzo vs. porcentaje de deformación a flexión de nanocompuestos reforzados con 5 wt% de arcilla y con diferentes cantidades de compatibilizante.97
- Figura 3.14. Fractura de las probetas de flexión de nanocompuestos con 5 wt% en los que se modificó la cantidad de compatibilizante: (a) PP5EI-1:2, (b) PP5EI-1:1 y (c) PP5EI-2:1.....98

Figura 3.15. Resistencia al impacto sin variar la cantidad de compatibilizante de los nanocompuestos formulados.	99
Figura 3.16. Fractura de las probetas de impacto del PP y de nanocompuestos en los que no se modificó la cantidad de compatibilizante: (a) PP, (b) PP3EI-1:2, (c) PP5EI-1:2 y (d) PP7EI-1:2.	100
Figura 3.17. Resistencia al impacto al variar la cantidad de compatibilizante en los compuestos formulados.	101
Figura 3.18. Variación de la dureza sin variar la cantidad de compatibilizante en los nanocompuestos obtenidos.	102
Figura 3.19. Variación de la dureza al variar la cantidad de compatibilizante en los compuestos formulados.	103
Figura 3.20. Densidad del PP y de los nanocompuestos obtenidos sin variar la cantidad de compatibilizante.	104
Figura 3.21. Variación de la densidad de los nanocompuestos obtenidos al variar la cantidad de compatibilizante.	105
Figura 3.22. Porcentaje de masa vs. temperatura del ensayo termogravimétrico del PP y de los nanocompuestos sin variar la cantidad de compatibilizante.	106
Figura 3.23. Porcentaje de masa vs. temperatura del ensayo termogravimétrico de los nanocompuestos reforzados con 7 wt% de arcillas y con diferentes cantidades de compatibilizante.	107
Figura 3.24. Comparación de las propiedades mecánicas de los compuestos obtenidos.	110
Figura 3.25. Comparación de las propiedades mecánicas específicas a tracción de los compuestos obtenidos.	111
Figura 3.26. Comparación de las propiedades mecánicas específicas a flexión de los compuestos obtenidos.	111

Figura 3.27. Incremento de la resistencia a la tracción de los nanocompuestos obtenidos en este estudio con los de Ataefard y los de Liu.....	113
Figura 3.28. Incremento del módulo de elasticidad de los nanocompuestos obtenidos en este estudio con los de Ataefard y los de Liu.	113
Figura 3.29. Resistencia a la tracción específica promedio del nanocompuesto PP5EI-1:2 y de compuestos reforzados con materiales lignocelulósicos, fibras naturales y fibras sintéticas.	115
Figura 3.30. Módulo de elasticidad específico promedio del nanocompuesto PP5EI-1:2 y de compuestos reforzados con materiales lignocelulósicos, fibras naturales y fibras sintéticas.	116
Figura 3.31. Incremento de la resistencia a la flexión de los nanocompuestos obtenidos en este estudio y los obtenidos por Ziaei y Ding.....	117
Figura 3.32. Comparación del módulo de elasticidad a la flexión de los nanocompuestos obtenidos en el presente estudio con los presentados por Ziaei y Ding.	118
Figura 3.33. Incremento de la resistencia a la flexión de los nanocompuestos PP3EI con diferente cantidad de compatibilizante y los obtenidos por Ding y otros.	119
Figura 3.34. Incremento del módulo de elasticidad a la flexión de los nanocompuestos PP3EI con diferente cantidad de compatibilizante y los obtenidos por Ding y otros.	119
Figura 3.35. Resistencia a la flexión específica promedio del nanocompuesto PP5EI-1:2 y de compuestos reforzados con materiales lignocelulósicos, fibras naturales y fibras sintéticas.	120
Figura 3.36. Módulo a la flexión específico promedio del nanocompuesto PP5EI-1:2 y de compuestos reforzados con materiales lignocelulósicos, fibras naturales y fibras sintéticas.	121
Figura 3.37. Disminución de la resistencia al impacto de los nanocompuestos obtenidos y los presentados por Lucilene De Paiva.....	122

Figura 3.38. Esfuerzo vs. porcentaje de deformación del ensayo de tracción realizado a probetas extraídas de las bandejas de batería de PP y de PP5EI-1:2.	124
Figura 3.39. Esfuerzo vs. porcentaje de deformación del ensayo de flexión realizado a probetas extraídas de las bandejas de batería de PP y de PP5EI-1:2.	125
Figura 3.40. Fuerza vs. porcentaje deflexión del ensayo de carga puntual realizado en las bandejas de batería de PP y de PP5EI-1:2.	125
Figura 3.41. Porcentaje de masa vs. temperatura del ensayo termogravimétrico realizado en las bandejas de batería de PP y de PP5EI-1:2.	126
Figura 3.42. Herramientas de esfuerzo: esfuerzo máximo equivalente. (a) bandeja de PP (b) bandeja de material nanocompuesto.	127
Figura 3.43. Esfuerzo máximo equivalente vs. espesor para reducción del espesor en las bandejas de batería.	130
Figura 3.44. Volumen vs. espesor para reducción del espesor en las bandejas de batería.	130
Figura 3.45. Bandeja de batería con nervaduras circulares en la base.	131
Figura 3.46. Esfuerzo máximo equivalente vs. espesor para la optimización de la geometría de las bandejas de batería.	132
Figura 3.47. Volumen vs. espesor para optimización de la geometría de las bandejas de batería.	133

RESUMEN

En el presente trabajo se estudia el efecto que produce sobre las propiedades mecánicas y termomecánicas la incorporación de nanoarcillas montmorilloníticas en una matriz de polipropileno (PP). Para la obtención de este compuesto se utilizó como refuerzo arcilla en forma de polvo y de masterbatch, en porcentajes de 3, 5, 7 wt% de arcillas, y se utilizó como compatibilizante polipropileno maleizado (PP-g-MA), en proporciones 1:2, 1:1 y 2:1. La incorporación de las arcillas y el compatibilizante en la matriz de PP se realizó mediante una extrusora de doble tornillo. Las probetas para la caracterización mecánica se obtuvieron mediante inyección. Para esta caracterización se realizaron ensayos mecánicos de tracción, flexión e impacto según las normas ASTM D638-10, ASTM D7264-07 y ASTM D256-10, respectivamente. La estabilidad térmica del material fue determinada mediante análisis termogravimétrico (TGA). De acuerdo con los resultados obtenidos se determinó que los nanocompuestos reforzados con 5 wt% de nanoarcillas en polvo mostraron las mejores propiedades mecánicas respecto a la matriz pura; con incrementos del 4% en la resistencia a la tracción y 45% en el módulo de elasticidad. Además, se observaron mejoras del 40% en la resistencia a la flexión y 57% en su módulo. Asimismo, se produjo una reducción del 50% en la resistencia al impacto. La estabilidad térmica y la resistencia a la flama de los nanocompuestos aumentaron de manera proporcional con la cantidad de arcilla que contenían. Al comparar los resultados con estudios similares en algunas propiedades se evidenciaron mayores mejoras que otras, esto se atribuye a que las características de los materiales utilizados no son idénticas. Cuando se compararon con otros tipos de refuerzos se observó cierta mejora en comparación con los refuerzos de fibras cortas y cierta disminución en comparación con las fibras largas. Posteriormente, con los nanocompuestos reforzados con 5 wt% de arcillas en polvo se fabricó un prototipo de bandeja de batería con la ayuda de General Motors Ecuador, el mismo que fue caracterizado mediante ensayos de tracción, flexión, de carga puntual y análisis termogravimétrico. De estos ensayos se obtuvieron mejoras del 17% y 25%, en la resistencia a la tracción y módulo, respectivamente. Además se observó un aumento del 32% y 48% en la resistencia a la flexión y su módulo, y del 52% en el ensayo de carga puntual. Finalmente, del análisis termogravimétrico se observó que el prototipo reforzado con el nanocompuesto tiene una mayor estabilidad térmica que el PP puro.

PRESENTACIÓN

En el presente estudio se obtuvieron probetas de nanocompuestos de polipropileno reforzado con distintas fracciones de nanoarcillas. Estas probetas fueron utilizadas para determinar las propiedades mecánicas de tracción, flexión e impacto de los materiales. Además de dichas propiedades, se usó el análisis termogravimétrico para determinar la estabilidad térmica del material. Con estos resultados se obtuvieron los parámetros de procesamiento, tipo de arcillas, cantidad de refuerzo y cantidad de compatibilizante para conseguir la mejor combinación de propiedades mecánicas y termomecánicas. Después de ello, en el marco de un acuerdo de investigación existente entre la Escuela Politécnica Nacional y General Motors Ecuador se fabricó un prototipo a partir del nanocompuesto obtenido. Como el prototipo fabricado con nanocompuestos presenta una mayor resistencia en comparación con el original se aprovechó para optimizar su geometría. Con dicha optimización se obtuvo un prototipo computacional con similar resistencia al original pero de menor peso y con un costo ligeramente menor al del prototipo original. Para la optimización, se realizaron varias simulaciones con el software ANSYS 14.5.7.

En el primer capítulo de este proyecto se presenta una revisión general de los nanocompuestos poliméricos reforzados con sílices. Dicha revisión permitió conocer las características del material y de sus componentes, así como los parámetros de procesamiento de nanocompuestos de este tipo. Además, en este capítulo se incluyeron los resultados de algunos estudios relacionados con el tema para su posterior comparación con los nanocompuestos obtenidos en este estudio.

En el segundo capítulo se describe la metodología experimental utilizada para la obtención de los nanocompuestos. Para ello, se da una breve explicación de los materiales, equipos y procesos utilizados. Además, se indican los ensayos preliminares necesarios para determinar los parámetros de secado, extrusión e inyección utilizados para la elaboración de probetas de nanocompuestos. Después se exponen las normas utilizadas para la caracterización mecánica y termomecánica con los respectivos cálculos. Finalmente, se indican los parámetros definidos en la selección del prototipo, su obtención, caracterización y optimización mediante simulaciones.

En el tercer capítulo se analizan y discuten los resultados obtenidos. Para ello, se incluyen gráficos y tablas en las que se muestran los resultados que se obtuvieron en los diferentes ensayos realizados. Con estos resultados se analizó la influencia que tiene cada una de las variables en las propiedades de los materiales. Además, se comparan los resultados presentados con los de otros autores. Al final del capítulo también se citan los resultados de la caracterización y simulación del prototipo fabricado.

En el cuarto capítulo se exponen las conclusiones y recomendaciones de la presente investigación. Se verifica el cumplimiento de los objetivos planteados y se definen ciertas investigaciones que se podrían realizar en un futuro con nanocompuestos similares.

CAPÍTULO 1

COMPUESTOS REFORZADOS CON NANOARCILLAS

El uso de los nanocompuestos en la industria busca la mejora de propiedades específicas de un material con la finalidad de mejorar el desempeño y reducir los costos. En el presente estudio se tiene como objetivo principal el obtener y caracterizar materiales compuestos de polipropileno reforzado con nanoarcillas procesados mediante extrusión e inyección.

En el presente capítulo se describen aspectos fundamentales así como la terminología utilizada en el área de los materiales compuestos y nanocompuestos. Además se estudia sus principales propiedades mecánicas, métodos de obtención y aplicaciones. También se indican las principales características de las arcillas que se emplean como refuerzo para la obtención de materiales nanocompuestos.

1.1. COMPUESTOS Y NANOCOMPUESTOS

1.1.1. COMPUESTOS

Se define a un compuesto como la combinación de dos o más componentes que difieren en forma o composición en una macroescala, presenta dos o más fases distintas. Una fase es la matriz y las demás son los refuerzos refuerzos, con interfaces distinguibles entre sí. Los compuestos son generalmente usados para mejorar propiedades estructurales, siendo común el uso de refuerzos particulados y fibras continuas o discontinuas, todo esto sobre una matriz que sirve de base. El refuerzo está con una carga en volumen por lo general del 10% o superior [1].

En la fabricación de compuestos también se usan fibras naturales. Un factor importante sobre las fibras naturales utilizadas como refuerzo de una matriz polimérica, especialmente en Ecuador, es relativamente su bajo costo así como su volumen de producción. Para el uso de materiales reforzados con fibras naturales es de interés que el costo del producto sea menor al que va a reemplazar, conservando la funcionalidad del mismo, con un volumen comercial considerable [2]. La matriz comprende entre un 30 y 40% de la composición de un compuesto. La matriz cumple con ciertas funciones [1]:

- a. Mantiene a los materiales juntos y determina la estabilidad termo-mecánica.
- b. Protege a los refuerzos del desgaste, la abrasión y el ambiente.
- c. Ayuda a distribuir la carga aplicada, actuando como un medio de transferencia de esfuerzos.
- d. Provee la durabilidad, dureza interlaminar, resistencia al corte y compresión transversal del sistema.
- e. Mantiene la orientación de las fibras y el espaciado en la estructura.

Cabe indicar que los materiales compuestos no son nuevos, se han usado desde la antigüedad para favorecer ciertas propiedades de los materiales, mejorar su rendimiento o dar una nueva funcionalidad como por ejemplo el barro o el concreto [3]. En la Tabla 1.1 se coloca algunos compuestos poliméricos reforzados con fibras naturales entre otros.

Tabla 1.1. Compuestos poliméricos [4].

Matriz / refuerzo	Propiedades mejoradas
Polyester / fibra de vidrio	Resistencia a la tracción, estiramiento de rotura, rigidez, módulo de Young.
Polyester / fibras naturales	
Polietileno de baja densidad/MMT	
Polipropileno / fibra corta de abacá	
Poliéster / abacá	
Poliéster / cabuya	
Poliéster / abacá-vidrio	
Poliéster / vidrio-coco	
PLA / abacá	
Polipropileno / montmorillonita	
Nylon 6 / capas de silicatos	Módulo de almacenamiento, resistencia y módulo de tracción, reducción de la flamabilidad.
Polilactida / capas de silicatos	Módulo de almacenamiento, resistencia y módulo de flexión, deformación de rotura, propiedades de barrera, y biodegradabilidad
Epoxi / capas de silicatos	Resistencia y módulo a tracción
Poliamida / montmorillonita	Resistencia a tracción, deformación de rotura, propiedades de barrera.
Poliestireno / capas de silicatos	Resistencia a tracción y flamabilidad reducida.
Óxido de poliestireno / capas de silicatos	Conductividad iónica.

1.1.2. NANOCOMPUESTOS

Durante los últimos años, términos como nanocompuestos y nanomateriales han cobrado importancia y han despertado el interés de la academia y la industria. La Fundación Estadounidense para la Ciencia (National Science Foundation, NSF) ha solicitado propuestas de investigación conjunta en el área de ciencia e ingeniería a nivel de nanoescalas [5].

En los nanocompuestos su gran área superficial provista por el refuerzo sobre la matriz proporciona excelentes mejoras en sus propiedades finales, esto debido a que una o más dimensiones del o los refuerzos se encuentran en el rango menor o igual a los 100 nm o menor [6]. Es necesario mencionar los factores que determinan la competencia entre los compuestos tradicionales y los nanocompuestos. Así, si ambos poseen propiedades mecánicas similares, los factores serán el costo, la fiabilidad y el grado de complejidad involucrado al procesamiento del material. La barrera del costo es superada con el volumen de producción, siendo la variable más crítica el grado de complejidad en el procesamiento del material. Cabe indicar que, generalmente para la fabricación de nanocompuestos se usan los mismos equipos usados en la fabricación de materiales tradicionales. Además, es más fácil obtener nanocompuestos que materiales compuestos reforzados con fibras u otros refuerzos en la macro escala ya que se requieren aditamentos extra para los equipos.

Como en el caso de los materiales microcompuestos y macrocompuestos. Los nanocompuestos pueden ser clasificados de acuerdo a la matriz de los materiales en tres diferentes categorías [4]:

- Nanocompuestos de matriz cerámica (CMNC)
- Nanocompuestos de matriz metálica (MMNC)
- Nanocompuestos de matriz polimérica (PMNC)

Las abreviaturas corresponden al significado en inglés y se encuentran en el acápite de abreviaturas en la página i.

Los materiales poliméricos son extensamente usados en la industria debido a su relativa facilidad de procesamiento, baja densidad y su naturaleza comúnmente dúctil. A pesar de esto, presentan algunas desventajas como su bajo módulo y resistencia comparados con los materiales metálicos y cerámicos. En este campo, una forma

efectiva de mejorar sus propiedades mecánicas es la adición de fibras, láminas o partículas como refuerzo de la matriz polimérica. Además, los polímeros se han reforzado con materiales inorgánicos, sean sintéticos o naturales con el fin de mejorar su resistencia mecánica, resistencia al calor; y reducir la permeabilidad respecto a gases y vapores [4].

Los refuerzos empleados en la producción de nanocompuestos poliméricos pueden ser clasificados de acuerdo a sus dimensiones.

- El primer grupo son aquellos en los que sus tres dimensiones se encuentran en la nanoescala, conocido como nanopartículas isodimensionales.
- Un segundo grupo son aquellos en los que sus dos dimensiones se encuentran en la nanoescala, como los nanotubos.
- El tercer grupo son aquellos en los que únicamente una de sus dimensiones se encuentran en la nanoescala y se presenta como láminas de unos pocos nanómetros de espesor y cientos o miles de nanómetros de largo.

Este último grupo es conocido como nanocompuestos polímero-capas en el que se encuentran las arcillas y las capas de silicatos (montmorillonita, hectorita, saponita, fluoromica, fluorohectorita, vermiculita y caolinita). Los nanocompuestos basados en arcilla y capas de silicatos han sido ampliamente estudiados debido a su disponibilidad como materiales particulados de arcillas y su gran relación de aspecto, los filosilicatos son las capas de silicato más común en polímeros nanocompuestos [4].

1.1.3. ARCILLAS

Las arcillas se originaron a partir de una alteración hidrotermal de ceniza volcánica alcalina y rocas del período cretácico (hace 85-125 millones de años). Estas se distinguen de las rocas en varios aspectos:

- Las arcillas húmedas pueden ser conformadas por la aplicación de una fuerza ligera y mantienen la forma impuesta al retirar esta fuerza.
- Las arcillas están compuestas por cristales extremadamente finos, generalmente en forma de placa con un diámetro menor a 2 μm y un espesor menor a 10 nm, con una gran relación de aspecto (largo/ancho). Estas dimensiones son individuales y aproximadas,

La suspensión de arcillas es tixotrópica (presenta una reducción de su viscosidad frente a esfuerzos de corte) [7] y sensible a la concentración iónica (concentración individual de iones disociados dentro de una solución) [8]. Los filosilicatos como la montmorillonita y la bentonita son las arcillas más usadas para aplicaciones no cerámicas.

La montmorillonita (MMT) es el nombre dado a la arcilla cerca al poblado de Montmorillonite en Francia. Es el filosilicato más común utilizado para la producción de nanocompuestos de matriz polimérica reforzados con nanoarcillas (CPNC). La montmorillonita es conocida por varios nombres como esméctica, montmorillonita de sodio, bentonita de sodio o bentonita hinchada, etc. La estructura idealizada de la montmorillonita de sodio (Na-MMT) se muestra en la Figura 1.1.

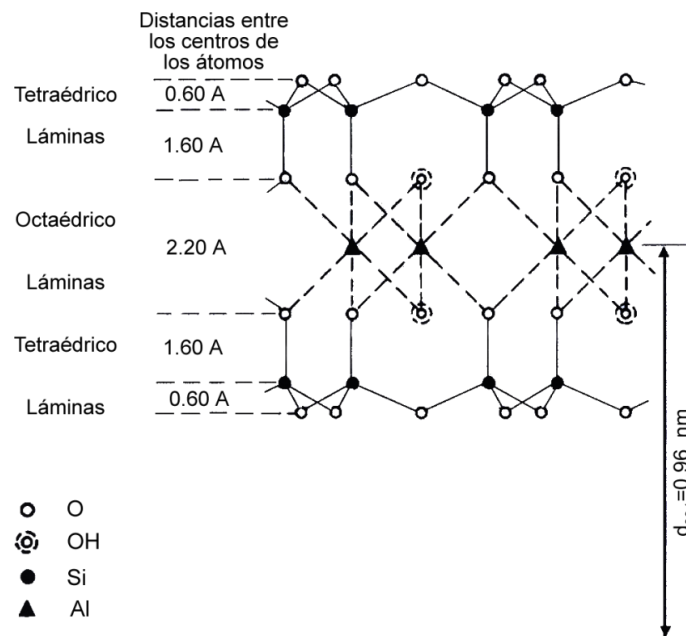
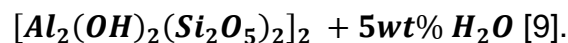


Figura 1.1. Estructura idealizada de un filosilicato con una celda unitaria



La bentonita es una arcilla rica en montmorillonita, usualmente más del 80%. Su color varía desde blanco a amarillo, a verde oliva, a café y a azul. Fue llamada así por Ford Benton [5].

Comúnmente se nombra a las arcillas con altas tasas de MMT como bentonita, esméctica y montmorillonita. En términos industriales representan diferentes minerales con diferentes grados de pureza. La purificación del mineral resulta en la extracción de la montmorillonita, lo cual es un proceso costoso y complejo. Las arcillas

se extraen generalmente en minas a cielo abierto, estos yacimientos son depósitos que van desde unos pocos centímetros hasta varios metros de profundidad y una extensión de cientos de metros. La sobrecarga es removida en forma de discos, los cuales son secados al sol y almacenados en capas múltiples para posteriormente ser trasladadas desde las minas hacia las instalaciones de procesamiento.

Las arcillas deben poseer menos del 5% en peso de impurezas no esmectíticas; como son la sílice, feldespato, caolinita, hematita entre otras. La montmorillonita frecuentemente tiene más del 50% en peso de montmorillonita de calcio (Ca-MMT). Dado que la Ca-MMT muestra una expansión no uniforme en agua, la purificación de la arcilla a menudo implica un intercambio catiónico en Na-MMT para obtener una expansión uniforme, los cationes intercambiables se ilustran en la Figura 1.3. En la Tabla 1.2 se presentan algunas propiedades de las arcillas montmorilloníticas.

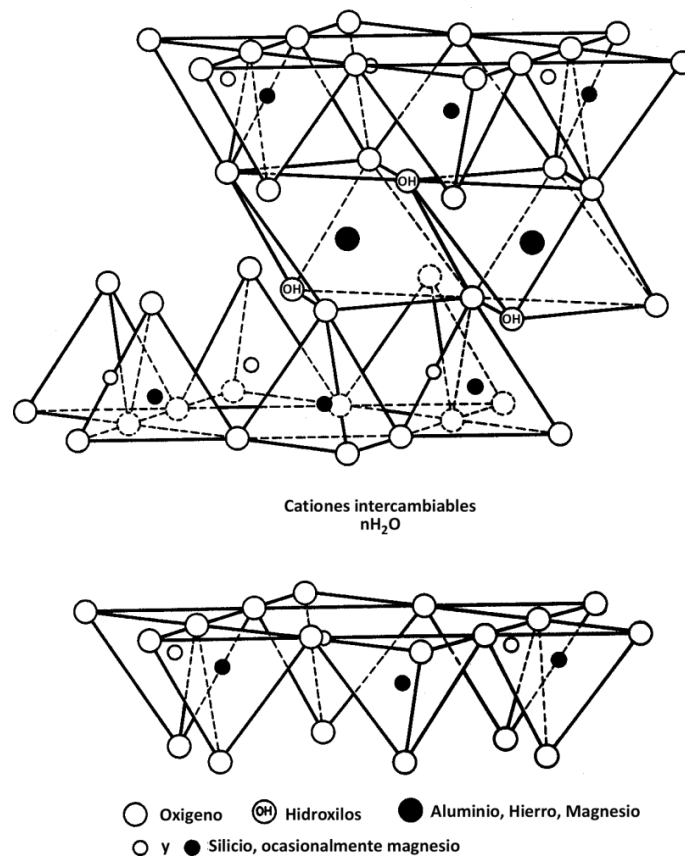


Figura 1.2. Estructura idealizada de un filossilicato en la que se ilustran los cationes intercambiables [9].

Tabla 1.2. Propiedades de arcillas montmorilloníticas MMT [10].

Propiedades físicas	
Color	Blanco, piel de ante, amarillo, raramente rosa pálido a rojo. (Color rosa a rojo es debido al alto contenido de Mn)
Dureza (Mohs)	1 – 2
Densidad (g/cm^3)	2 – 3
Apariencia	Opaca y tierrosa
Propiedades químicas	
Fórmula	$(Na, Ca)_{0,33}(Al, Mg)_2(Si_4O_{10})(OH)_2 \cdot nH_2O$
Elementos esenciales	Al, H, Na, O, Si.
Impurezas comunes	Fe, K
Miembro del grupo	Esmectitas

De acuerdo con Clocker [11] el proceso de purificación de arcillas consiste en mezclar las arcillas con agua, calentar esta suspensión con vapor a presión a fin de hidratar las arcillas. A continuación, la mezcla en suspensión es rápidamente expandida a causa de algunas deslaminaciones, las partículas no arcillosas son removidas y las partículas de arcilla grandes son recicladas por medio de expansión y vaporización. La mezcla es dejada en una zona de retención por más de 2 horas, a una temperatura de 80-130°C y una presión óptima de 0-0.2 MPa para la intercalación, y nuevamente separada por filtración (hidrociclón) para eliminar las partículas no coloidales. Finalmente, la arcilla purificada con espaciamiento expandido entre intercapas es tratada con un onio (catión obtenido por protonación) intercalante de cloruro de amonio octadecilo ODA, filtrada lavada y secada. La organoarcilla resultante ha sido usada para espesar soluciones en varios solventes y pinturas.

Las organoarcillas apropiadas para el uso en CPNC suelen ser uniformes y purificadas con un gran cuidado. De acuerdo con AMCOL [12] las arcillas son molidas en un porcentaje mayor al 90% en peso de las partículas hasta obtener un diámetro inferior a los 200 μm . La arcilla seca es alimentada a tanques de almacenamiento y mediante el uso de un soplador e inyectores de aire la arcilla es transportada a un contenedor. Por medio de un tornillo sinfín la arcilla es llevada al interior de un blunger (mezcladora de arena y agua) donde se mezcla con agua (contenido entre el 5 y 50% en peso de arcilla). Las impurezas adicionales son sedimentadas lo que permite remover piedras hacia una tolva de residuos, mientras el resto es transportado a un depurador. La arcilla lavada es bombeada al interior de un tanque de alimentación para pasar por una serie de hidrociclones en los que se remueven las impurezas mayores a 50 μm .

La mezcla en suspensión purificada preparada por AMCOL posee del 3 al 5% en peso de arcilla, la cual es alimentada a un tanque intercambiador de iones. En esta etapa, el 90% del volumen de arcilla tiene un diámetro de alrededor de 40 μm . La suspensión de arcilla es llevada directamente hacia arriba de un intercambiador de cationes para remplazar el Ca^+ por Na^+ , lo que resulta en un 95% en peso de Na-MMT.

Después del intercambio de iones, la arcilla es transportada hacia una centrífuga de alta velocidad que operada fuerza centrífuga de 2.5 a 3.5 kG para separar la mezcla. Una vez separada la mezcla, La arcilla es llevada a un tanque y luego a una unidad de deshidratación vibrante la que produce una mezcla de arcilla en suspensión que contiene un 12% en peso de sólidos. La mezcla en suspensión es transportada a una secadora en spray donde es secada hasta alcanzar un 9% de contenido de agua para ser transportado a una cámara de filtros. Finalmente, es almacenada para su posterior empaque. Estadísticamente el proceso de control es usado para mantener el producto en límites aceptables. Los parámetros importantes del proceso de control son: concentración, nivel de iones conjugados, pureza, tamaño de las partículas, relación de humedad y características dispersivas [5].

Las nanoarcillas han sido tomadas y estudiadas como refuerzos para la fabricación de nanocompuestos poliméricos. Debido a que están presentes en minerales que son fácilmente extraíbles. Presentan capas morfológicas con una elevada relación de aspecto, gran área de superficie específica y tienen capacidades substanciales de intercambio de cationes [2].

1.1.4. NANOCOMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA REFORZADOS CON NANOARCILLAS

Los polímeros nanocompuestos con capas de silicatos han atraído un gran interés debido a la mejora de propiedades comparadas al polímero puro y a los materiales convencionales: micro y macro-compuestos. Algunas de estas mejoras incluyen módulos altos, incremento de la resistencia mecánica y al calor, reducción de la flamabilidad medida por medio de la velocidad liberación de calor pico (peak heat release rate PHRR) y la permeabilidad a gases, con un incremento en la biodegradabilidad. Con el uso de cargas bajas de arcilla al interior de una matriz polimérica se obtienen mejoras notorias sobre las propiedades mecánicas y físicas como se indica en la Tabla 1.3. [4].

Tabla 1.3. Ejemplos de matrices poliméricas de nanocompuestos y sus propiedades mejoradas [13].

Propiedades mecánicas mejoradas					
Matriz	Refuerzo	Contenido de arcilla	Resistencia a la tracción	Módulo a tracción	Resistencia al impacto Izod
		wt %	MPa	GPa	J/m
PA-6	-	-	72.7	1.16	34.5
	Kaolinita	1.42	79.2	1.29	27.7
	MMT	1.80	89.1	1.36	25.4
EVA	-	-	28.66	17.44×10^{-3}	-
	Na-MMT	3.5	29.1	12.41×10^{-3}	-
PEI	-	-	93	2.069	-
	Organoclay	2	110	2.172	-
PEEK	-	-	87.0	2.207	-
	Organoclay	5	97.0	2.690	-
NR	-	-	6	0.840	-
	MMT	10	14.6	1.050	-
Propiedades físicas mejoradas					
Matriz	Refuerzo	Contenido de arcilla	Estabilidad térmica		Flamabilidad
		wt %	Inicio T(°C)	10% pérdida de masa T(°C)	PHRR kW/m^2
PS	Organoclay	3	282	355	1024
PS/VB16	Organoclay	3			

Los primeros estudios de polímeros nanocompuestos con capas de silicatos se reportaron en 1986, cuando Blumstein obtuvo un polímero insertado en la estructura de montmorillonita (MMT) polimerizando un monómero de vinil. En el ámbito industrial el primer nanocompuesto de polímero con capas de silicato fue provisto por Okada en el laboratorio central de investigación de Toyota en Japón. El nanocompuesto de nylon 6 fue formado por polimerización de un monómero insertado. Este material exhibía excelentes propiedades mecánicas y fue usado para la elaboración de la cubierta de la correa de distribución de los vehículos de Toyota y la producción de películas de embalaje. Esta aplicación fue detenida debido a su alto costo, causado por el intensivo tiempo del proceso de preparación y el alto costo de los materiales. Estos hechos llevaron al desarrollo de nanocompuestos usando polipropileno (PP), el PP es el termoplástico con uso más extensivo, porque posee un balance entre propiedades físicas y mecánicas, puede ser reciclado y tiene un bajo costo. Además, tiene una atractiva combinación de baja densidad con alta resistencia, dureza, y una alta temperatura de distorsión al calor sobre los 100°C [14]. Algunos compuestos con

matriz de PP se presentan en la Tabla 1.4. Dentro del estudio de los materiales poliméricos reforzados con nanoarcillas se busca la mejora de propiedades específicas, para aplicaciones de acuerdo a un objetivo de mercado como se indica en la Tabla 1.5.

Tabla 1.4. Propiedades mecánicas de compuestos de polipropileno y sus propiedades [15, 16, 17].

Matriz	Tipo de refuerzo	Refuerzo	PP-g-MA	Resistencia a la tracción	Módulo a tracción	Resistencia al impacto Izod
		wt %	wt %	MPa	GPa	J/m
PP	WF	30	-	29.5	0.954	83
	WF	30	3	27.2	1.035	98
	Celulosas artificiales	30-40	-	71.6	3.7	45
	Abaca	30-40	-	42.0	4.9	30
	Jute	30-40	-	47.9	5.8	31
	WF	73	3	13.8	4.6	-
	CNF	4.76	-	-	5.352	-
	CNF	4.63	2.78	-	5.569	-
WPC (73 wt % WF 24 wt % PP 3 wt %PP-g-MA)	CF	10	-	14.0	5.4	-
	GF	10	-	16.6	5.9	-
	MMT	10	-	12.2	6.1	-

Tabla 1.5. Nanocompuestos poliméricos y sus respectivos objetivos de mercado [4].

Resina matriz	Nano-refuerzo	Objetivo de mercado
Nylon 6	Organoarcilla	Películas de barrera
PP	Organoarcilla	Embalaje
Nylon 6 Nylon de barrera	Organoarcilla	Multiusos
	Organoarcilla	Botellas y películas
EVA	Organoarcilla	Alambre y cable
Nylon 6 PP Nylon MDX6	Organoarcilla	Moldeo multiusos
	Organoarcilla	Botellas de cerveza de PET
	Organoarcilla	
Nylon 6 Arcilla acetal	Mica	Retardante a la flama multiusos
	Arcilla, mica	
Nylon 6, 12 Nylon 6, 66	Organoarcilla	Multiuso
	Organoarcilla	Sistemas de combustible automotriz
UHMWPE	Organoarcilla	Tubos resistentes a terremotos

1.1.5. APLICACIONES DE LOS COMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA Y REFUERZO DE NANOARCILLAS

Refuerzos mejorados, resistencia a la corrosión, atenuación de ruido, estabilidad dimensional, resistencia a la rayadura y al desgaste, y propiedades de barrera superiores hacen de los polímeros nanocompuestos los principales candidatos para aplicaciones automotrices y de empaque. En la industria automotriz, las partes de polímeros nanocompuestos son livianas con una reducción en peso alrededor de un 25% respecto a la matriz pura y un 80% más livianos en relación a los aceros, lo que significa una reducción apreciable del consumo de combustible.

Debido a su buena estabilidad térmica, retardo de flama y temperatura de distorsión por calor, pueden ser usados en el campo de partes interiores de automotores. Propiedades de barrera superiores se pueden usar en diferentes aplicaciones, incluyendo el empackado de carnes procesadas, queso, confitería, cereales y bolsas para hervir. Para la aplicación final del producto se realizan muestras para su caracterización sobre el material reforzado con nanoarcillas como se ilustra en la Figura 1.2. Algunas aplicaciones de polímeros reforzados con nanoarcillas se muestran en la Tabla 1.6 [14].



Figura 1.3. Nanorcillas y compuestos reforzados con nanoarcillas [18, 19, 20].

Tabla 1.6. Aplicaciones potenciales de sistemas de polímeros nanocompuestos [4].

Nanocompuesto	Aplicaciones
Nylon-6/capas de silicatos	Cubiertas de la correa de distribución – TOYOTA.
PEO/capas de silicatos	Interior de aeroplanos, tanque de combustible, componentes en partes eléctricas y electrónicas, frenos y llantas.
PLA/capas de silicatos	Desarrollo de baterías de litio.
PET/arcilla	Empacado de comida.
Olefina termoplástica/arcilla	Envase de bebidas
Poliamida/arcilla	Asistencia de paso automotriz – GM Safari and Astra Vans.
Epoxy/MMT	Material para electrónica
SPEEK/laponita	Celdas de combustible de metanol directo.

1.2. PROCESAMIENTO DE COMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA Y REFUERZO DE NANOARCILLAS

En los últimos años ha existido un interés en el desarrollo de nanocompuestos de matriz de PP para la mejora de propiedades. Se han preparado mezclas de PP y refuerzos de capas de silicatos con un significativo incremento en propiedades mecánicas, retardante de flama y barrera comparada a la matriz de PP puro. Estas mejoras se han obtenido con bajas cargas de arcillas, típicamente en un rango de menos del 10 wt %. Los compuestos PP/nanoarcillas son llamados nanocompuestos polipropileno/arcillas (PPCN's). En general, hay dos clases de nanocompuestos entre los polímeros y la dispersión nanoscópica de las capas de silicatos:

- Nanocompuestos intercalados
- Nanocompuestos exfoliados (deslaminados)

En los nanocompuestos intercalados, las cadenas poliméricas están intercaladas entre capas hinchadas de silicatos con sus regulares alteraciones de galerías y láminas. La distancia entre las capas está ocupada por el polímero típicamente del orden de unos pocos nanómetros. La segunda clase de silicatos es totalmente deslaminada y dispersa en la matriz polimérica. Esta estructura es desordenada y la distancia entre las capas es del orden del radio de giro del polímero (dimensión de la cadena molecular del polímero). Estas dos clases de nanocompuestos son comparados con sistemas inmiscibles llamados rellenos convencionales de polímero, se puede decir que, los nanocompuestos intercalados muestran una miscibilidad

limitada y que los nanocompuestos deslaminados una miscibilidad total. Las estructuras obtenidas con un compuesto con capas de silicatos se representan en la Figura 1.4.

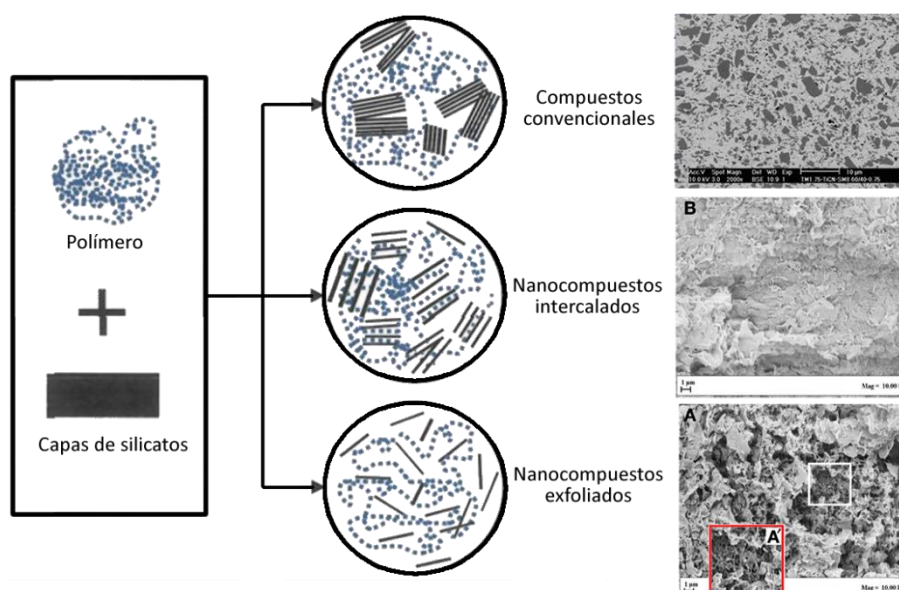


Figura 1.4. Representación esquemática de la estructura de un compuesto obtenido usando capas de silicato [14].

Un compuesto puede ser clasificado de acuerdo con su matriz como: un polímero, un metal, carbono, un cerámico o un cemento. También puede clasificarse acorde a la forma del relleno, un compuesto que posee partículas sería un compuesto particulado. Por ejemplo, el concreto es un compuesto particulado con una matriz de cemento y partículas de arena y rocas. Un compuesto con fibras sería llamado un compuesto fibroso [21].

Tal como se dijo anteriormente, la montmorillonita es el mineral de arcilla más común usado en los híbridos polímero/arcillas y están compuestos de un octaedro de alúmina laminada entre dos láminas de sílice tetraedral. Las láminas cargadas anódicamente, o plaquetas de arcillas, están fuertemente unidas por cationes tales como Na^+ , Li^+ , Ca^{2+} , Fe^{2+} y Mg^{2+} . Las pilas de plaquetas fuertemente unidas pueden ser separadas fácilmente por una simple disolución en un solvente polar como el agua. También las arcillas son miscibles con polímeros polares en los que las plaquetas se dispersan fácilmente. Sin embargo, la separación de las plaquetas de arcilla en un polímero no polar como PP y PE es compleja.

El espesor de una plaqueta de arcilla individual está alrededor de 1 nm y el espaciado de galería de las plaquetas en arcillas naturales es de 1 nm aproximadamente. La modificación orgánica de las arcillas se lleva a cabo con cloruros alquilo-amonio, en los que las alquilocadenas están compuestas típicamente de 6 a 25 carbonos, de manera que expanden el espaciado a alrededor de 2.2 a 2.4 nm en las típicas órgano-arcillas comerciales [14]. La adición de PP modificado con anhídrido maleico (polipropileno maleizado) a menudo puede ser obtenida por mezcla de arcillas organofílicas con polímero y opcionalmente con aditivos compatibilizantes, para obtener una dispersión y una exfoliación completa.

Considerando que las arcillas están compuestas de plaquetas alrededor de 1 nm de espesor y una dimensión lateral de 1000 nm y asumiendo una densidad de 2.65 g/cm^3 es posible obtener cerca de $750 \text{ m}^2/\text{g}$ de área superficial en una arcilla completamente exfoliada. Esto es, de 5 a 10 veces el área superficial por gramo en comparación a un relleno ordinario. Las arcillas exfoliadas en polímeros muestran un aporte único de propiedades al sistema como el incremento de la rigidez manteniendo la resistencia al impacto, incremento de propiedades físicas como barrera a líquidos y gases, y retardo a la flama [14].

Los polímeros con capas de silicatos en capas son típicamente sintetizados por 3 métodos:

- Método de polimerización in-situ.- intercalado de un monómero apropiado seguido de polimerización.
- Método de solución.- intercalado de polímero disuelto por solución.
- Método de mezcla directa fundida.- mezcla de silicatos en capas con una matriz de polímero cerca del punto de reblandecimiento en condición estática o de flujo [14].

1.2.1. MÉTODO DE POLIMERIZACIÓN IN-SITU

Este proceso se produce por la mezcla mecánica de mineral de arcillas con un monómero requerido. El monómero se intercala con las intercapas de arcilla y promueve la laminación. La polimerización inicia por un varios puntos, seguido por la producción de matrices de polímeros lineales o reticulados. La representación de un nanocompuesto de polímero con capas de silicatos se ilustra en la Figura 1.5.

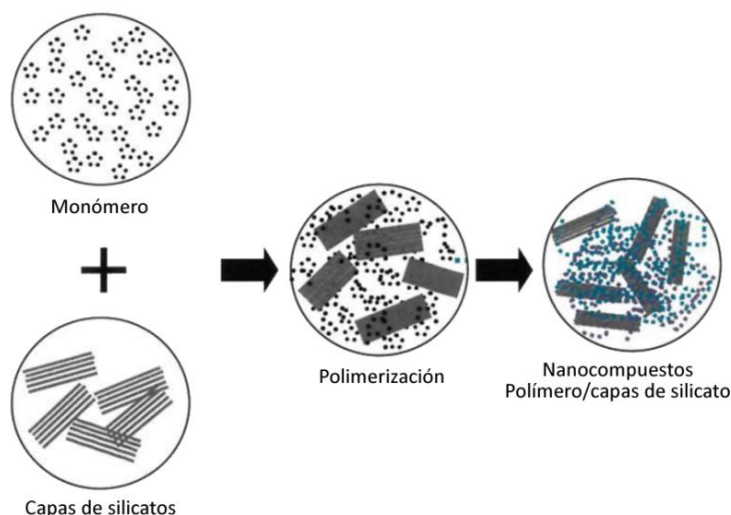


Figura 1.5. Representación esquemática de un nanocompuesto polímero/capas de silicato obtenido por polimerización in-situ [14].

La polimerización in-situ de monómeros confinados en espacios de tamaño molecular ha sido estudiada desde 1960 usando capas de silicatos para sintetizar polímeros estereoespecíficos. Sin embargo, los nanocompuestos de polímero y silicatos en capas fueron desarrollados por el equipo de investigación de Toyota.

Este tipo de polimerización ha sido estudiada para producir nanocompuestos de poliestireno, poliamida, polimetilmetacrilato, polibenzoxazol, poliuretanos y poliolefinas. Dentro de las poliolefinas, el PP es uno de los polímeros de uso más extensivo. Sin embargo, éste no tiene grupos polares dentro de su estructura, por lo cual la dispersión de las capas de silicato no se puede realizar fácilmente [14]. Tudor demostró que el uso de un catalizador soluble de metalloceno permite intercalar las capas de silicato y promueve la polimerización del PP [22].

1.2.2. MÉTODO DE SOLUCIÓN

La intercalación de los polímeros por el método de solución involucra un sistema de solventes en que el polímero es soluble y las capas de silicato son hinchadas. Cuando la solución de polímero y las capas de silicato se mezclan, las cadenas del polímero se disuelven en el solvente intercalado, en las intercapas de silicato con el solvente. Después de retirar el solvente, la estructura intercalada remanente es el nanocompuesto. Este proceso se ilustra en la Figura 1.6.



Figura 1.6. Representación esquemática de un nanocompuesto polímero/capas de silicato obtenido por el método de solución [14].

El inconveniente de este método es que se requiere un solvente adecuado, por lo que la intercalación sólo ocurre para ciertos pares de polímero/solvente o monómero/solvente. Adicionalmente, la aplicación de este método a escala industrial podría ser impracticable debido al elevado costo, la disposición e impacto ambiental de los solventes [14].

1.2.3. MÉTODO DE MEZCLA DIRECTA FUNDIDA

La intercalación directa de un polímero fundido entre capas de silicatos es un método que no involucra solventes. Un polímero es calentado sobre la temperatura de transición vítrea, ya sea en condición estática o de flujo, y es mezclado con capas de silicatos. El uso de capas de silicatos modificadas es usual para promover la intercalación. Las cadenas de polímero de la masa fundida se difunden entre las galerías de silicato ya sean híbridos intercalados o deslaminados acorde al grado de penetración. El factor crítico que determina el grado de exfoliación es probablemente relacionado a factores termodinámicos. Para iniciar con el proceso se mezclan las arcillas con el polímero que se encuentra en transición vítrea en el interior de una extrusora de tornillos contra-rotantes (rotación de los tornillos en sentidos opuestos el uno en relación al otro) y a la salida se obtiene el material nanocompuesto como se muestra en la Figura 1.7.

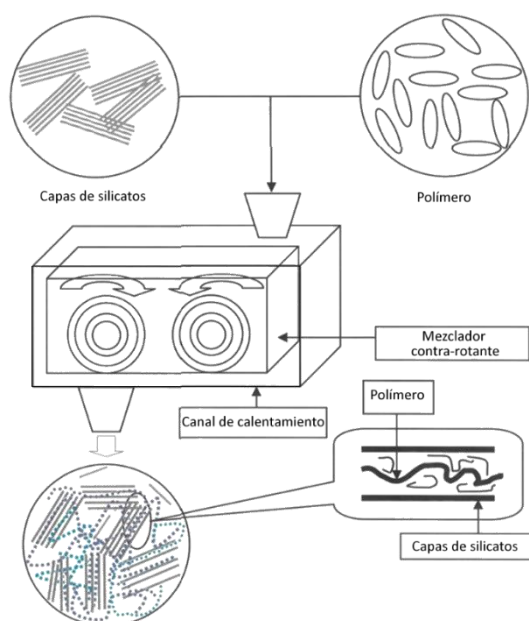


Figura 1.7. Representación esquemática de un nanocompuesto polímero/capas de silicato obtenido por el método de mezcla directa fundida [14].

Un modelo reticular basado en el campo medio de la intercalación de polímero en silicatos orgánicamente modificados fue presentado por Vaia y Giannelis. Los factores termodinámicos que controlan la intercalación polimérica entre las galerías de arcilla fueron descritos en términos de la interacción entre factores entrópicos y energéticos. El efecto entrópico para el confinamiento del polímero al interior de las galerías de arcilla puede ser particularmente comprendido por un incremento en la entropía de las cadenas surfactantes (cadenas de alquilo sobre modificación orgánica) como las capas de arcilla separadas. Aunque las alquilocadenas atadas no pueden aumentar su entropía por un incremento en su libertad translacional, la expansión del espacio de galería permite incrementar la entropía conformacional. La intercalación puede ser termodinámicamente posible cuando las interacciones energéticas son favorables entre el polímero y los silicatos orgánicamente modificados superando cualquier factor entrópico desfavorable. La exfoliación depende de la maximización de interacciones favorables de superficie del polímero con el silicato orgánicamente modificado, así como la minimización de interacciones desfavorables con las alquilocadenas atadas del modificador orgánico. Esto explica la funcionalización de polímeros con el uso de grupos polares. Las funcionalidades polares sobre PP participan en interacción polar-polar con la superficie de silicato, reduciendo la energía libre del sistema. Si la energía total libre del sistema es reducida por la combinación de factores entrópicos y energéticos entonces la intercalación y la exfoliación puede ocurrir [14].

El PP es uno de los polímeros poliolefinicos más empleado debido a su balance de propiedades físicas y mecánicas, así como su bajo costo. La inexistencia de cadenas polares en su estructura hace su intercalación directa difícil al interior de las galerías de silicato por lo que se busca el diseño de un sistema en el cual las interacciones polímero-capas de silicato sean más favorables que las interacciones surfactante-capas de silicato. El PP injertado con anhídrido maleico (polipropileno maleizado) u oligómeros de polipropileno modificados con grupos hidróxidos son mezclados con octadecilamonio intercambiado con montmorillonita, creando una mezcla base, que posteriormente es mezclada con PP usando una extrusora o una mezcladora [14].

Como se mencionó anteriormente la competencia entre compuestos tradicionales y los nanocompuestos cuando presentan propiedades similares viene dada por el costo, la fiabilidad y el grado de complejidad involucrado en el procesamiento del material. Además, se indicó que la barrera del costo se puede superar con el volumen de producción, escociéndose el PP que es uno de los polímeros de uso más extensivo. Por lo tanto, se selecciona el método de procesamiento para el material desde el punto de vista técnico e industrial. El método de polimerización in-situ, presenta el inconveniente para el PP porque este polímero no posee grupos polares volviendo compleja la dispersión de los silicatos. El método de solución es industrialmente impracticable desde el punto de vista del costo asociado a la disposición e impacto ambiental de los solventes utilizados. Para el método de mezcla directa desde el punto de vista industrial el proceso de inyección plástica de elementos es un proceso altamente productivo y para su intercalación se busca un mecanismo que las interacciones polímero-capas de silicato sean favorables mediante el uso de compatibilizantes (PP-g-MA). La inclusión de arcillas y compatibilizante se realiza mediante el proceso de extrusión para mezcla fundida.

1.3. PROPIEDADES DE LOS COMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA Y REFUERZO DE NANOARCILLAS

Generalmente se seleccionan materiales con propiedades sinérgicas para producir compuestos con propiedades físicas y mecánicas adaptadas. Por ejemplo, se busca módulo y resistencia elevados, buena resistencia a la fractura, mejores propiedades de barrera, retardante de flama, conductividad eléctrica mejorada, etc [14].

Para poder comparar los distintos estudios se requiere caracterizar materiales en base a normas y estándares. Dentro de cada ensayo se estudian un número de probetas o muestras de geometrías definidas con las cuales se obtienen las propiedades mecánicas de las mismas. La caracterización de materiales nanocompuestos es necesaria para entender y analizar varios aspectos de los nanocompuestos, como la calidad de la dispersión del relleno a lo largo de la matriz polimérica con su orientación o alineamiento relativo al método de procesamiento, el efecto de la modificación superficial, la dispersión del relleno y las propiedades del compuesto, así como también los cambios de los parámetros de procesamiento en la morfología y propiedades [23].

1.3.1. PROPIEDADES MECÁNICAS

El rendimiento de los materiales en ingeniería es determinado por sus propiedades a tracción, compresión, corte y otras condiciones de cargas estáticas y dinámicas. Las propiedades se obtienen en distintos ensayos realizados en ambientes normales o en ambientes agresivos [24].

Dentro del ámbito industrial y académico existe interés de mejorar las propiedades de los materiales. Diversos estudios analizan el efecto de la incorporación de arcillas sobre una matriz comercial como por ejemplo el PP. Los distintos estudios brindan información sobre los parámetros y variables que dan un determinado comportamiento de los compuestos obtenidos. Entre las variables más importantes de los estudios realizados se tienen: la variación de composición de nanoarcillas y compatibilizante (PP-g-MA), así como el tipo de arcillas.

1.3.1.1. Resistencia de tracción

La resistencia a la tracción consiste en la oposición que ofrece el material a fallar frente a cargas longitudinales opuestas, aplicadas a través de una determinada sección perpendicular. Las características de los ensayos a tracción para polímeros se detallan en el acápite 2.6.1.

Dentro de los estudios que evalúan las propiedades a tracción se varían las composiciones en rangos por debajo del 15% en peso de arcilla. Liu y Wu reportan el efecto de la carga entre el 0 y 7% en peso de nanoarcillas sobre una matriz de PP, el compuesto muestra una mejora casi lineal de las propiedades a tracción del material

con una composición de hasta un 5% en peso de nanoarcillas. Por encima del 5% se aprecia que la mejora de propiedades a tracción empieza a estabilizarse alrededor de los valores registrados en la composición del 7%. La composición del compuesto con 7% en peso de arcillas presenta una mejora de alrededor de un 27% en la resistencia a la tracción y un 42% en el módulo de elasticidad [14] como se indica en la Figura 1.8.

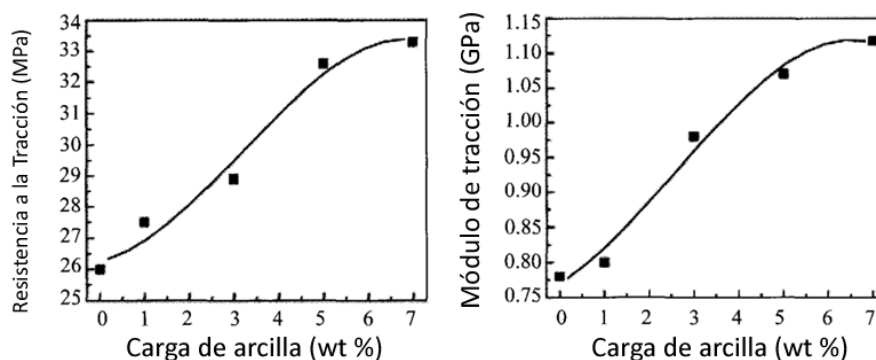


Figura 1.8. Resistencia a la tracción y módulo respecto al porcentaje en peso de arcillas en una matriz de PP [14].

Para la formulación de las composiciones se debe tomar en cuenta las presentaciones de las arcillas, que pueden ser en polvo o en masterbatch. Los masterbatch son polímeros con altos porcentajes de aditivos. Estos aditivos poseen porcentajes mayores que los productos finales de la cadena de producción. Generalmente hay 3 grupos de masterbatch: pigmentos, aditivos y de relleno como se muestra en la Figura 1.9 [25].

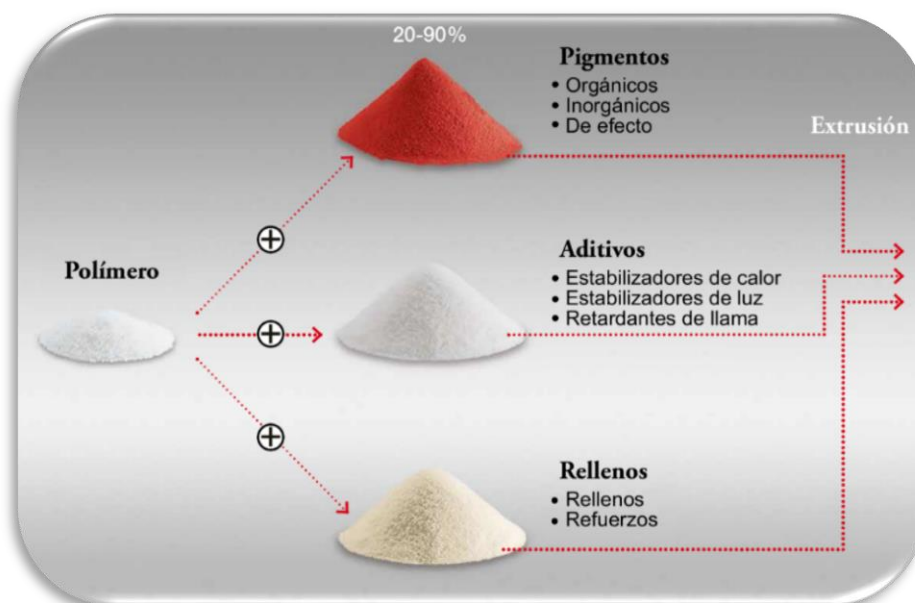


Figura 1.9. Tipos de masterbatch.

Las composiciones con arcillas en polvo se obtienen por las relaciones de composición en peso que se desea evaluar. Por ejemplo en el estudio titulado “*Desenvolvimento de nanocompositos polipropileno/argila bentonita brasileira: I tratamento da argila e influência de compatibilizantes polares nas propriedades mecânicas*” incorporaron PP-g-MA en una matriz de PP con el objetivo de evaluar el comportamiento mecánico de dicho compuesto. Para ello se realizaron ensayos mecánicos. De estos ensayos se obtuvo que al agregar un 10 wt % de PP-g-MA se observan mejoras en la resistencia en la tracción, módulo de elasticidad y tenacidad del orden del 17.6, 11.51 y 66% respectivamente. Adicionalmente, se incorporaron arcillas orgánicas bentoníticas entre 1 y 3 wt %, lo que dio como resultado pequeñas variaciones sobre la resistencia a la tracción y el módulo elástico. Sin embargo, también se observó un incremento de tenacidad hasta un 269% respecto al PP puro [26]. Estos resultados se pueden apreciar en la Tabla 1.7.

Tabla 1.7. Propiedades mecánicas luego de la incorporación de compatibilizante y variación de composiciones de arcillas bentoníticas [26].

Materiales	Esfuerzo máximo a la tracción	Módulo elástico	Tenacidad
	MPa	MPa	J
100% PP	23.9	1016	34.7
90% PP 10% PP-g-MA	28.1	1133	57.6
PP/10%PP-g-MA/ 1% arcilla	26.5	994	129.7
PP/10%PP-g-MA/ 3% arcilla	26.4	1070	102.3

Los masterbatch de arcillas poseen una composición definida de compatibilizante, arcillas y PP, esta composición depende de cada marca comercial (Por ejemplo, Nanocor presenta masterbatch con una composición de 50% arcillas, 25% PP, 25% PP-g-MA). Achmad Chafidz, Mohammad Al-haj Ali, Rabeh Elleithyen en su estudio “Morphological, thermal, rheological, and mechanical properties of polypropylene-nanoclay composites prepared from masterbatch in a twin screw extruder” variaron la composición en porcentaje en peso de arcillas peletizadas Nanomax de Nanocor en concentraciones del 5, 10 y 15%. En dicho estudio se observan mejoras en la resistencia a la tracción entre un 9.63-11.76% y en el módulo elástico mejoras del 38.1-78.7% con respecto a la matriz pura de PP [27]. Sin embargo, es importante indicar que la tenacidad disminuyo como se puede observar en la Tabla 1.8.

Tabla 1.8. Propiedades mecánicas con distintas composiciones de arcillas pelletizadas [27].

Mezcla	Composición	Esfuerzo máximo de tracción	Módulo de elasticidad	Porcentaje de deformación
		MPa	MPa	%
Polipropileno puro	100% PP	37.4	1560	13.1
90% de PP y 10% de nanomax de Nanocor	92.5% PP 5% nanoarcilla 2.5% PP-g-MA	41.0	2154	9.6
80% de PP y 20% de nanomax de Nanocor	85% PP 10% nanoarcilla 5% PP-g-MA	41.1	2330	6.8
70% de PP y 30% de nanomax de Nanocor	77.5% PP 15% nanoarcilla 7.5% PP-g-MA	41.8	2787	5.4

Dentro del procesamiento de los compuestos, las arcillas en polvo deben ser extruidas y luego inyectadas para obtener las probetas. Pero al utilizar los masterbatch de arcilla las probetas se pueden obtener directamente por inyección.

1.3.1.2. Resistencia a flexión

Varios estudios reportan un incremento de las propiedades a flexión con la adición de arcillas en la matriz de PP. Por ejemplo nanocompuestos con contenidos de montmorillonita orgánicamente modificada (MMT) menores al 6 wt % presentan un incremento remarcable del módulo de flexión. Con cargas del 6 wt % el módulo de flexión aumenta de 1.27 a 2.41 GPa, como se ilustra en la Figura 1.10. El incremento en las propiedades de flexión con bajas cargas de MMT puede ser atribuido a la dispersión uniforme de MMT con una estructura intercalada [14].

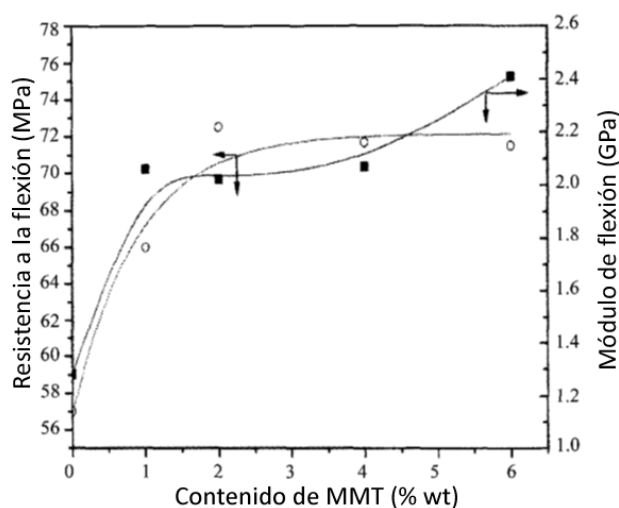


Figura 1.10. Efecto de arcilla montmorillonita orgánica en matriz de PP [14].

Por otro lado, a cargas mayores de arcilla se producen efectos adversos debido a que la aglomeración de las arcillas porque se pierde la gran superficie de contacto y reactividad con la matriz. Para mejorar la distribución de las arcillas a lo largo de la matriz se emplea compatibilizante PP-g-MA en varias proporciones. En el estudio titulado “Evaluation of Mechanical and Morphological Behavior of Polypropylene/Wood Fiber Nanocomposite Prepared by Melts Compounding” se emplean diferentes concentraciones de montmorillonita (montmorillonita modificada) y un agente de acoplamiento de propiedades mecánicas y microestructurales (PP-g-MA). Las concentraciones de nanoarcilla para este estudio fueron de 0, 1, 3 y 5 wt % y se utilizaron concentraciones de anhídrido maleico (PP-g-MA) de 5 y 10 wt %. Dando como resultados relaciones arcilla: PP-g-MA del 5:1, 2:1 y 1:1 para la concentración del 5 wt % de anhídrido maleico, y relaciones de 10:1, 3:1 y 2:1 para la concentración del 10 wt % [28].

La resistencia a la flexión se incrementa hasta que la concentración en peso de nanoarcillas es 3% y decrece en el 5%, esto se atribuye a la formación de aglomeraciones. Además, las muestras con 10% de PP-g-MA presentan menor resistencia a la flexión que las de 5% de PP-g-MA, producto de la excesiva carga de agente acoplante que produce superficies que no reaccionan con la interfaz de la matriz, por la formación de aglomeraciones se genera un reblandecimiento del material. De esta manera se forman distintos productos (segregación) por lo que se obtienen propiedades mecánicas menores como se muestra en la Figura 1.11.

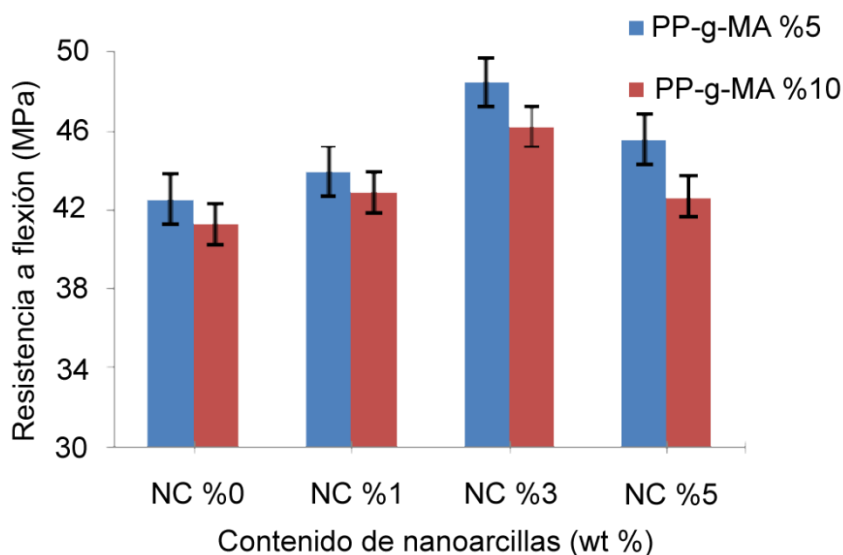


Figura 1.11. Resistencia a flexión de compuestos con diferentes cargas de nanoarcillas y PP-g-MA [28].

El módulo de flexión aumenta de manera proporcional a la carga de arcilla. Adicionalmente, a mayor carga de compatibilizante PP-g-MA el modulo aumenta, esto se atribuye a que el PP-g-MA mejora la interfaz de adherencia entre la arcilla y la matriz de PP como se muestra en la Figura 1.12

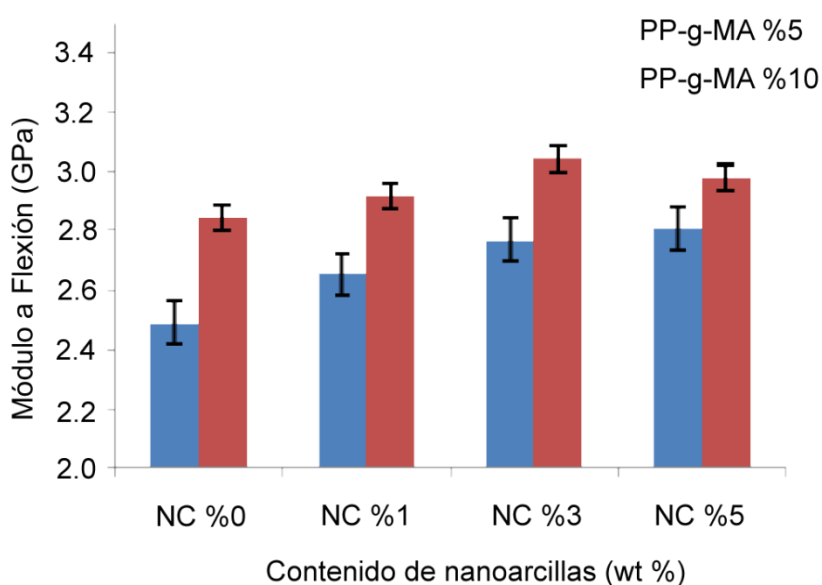


Figura 1.12. Módulo a flexión de compuestos con diferentes cargas de nanoarcillas y PP-g-MA [28].

1.3.1.3. Módulo de elasticidad

El módulo de elasticidad define una relación entre el esfuerzo y la deformación, entre más alto es el módulo mayor es la rigidez del material. Estudios reportan un incremento del módulo de elasticidad “E” y la resistencia a la tracción con un factor bajo de refuerzo de nanoarcillas sobre una matriz polimérica. La mejora de propiedades es alta a pesar de las bajas cargas de refuerzo (1-5% en peso de arcillas). Esto se atribuye a la alta relación de aspecto de las capas de arcilla y a la gran área de contacto superficial entre la matriz polimérica y el refuerzo [14].

Ataeefarda y Moradianb en su estudio titulado “Polypropylenene/organoclay nanocomposites: Effects of clay content properties” obtuvieron un compuesto de matriz de PP reforzado con nanoarcillas orgánicas con el nombre comercial de Cloisite 15A que es una montmorillonita modificada con una sal de amonio cuaternario, para este estudio se empleó como compatibilizante PP-g-MA y las nanoarcillas se colocaron en proporciones del 1, 3, 5, 7, y 10 wt %. Cabe indicar que en este estudio se utilizó una relación 1:1 de PP-g-MA, respecto a la arcilla. Se empleó una velocidad de tornillo de 60 rpm y una temperatura de extrusión de 180°C. Como resultados se obtuvo un aumento del 8.8 – 62% de la resistencia a la rotura y entre un 15.41 – 47% del módulo de elasticidad respecto al PP puro como se muestran en la Tabla 1.9 [29].

Tabla 1.9. Propiedades mecánicas de compuestos reforzados con 1, 3, 5, 7 y 10 wt % de nanoarcillas con una relación de compatibilizante:arcillas de 1:1 [29].

Material	Módulo de elasticidad	Resistencia a la tracción	Elongación
	MPa	MPa	%
PP puro	850.25	20.02	6.33
98% PP, 1% nanoarcilla y 1% PP-g-MA	981.25	21.79	4.54
94% PP, 3% nanoarcilla y 3% PP-g-MA	1088.77	23.68	3.93
90% PP, 5% nanoarcilla y 5% PP-g-MA	1138.41	26.22	3.83
86% PP, 7% nanoarcilla y 7% PP-g-MA	1238.96	28.2	3.75
80% PP, 10% nanoarcilla y 10% PP-g-MA	1249.45	32.44	3.5

1.3.1.4. Resistencia al impacto

Las potenciales aplicaciones dentro del campo de la ingeniería para los nanocompuestos polímero-silicato se ven limitadas por su reducida resistencia al impacto. En el estudio realizado por Advani al utilizar arcillas Nanomer[®] (montmorillonitas compatibilizadas con alta pureza) se reportan incrementos en la resistencia al impacto de 4.81, 19.51 y 17.48% para composiciones del 1, 3, 5 wt % de arcillas, respectivamente. Esto puede ser debido a una buena dispersión del relleno nanométrico dentro de la matriz. La mejora en la resistencia a la fractura ocurre en un rango del 1 al 3%. Para ello, requirió que las arcillas tengan un tamaño de alrededor de 100 nm. La reducción de las propiedades de impacto sobre el 3% de arcillas se atribuye a las aglomeraciones que pueden actuar como concentradores de esfuerzo y a la no uniformidad de la dispersión de las arcillas en la matriz. Esto se ilustra en la Figura 1.13 [14].

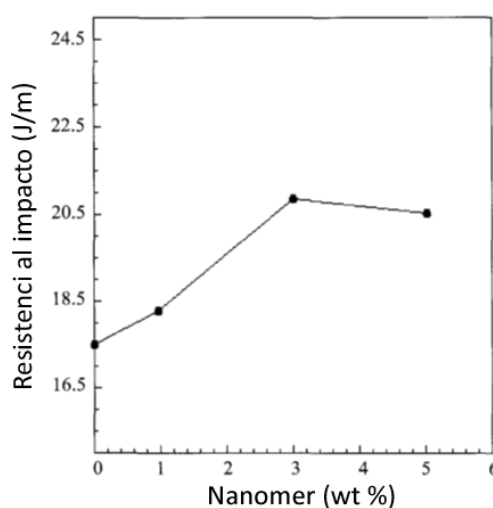


Figura 1.13. Propiedades de impacto respecto a la carga de arcilla [14].

1.3.2. PROPIEDADES FÍSICAS

En los polímeros reforzados con capas de silicatos, se han observado mejoras en las propiedades físicas de los materiales al emplear bajas cargas de refuerzo. Propiedades de barrera, retardo a la flama y estabilidad térmica son de interés para algunos campos industriales, Asimismo la reducción de la permeabilidad mediante rellenos se convierte en una ventaja primaria en consideración a las aplicaciones de empaque que evita la contaminación del producto de interés para industrias farmacéuticas y de alimentos.

1.3.2.1. Propiedades de barrera

La difusión se puede describir como el movimiento de partículas a través de una superficie, y se puede expresar en términos de flujo como la masa que pasa través de un área. Por otro lado, la permeabilidad puede ser considerada como el estado de difusión del sistema, la predicción del proceso de permeabilidad en sistemas heterogéneos es compleja. En adición a la movilidad parcial a través del polímero, y la dificultad de difusión en una trayectoria, la presencia de defectos en la estructura tales como microfisuras, poros y variaciones de densidad causadas por un refuerzo pueden contribuir a incrementar la relación de difusión. En el caso de placas o partículas en forma de escama, la difusión depende fuertemente de la orientación. La permeabilidad con rellenos escamosos o laminares suele ser menor que con refuerzos esféricos [30]. Esta propiedad es importante para el embotellado, empaque de alimentos, empaque de solventes hidrocarbonatados y recubrimientos protectores industriales.

El simple concepto de subyacente es el de reducir la sección transversal, al paso de los líquidos y gases, ralentizando el paso de los mismos. Esta idea es presentada de una forma basada en argumentos geométricos, la permeabilidad es mayor cuando las capas de arcilla están alineadas a la dirección del flujo, menor cuando están transversales a la dirección del flujo, como se ilustra in la Figura 1.14 [14].

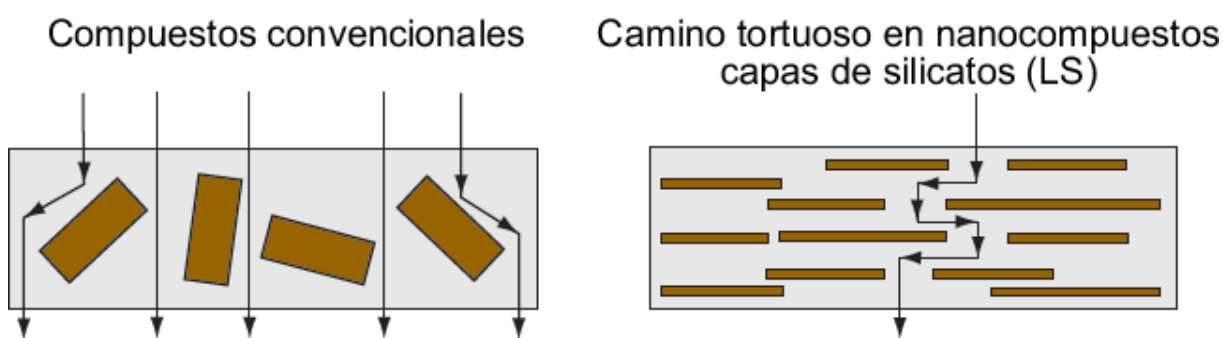


Figura 1.14. Laberinto o camino tortuoso en nanocompuestos polímero / capas de silicato [4].

Effenberger, Schweizer y Mohameden en su estudio titulado "Effect of montmorillonite clay nanoparticles on the properties of polypropylene fibers"; investigaron la influencia sobre las propiedades físicas de los filamentos, para entender las características de las partes finales binarias de los compuestos. Para ello comparan dos compuestos de montmorillonitas tratadas con una misma concentración de carga en peso (1%)

respecto a la matriz de PP puro. La primera Na-MMT (montmorillonita de sodio) y la segunda DM-MMT (direct melt MMT, montmorillonita directamente fundida). Como resultados obtuvieron un incremento en la elongación y la resistencia a la tracción y una reducción en la permeabilidad a líquidos (absorción de agua) [31]. La reducción de la permeabilidad así como las propiedades mecánicas se muestran en la Tabla 1.10.

Tabla 1.10. Variación de las propiedades mecánicas y absorción de agua de compuestos con PP [31].

Muestra	Propiedades mecánicas			Absorción de agua [%]		
	Resistencia a la tracción [MPa]	Elongación de rotura [%]	Elongación a $F_{máx}(E^*)$ [%]	30 [min]	60 [min]	120 [min]
PP	143.9	25.3	26.3	107.5	128.0	147.3
PP+Na-MMT	171.0	25.6	26.8	95.1	101.2	115.0
PP+DM-MMT	184.5	26.1	27.0	61.4	68.7	89.8

Gama en su estudio titulado “*Influência da incorporaçã de argilas organofílicas nas propriedades mecânicas e de barreira de filmes de polipropileno*” usó PP reforzado con 1% de nanoarcillas orgánicas y 15% PP-g-MA mediante extrusión y evaluó las propiedades mecánicas y físicas. Su objetivo fue obtener materiales transparentes en función del tamaño (inferior a la longitud de onda visible que es aproximadamente 500 nm). Las películas analizadas en este estudio presentan alrededor de 50 μm y para evaluar la permeabilidad al oxígeno se emplea la norma ASTM D3985 y para evaluar la penetración a grasas la norma ASTM F119. Como resultado alcanzó una reducción de la permeabilidad al oxígeno entre 53.3 – 67.2% y un aumento en el tiempo necesario para la penetración de grasas entre 281 – 454%. En dicho estudio también se evaluaron las propiedades mecánicas en donde se apreció una mejora en la resistencia a la tracción del 194% respecto a la matriz de PP [32]. Estos resultados se registran en la Tabla 1.11.

Tabla 1.11. Propiedades mecánicas y reducción de permeabilidad con variación de nanoarcillas [32].

Muestra	Resistencia a la tracción [N/mm ²]	Resistencia a la perforación [N]	Permeabilidad a oxígeno [mm/m ² día]	Penetración a la grasa [horas]
PP/PP-g-MA	0.34	12	122	26
PP/PP-g-MA/APOC	1.0	40	55	114
PP/PP-g-MA/APOCF	1.0	46	40	99

1.3.2.2. Retardo a la flama

La estructura de los materiales nanocompuestos colapsa durante un proceso de combustión. Las capas múltiples de silicato carbonoso estructural mejora la ejecución de la carbonización a través de la estructura. La arcilla rica en silicatos actúa como un excelente aislante y como una barrera de transporte a la masa, reduciendo así el escape de productos volátiles desprendidos como resultado de la descomposición del polímero. Según Wang y Wilkie, la incorporación de un 3 wt % de arcilla en una matriz de PP con una dispersión intercalada/exfoliada dan una mejora del retardo de flama del 34% respecto a la matriz pura [33]. Los nanocompuestos proveen una reducción primaria de la flamabilidad y de manera secundaria un retardo de flama como resistencia a la ignición. Estos resultados se indican de forma clara en presencia de DB-AO (combinación de óxido de decabromodifenilo y trióxido de antimonio) [14].

Según Zhang la presencia de nanoarcillas en PP u otros polímeros hace que cambie la cantidad de residuos de la combustión como las cenizas. Sin embargo, por sí solos no reducen la tendencia a inflamarse [34].

Lan y otros (2003) evaluaron la resistencia a la flama de un nanocompuesto formado decabromodifenil (DBDPO) con óxido de antimonio (Sb₂O₃) y dos tipos de arcillas de la marca Nanocor, estas arcillas fueron Nanomer I.44PA y Nanomer C.44PA en matrices de PP [35]. Los resultados de este estudio se presentan en la Tabla 1.12.

Tabla 1.12. Resultados del estudio de Lan con nanoarcillas como retardantes a la llama [35].

Componentes	Porcentaje de componentes					
	Homo-PP	73.3	80	77	74	74
DBDPO	20	15	15	15	15	15
Sb ₂ O ₃	6.7	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
Nanomer I.44PA	0	3.0	6.0	6.0	3.0	6.0
Nanomer C.44PA	0	0	0	0	6	12
Clasificación UL-94	V-0	Falla	V-2	V-2	V-2	V-0

Los resultados que se muestran en la Tabla 1.12 indican que la presencia de nanoarcillas dentro de un compuesto con PP, DBDPO y Sb₂O₃ aumenta la resistencia a la flama.

1.3.2.3. Estabilidad térmica

Debido a los parámetros de procesamiento los nanocompuestos polímero-arcillas requieren tener estabilidad a temperaturas elevadas. Es por ello que la estabilidad térmica juega un papel importante en la ejecución y aplicación de nanocompuestos.

Algunos estudios indican que los nanocompuestos de PP orgánicamente modificado con capas de silicato elevan su estabilidad térmica. Esto debido a la relativamente fuerte interacción entre la base del polímero y la arcilla debido al compatibilizante PP-g-MA y la arcilla [14].

La estabilidad térmica del material puede ser determinada mediante análisis termogravimétrico TGA, es una técnica analítica utilizada para determinar la estabilidad térmica de los materiales y su fracción de componentes volátiles mediante el monitoreo del cambio de peso de una muestra en función de la temperatura. La medida se realiza normalmente en aire o una atmósfera inerte, como helio o argón, y el peso es registrado como una función del aumento de temperatura con un régimen de calentamiento constante. Ocasionalmente la medida se realiza en una delgada atmósfera de oxígeno (1 a 5% O₂ en N₂ o He) para reducir la velocidad de oxidación.

La degradación térmica de un nanocompuesto polímero/arcilla depende del tiempo y esto puede ser explicado desde dos puntos de vista:

1. El de la aplicación, el efecto de la degradación en los materiales procedentes de visco-elásticos es de esencial importancia para la predicción de propiedades mecánicas de procesos industriales y post-consumo de desechos plásticos.
2. El de la investigación fundamental, la degradación térmica de un polímero es equivalente a una reducción en su peso molecular con la implicación que el análisis respecto al tiempo depende de la fundición del nanocompuesto a varias temperaturas y a tiempos variables (correlaciones entre el peso molecular y la matriz de material, parámetros que describen la respuesta mecánica).

La incorporación de arcillas en la matriz de PP resulta en una significativa mejora de la estabilidad térmica de los compuestos. Este incremento en la estabilidad térmica de nanocompuestos PP/arcilla se puede atribuir a una reducción de la permeabilidad del oxígeno causado por la exfoliación de la arcilla dentro de la matriz de PP [30].

De Paiva y Morales en su estudio titulado “*Propiedades mecánicas de nanocompósitos de polipropileno e montmorilonita organofílica*” obtuvieron las curvas termogravimétricas que representan la degradación térmica de los materiales en función de la pérdida de masa y la temperatura para distintas composiciones que se muestran en la Tabla 1.13.

Tabla 1.13. Composiciones de las muestras [36].

Muestra	PP	PP-g-MA	MMT Cloisite 20A
PP	100	-	-
P15	85	15	-
P30	70	30	-
N2.5	90	7.5	2.5
N5	80	15	5
N7.5	70	22.5	7.5
N10	60	30	10

En las curvas se observa que para el valor de 10% de pérdida de masa, el material N10% presenta una menor estabilidad térmica que el PP. Mientras que, los compuestos N2.5, N5, N7.5 presentan un pequeño aumento en la estabilidad térmica en comparación a la matriz pura. El mismo comportamiento fue observado para los materiales P15 y P30. Además, se aprecia que la adición de PP-g-MA también proporciona un pequeño aumento en la estabilidad térmica como se indica en la Figura 1.15.

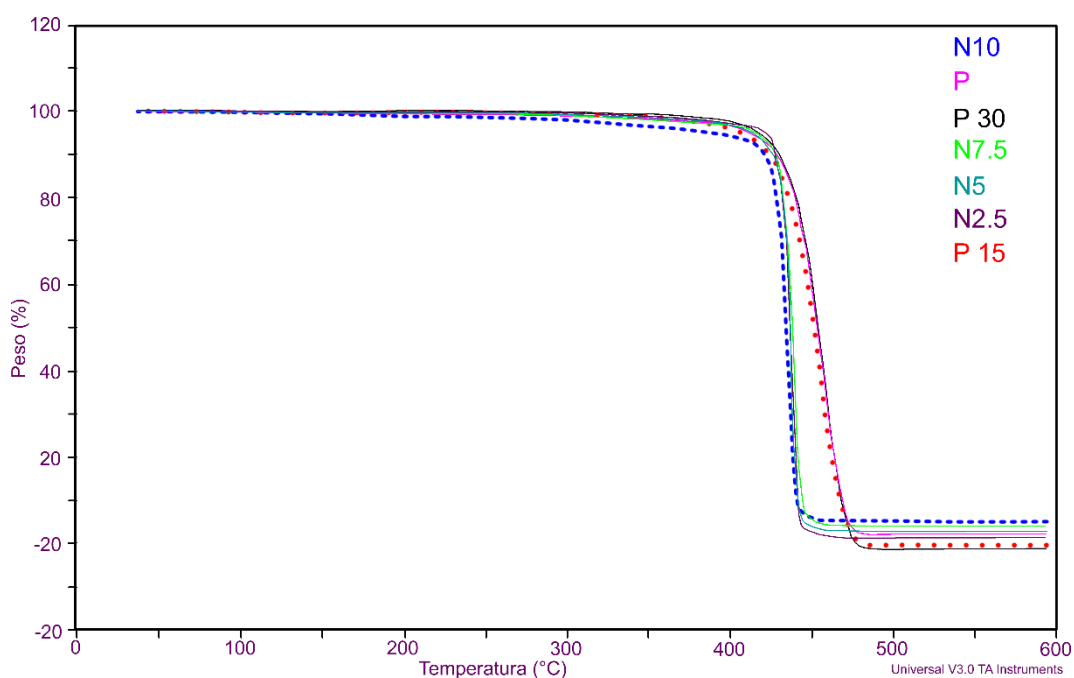


Figura 1.15. Termograma de PP, matrices compatibilizadas y matrices reforzadas con nanoarcillas [36].

Adicionalmente, en la curva presentada en la Figura 1.15 se observa para la temperatura a la que se da una pérdida de masa del 50 al 90%, los nanocompuestos presentan una reducción de la estabilidad térmica al ser comparados con los materiales: PP, P15 y P30. Las curvas de degradación térmica son casi verticales, lo que caracteriza a una descomposición explosiva de los materiales. Este comportamiento también fue observado por Zhang en 2003 en nanocompuestos con 2% de arcilla organofílica. Los resultados obtenidos en este estudio se registran en la Tabla 1.14 [36].

Tabla 1.14. Temperaturas en función de la pérdida de masa y residuo a 600°C [36].

Muestra	10% pérdida de masa	50% pérdida de masa	90% pérdida de masa	% residuo de masa a 600°C
PP	424	452	468	2.65
P15	430	454	468	-
P30	428	454	469	-
N2.5%	429	437	440	1.45
N5%	427	437	442	3.05
N7.5%	427	438	444	4.24
N10%	421	435	442	5.17

1.4. JUSTIFICACIÓN

El uso de los nanocompuestos en la industria busca la mejora de propiedades específicas de un material con la finalidad de mejorar el desempeño y reducir los costos presentes. La incorporación de nanoarcillas a matrices poliméricas reduce hasta en un 80% la permeabilidad de los materiales ya que incrementa sus propiedades de barrera, permitiendo así su aplicación en industrias de empaqueo de alimentos y bebidas sensibles a la absorción de olores y/o sabores. Asimismo, las nanoarcillas mejoran las propiedades retardantes a la flama de los materiales, reducen la densidad y la pérdida de flexibilidad de los polímeros a causa de las concentraciones altas de aditivos, sustituyen a los agentes halógenos retardantes de flama que son causantes de daños al medio ambiental. Además debido a su inocuidad, disponibilidad y bajo costo han dado un paso a nuevas aplicaciones en los sectores automotriz, cosmético y farmacéutico [37].

En la Escuela Politécnica Nacional se impulsa la investigación en materiales nanoestructurados para satisfacer necesidades actuales. Por ello, es fundamental realizar un estudio que podría servir como base para el crecimiento de la industria en el Ecuador, con miras a la utilización de arcillas ecuatorianas para la obtención de estos nanocompuestos.

1.5. OBJETIVOS Y ALCANCE

1.5.1. OBJETIVOS

El objetivo general es:

Obtener y caracterizar materiales compuestos de polipropileno reforzado con nanoarcillas procesados mediante extrusión e inyección.

Los objetivos específicos son:

- Obtener materiales compuestos de matriz de polipropileno y refuerzo de nanoarcillas, obtenidos mediante extrusión.
- Fabricar probetas a partir de los materiales compuestos obtenidos por extrusión usando el proceso de inyección.

- Caracterizar las probetas fabricadas mediante ensayos de tracción, flexión e impacto y estabilidad térmica mediante ensayo termogravimétrico.
- Evaluar los resultados de la caracterización de los materiales.
- Seleccionar y fabricar un prototipo que se adecúe a las propiedades de los compuestos obtenidos en el estudio.

1.5.2. ALCANCES

- Se incorporarán diferentes fracciones de nanoarcillas peletizadas a una matriz de polipropileno, para obtener nanocompuestos.
- Se obtendrán pellets de nanocompuestos mediante extrusión de polipropileno y nanoarcillas en forma de granza.
- Se evaluará la influencia de añadir diferentes fracciones de nanoarcillas en el procesamiento, la densidad y el comportamiento mecánico, así como, en el costo de los compuestos.
- Se evaluará el efecto de añadir aditivos al compuesto de polipropileno reforzado con nanoarcillas.
- Se moldearán probetas mediante inyección, para caracterizar mecánicamente y termomécanicamente los nanocompuestos formulados, a través de ensayos de tracción, flexión, impacto y análisis termogravimétrico.
- Finalmente, se obtendrá y caracterizará un prototipo que se adecúe a las propiedades obtenidas en los nanocompuestos.

CAPÍTULO 2

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En este capítulo se describe el proceso mediante el cual se obtuvieron las probetas de nanocompuestos. Se abordan procesos preliminares para la definición de los parámetros para el procesamiento y el secado de las arcillas, así como los ensayos que se realizaron para caracterizar los nanocompuestos y los equipos y máquinas utilizadas para dichos procesos. Además, se indican los parámetros fijados para la selección del prototipo y el proceso para su caracterización y mejoramiento. Para dicho mejoramiento, se simuló el cambio de la geometría del prototipo, con la ayuda del programa ANSYS.

2.1. MATERIALES UTILIZADOS

Para este estudio se utilizaron dos tipos de arcillas montmorilloníticas de la empresa Nanocor. Las primeras son arcillas en masterbatch denominadas nanomax-PP que tienen una composición de 50% de arcillas, 25% de polipropileno y 25% de polipropileno maleizado. Las segundas son arcillas montmorilloníticas en polvo denominadas nanomer I.44PS que son arcillas modificadas con agentes de acoplamiento con silano que permiten una mejor dispersión de las arcillas en condiciones de cizallamiento suaves y, además, proporcionan una mayor estabilidad a los silicatos. La presentación de las arcillas en masterbatch y en polvo se aprecian en la Figura 2.1. Las hojas técnicas de las arcillas en polvo y del masterbatch de arcillas se encuentran en los Anexos I y II, respectivamente.



Figura 2.1. Arcillas monmorilloníticas: (a) arcillas en masterbatch y (b) arcillas en polvo.

En este estudio se utilizó polipropileno homopolímero PH1310 de la marca Petroquim que es usado para moldeo por inyección. Las propiedades de éste material se indican en la Tabla 2.1. En el Anexo III se encuentra la hoja técnica del polipropileno homopolímero utilizado.

Tabla 2.1. Propiedades del polipropileno homopolímero Petroquim PH1310 [38].

Propiedad	Norma ASTM	Unidades	Valor
Índice de fluidez 2.16 kg/230°C	D-1238/95	g/10 min	13
Temperatura de ablandamiento VICAT (1 kg)	D-1525/97	°C	154
Temperatura de deformación térmica (455 kPa)	D-648/97	°C	95
Resistencia al impacto Izod	D-256/93	J/m	34
Límite de fluencia	D-638/97	MPa	34
Elongación en el punto de fluencia	D-638/97	%	12
Módulo de elasticidad en flexión	D-790/97	MPa	1500

Como compatibilizante se usó polipropileno maleizado (PP-g-MA) con una concentración de 1.4 wt% de anhídrido maléico fabricado por Ningbo Wecreat Functional Plastics. Este compatibilizante tiene un índice de fluidez (evaluado a 190°C) de 80 a 90 g/10 min y una temperatura de fusión de 150°C.

2.2. PROCESOS Y MÁQUINAS UTILIZADAS

Para elaborar las probetas de nanocompuestos y seleccionar la mejor composición se siguió el proceso que se esquematizan en las Figuras 2.2 y 2.3. En la Figura 2.2 se describen los ensayos preliminares. En estos ensayos se evaluaron los parámetros de extrusión e inyección para producir probetas de polipropileno sin que el material se degrade. Además, se seleccionó un proceso para obtener nanocompuestos a partir de masterbatch de arcillas. Esta selección fue necesaria debido a que en este caso se pueden obtener nanocompuestos directamente por inyección (proceso I) o por extrusión-inyección (proceso EI). Para el procesamiento de nanocompuestos a partir de arcillas en polvo es necesario un proceso de extrusión seguido de un proceso de inyección (proceso EI). Finalmente se determinó la temperatura necesaria para disminuir la humedad de las arcillas en polvo con la ayuda de una estufa. Estos ensayos se explicarán detalladamente en el acápite 2.3.

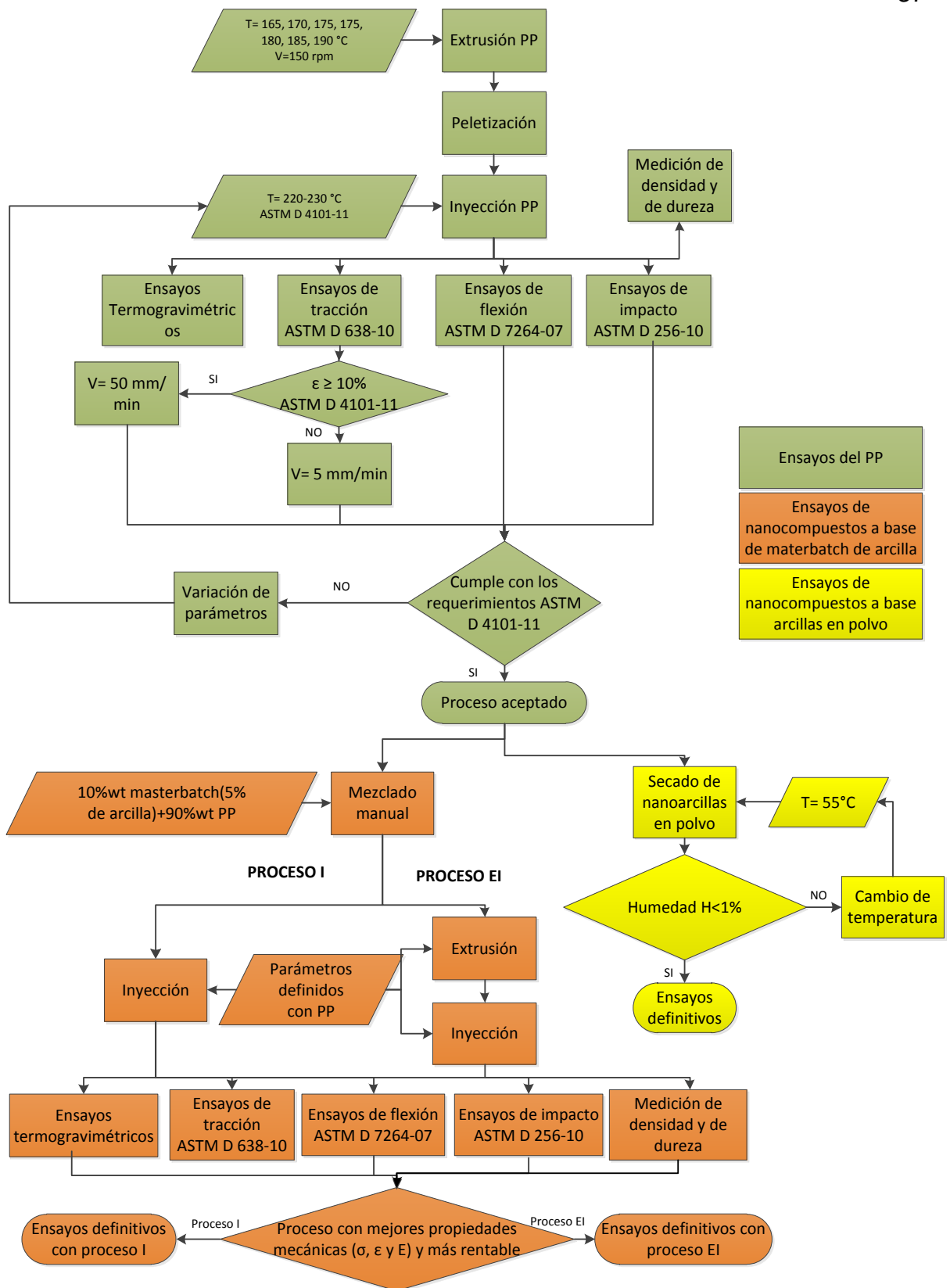


Figura 2.2. Diagrama de ensayos preliminares.

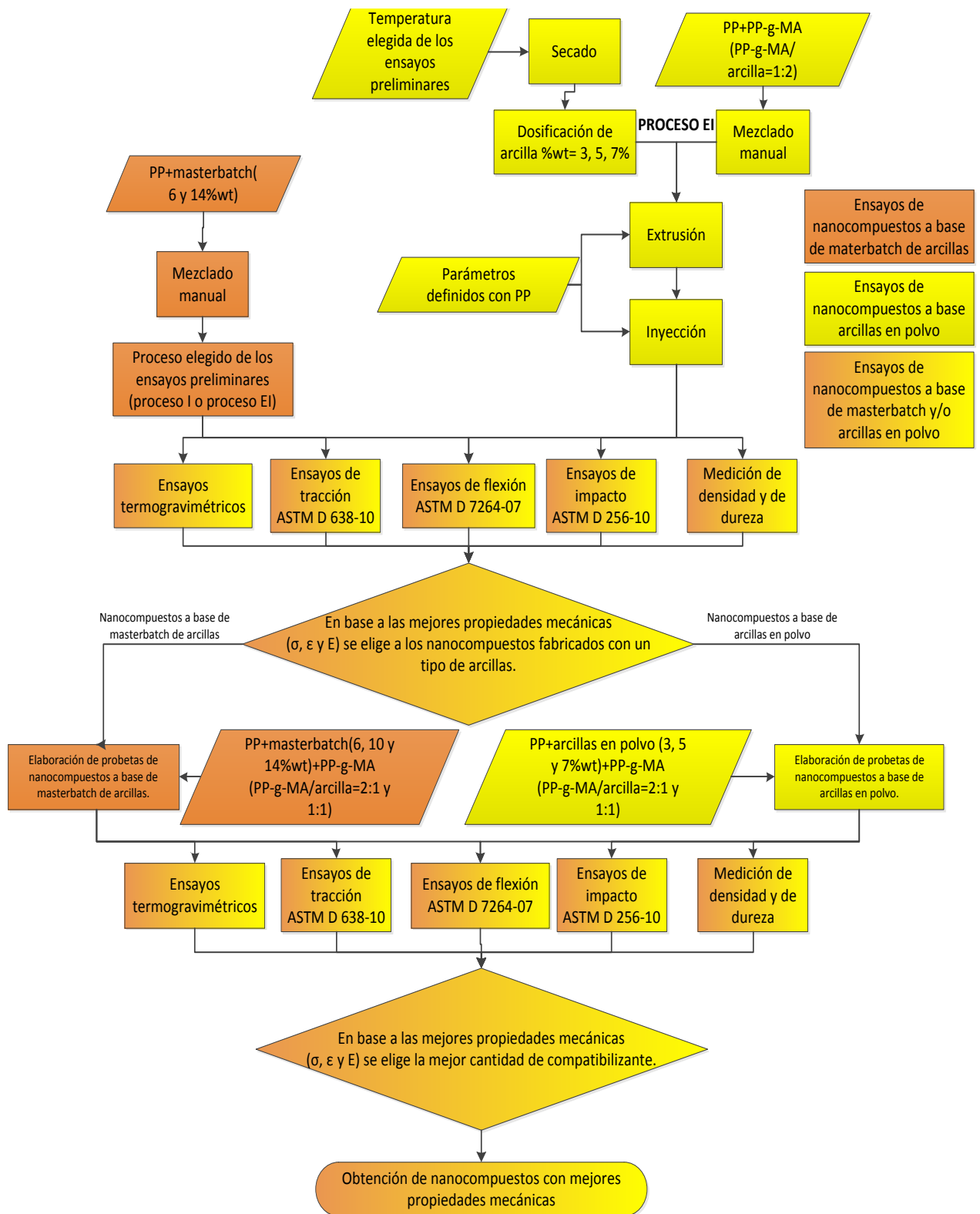


Figura 2.3. Diagrama de ensayos definitivos.

Para los ensayos definitivos se evaluaron tres variables: tipo de arcillas montmorilloníticas, cantidad de arcillas presentes en los materiales obtenidos y cantidad de compatibilizante (PP-g-MA) añadido. En la Tabla 2.2 se indican los materiales obtenidos con su respectiva identificación y composición. La nomenclatura utilizada para la identificación de los nanocompuestos viene dada por las siguientes siglas: PPWX-Y:Z. El significado de las siglas utilizadas se indica en la Tabla 2.2.

Tabla 2.2. Nomenclatura utilizada en los nanocompuestos obtenidos.

Símbolo	Significado
PP	Matriz utilizada (polipropileno)
W	Porcentaje en peso de arcillas utilizado
X	Proceso utilizado para la obtención de nanocompuestos. Este proceso puede ser I (solamente inyección) o EI (extrusión e inyección)
*	Utilización de masterbatch de arcillas para la fabricación del compuesto
Y:Z	Relación en peso de compatibilizante : arcilla.

Para el presente estudio, primero se fabricaron probetas de polipropileno por extrusión e inyección. Luego se obtuvieron probetas con 10 wt% de masterbatch (5 wt% de arcilla, 2.5 wt% de PP-g-MA y 2.5 wt% de PP) y 90 wt% de PP por los procesos I (solamente inyección) y EI (extrusión e inyección). En base a los ensayos preliminares se decidió fabricar probetas con las demás composiciones (6 y 14 wt% de masterbatch), solamente por el proceso de inyección. Posteriormente se obtuvieron probetas de nanocompuestos reforzadas con 3, 5 y 7 wt% en polvo por el proceso de extrusión-inyección con una relación PP-g-MA/arcillas de 1:1 y 2:1. Todas las probetas obtenidas fueron sometidas a ensayos de tracción, flexión, impacto, dureza y análisis termogravimétrico.

Las variables elegidas en el presente estudio fueron tomadas en base a la revisión bibliográfica. Se evaluó la posibilidad de inyección directa por lo que se realizaron procesos de inyección y de extrusión-inyección para la obtención de nanocompuestos a partir de masterbatch. El porcentaje de arcillas seleccionado fue 3, 5, 7 wt% debido a las recomendaciones del fabricante de las arcillas usadas [39, 40], y a los resultados de otros autores como los que se muestran en las Tablas 1.5, 1.9 y 1.10 en donde se indica que se obtienen los mejores resultados con 5% de arcilla y las mejoras obtenidas con el 3 wt% en el estudio de Komatsu 2012 [41]. Se eligió además el 7% para comprobar la tendencia a mejorar la resistencia de forma proporcional con la

incorporación de arcillas, con el inconveniente de que disminuye su elongación. La cantidad de compatibilizante según varios autores como De Paiva (2005), Peltola (2006) y Tavares (2012) puede estar máximo en una relación de PP-g-MA/arcillas de 3:1 [42, 43, 44]. Sin embargo, en estudios como los mostrados por Nayak (2009), Komatsu o el de Ataefard que se muestra en la Tabla 1.6 se tienen mejores propiedades mecánicas con otras relaciones como 1:2 o 1:1 [29, 41, 45]. Por lo que se utilizó las composiciones presentada en la Tabla 2.3 para este estudio, haciendo uso de la identificación señalada en la Tabla 2.2.

Tabla 2.3. Composiciones de las muestras fabricadas con matriz de PP.

Material	Proceso de fabricación	Tipo de arcilla monmorillonítica	wt% de arcilla	PP-g-MA /arcilla
PP	Extrusión+Inyección	-----	0	0
PP5I*-1:2	Inyección	Masterbatch	5	1:2
PP5EI*-1:2	Extrusión+Inyección	Masterbatch	5	1:2
PP3I*-1:2	Inyección	Masterbatch	3	1:2
PP7I*-1:2	Inyección	Masterbatch	7	1:2
PP3EI-1:2	Extrusión+Inyección	Polvo	3	1:2
PP5EI-1:2	Extrusión+Inyección	Polvo	5	1:2
PP7EI-1:2	Extrusión+Inyección	Polvo	7	1:2
PP3EI-1:1	Extrusión+Inyección	Polvo	3	1:1
PP5EI-1:1	Extrusión+Inyección	Polvo	5	1:1
PP7EI-1:1	Extrusión+Inyección	Polvo	7	1:1
PP3EI-2:1	Extrusión+Inyección	Polvo	3	2:1
PP5EI-2:1	Extrusión+Inyección	Polvo	5	2:1
PP7EI-2:1	Extrusión+Inyección	Polvo	7	2:1

2.2.1. PROCESO DE EXTRUSIÓN

En el proceso de extrusión se realizó la inclusión de arcillas en polvo en la matriz de PP puro. Se utilizaron varios equipos como la balanza digital, la extrusora de doble tornillo, una tina de enfriamiento y una peletizadora.

2.2.1.1. Balanza digital ADAM PGL 6001

La balanza ADAM se utilizó para pesar los pellets de polipropileno, los masterbatch de arcilla, los pellets de PP-g-MA y la arcilla en polvo antes de ser sometidos al proceso de extrusión e inyección. Este equipo tiene una capacidad máxima de 6000 g y una apreciación de 0.1 g. En la Figura 2.4 se observa la balanza ADAM.



Figura 2.4. Balanza digital ADAM PGL 6001.

2.2.1.2. Extrusora Coperion ZSK 18 ML

La extrusora ZSK 18 ML que se muestra en la Figura 2.5 fue utilizada para la obtención de filamentos de polipropileno y del material compuesto con las diferentes formulaciones.



Figura 2.5. Extrusora Coperion ZSK 18 ML.

Esta extrusora posee dos alimentadores que facilitan la producción de materiales compuestos. El alimentador principal sirve para colocar el material que constituirá la matriz y el alimentador secundario será el encargado de dosificar el material de refuerzo. Esta máquina está provista de un motor principal de 11.7 kW que está interconectado a un par de tornillos por un sistema de embrague con reductor de velocidades. Dicho motor está controlado por un regulador de frecuencia que controla

su velocidad permitiendo variar la velocidad angular de los tornillos gemelos cilíndricos de 18 mm de diámetro. La relación L/r de los tornillos es de 38:1.

Los tornillos tienen un diseño especial que facilita la obtención de materiales compuestos al dividir estratégicamente a los tornillos en 7 zonas distintas. En la zona A se precalienta la matriz que luego pasa a una primera zona B donde se aumenta su fluidez. Posteriormente, el material pasa a una primera zona C que transporta y plastifica a la matriz antes de pasar a una segunda zona B donde se produce la mezcla con el refuerzo. Con ello se obtiene el material compuesto que pasa a una segunda zona C. En esta zona se plastifica dicho compuesto que es transportado a una zona D. La zona D tiene un menor paso diametral que hace que el material permanezca mayor tiempo en las zonas anteriores. En la zona E está conectada una bomba de vacío con un motor de 0.37 kW, lo que permite una extracción de aire de hasta 12 m³/h. Finalmente, la zona F controla la salida del material como se muestra en la Figura 2.6.

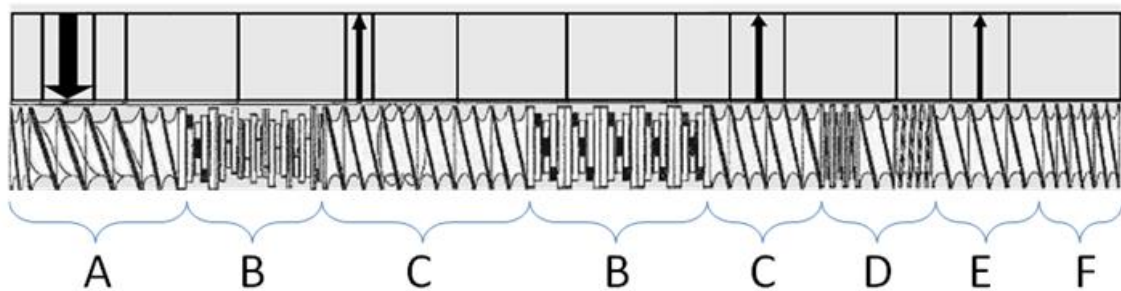


Figura 2.6. Tornillo cilíndrico de la extrusora Coperion ZSK 18 ML [46].

La extrusora posee un panel de control en el cual se pueden fijar las temperaturas de estas 7 zonas que pueden estar en un rango desde la temperatura ambiente hasta 380°C. En este panel también se pueden controlar otras variables como la velocidad de los tornillos que tienen una velocidad mínima de 120 rpm y una velocidad máxima de 1200 rpm. El alimentador principal puede girar de 0 a 260 rpm y el alimentador secundario de 60 a 600 rpm.

2.2.1.3. Tina de enfriamiento

Una vez que el material sale de la extrusora en forma de filamentos, pasa por una tina con agua fría para acelerar su enfriamiento y solidificación. La tina que tiene el LANUM es una tina de acero inoxidable de 120 litros de capacidad. A este equipo se le han

acoplado unos rodillos que permiten que los filamentos de material pasen libremente por el interior de la tina como se observa en la Figura 2.7.

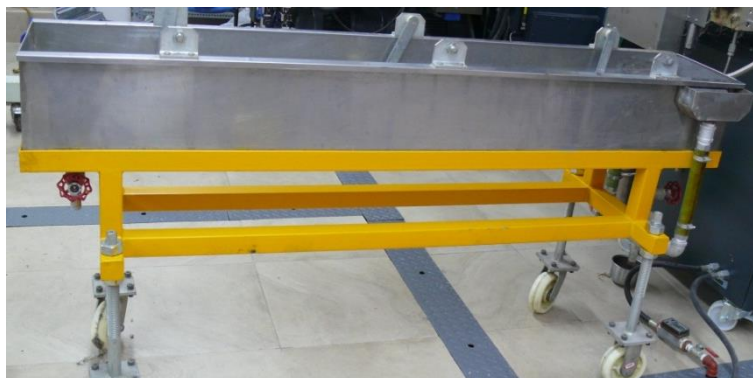


Figura 2.7. Tina de enfriamiento.

2.2.1.4. Peletizadora K-Tron Colormax

La peletizadora K-tron que se indica en la Figura 2.8 es una máquina que permite obtener pellets de forma homogénea. Esta homogeneidad se logra fácilmente debido a su sistema de rodillos que corta el material. Para ello, estos rodillos se encuentran acoplados a un motor de 2.2 kW que es controlado por un variador de frecuencia. Con la ayuda de este variador de frecuencia se pueden obtener velocidades de 0 a 1500 rpm.



Figura 2.8. Peletizadora K-TronColormax.

2.2.2. PROCESO DE INYECCIÓN

Para el proceso de inyección se utilizó una inyectora Milacron MT 55. Esta inyectora de última generación que permite la producción de elementos pequeños y medianos con una masa de hasta 171 g. Este equipo está compuesto principalmente por dos unidades que son: la unidad de cierre y la unidad de inyección. Los elementos de estas unidades se aprecian en las Figuras 2.9 y 2.10.

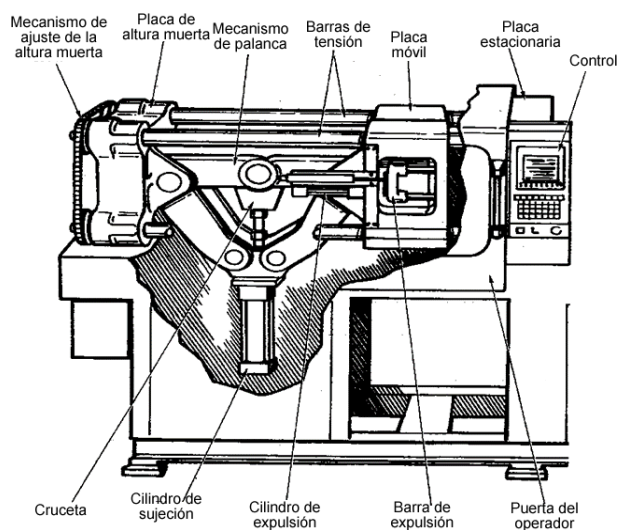


Figura 2.9. Elementos de la unidad de cierre.

El propósito de la unidad de cierre es abrir y cerrar el molde mediante el cambio de posición del plato móvil con respecto al plato fijo. Para iniciar el ciclo, el plato móvil se desplaza con la ayuda de un sistema de rótula que es activado por un cilindro hidráulico. Es importante destacar que cuando el plato móvil del molde se acerca al fijo, la velocidad de cierre disminuye para evitar un choque brusco entre los elementos. Cuando el molde está cerrado la rótula forma un ángulo de 180° para garantizar su cierre hermético y así evitar la fuga de material.

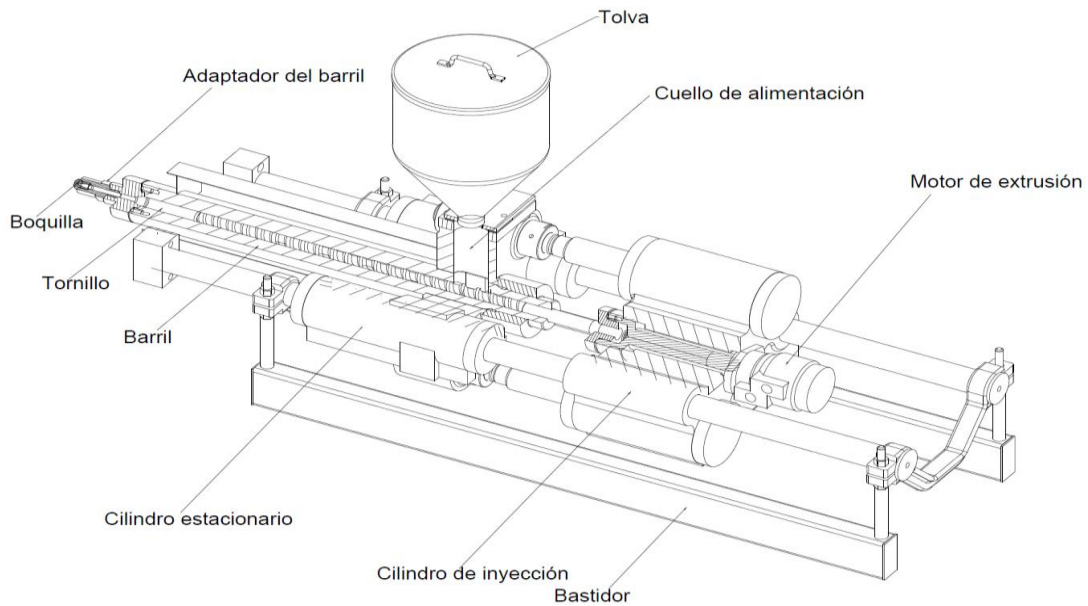


Figura 2.10. Elementos de la unidad de inyección.

Una vez cerrado el molde, inicia la secuencia de inyección. El material que es colocado en la tolva en forma de pellets es desplazado dentro de una cámara calefactora (barril) que puede llegar hasta los 425°C. Este desplazamiento de material es debido al movimiento de un tornillo que gira con una velocidad regulable hasta 250 rpm. El tornillo gira con esta velocidad hasta llegar al punto de transferencia. Se llama punto de transferencia, al lugar en el cual el movimiento del tornillo deja de ser controlado por velocidad y pasa a ser controlado por presión. Este punto es ajustado por el operador y puede ser controlado con el tiempo, con la posición del tornillo o con la presión de la cámara.

Una vez que el tornillo llega al punto de transferencia, disminuye su velocidad para comenzar la etapa de acumulación de material dentro del cilindro de inyección que se encuentra en la parte frontal del barril. Debido a la acumulación de material, el tornillo se empieza a desplazar hacia atrás mientras sigue girando hasta llegar al tamaño de disparo (shotsize) que puede ir de 0 a 130 mm. Cuando llega este punto el tornillo deja de girar para liberar la presión, conjuntamente con el material fundido sobre el molde, la presión puede llegar hasta 1200 bar. Luego de esto los tornillos regresan a su posición original y el molde se abre para dar lugar a un nuevo ciclo. La inyectora Milacron MT 55 que se usó para la obtención de probetas de PP y de nanocompuesto se observa en la Figura 2.11 y en el Anexo IV se muestra la ficha técnica del equipo.



Figura 2.11. Inyectora Milacron MT55.

2.2.3. PROCESO DE SECADO

Para el proceso de secado se empleó: una termobalanza para evaluar el contenido de humedad de las arcillas y una estufa marca Venticell para realizar su secado.

2.2.3.1. Termobalanza Ohaus MB45

La termobalanza fue usada para medir el contenido de humedad de las arcillas en polvo antes y después del secado. También se utilizó para medir la humedad de los materbatch de arcilla. Este equipo funciona con una lámpara halógena que se puede calentar desde los 50°C hasta los 200°C con incrementos mínimos de 1°C. Además posee una balanza interna con una capacidad de 45 g que tiene una apreciación de 0.001 g. Esta balanza mide continuamente la pérdida de masa mientras la lámpara halógena calienta a la muestra. Con ello se obtiene directamente el porcentaje de humedad que puede ir desde el 0.01% hasta el 100%. En la Figura 2.12 se puede observar dicho equipo.



Figura 2.12. Termobalanza Ohaus MB45.

2.2.3.2. Estufa Venticell 404

La estufa Venticell del Laboratorio de Nuevos Materiales (LANUM) fue utilizada para secar las arcillas en polvo. Este equipo tiene un temporizador que permite controlar el tiempo que va a permanecer la muestra a cierta temperatura. Esta temperatura puede variar entre la temperatura ambiente (superior a 10°C) y 250°C. La estufa tiene una capacidad volumétrica máxima de 404 litros. En la Figura 2.13 se indica este equipo.



Figura 2.13. Estufa Venticell 404.

2.2.4. ENSAYOS MECÁNICOS

En los ensayos mecánicos se usaron dos máquinas de marca Tinius Olsen. La primera una máquina universal de ensayos modelo H25KS y la segunda una máquina para ensayos de impacto Izod modelo IT 504.

2.2.4.1. Máquina universal de ensayos Tinius Olsen H25KS

Este equipo fue utilizado para realizar ensayos de tracción y flexión de las probetas de PP y de los nanocompuestos. La máquina Tinius Olsen H25KS es un equipo de mediana capacidad que puede llegar a los 25 kN, posee un cabezal fijo y un cabezal móvil. El cabezal móvil funciona por un sistema electrónico que permite que se desplace hasta 1100 mm con una velocidad de hasta 1000 mm/s. Esta máquina dispone de ciertos dispositivos que permiten realizar los ensayos de tracción y flexión. Para los ensayos de tracción, se dispone de dos mordazas planas y un extensómetro, las mordazas planas tienen una forma de cuña que evita que la probeta se resbale durante el ensayo, mientras que el extensómetro, es un elemento que permite medir la deformación con una precisión de 0.01 mm. En la Figura 2.14 se muestra una probeta de material compuesto mientras se ensaya en la máquina universal de ensayos.

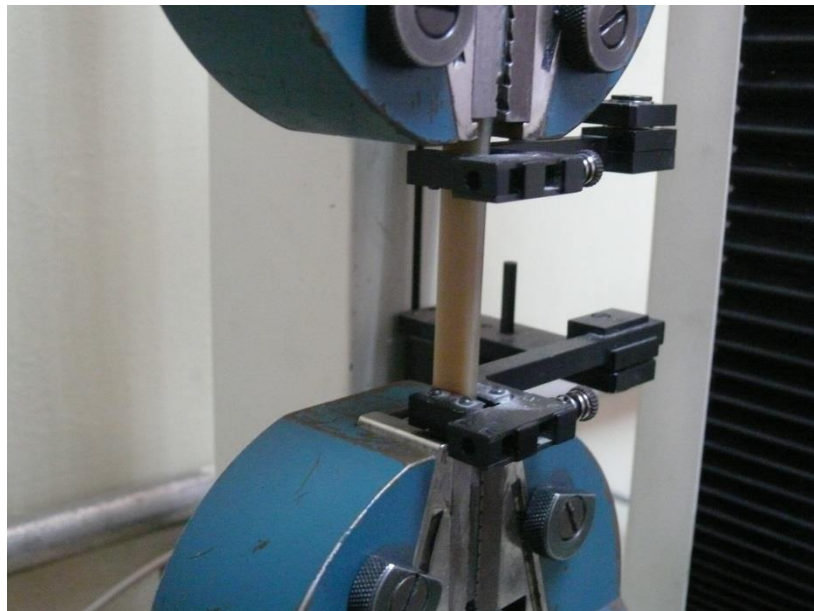


Figura 2.14. Probeta ensayada a tracción en la máquina universal de ensayos Tinius Olsen H25KS.

Para los ensayos de flexión se cuenta con un dispositivo que permite regular la distancia entre apoyos y de un punzón. Los apoyos se colocan en el cabezal fijo, y el punzón en el cabezal móvil. Para medir la deflexión se toma como referencia el desplazamiento del cabezal móvil respecto al fijo. En la Figura 2.15 se observa una probeta sometida al ensayo de flexión.

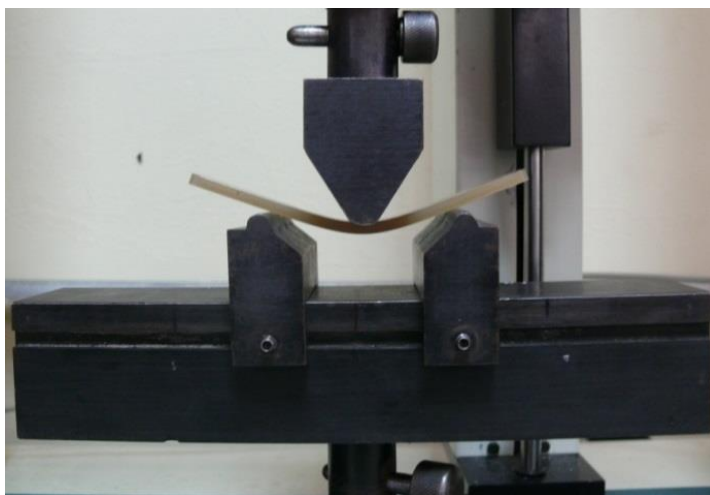


Figura 2.15. Probeta ensayada a flexión en la máquina universal de ensayos Tinius Olsen H25KS.

Este equipo dispone de un software incorporado por el fabricante denominado Horizon que permite obtener con gran facilidad las curvas esfuerzo vs. deformación de los diferentes ensayos.

2.2.4.2. Máquina de ensayos de impacto Tinius Olsen IT 504

En la máquina Tinius Olsen IT 504 se realizaron los ensayos de impacto Izod de las diferentes probetas. Este modelo incorpora un moderno control que permite calcular la energía absorbida por la muestra durante el ensayo. Para manipular este equipo el operador cuenta con un panel de control. Dentro de este panel se establecen los parámetros del ensayo y es posible realizar la rutina de calibración. Esta rutina permite calcular las pérdidas por rozamiento y por las corrientes de aire. La máquina posee un péndulo que es el encargado de impactar a la muestra. El péndulo por sí solo tiene una energía de 2.82 J y con la adición de algunos discos puede llegar a un valor de 25 J. La máquina de impacto se muestra en la Figura 2.16.

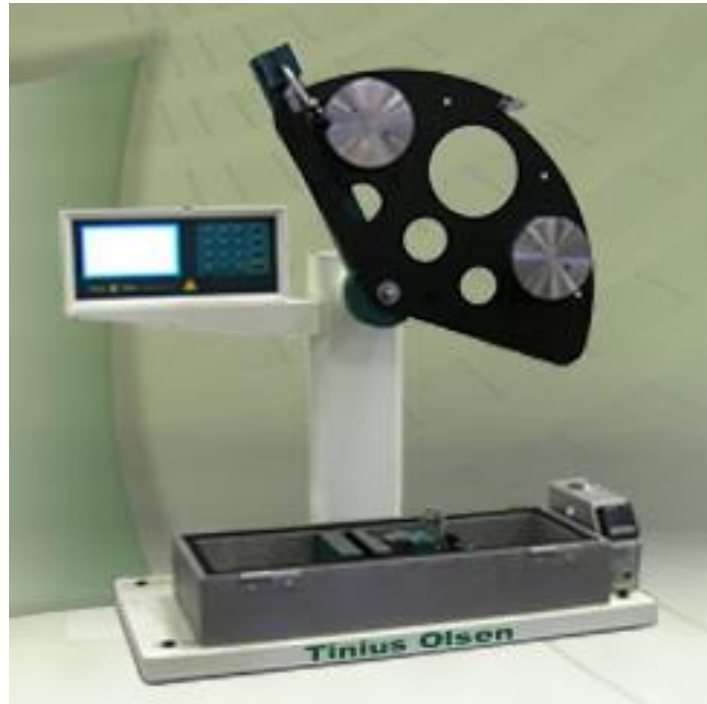


Figura 2.16. Máquina de ensayos de impacto Tinus Olsen IT 504.

2.2.5. ENSAYOS TERMOMECAÑICOS

Para la caracterización termomecánica se realizó un análisis termogravimétrico (TGA, por sus siglas en inglés). El análisis TGA se realiza con la ayuda de una termobalanza que contiene la muestra en el interior de un horno [47]. La termobalanza es un instrumento que permite realizar una medición continua de la masa de una muestra en función de la temperatura. Estas balanzas son altamente sensibles con resoluciones inferiores a 1 μg . La muestra puede ser calentada o enfriada a una velocidad seleccionada o puede ser mantenida isotérmicamente a una temperatura fijada [48]. El modo más común de operación es calentar la muestra en un horno a una velocidad entre 5 a 10°C/min. Casi todas las termobalanzas actuales poseen instrumentos de registro automático, aunque el registro manual es usado ocasionalmente para largos períodos de medidas isotérmicas [49]. Un esquema que ilustra el funcionamiento de una termobalanza se muestra en la Figura 2.17.

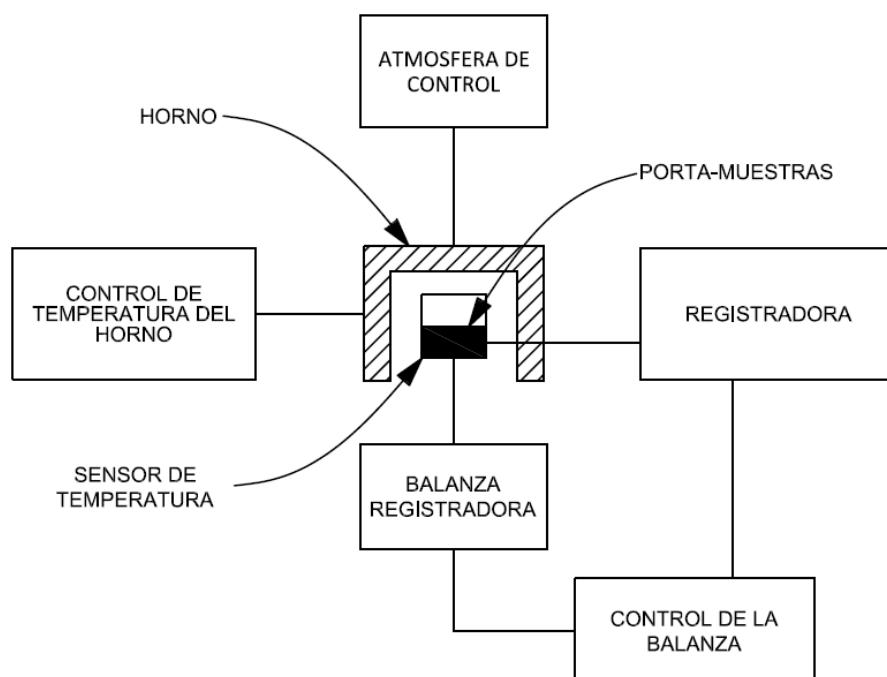


Figura 2.17. Diagrama esquemático de una termobalanza moderna [47].

Para la presente investigación se usó un analizador termogravimétrico TGA Q500 de TA Instruments. Este analizador termogravimétrico mide la masa o la variación de la masa de un material en función del aumento de temperatura. También indica el comportamiento de un material a temperatura constante en función del tiempo, cuando se encuentra en una atmósfera controlada. Este equipo puede ser usado para caracterizar cualquier material que exhibe una variación en su masa en función de la temperatura. Además, sirve para detectar cambios de fase debido a la descomposición, oxidación o deshidratación. La temperatura máxima a la que llega este equipo es de 1000°C . El analizador TGA Q500 dispone de un software incorporado por el fabricante para mejorar la interfaz con el usuario. Con la ayuda de este software, el operario puede ingresar todos los datos de temperatura, tiempo y variaciones de temperaturas con las que se realizará el ensayo. En este equipo se colocaron muestras de las diferentes composiciones con el objetivo de analizar su estabilidad térmica. En la Figura 2.18 se muestra el analizador termogravimétrico TGA Q500 del Laboratorio de Nuevos Materiales.



Figura 2.18. Analizador termogravimétrico TGA Q500.

2.3. ENSAYOS PRELIMINARES

En los ensayos preliminares se definieron los parámetros de extrusión e inyección para evitar la degradación de los componentes del nanocompuesto. Además, se definieron otros parámetros como las temperaturas y tiempos de secado de las arcillas en polvo. Finalmente fueron definidas las velocidades del ensayo a tracción ya que la norma ASTM D638-10 da la opción de ensayar a distintas velocidades dependiendo de la elongación del material.

2.3.1. PARÁMETROS DE EXTRUSIÓN

Se realizaron pruebas con el PP homopolímero PH1310 tomando como referencia los parámetros utilizadas por Thyara Da Cunha [50] en una extrusora de idénticas características para la obtención de nanocompuestos de PP con poli (estireno-butadieno-estireno) reforzado con monmorillonita. En este estudio se utilizó un perfil de temperaturas de 175, 175, 180, 185 y 190°C, a una velocidad de 150 rpm, con una alimentación de 3 kg/h. Al usar estos parámetros sin encender la bomba de vacío se observaron ciertas porosidades, las mismas que fueron eliminadas al trabajar con la bomba de vacío encendida con una presión de 0.2 bar. Los filamentos fueron pelletizados y se obtuvieron probetas por inyección, las cuales fueron ensayadas mecánicamente.

Debido a que los masterbatch de arcillas tienen un tamaño similar a los pellets de PP se observó que existían dos posibilidades de procesamiento. La primera opción en

donde se inyecta directamente (proceso I) y la segunda que necesita de un proceso previo de extrusión (proceso EI). Para ello, se fabricó filamentos de material compuesto con 10 wt% de masterbatch. Estos filamentos pasaron por la peletizadora K-Tron Colormax, con lo cual, se tuvo el material listo para el proceso de inyección.

Para el caso de las arcillas en polvo, obligatoriamente debía existir una dosificación por extrusión previa a la inyección, debido a la notable diferencia de tamaño de las arcillas en comparación de los pellets de PP. Por ello no existió la necesidad de evaluar el tipo de proceso.

2.3.2. PARÁMETROS DE INYECCIÓN

Al igual que en la extrusión, para evaluar los parámetros de inyección primeramente se inyectó PP puro con los parámetros citados en la norma ASTM D4101-11. Estos parámetros se muestran en la Tabla 2.4.

Tabla 2.4. Parámetros de inyección según la norma ASTM D4101-11 [51].

Denominación	Unidades	Valores
Perfil de temperaturas	°C	220-230
Tiempo de ciclo	s	45
Tiempo de inyección	s	20
Tiempo de enfriamiento	s	20
Tiempo de apertura del molde	s	5
Tamaño del disparo	mm	5-10

Para encontrar la presión de inyección adecuada se varió este parámetro hasta obtener todas las piezas completas, sin rebabas y con un buen acabado. Las temperaturas usadas en el pie de la tolva, zona 1, zona 2, zona 3 y en el inyector fueron de 45, 200, 205, 205 y 210°C respectivamente. La presión de cierre del molde fue de 50 ton y la presión de inyección fue de 100 bar. Una vez obtenidas las probetas de PP, éstas fueron sometidas a ensayos mecánicos. Al comparar los resultados obtenidos de la caracterización mecánica con las propiedades del PP homopolímero según la norma ASTM D4101-11 se determinó que los parámetros de procesamiento eran adecuados.

Para continuar con la evaluación del proceso definitivo para la obtención de nanocompuestos a partir de masterbatch, se inyectaron probetas con el proceso de inyección y el proceso extrusión-inyección. Para el proceso de inyección se mezcló mecánicamente los pellets de PP con los masterbatch de arcilla. Esta mezcla se

colocó en la tolva y se obtuvieron probetas de nanocompuesto por inyección. Para la elaboración de probetas por el método extrusión-inyección se tomaron los pellets de nanocompuesto fabricados por extrusión, se mezclaron y colocaron en la tolva para proceder con la inyección. Una vez obtenidas las probetas con los procesos de inyección y de extrusión-inyección se realizó la caracterización mecánica en donde no se obtuvo una diferencia notoria, tal como se muestran en los resultados del capítulo 3. Por ello, se decidió que el resto de nanocompuestos obtenidos a partir de los masterbatch de arcillas se fabricarán solamente con el proceso de inyección. Con ello se obtiene un ahorro significativo ya que se evita el proceso de extrusión.

2.3.3. PARÁMETROS DE SECADO DEL MATERIAL DE REFUERZO

Se determinó la humedad de los materiales de refuerzo con una termobalanza. Así, las arcillas en polvo presentaron una humedad de alrededor del 6%. Los masterbatch de arcillas mostraron una humedad menor al 1%. Los masterbatch presentan un bajo contenido de humedad debido a que las arcillas se encuentran recubiertas por PP. Por otra parte, las arcillas en polvo tienen una naturaleza higroscópica por lo que necesitan un secado previo. Para este secado se tomó como referencia los parámetros usados por Chafidz [27]. Las arcillas en polvo se secaron en la estufa Venticell a una temperatura de 55°C durante 24 horas. Después de este periodo se midió nuevamente la humedad, que estuvo en el orden del 0.7%, de manera que el material pudo ser empleado para el procesamiento.

2.3.4. PARÁMETROS PARA LA CARACTERIZACIÓN MECÁNICA

Para la caracterización mecánica se utilizaron las normas ASTM D 638-10, ASTM D 7264-07 y ASTM D 256-10, para ensayos de tracción, flexión e impacto, respectivamente. Para los ensayos de impacto y de flexión, todos los parámetros de ensayo están definidos en las normas. Sin embargo, para el ensayo de tracción, la velocidad de ensayo depende del porcentaje de elongación. Según la ASTM D638-10, si la elongación es mayor al 10% la velocidad de ensayo debe ser de 50 mm/min. Caso contrario, la velocidad de ensayo es de 5 mm/min [52]. Por ello, se realizó el ensayo con las dos velocidades para el PP. Dando como resultado una elongación del 167%. Con este resultado se decidió realizar los ensayos de tracción con una velocidad de 50 mm/min.

2.4. OBTENCIÓN DE PELLETS DE NANOCOMPUESTO

Como se mencionó en el acápite 2.3, se obtuvieron pellets de nanocompuesto mediante extrusión a partir de las arcillas en polvo. Previo al proceso de extrusión las arcillas fueron secadas. Para la obtención de hilos de nanocompuesto en el proceso de extrusión se utilizaron los parámetros con los que se extruyó el PP puro. Los hilos de nanocompuesto fueron dosificados con tres diferentes cantidades de arcilla (3, 5 y 7wt%). Con una relación PP-g-MA/arcillas de 1:2, 1:1 y 2:1. Para producir la completa solidificación de estos hilos, fue necesario que ellos atravesen por la tina de enfriamiento con agua. Una vez que los hilos se encuentran solidificados, ingresaron a la peletizadora K-Tron Colormax que proporciona pellets de dimensiones regulares. Para garantizar el secado de los pellets obtenidos se colocaron dentro de la estufa a 80°C durante 3 horas. Luego de ello, se midió la humedad de los pellets para controlar la humedad.

2.5. ELABORACIÓN DE PROBETAS DE NANOCOMPUESTOS PARA ENSAYOS MECÁNICOS

Para la elaboración de las probetas de nanocompuestos se tuvieron dos casos. En el primer caso se obtuvieron probetas fabricadas por el proceso I en el que se usó masterbatch de arcillas. En el segundo caso las probetas fueron fabricadas mediante el proceso de extrusión-inyección a partir de los pellets obtenidos de la extrusión.

Para la fabricación de nanocompuestos a partir de los masterbatch de arcillas, se realizó una mezcla mecánica de los pellets de PP con el masterbatch de arcillas y polipropileno maleizado (PP-g-MA). Esta mezcla fue alimentada a la inyectora y se obtuvieron probetas de material compuesto con 3, 5 y 7 wt% de arcilla, y, con una relación de PP-g-MA/arcillas igual a 1:2, 1:1 y 2:1.

Los parámetros de inyección para la obtención de nanocompuestos fueron los mismos que se emplearon en los ensayos preliminares. Posteriormente, se fijaron los parámetros de inyección para dar inicio al proceso. Para realizar la inyección, la máquina automáticamente cierra el molde con una presión de 50 ton, mientras la boquilla de inyección se acerca. Una vez que la boquilla de inyección que se encuentra a 210 °C empalma con el molde y se produce el disparo del material con una presión de 100 bares. Luego de ello, al pasar los 25 s (tiempo de enfriamiento) se abre el

molde y se expulsa el material, para lo cual el equipo cuenta con un sistema de expulsión central.

Con cada ciclo de inyección se obtienen dos probetas de tracción, dos probetas de flexión y cuatro de impacto, como se muestra en la Figura 2.19. Debido a que dentro del barril de la inyectora quedan residuos se deben descartar las primeras probetas procesadas. Por ello fue necesario realizar 6 u 8 ciclos de inyección por cada composición de nanocompuesto. Finalmente, las probetas obtenidas por inyección están listas para ser sometidas a los ensayos mecánicos correspondientes.

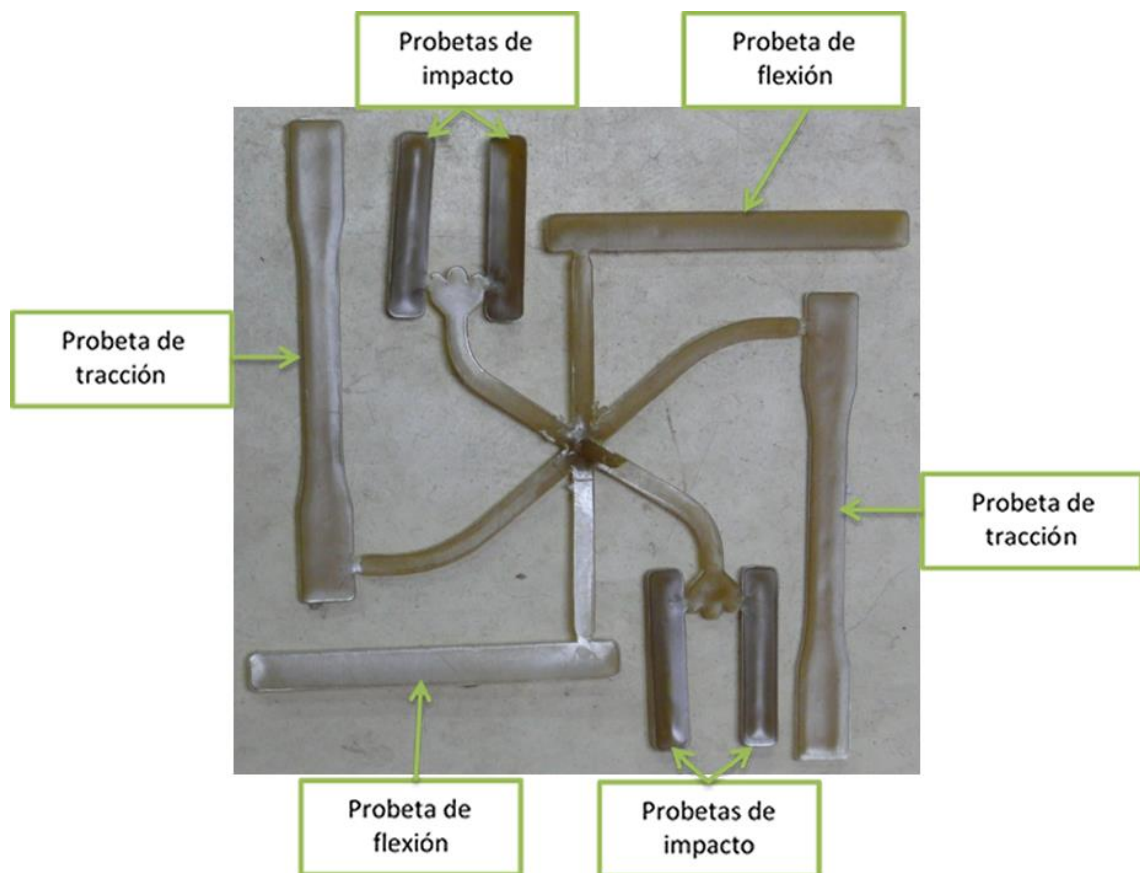


Figura 2.19. Probetas obtenidas del proceso de inyección.

2.6. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y TERMOMECAÁNICA DE LAS PROBETAS OBTENIDAS

En la caracterización mecánica se realizaron ensayos de tracción, flexión, impacto, dureza y densidad. Para la caracterización termomecánica se hizo un análisis termogravimétrico a cada muestra. El procedimiento seguido para la realización de estos ensayos se explica en los siguientes acápite.

2.6.1. ENSAYO DE TRACCIÓN

Los ensayos de tracción se realizaron bajo la norma ASTM D638-10. La norma indica que se puede realizar el ensayo de tracción con varios tipos de probetas. En este caso, debido al molde que se dispone en el Laboratorio de Nuevos Materiales (LANUM) de la EPN se utilizó las probetas tipo I que tienen las dimensiones que se indican en la Figura 2.20.

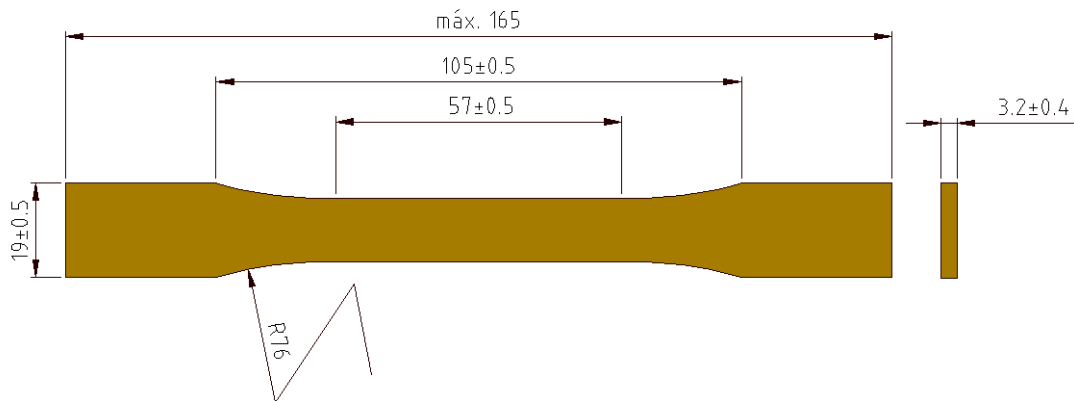


Figura 2.20. Dimensiones de probetas tipo I para ensayo de tracción según la norma ASTM D638-10.

De acuerdo con la norma, la distancia entre mordazas y la distancia a la cual se colocó el extensómetro fue de 115 ± 0.5 mm y 50 ± 0.25 mm respectivamente. Para el caso de materiales que se pueden considerar isotrópicos como los nanocompuestos obtenidos, se realizaron 5 ensayos como mínimo. También se descartaron las probetas en las cuales la fractura se produjo fuera de la zona con menor área deberán ser descartadas.

De acuerdo a la norma ASTM D638-10 para ensayar materiales rígidos y semirígidos se realizó el ensayo con velocidades de 5 mm/min, 50 mm/min o 500 mm/min. Sin embargo, no indica un parámetro para seleccionar la velocidad de ensayo, razón por la cual se recurrió a la norma ASTM D4101-11 que es una norma aplicable para PP y compuestos de PP obtenidos por extrusión e inyección. Esta norma señala que si el porcentaje de elongación es menor al 10% el ensayo se debe realizar a 5 mm/min, y si el porcentaje de elongación es mayor se debe ensayar a 50 mm/min. Debido a esto se empleó una velocidad de 50 mm/min en base a los ensayos preliminares.

Se ingresaron los valores de la velocidad y las dimensiones cada una de las probetas (ancho y espesor) en el programa Horizon de la máquina universal de ensayos Tinius Olsen H25KS. De esta manera el programa calculo el área de tracción. Se colocaron las mordazas para ensayos de tracción, luego la probeta en las mordazas planas y el extensómetro a una distancia de 50 mm. Al realizar el ensayo el equipo reporto los datos de la fuerza aplicada que se traducen en esfuerzos mediante la ecuación 2 - 1:

$$\sigma(MPa) = \frac{F(N)}{A(mm^2)} \quad (2 - 1)$$

Donde F es la fuerza soportada en cada punto por el material y A es el área promedio.

Con estos esfuerzos calculados y la deformación medida con el extensómetro, el programa Horizon grafica la curva esfuerzo vs. deformación. Para calcular el esfuerzo máximo basta con encontrar el dato de la fuerza máxima dentro de tablas ASCII (también obtenidas mediante el programa) y calcularlo con la ecuación 2-1. El módulo de elasticidad a tracción es calculado a partir de la pendiente de la porción inicial (parte lineal) de la curva esfuerzo vs. porcentaje de deformación. El módulo de elasticidad fue calculado con la ecuación 2-2 tomando como σ_2 el esfuerzo correspondiente al 1% del porcentaje deformación y el σ_1 igual a 0 ya que todas las curvas deben ser trasladadas al origen despreciando la primera parte que es producida por el alineamiento de la probeta tal como se indica en el anexo A1 de la norma ASTM D638-10. Cabe indicar que no se calcularon otro tipo de módulos de elasticidad debido a que la norma utilizada solamente indica la forma de calcular el módulo de elasticidad (módulo tangente a la parte lineal) y módulo secante, de los cuales expresa que es preferible el módulo de elasticidad tangente a la parte lineal debido a su mayor utilidad y exactitud.

$$E = \frac{\sigma_2 - \sigma_1 (MPa)}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1 (mm/mm)} \quad (2 - 2)$$

Donde E el módulo de elasticidad, σ_2 y σ_1 dos esfuerzos dentro de la zona elástica de la curva. Además, ε_2 y ε_1 son las deformaciones porcentuales del material correspondientes a los esfuerzos σ_2 y σ_1 .

Con los valores obtenidos, de acuerdo a la norma ASTM D638-10, fue necesario calcular un promedio de los valores encontrados para cada composición y así la desviación estándar con la siguiente fórmula:

$$s = \sqrt{\frac{(\sum x^2 - n\bar{x}^2)}{n - 1}} \quad (2 - 3)$$

Siendo s es la desviación estándar, x es el valor de una observación, n el número de observaciones y \bar{x} el promedio del conjunto de observaciones.

2.6.2. ENSAYO DE FLEXIÓN

Los ensayos de flexión fueron realizados bajo la norma ASTM D790-10 [53]. Esta norma permite caracterizar plásticos reforzados y no reforzados. Según esta norma si la probeta tiene un espesor mayor a 1.6 mm debe colocarse centrada sobre un par de apoyos. La distancia entre apoyos debe ser de 16 veces el espesor de la probeta. Sin embargo, también se deben cumplir otros requisitos como que la probeta a ensayarse no debe exceder más de un cuarto de la distancia entre apoyos y debe sobresalir por lo menos 10% de la distancia existente entre los mismos. Las probetas obtenidas para flexión tuvieron las dimensiones que se indican en la Figura 2.21.

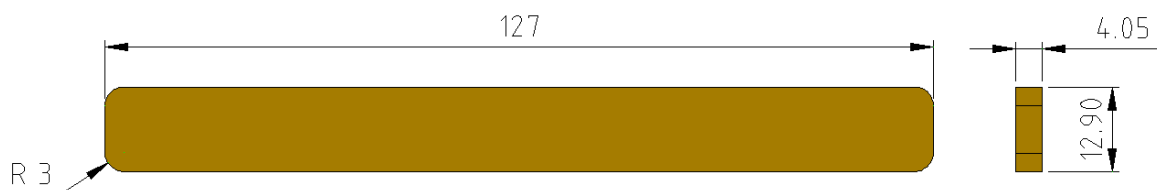


Figura 2.21. Dimensiones de las probetas para ensayo de flexión según norma ASTM D790-10.

Se ensayaron 5 probetas según lo indicado en la norma. Se midió el ancho y el espesor de cada probeta con una precisión de 0.01 mm, se colocaron los apoyos a una distancia de 16 veces el espesor y se montaron las probetas en la máquina universal de ensayos Tinius Olsen H25KS, conjuntamente con el punzón central que aplicó la carga. La velocidad del ensayo se calculó haciendo uso de la ecuación 2 - 4, que se encuentra en la norma:

$$R = \frac{ZL^2}{6d} \left(\frac{mm}{min} \right) \quad (2 - 4)$$

Donde R es la velocidad del cabezal móvil, Z es una constante relacionada con el esfuerzo en las capas externas del material con un valor de 0,01 (mm/mm/min), L es la distancia entre apoyos y d es el espesor del material.

Con las dimensiones de la Figura 2.21 se calculó una velocidad de 1.7 mm/min. Los parámetros de velocidad, distancia entre apoyos y las dimensiones de las probetas fueron ingresados en el programa Horizon. Se colocó la probeta sobre los dos apoyos y se inició el ensayo.

El esfuerzo de flexión en cada instante fue calculado automáticamente por el programa mediante la ecuación 2 - 5:

$$\sigma_B \text{ (MPa)} = \frac{3P_B(N)L(mm)}{2bd^2 \text{ (mm}^3\text{)}} \quad (2 - 5)$$

Donde σ_B es el esfuerzo en la capa más externa, P_B es la carga a flexión soportada por el material en ese instante, L es la distancia entre apoyos, b y d son el ancho y el espesor de la probeta, respectivamente.

Para el cálculo de la deformación unitaria a flexión en cada instante se utilizó la ecuación 2 - 6:

$$\varepsilon_B \left(\frac{mm}{mm} \right) = \frac{6D(mm)d(mm)}{L^2(mm^2)} \quad (2 - 6)$$

Donde ε_B es la deformación unitaria a flexión en cada instante, D es la deflexión en el centro de la probeta y L es la distancia entre apoyos.

El módulo de elasticidad tangente fue calculado a partir de la porción inicial (parte lineal) de la curva esfuerzo vs. porcentaje de deformación. Para ello se utilizó la ecuación 2 - 7:

$$E = \frac{\sigma_{2B} - \sigma_{1B} \text{ (MPa)}}{\varepsilon_{2B} - \varepsilon_{1B} \text{ (mm/mm)}} \quad (2 - 7)$$

Donde E es el módulo de elasticidad, σ_{2B} y σ_{1B} son dos esfuerzos a flexión dentro de la zona elástica de la curva. Además, ε_{2B} y ε_{1B} son las deformaciones porcentuales del material correspondientes a los esfuerzos σ_{2B} y σ_{1B} .

Una vez obtenidos estos valores se calculó la media aritmética de cada grupo de probetas y su desviación estándar de acuerdo a la ecuación 2 - 8:

$$s = \sqrt{\frac{(\sum x^2 - n\bar{x}^2)}{n - 1}} \quad (2 - 8)$$

Donde s es la desviación estándar, x es el valor de una observación, n el número de observaciones y \bar{x} la media aritmética del conjunto de observaciones.

2.6.3. ENSAYO DE IMPACTO

El ensayo de impacto fue realizado bajo la norma ASTM D256-10 [54]. Esta norma indica cuatro métodos de ensayos. El más adecuado debido a la baja resistencia del material fue el método E. Cabe destacar que también se eligió este método porque no es necesario realizar una muesca a las probetas. Las dimensiones de la probeta según la norma ASTM D256-10 se muestran en la Figura 2.22.

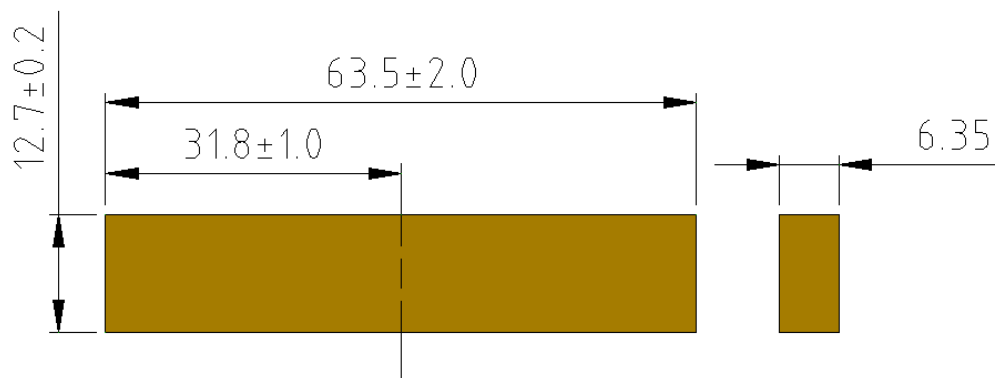


Figura 2.22. Dimensiones de probetas tipo E para ensayo de impacto según la norma ASTM D256-10.

Para este ensayo se utilizó una máquina de impacto Tinius Olsen IT 504. El equipo determina directamente la energía en J absorbida por el material. Para ello, dependiendo del material, es necesario añadir discos de pesos determinados. En este caso se añadieron los discos 2017 que corresponden a 910,6 g. Una vez añadidos estos discos fue necesario calibrar el equipo. Luego se sujetó la probeta en las mordazas del equipo y se liberó el péndulo que impactó con la probeta. Con ello, la máquina de impacto reportó la energía absorbida por el material. Al dividir la energía absorbida por la probeta para el área de la sección transversal se obtuvo la resistencia al impacto, como se indica en la ecuación 2 - 9:

$$I \left(\frac{kJ}{m^2} \right) = \frac{E(kJ)}{A(m^2)} \quad (2 - 9)$$

Donde I es la resistencia al impacto de la muestra, E es la energía absorbida y A es el área transversal de la probeta de impacto.

Una vez obtenidos estos valores se calculó la media aritmética de cada grupo de probetas y su desviación estándar según la ecuación 2 -10:

$$s = \sqrt{\frac{(\sum x^2 - n\bar{x}^2)}{n - 1}} \quad (2 - 10)$$

Donde s es la desviación estándar, x es el valor de una observación, n el número de observaciones y \bar{x} la media aritmética del conjunto de observaciones.

2.6.4. CÁLCULO DE DENSIDAD

Para calcular la densidad del material se utilizaron siete probetas de cada una de las composiciones. Se escogieron las probetas de flexión por ser las que presentan mayor uniformidad en sus dimensiones. Para ello, se midieron las dimensiones de las probetas con una precisión de 0,01 mm. Las dimensiones de las probetas fueron utilizadas para calcular su volumen con la ecuación 2 - 11:

$$V(m^3) = \frac{b(mm)d(mm)l(mm)}{10^9} \quad (2 - 11)$$

Una vez calculado el volumen, las probetas fueron pesadas en una balanza con una precisión de 0,0001 g. La densidad se calculó dividiendo la masa para el volumen de cada muestra. Con éstos valores, al igual que en los ensayos anteriores se calculó una media aritmética y su desviación estándar.

2.6.5. ENSAYO DE DUREZA

Las mediciones de dureza se realizaron en las 7 probetas de flexión que se usaron para el cálculo de la densidad, por ser las que presentaron una superficie más plana. Para realizar este ensayo se utilizó un durómetro en la escala Shore D, con el cual se tomaron 7 medidas por cada probeta de las cuales se descartaron 2. Se calculó el valor promedio de cada probeta y de cada material con su desviación estándar.

2.6.6. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO

Para realizar el análisis termogravimétrico se extrajo una muestra por cada composición de los materiales obtenidos. Las muestras poseen una masa entre 20 mg a 1 g conforme al requerimiento del equipo con el que se cuenta en el LANUM. Los parámetros empleados para el ensayo fueron tomados del estudio realizado por Lucilene De Paiva [42] y se presentan en la Tabla 2.5.

Tabla 2.5. Parámetros utilizados en el análisis termogravimétrico.

Parámetros	Unidad	Valor
Temperatura inicial	°C	25
Tiempo que se mantiene la temperatura inicial	min	3
Aumento de temperatura	°C/min	10
Temperatura final	°C	600

Mediante este ensayo se determinó la estabilidad térmica de los materiales en un termograma que relaciona el porcentaje de pérdida de masa en función de la temperatura.

2.7. OBTENCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y OPTIMIZACIÓN DEL PROTOTIPO

La selección del prototipo se realiza desde la perspectiva de la fabricación y montaje del elemento que se va a construir. El diseño y desarrollo del producto se llevan a cabo desde tres puntos de vista:

- El del producto en el que se incluye la fabricación y los costos del recurso tratado.
- El de los recursos humanos, profesionales que toman las tareas de asesoramiento para el inicio y manejo del proyecto.
- Y el de los materiales, basada en tecnologías de información, modelado 3D, herramientas de cálculo y simulación.

Uno de los enfoques del diseño es fabricar productos de buena calidad a un menor costo. Otro enfoque es el dado a cumplir con requerimientos condicionados por el entorno [55]. En el presente proyecto se tomaron en cuenta estos enfoques para la fabricación del prototipo. Así, para la caracterización del prototipo se analizaron los parámetros que facilitarán restringir al elemento de estudio, el sector industrial de aplicación del material, así como sus características. Además se optimizó el prototipo mediante simulación, en la cual las variables de optimización serían el espesor y el cambio de geometría del elemento.

2.7.1. SELECCIÓN DEL PROTOTIPO

Como se menciona en el acápite 1.1.6, los polímeros nanocompuestos con capas de silicatos son los principales candidatos para aplicaciones automotrices y de empaque debido a sus propiedades mejoradas. Debido al convenio de investigación existente entre la Escuela Politécnica Nacional y General Motors Ecuador (GM), se optó por realizar el estudio de un prototipo para la industria automotriz. Es importante indicar que alrededor del 30% de las partes del interior de un automóvil son de PP [56]. Una de las ventajas de los nanocompuestos reforzados con nanoarcillas es que se tiene una mejora de las propiedades mecánicas mientras se mantiene una densidad similar a la del material base. Esto es de gran interés para la industria automotriz dado que el peso influye de manera directamente proporcional en la eficiencia del vehículo.

Para la selección del prototipo fue necesario establecer criterios ponderados, los cuales permite obtener resultados significativos para la comparación de cada criterio. Se usó el método ordinal corregido de criterios ponderados, en donde cada solución es comparada con las restantes y se le asigna valores numéricos de comparación. Si el criterio de las filas en comparación al de las columnas es:

- Mejor ($>$), la celda toma el valor de 1.
- Equivalente ($=$), la celda toma el valor de 0.5.
- Peor ($<$), la celda toma el valor de 0.

Posteriormente, para cada criterio, se suman los valores de las filas y se añade la unidad para evitar que alguna solución tenga una valoración nula, y en la última columna se ubica el valor ponderado. Para la solución, se suma el ponderado de cada solución por el peso específico del respectivo criterio.

Para la selección del prototipo se tomaron en cuenta 4 prototipos tentativos. Tal como ya se explicó todos son de aplicación automotriz debido al acuerdo existente entre la EPN y GM-Ecuador. Dichos prototipos son los siguientes:

- Prototipo 1: Panel frontal del automóvil
- Prototipo 2: Bandeja de la batería
- Prototipo 3: Cover del radio
- Prototipo 4: Manija interior de agarre para techo

Dentro del estudio se ha considerado los siguientes criterios de selección para el prototipo: El costo del material, la producción del elemento, el tamaño, la duración de las cargas a las que estará sometido el elemento; y el tipo de sollicitación mecánica.

El costo del material.- El costo del material es de interés para el estudio ya que lo que se busca industrialmente es tener un costo similar o menor en los elementos de producción. El costo determina la apertura y la utilidad del estudio para la industria.

Producción.- En este punto se evaluó si el elemento a estudiar se produce en el país o en una región cercana. Es de interés para observar la factibilidad de inyección ya que si se produce en el país se puede conseguir las máquinas como los moldes de inyección.

Tamaño.- El tamaño del objeto influirá en el volumen de material a inyectar así como en la cantidad necesaria para purgar la máquina, teniendo las piezas de gran tamaño (mayor a 400 g), de tamaño medio (entre 200-400 g) y las de un tamaño moderado (entre 50 y 150 g). Este parámetro es importante debido a la capacidad de las inyectoras disponibles en el país.

Período de carga.- Se evaluó el periodo de carga mecánica al que estará sometido el elemento mecánico: si el elemento no está sometido a cargas, si las cargas son momentáneas o si las cargas son continuas.

Solicitud mecánica.- Se evaluó el tipo de carga mecánica, si la solicitud mecánica es impacto, a tracción o a flexión. Esta diferencia es importante ya que en el material fabricado en el presente proyecto se obtuvieron grandes mejoras a flexión, pequeñas mejoras a tracción y disminución al impacto.

Se determina una relación de los criterios mediante la comparación de los ponderados (filas vs. columnas). Respecto a la producción del elemento se considera de importancia similar (0.5) la producción del elemento con el tamaño del elemento, debido a que la capacidad de las inyectoras del mercado está relacionada al tamaño de los moldes. La producción del elemento y la solicitud mecánica se considera de importancia similar (0.5) para el estudio ya que si es un elemento sin solicitud mecánica la optimización de propiedades de interés para el estudio queda invalidada y a su vez es de interés que se produzca el elemento que facilite el análisis funcional del elemento desde la perspectiva mecánica.

La producción del elemento respecto al periodo de carga posee una importancia mayor (1.0) debido a que la solicitud intermitente o permanente es una condición de uso o aplicación, por otro lado la producción del elemento es una ventaja industrial para el presente estudio. La producción del elemento tiene relación similar (0.5) al costo del material debido a que la producción de un elemento está condicionada por el costo. Industrialmente esto quiere decir que se produce donde el costo de producción del elemento es menor al costo de importación del elemento esto como se muestra en la Tabla 2.6.

Tabla 2.6. Ponderación del peso específico de cada criterio.

	Producción	Tamaño	Solicitud mecánica	Período de carga	Costo del material	\sum_{+1}	Ponderación
Producción		0.5	0.5	1	0.5	3.5	0.233
Tamaño	0.5		0.5	1	0.5	3.5	0.233
Solicitud mecánica	0.5	0.5		0.5	0.5	3	0.200
Período de carga	0	0	0.5		0	1.5	0.100
Costo del material	0.5	0.5	0.5	1		3.5	0.233
				Suma		15	1

Desde el punto de vista del criterio de la producción del elemento, se busca que el elemento se produzca en el país, para así garantizar la disponibilidad de maquinaria y de los moldes de inyección. La ponderación del criterio de la producción dada en la Tabla 2.7 se aprecia de la siguiente manera: Se realiza una comparación de las filas vs. las columnas en las que el prototipo 1 no se produce en el país, en comparación al prototipo 2 y 3 que si se producen en el país tendría un ponderado de 0 mientras que con el prototipo 4 que tampoco se produce estarían en una condición similar (0.5). Desde el punto de vista del prototipo 2, por producirse en el país al igual que el prototipo 3, le correspondería una ponderación de 0.5 y respecto al prototipo 1 y 4 que no se producen un ponderado de 1 por estar en ventaja.

Tabla 2.7. Ponderación del peso específico del criterio de la producción.

	Prototipo 1	Prototipo 2	Prototipo 3	Prototipo 4	\sum_{+1}	Ponderación
Prototipo 1		0	0	0.5	1.5	0.150
Prototipo 2	1		0.5	1	3.5	0.350
Prototipo 3	1	0.5		1	3.5	0.350
Prototipo 4	0.5	0	0		1.5	0.150
				Suma	10	1

Desde el punto de vista del criterio del tamaño del elemento, se busca un tamaño en el cual el elemento no sea excesivamente grande. La ponderación del criterio del tamaño dado en la Tabla 2.8 se aprecia de la siguiente manera: se realiza una

comparación de las filas vs. las columnas, el prototipo 1 es de mayor tamaño que los demás prototipos estando en desventaja (0.0), requiriendo moldes e inyectoras más grandes y un consumo mayor de material. En tamaño el prototipo 2 posee similitudes en lo referente a tamaño respecto a los prototipos 3 y 4 siendo semejante para la ponderación (0.5).

Tabla 2.8. Ponderación del peso específico del criterio del tamaño.

	Prototipo 1	Prototipo 2	Prototipo 3	Prototipo 4	\sum_{+1}	Ponderación
Prototipo 1		0	0	0	1	0.100
Prototipo 2	1		0.5	0.5	3	0.300
Prototipo 3	1	0.5		0.5	3	0.300
Prototipo 4	1	0.5	0.5		3	0.300
				Suma	10	1

Desde el punto de vista del criterio de la sollicitación mecánica, se persigue que la sollicitación mecánica sea a flexión y tracción. La ponderación del criterio de la sollicitación mecánica dada en la Tabla 2.9 se aprecia de la siguiente manera: en comparación al prototipo 1 el prototipo 2 y 4 presentan cargas de flexión en su funcionamiento teniendo una condición de carga similar correspondiente a un ponderado de 0.5, respecto al prototipo 3 que no presenta cargas está en ventaja con un ponderado de 1.

Tabla 2.9. Ponderación del peso específico del criterio de la sollicitación mecánica.

	Prototipo 1	Prototipo 2	Prototipo 3	Prototipo 4	\sum_{+1}	Ponderación
Prototipo 1		0.5	1	0.5	3	0,300
Prototipo 2	0.5		1	0.5	3	0,300
Prototipo 3	0	0		0	1	0,100
Prototipo 4	0.5	0.5	1		3	0,300
				Suma	10	1

Desde el punto de vista del criterio del periodo de carga, se busca que la sollicitación mecánica sea permanente o continua, no ocasional debido a que se desea que sea

un elemento sometido a cargas para evaluar la mejora del comportamiento mecánico. La ponderación del criterio del periodo de carga dada en la Tabla 2.10 se aprecian de la siguiente manera: En relación al prototipo 1 el periodo de carga es constante de forma similar para el prototipo 2 correspondiendo u ponderado de 0.5, en comparación a los prototipos 3 y 4 que presentan cargas ocasionales está en ventaja con un ponderado de 1.

Tabla 2.10. Ponderación del peso específico del criterio del periodo de carga.

	Prototipo 1	Prototipo 2	Prototipo 3	Prototipo 4	\sum_{+1}	Ponderación
Prototipo 1		0.5	1	1	3.5	0.350
Prototipo 2	0.5		1	1	3.5	0.350
Prototipo 3	0	0		0.5	1.5	0.150
Prototipo 4	0	0	0.5		1.5	0.150
				Suma	10	1

Desde el punto de vista del criterio de costo del material, el interés industrial es que sea menor o similar. La ponderación del criterio del costo dada en la Tabla 2.11 del material se aprecia de la siguiente manera: los prototipos presentados son del mismo material (PP), siendo de interés el costo de producción. Asociado a los costos de producción está el transporte de los bienes, los elementos que se producen en el país son aquellos en los cuales su producción, transporte y volumen justifican su fabricación, caso contrario se importan dichos elementos.

Tabla 2.11. Ponderación del peso específico del criterio del costo del material

	Prototipo 1	Prototipo 2	Prototipo 3	Prototipo 4	\sum_{+1}	Ponderación
Prototipo 1		0	0	0.5	1.5	0.15
Prototipo 2	1		0.5	1	3.5	0.35
Prototipo 3	1	0.5		1	3.5	0.35
Prototipo 4	0.5	0	0		1.5	0.15
				Suma	10	1

Como se indicó anteriormente en la selección del prototipo para cada criterio se suma el ponderado de cada solución multiplicado por el peso específico del respectivo criterio, como se muestra en la Tabla 2.12. Así se seleccionó la bandeja de batería para iniciar la caracterización del prototipo de nanocompuesto de PP reforzado con nanoarcillas y se analizó el comportamiento mecánico de este elemento.

Tabla 2.12. Prioridad a la selección del prototipo.

	Producción	Tamaño	Solicitud mecánica	Período de carga	Costo del material	Σ	Prioridad
Prototipo 1	0.035	0.023	0.060	0.035	0.035	0.188	4
Prototipo 2	0.082	0.070	0.060	0.035	0.082	0.328	1
Prototipo 3	0.082	0.070	0.020	0.015	0.082	0.268	2
Prototipo 4	0.035	0.070	0.060	0.015	0.035	0.215	3

2.7.2. FABRICACIÓN DEL PROTOTIPO

Como se dijo en el acápite 2.7.1, para la fabricación de la bandeja de batería se usó un convenio existente entre la Escuela Politécnica Nacional y General Motors, este convenio fue fundamental para la obtención de este prototipo. Se utilizó el molde disponible en GM Ecuador, debido a las dimensiones (500x360x360 mm) y peso (aproximadamente 500 kg) del molde, este prototipo no pudo ser inyectado en la inyectora Milacron MT 55 del LANUM. Por ello, fue necesario utilizar la inyectora WELTEC 160 F2 de 160 toneladas con sistema de refrigeración de la empresa TEXTICOM, que se muestra en la Figura 2.23.



Figura 2.23. Inyectora WELTEC 160 F2 de Texticom.

Las temperaturas usadas en el pie de la tolva, zona 5, zona 4, zona 3, zona 2, zona 1 y en la boquilla fueron de 35, 200, 220, 220, 220 y 240°C respectivamente. La presión de inyección fue de 70 bares. Cabe indicar que a pesar de que los parámetros de inyección utilizados en la fabricación del prototipo son bastante similares a los usados para la fabricación de las probetas. Además, dichos parámetros son los mismos que la empresa TEXTICOM utiliza para la fabricación de las bandejas de batería de PP puro. En la Figura 2.24 se muestra el montaje del molde de la bandeja de batería en la inyectora.



Figura 2.24. Montaje del molde de la bandeja de batería en la inyectora.

2.7.3. CARACTERIZACIÓN DEL PROTOTIPO

El prototipo se caracterizó mecánica y termomecánicamente, para la caracterización mecánica se extrajeron probetas de tracción y flexión usando una caladora. Además se realizó un ensayo de carga puntual en el centro de la bandeja para simular su funcionamiento. Para el ensayo termomecánico se extrajo una muestra de menos de 1 g. Se realizaron ensayos en bandejas de PP puro y de nanocompuestos para obtener datos comparativos.

2.7.3.1. Ensayo de tracción del prototipo

El ensayo de tracción del prototipo fue realizado bajo la norma ASTM D638-10. Para ello se extrajeron 3 probetas de la bandeja hecha de nanocompuesto y 3 probetas de la bandeja de PP. Dichas probetas fueron cortadas con las dimensiones que se muestran en la Figura 2.20. Los parámetros de ensayo fueron los mismos que se utilizaron para el ensayo de tracción, mostrados en el acápite 2.6.1. En la Figura 2.25

se muestra el montaje de las probetas extraídas en la máquina universal de ensayos Tinius Olsen H25KS.

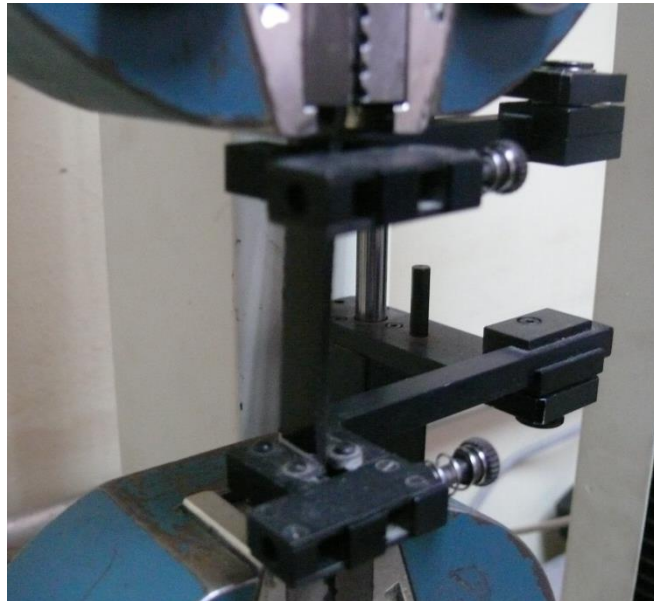


Figura 2.25. Montaje en la máquina universal de ensayos de las probetas de tracción extraídas del prototipo.

2.7.3.2. Ensayo de flexión del prototipo

El ensayo de tracción del prototipo fue realizado bajo la norma ASTM D790-10. Para ello, al igual que para el ensayo de tracción se extrajeron 3 probetas de la bandeja de nanocompuesto y 3 de la bandeja de PP con las dimensiones de la Figura 2.21. Los parámetros de ensayo fueron los mismos que se utilizaron para el ensayo de flexión en el acápite 2.6.2.

2.7.3.3. Ensayo de carga puntual del prototipo

Para este ensayo fue necesario fabricar una base que simule el funcionamiento de la batería. Luego, se colocó la bandeja y se aplicó una carga puntual en el centro de la bandeja tal como se puede apreciar en la Figura 2.26.



Figura 2.26. Montaje de la bandeja de batería para el ensayo de carga puntual.

La carga puntual fue aplicada de forma progresiva con una velocidad de 5 mm/min hasta causar su deformación permanente. Para este ensayo se usaron dos bandejas, una de PP puro y otra de material nanocompuesto.

2.7.3.4. Ensayo termogravimétrico del prototipo

Este ensayo fue realizado a partir de dos muestras extraídas de las bandejas de batería. Al igual que en el anterior ensayo, la primera muestra se extrajo de la bandeja de PP y la segunda de la bandeja de material nanocompuesto. Este ensayo fue realizado con los mismos parámetros que se indican en el acápite 2.6.6.

2.7.4. SIMULACIÓN

En el análisis moderno de ingeniería es necesario realizar un análisis de elemento finito (FEA). La gran ventaja de este análisis es la capacidad de manejar geometrías realmente arbitrarias. Las típicas etapas de un análisis de elemento finito para esfuerzos se describen en la Figura 2.27.

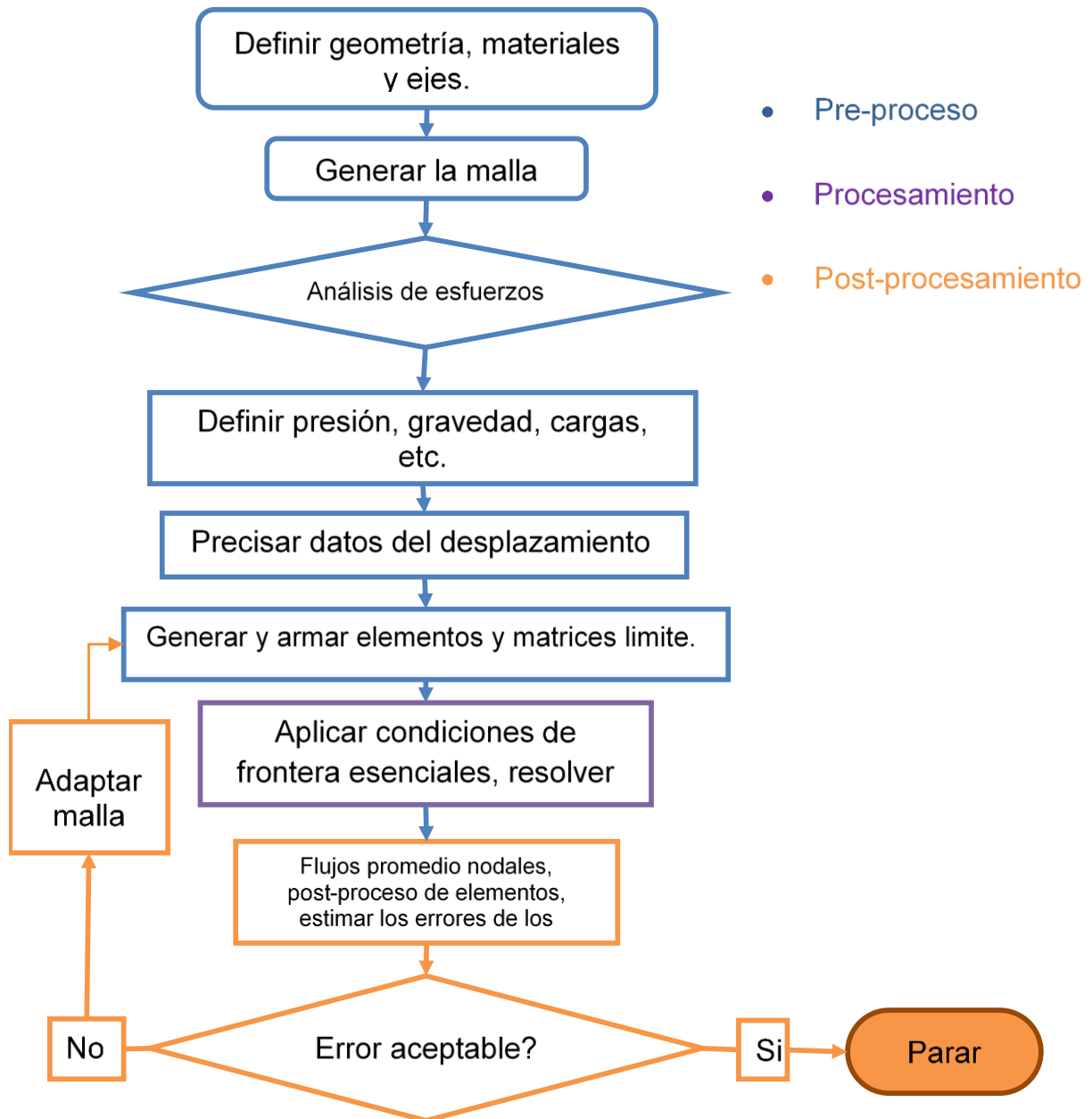


Figura 2.27. Proceso de una simulación mediante un FEA.

En la Figura 2.27 se muestran las etapas de la simulación, parámetros geométricos del material y condiciones de borde así como las cargas. Estos parámetros corresponden a los datos ingresados en el pre-proceso, el cual se explica en el acápite 2.7.4.1. El procesamiento consiste en el cómputo de las variables de cálculo solicitadas en el pre-proceso. El procesamiento se trata en el acápite 2.7.4.2. El post-procesamiento, detallado en el acápite 2.7.4.3, consiste en procesar los datos arrojados por el software en el procesamiento [57].

2.7.4.1. Pre-procesamiento

En el pre-procesamiento se introdujeron los parámetros necesarios para realizar la simulación del modelo: condiciones de frontera (condiciones específicas del problema como la condición de carga y los apoyos), propiedades del material, geometría. Se selecciona una teoría de falla en la cual se evalúan el estado de los esfuerzos y carga, para determinar el comportamiento del elemento con los distintos materiales.

- El material.- Se ingresaron dentro del software las propiedades obtenidas a partir de los ensayos mecánicos de laboratorio y adicionalmente se asumió que el material es isotrópico. Las propiedades requeridas por el programa se organizan en la Tabla 2.13

Tabla 2.13. Propiedades del PP y el nanocompuesto de arcillas.

Propiedad	Unidad	Valores del PP	Valores del compuesto
Densidad	kg/m ³	854.33	879.8
Elasticidad isotrópica			
Módulo de Young	MPa	1163	1688
Relación de Poisson	-	0.3	0.3
Módulo volumétrico	MPa	969.17	1406.7
Módulo de corte	MPa	447.31	649.23
Límite elástico a tracción	MPa	30.879	41.18
Resistencia máxima a la tracción	MPa	34.71	49.02

- Geometría.- En este punto se definió la geometría de la bandeja. Cabe señalar que las dimensiones fueron provistas por GM Ecuador. Sobre la geometría en la base de la bandeja se define una impresión que no es más que una línea que delimita un borde sobre la cara para poder separar la superficie en dos áreas: una que servirá de soporte para el modelo (la zona marcada con verde) y la otra que será una superficie libre, como se ilustra en la Figura 2.28. Se realizaron simulaciones de prototipos con diferente espesor y modificación de la geometría.

Las dimensiones de las geometrías se muestran en el anexo 5 para la geometría provista por GM y la reducción de espesores y en el anexo 6 para la modificación de la geometría.

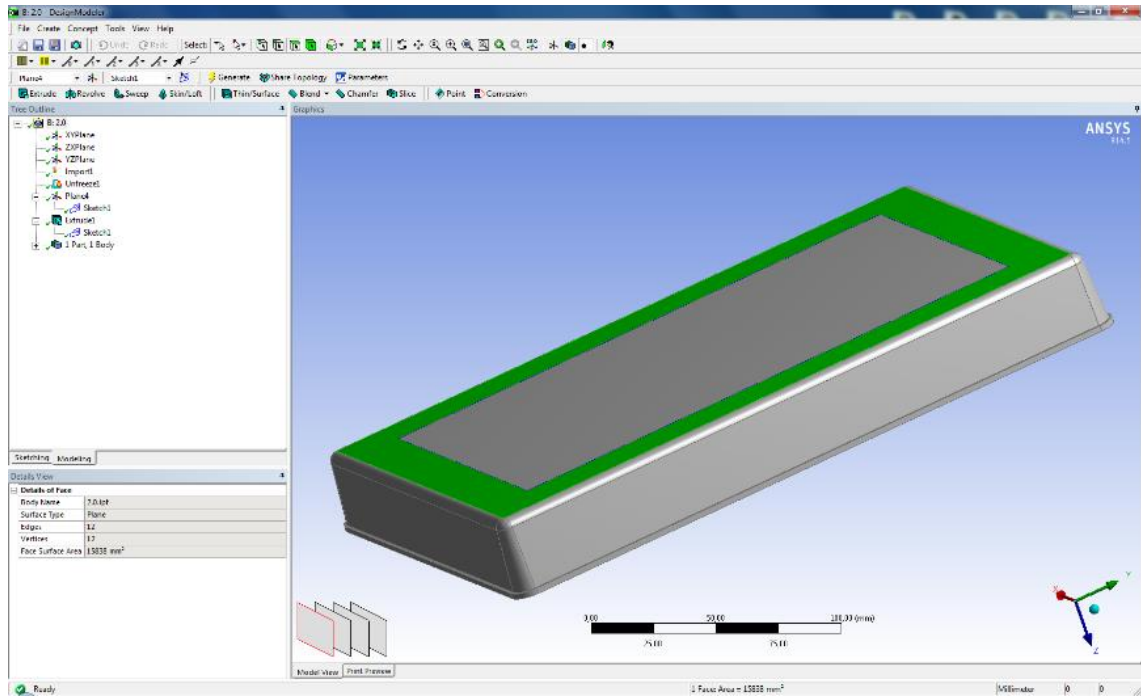


Figura 2.28. Geometría a analizarse.

- Apoyos.- El área definida anteriormente mediante una impresión para soporte del modelo es una franja en la geometría de la bandeja situada en la base. Se asumió que no existe rotación y que la geometría está simplemente apoyada en la franja amarilla con una restricción de movimiento en el sentido de la gravedad, como se ilustra en la Figura 2.29.

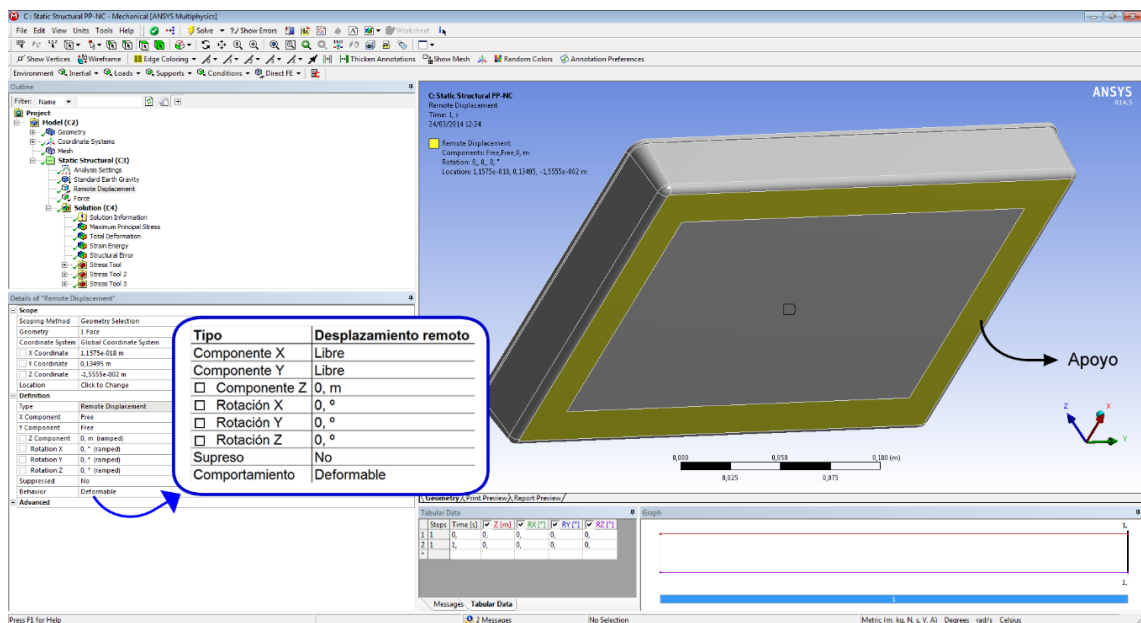


Figura 2.29. Asignación de los apoyos del modelo.

- Carga.- Se asignó el peso propio de la bandeja y una distribución de cargas en el mismo sentido de la gravedad, definido para el modelo de tal manera que se introduzca el peso aproximado de una batería (15 kg), como se ilustra en la Figura 2.30.

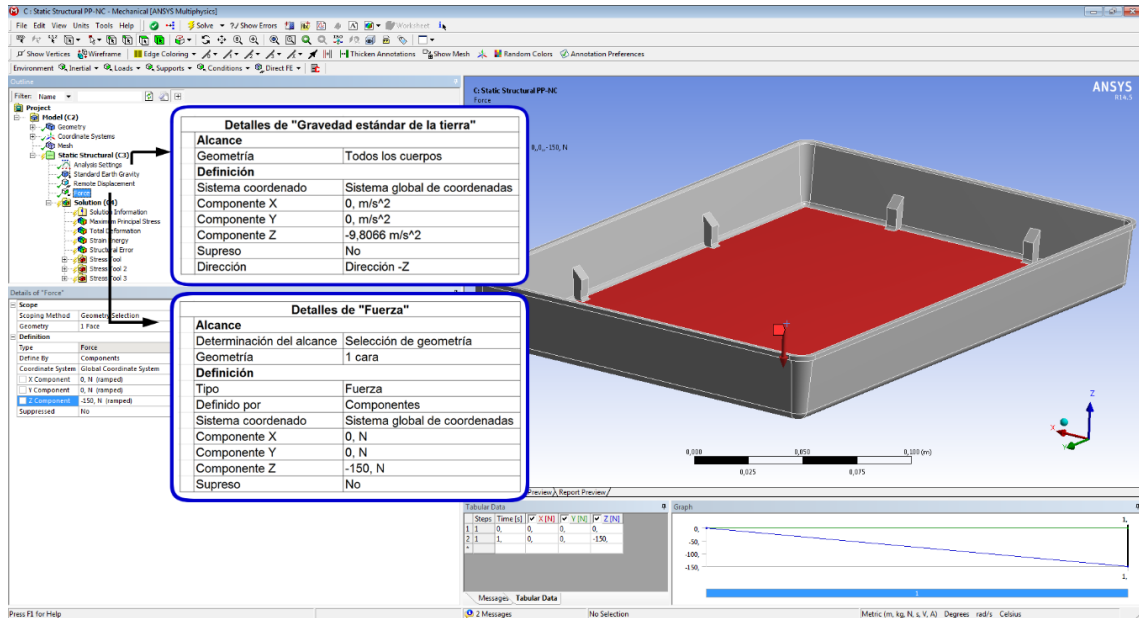


Figura 2.30. Asignación de cargas del modelo.

- Teorías de falla.- La herramienta de seguridad de máximo esfuerzo equivalente está basada sobre la teoría de falla de materiales dúctiles, también conocida como la teoría de von Mises Hencky, teoría del esfuerzo de cizalladura octaédrico, o teoría de energía (o corte) máxima distorsión. De las cuatro teorías soportadas para la aplicación mecánica, esta teoría es generalmente considerada como la más apropiada para materiales dúctiles.

La teoría afirma que una combinación particular de tensiones principales provoca un fallo si la tensión máxima equivalente en una estructura igual o superior a un límite específico de estrés (para el análisis se empleó el límite de fluencia del material):

$$\sigma_e = S_{limite} = S_y$$

Donde;

σ_e : Esfuerzo específico

S_y : Límite de fluencia del material

Si la falla se define por la fluencia del material, se deduce que el objetivo de diseño es la de limitar la tensión máxima equivalente a ser menor que el límite elástico del material [58]:

$$\frac{\sigma_e}{S_y} < 1$$

El factor de seguridad se define como el límite de resistencia de material para el esfuerzo específico. Este factor es el que se desea determinar mediante una simulación del modelo original. Para después realizar cambios de material, espesores y geometría en los cuales se determina nuevamente factores de seguridad. De ahí se igualan los valores de los modelos modificados hasta igualar los valores del factor de seguridad [59].

$$F_S = \frac{S_y}{\sigma_e}$$

- Esfuerzo y deformación.- Se requiere el esfuerzo y la deformación para apreciar el comportamiento del modelo. Además, de que se busca la respuesta a cargas del material. La deformación producida por el esfuerzo se compara posteriormente con el comportamiento del prototipo ensayado en el laboratorio.

Dentro del modelo estructural estático se extrajeron los valores calculados por el programa para la deformación total, así como el esfuerzo máximo principal. Esto para poder observar el comportamiento de los distintos modelos simulados.

2.7.4.2. Procesamiento

El programa calculó los esfuerzos, deformaciones y factores de seguridad acorde a las teorías de falla seleccionadas en el pre-proceso. La deformación total requerida en el de preproceso se ilustra en la Figura 2.31, el factor de seguridad de la teoría de falla del esfuerzo máximo equivalente requerido en el preproceso se ilustra en la Figura 2.32.

La deformación que se aprecia en el modelo es de una carga distribuida de 150 N (peso de una batería de automóvil), este modelo que permite la deformación de la bandeja esto permite comparar con el estudio de carga realizado en los ensayos de laboratorio. En la práctica al cargar una batería sobre la bandeja no se presentaran

deformaciones ya que la batería es un cuerpo rígido. Si la carga fuese mayor la carga se transmitiría de mayor manera en los apoyos.

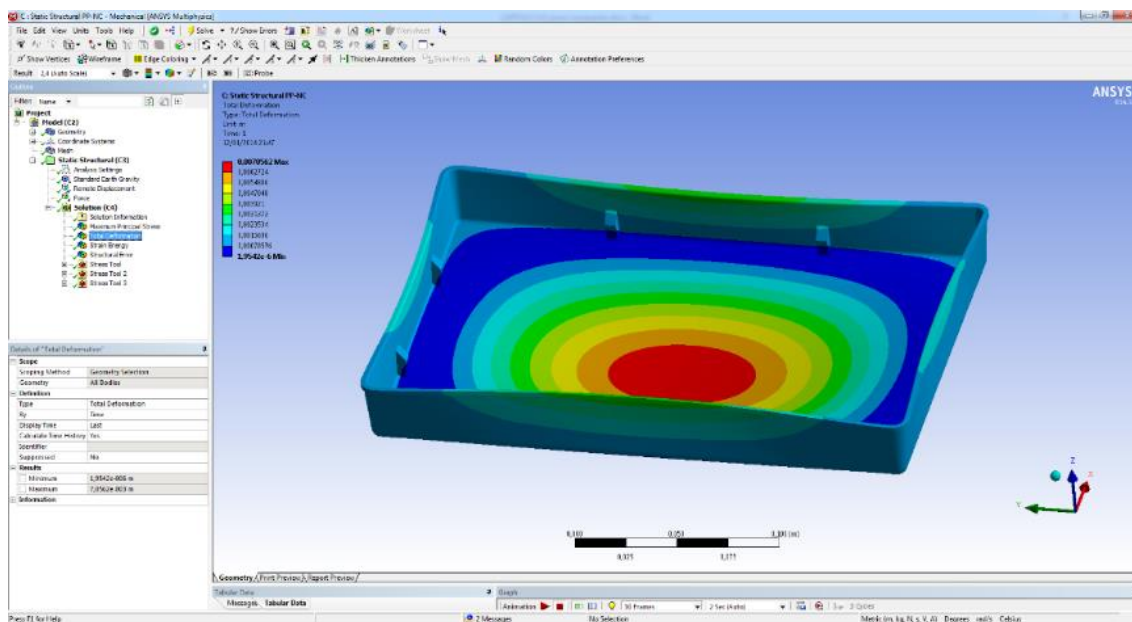


Figura 2.31. Deformación total de la bandeja provista por GM Ecuador con material nanocompuesto.

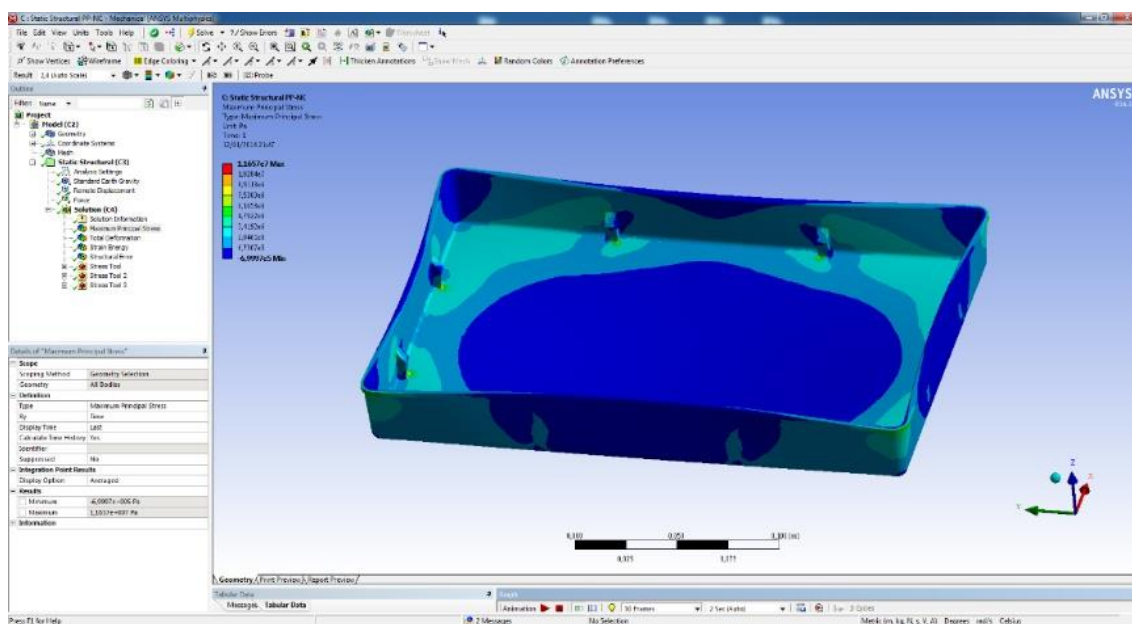


Figura 2.32. Máximo esfuerzo principal de la bandeja provista por GM Ecuador con material nanocompuesto.

2.7.4.3. Post-procesamiento

Se interpretaron los datos proporcionados por el procesamiento del modelo valorando el error y determinando si está dentro de límites aceptables, para evaluar el comportamiento del material. Para evaluar el error se ingresó en el preprocesamiento el cálculo de la energía de deformación y el error estructural. Se toma varios puntos, desde los de baja sollicitación mecánica hasta los críticos donde están concentrados los mayores esfuerzos y se toma el valor del error para el valor de la energía de deformación, el error admitido dentro del modelo es del 10%, que indica una buena calidad de la solución [59]. Con estos resultados se compararon las simulaciones, para optimizar espesores del material y tener un comportamiento similar en los modelos. Adicionalmente se modificó la geometría (reducción del espesor), lo cual influye en una reducción de material y por ende del peso. Esta disminución del espesor se hace con el objetivo de reducir costos.

Dentro de la etapa del post-procesamiento se comparó el prototipo provisto por GM Ecuador de PP con el prototipo de materiales nanocompuestos. Esto se hizo bajo idénticas condiciones de frontera. Con la mejora de propiedades del material se optimizó el prototipo. La cual consistió en igualar la herramienta de esfuerzo (factor de seguridad del esfuerzo máximo equivalente de las diversas geometrías). Se planteó la reducción del espesor hasta que el factor de seguridad de la geometría con reducción de espesor sea igual al del modelo original (geometría provista por GM Ecuador hecha de PP) buscando un comportamiento similar en los modelos simulados. Por otra parte, se buscó reducir aún más el peso de los modelos. Dicha reducción se logró colocando nervaduras en la bandeja. Las nervaduras transfieren las fuerzas desde la parte intermedia hasta el borde de la bandeja. Con la nueva geometría se calculó los factores de seguridad de los esfuerzos máximos equivalentes, estos factores fueron comparados con los de la bandeja original hasta encontrar el mínimo espesor que iguale dichos factores.

CAPÍTULO 3

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos durante los ensayos realizados en los estudios preliminares, así como también los resultados definitivos de los ensayos de tracción, flexión, impacto, dureza y densidad. También se indican los resultados del ensayo termogravimétrico de los diferentes nanocompuestos obtenidos. Con estos resultados, se busca determinar la influencia de las variables seleccionadas en las propiedades finales de los nanocompuestos. Además, se muestran los resultados de la caracterización, simulación y optimización del prototipo seleccionado. En la tabla 2.2 se muestra la nomenclatura utilizada para la identificación de los materiales obtenidos.

De los ensayos realizados en los materiales obtenidos se encontró que los nanocompuestos que presentan mejores propiedades mecánicas y termomecánicas fueron los reforzados con 5 wt% de arcilla en polvo con una relación de compatibilizante:arcillas de 1:2. Dichos nanocompuestos mostraron mejoras en la resistencia a la tracción y en el módulo elástico del orden del 3% y 45% con respecto a la matriz pura. Además presentan un incremento del 41% en la resistencia a la flexión y del 57% en su módulo. En lo que respecta a la tenacidad, se observa una disminución del 50% para todas las formulaciones con excepción de las composiciones PP5I* 1:2 y PP3EI 1:2, en las cuales la resistencia disminuye entre el 7 y 19%, respectivamente. En los ensayos termogravimétricos de los nanocompuestos se observa una mayor estabilidad térmica hasta los 410 °C. Después de ello, se observa un comportamiento explosivo debido a la inestabilidad de los cationes que se encuentran presentes en las arcillas. Finalmente se observó que la cantidad de compatibilizante no influye de forma significativa en lo que respecta a las propiedades mecánicas y termomecánicas.

3.1. ENSAYOS PRELIMINARES DE CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y TERMOMECÁNICA

Las probetas obtenidas de los ensayos preliminares fueron sometidas a ensayos de tracción, flexión, impacto, dureza, densidad y estudios termogravimétricos. De acuerdo con el procedimiento planteado en el Capítulo 2. Los resultados de los ensayos se presentan en gráficos y tablas. Para los gráficos, se eligió una curva tipo para cada composición y para las tablas se utilizó un valor promedio de los resultados de las muestras ensayadas.

3.1.1. ENSAYO DE TRACCIÓN

En la Figura 3.1 se indican las curvas de esfuerzo vs. porcentaje de deformación evaluado en 50 mm para los ensayos de tracción de los ensayos preliminares. Los porcentajes de deformación de las curvas se encuentran truncados en el 60%. Este truncamiento es debido a la rotunda diferencia del porcentaje de deformación a la rotura de los diferentes compuestos (el PP llega al 250%, mientras los compuestos PP5I*-1:2 y PP5EI*-1:2 llegan al 146% y 135%, respectivamente). Cabe indicar que en la mayoría de aplicaciones el porcentaje de deformación a la rotura no es influyente porque antes del 50% de deformación unitaria ya existe una caída brusca en el esfuerzo. Tal como se explicó en el acápite 2.6.1 para calcular el módulo de elasticidad se encontró la pendiente de la línea formada entre el 0 y el 1% de deformación del gráfico esfuerzo vs. deformación unitaria. Se tomó este rango debido a que entre dichos valores el módulo de elasticidad varía en menos del 10% de su valor, pasado el 1% de la deformación el comportamiento deja de ser lineal y por lo tanto la pendiente empieza a variar de forma descendente.

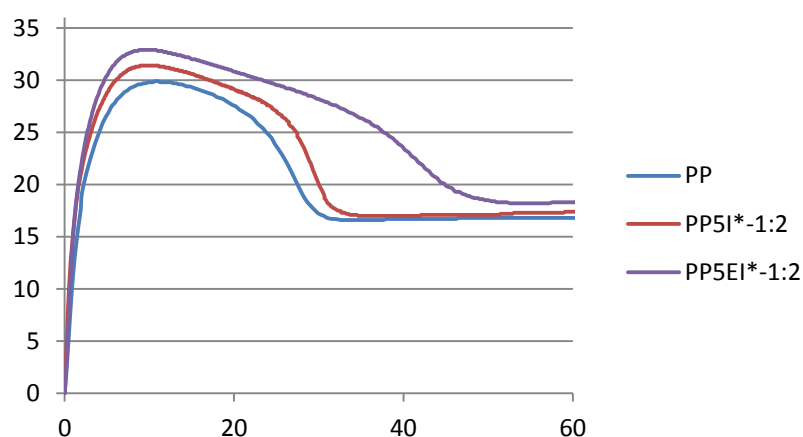


Figura 3.1. Esfuerzo vs. porcentaje de deformación de los ensayos de tracción realizados en los ensayos preliminares.

La velocidad de caída de esfuerzo para los materiales producidos por el proceso de extrusión-inyección es menor que la producida por inyección. Esta disminución en la velocidad es debido a una mejor dispersión de las arcillas dentro de la matriz. Sin embargo, esta ligera mejora no compensa el gasto producido por un proceso extra en la producción de nanocompuestos. Por ello, se ha considerado que la diferencia entre los compuestos obtenidos a partir de mastebatch de arcillas por un proceso de inyección (proceso I) y un proceso de extrusión-inyección (proceso EI) no es lo suficientemente significativa como para ser considerada como parámetro predominante. En la Tabla 3.1 se presentan los

resultados obtenidos de resistencia a la tracción, módulo de elasticidad, así como también, las elongaciones evaluadas en el punto de esfuerzo máximo y en la caída del esfuerzo.

Tabla 3.1. Resistencia a la tracción, deformación en el punto de esfuerzo máximo, módulo elástico del PP y de los nanocompuestos evaluados en los ensayos preliminares.

Material	Resistencia a la tracción promedio		Deformación @ esfuerzo máximo		Módulo de elasticidad promedio		Deformación promedio @ caída del esfuerzo	
	MPa	CV [%]	%	CV [%]	MPa	CV [%]	%	CV [%]
PP	31	6	12	5	1164	9	37	5
PP5I*-1:2	32	4	10	4	1876	6	38	9
PP5EI*-1:2	33	4	10	6	1587	10	41	8

En la Tabla 3.1 se puede apreciar que los nanocompuestos PP5I*-1:2 tienen una resistencia a la tracción promedio de 32 MPa y los nanocompuestos PP5EI*-1:2 tienen una resistencia a la tracción promedio de 33 MPa. En lo que respecta al módulo de elasticidad promedio los compuestos obtenidos con el proceso de inyección muestran una mejora del orden del 61% en comparación el PP y una mejora del 18% en comparación con su similar obtenido mediante el proceso de extrusión-inyección. Estas mejoras en el módulo de elasticidad según lo indica Chafidz (2011) son debido a la fuerte interacción entre el PP y las nanoarcillas generada por la restricción del movimiento de las cadenas poliméricas. En la Tabla 3.1 también se aprecia que en todos los casos se tiene un coeficiente de variación que no supera el 10% lo que muestra la reproductibilidad de los resultados. En la Figura 3.2 se observan fotografías de las fracturas de las probetas de tracción obtenidas en los ensayos preliminares.

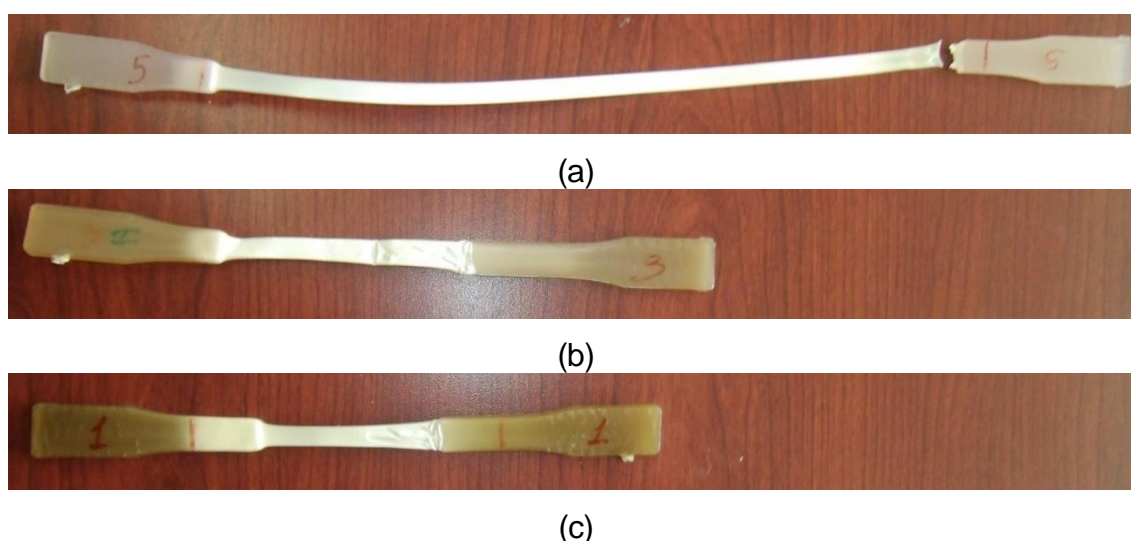


Figura 3.2. Fractura de las probetas de tracción obtenidas en los ensayos preliminares: (a) PP, (b) PP5EI*-1:2 y (c) PP5I*-1:2.

En la Figura 3.2 se puede observar que las probetas de nanocompuestos presentaron menor ductilidad que la del PP, esto es debido a que las nanoarcillas aumentan la rigidez de los materiales al disminuir la movilidad de las cadenas poliméricas. También se puede apreciar que los nanocompuestos obtenidos por el proceso de inyección presentan mayor ductilidad que los nanocompuestos obtenidos por el proceso de extrusión inyección, esto se ve reflejado en las deformaciones a la rotura que se presentó al inicio del presente acápite 2.3. En cuanto a las coloraciones se observa que las probetas fabricadas con nanocompuestos presentan una coloración marrón verdosa mientras las probetas de PP presentan un color blanco. Cabe indicar que a pesar de que en las probetas obtenidas no se obtuvieron materiales translucidos, en el caso de los films si se pueden obtener materiales transparentes reforzados con nanoarcillas tal como lo indica Gama en su estudio [32].

3.1.2. ENSAYO DE FLEXIÓN

En la Figura 3.3 se indican las curvas de esfuerzo vs. porcentaje de deformación para los ensayos de flexión de los ensayos preliminares en donde se compararon dos procesos tal como se explicó en el capítulo 2. En la Tabla 3.2 se presentan los valores promedio de resistencia a la flexión, deformación evaluada en el punto de esfuerzo máximo, módulo de elasticidad tangencial y deformación máxima.

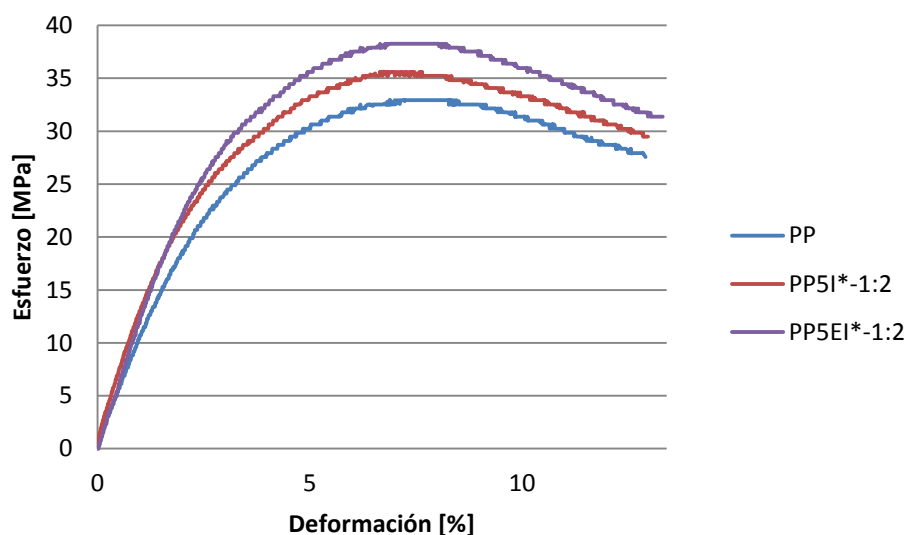


Figura 3.3. Esfuerzo vs. porcentaje de deformación en materiales ensayados a flexión durante los ensayos preliminares.

Tabla 3.2. Resistencia a la flexión, deformación en el punto de esfuerzo máximo, módulo de elasticidad tangencial del PP y de los nanocompuestos evaluados en los ensayos preliminares.

Material	Resistencia a la flexión		Deformación @ esfuerzo máximo		Módulo de elasticidad tangencial		Deformación máxima	
	MPa	CV [%]	%	CV [%]	MPa	CV [%]	%	CV
PP	34	9	8	3	1053	8	13	1
PP5I*-1:2	37	8	8	4	1183	5	13	1
PP5EI*-1:2	38	4	8	4	1197	3	13	2

Como se observa en la Figura 3.3, no existe una marcada diferencia entre los compuestos obtenidos a partir de masterbatch de arcillas mediante el proceso de inyección y los obtenidos mediante el proceso extrusión-inyección.

En la Tabla 3.2 se observa que los nanocompuestos obtenidos a partir de masterbatch de arcillas por el proceso inyección tienen una resistencia promedio a la flexión de 37 MPa y los obtenidos por el proceso extrusión-inyección tienen una resistencia a la flexión promedio de 38 MPa. En lo que respecta al módulo de elasticidad, los compuestos obtenidos con el proceso inyección muestran una ligera disminución del orden del 1% en comparación con su similar obtenido por el proceso extrusión-inyección. En la Figura 3.3 y en la Tabla 3.2 se puede apreciar que todos los materiales presentan una deformación máxima del 13%. Esto es debido a que en ese punto se detuvo el ensayo porque esa es la deformación máxima alcanzable en este ensayo al cumplir la distancia entre apoyos y geometría de los apoyos y del punzón indicado en la norma ASTM D638-10. En la Figura 3.4 se muestran fotografías de las probetas luego del ensayo de flexión de las probetas obtenidas en los ensayos preliminares.

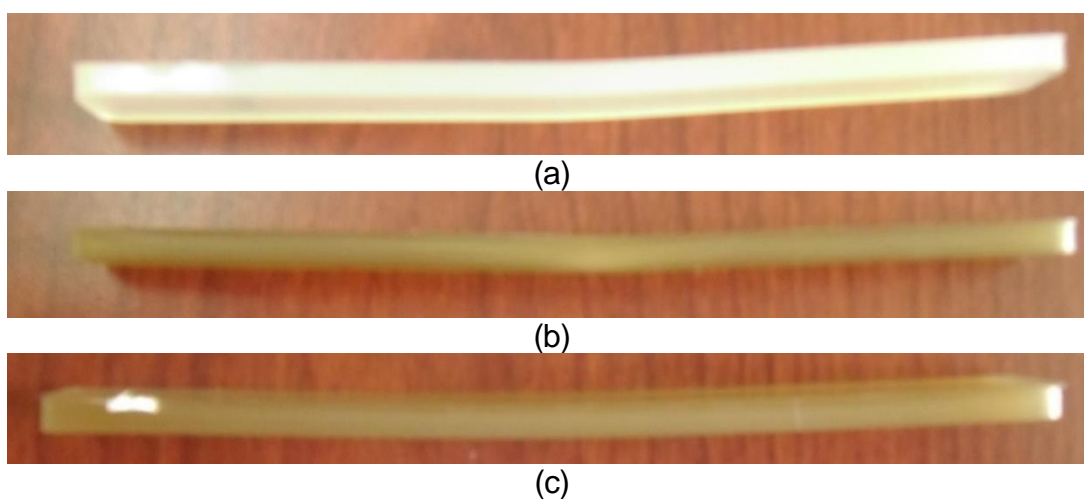


Figura 3.4. Falla de las probetas de flexión obtenidas en los ensayos preliminares: (a) PP, (b) PP5EI*-1:2 y (c) PP5I*-1:2.

En la Figura 3.4 se observa que las probetas de flexión de los materiales obtenidos en los ensayos preliminares, no sufrieron ningún tipo de rotura debido a su comportamiento dúctil. Sin embargo, se consideró la falla de las probetas a flexión debido a que presentaron una gran deformación permanente y debido a que existió una caída en el esfuerzo tal como se puede observar en las curvas de la Figura 3.3.

3.1.3. ENSAYOS DE IMPACTO, DUREZA Y DENSIDAD

Los valores promedio obtenidos de los ensayos de impacto, dureza y densidad se indican en la Tabla 3.3. En dicha tabla se presentan los resultados promedio de resistencia al impacto, dureza en la escala Shore D y las mediciones de densidad.

Tabla 3.3. Resistencia al impacto, dureza y densidad del PP y de los nanocompuestos evaluados en los ensayos preliminares.

Material	Resistencia al impacto		Dureza		Densidad	
	kJ/m ²	CV [%]	Shore D	CV [%]	kg/m ³	CV [%]
PP	70	8	61	1	854	1
PP5I*-1:2	65	6	68	1	874	1
PP5EI*-1:2	44	8	64	1	875	0

En la Tabla 3.3 se observa que el PP cumple con los requisitos de la norma ASTM D4101 en cuanto a la densidad (854 kg/m³), ya que es menor a 910 kg/m³. En cuanto a la resistencia al impacto no se debe comparar con la dada por el fabricante porque el fabricante la expresa en J/m y porque el fabricante realizó las pruebas en probetas con muesca y en este estudio se realizaron los ensayos sin muesca. En la tabla 3.2 también se puede apreciar que la resistencia al impacto de los compuestos obtenidos a partir de masterbatch por el proceso de inyección (PP5I*-1:2) es 32% mayor que la de los obtenidos por el proceso de extrusión-inyección (PP5EI*-1:2). Además que los compuestos PP5I*-1:2 muestran una dureza 6% mayor que los PPEI*-1:2. También se puede identificar que los compuestos PP5I*-1:2 y los PPEI*-1:2 muestran una densidad bastante similar. En la Figura 3.5 se muestra la fractura de las probetas de impacto obtenidas en los ensayos preliminares.

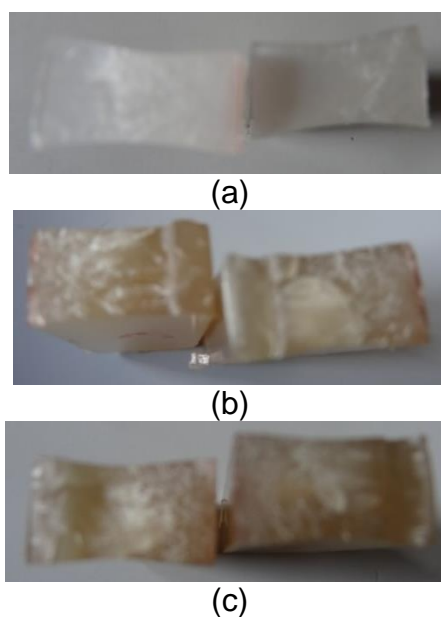


Figura 3.5. Fractura de las probetas de impacto obtenidas en los ensayos preliminares: (a) PP, (b) PP5EI*-1:2 y (c) PP5I*-1:2.

En la Figura 3.5 se observa que todos los materiales presentaron una fractura de impacto similar. En dicha figura se observa que la fractura empieza en el punto de impacto en donde presenta una fractura dúctil hasta más o menos la mitad de las probetas, luego de lo cual empieza una fractura frágil. Tal como se observa en la Tabla 3.3 el PP presenta una mayor resistencia al impacto en comparación con el PP puro, esto es debido a que el PP presenta una mayor deformación. Esta gran deformación hace el área bajo la curva esfuerzo vs. deformación del PP sea mayor que la de los nanocompuestos permitiéndole absorber una mayor energía antes de la rotura [60].

3.1.4. ENSAYO TERMOGRAVIMÉTRICO

En la Figura 3.6 se presentan las curvas de porcentaje de masa vs. temperatura para el PP, PP5I*-1:2 y PP5EI*-1:2. En esta figura se observa que los nanocompuestos obtenidos a partir de masterbatch de arcillas mediante el proceso de inyección presentan una ligera mayor estabilidad térmica que los obtenidos por el proceso de extrusión-inyección. También se aprecia que los nanocompuestos presentan una mayor estabilidad térmica hasta los 410°C, después de ello se aprecia una velocidad de degradación mayor. Como se explica en el acápite 3.2.6 el aumento de la velocidad de degradación es debido a la inestabilidad de los cationes que se encuentran presentes en las arcillas.

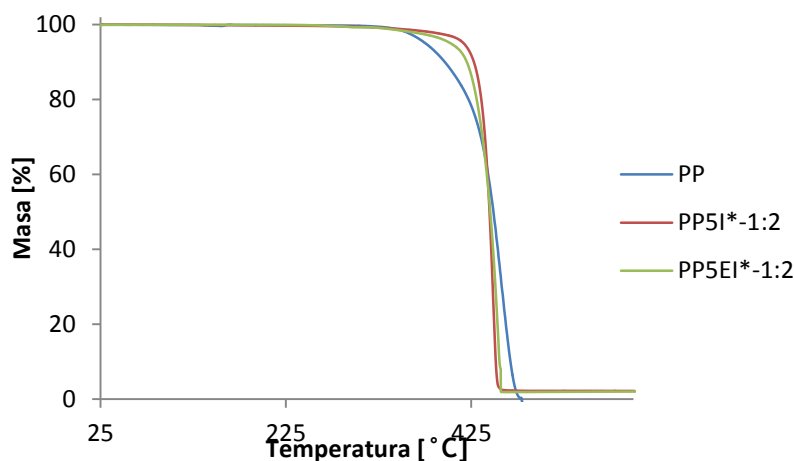


Figura 3.6. Porcentaje de masa vs. temperatura del ensayo termogravimétrico del PP y de los nanocompuestos evaluados en los ensayos preliminares.

3.2. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y TERMOMECAÁNICA DE LAS PROBETAS OBTENIDAS

Las probetas que se obtuvieron del proceso de inyección fueron sometidas a ensayos de tracción, flexión, impacto, dureza y cálculo de densidad. Además, se realizó el análisis termogravimétrico de las muestras obtenidas. Al igual que los resultados de los ensayos preliminares los resultados de los ensayos definitivos se presentan en tablas y gráficos. Los datos que se presentan tabulados son los valores promedio de cada una de las propiedades estudiadas. Para la obtención de los gráficos se eligió una curva tipo para cada composición.

3.2.1. ENSAYO DE TRACCIÓN

Los resultados del ensayo de tracción se indican en la Tabla 3.4, donde se presentan los datos obtenidos de resistencia a la tracción, módulo de elasticidad, así como también, las elongaciones evaluadas en el esfuerzo máximo y en la caída del esfuerzo.

Para el cálculo de cada propiedad expresada en la Tabla 3.4 se usaron los valores promedio encontrados a partir de los ensayos realizados a cinco probetas de cada composición, de acuerdo con la norma ASTM D638-10. También se encontró el coeficiente de variación para cada propiedad. Para los compuestos PP3EI-1:2, PP5EI-1:2 y PP7EI-1:2 se usaron arcillas en polvo. El uso de las arcillas en polvo es la diferencia con el material PP5EI*-1:2 en donde se usaron arcillas en masterbatch. Tal como se explicó en el acápite 3.1.1 el módulo de elasticidad fue encontrado con la pendiente entre el 0 y 1% de la deformación unitaria.

Tabla 3.4. Resistencia a la tracción, deformación en el punto de esfuerzo máximo, módulo elástico del PP y de los nanocompuestos ensayados.

Material	Resistencia a la tracción		Deformación @ esfuerzo máximo		Módulo de elasticidad		Deformación @ caída del esfuerzo	
	MPa	CV [%]	%	CV	MPa	CV [%]	%	CV [%]
PP	31	6	12	5	1164	9	37	5
PP3I*-1:2	31	3	12	3	1064	5	30	9
PP5I*-1:2	32	4	10	4	1876	6	38	9
PP5EI*-1:2	33	4	10	6	1587	10	41	8
PP7I*-1:2	31	4	10	6	1087	6	24	6
PP3EI-1:2	32	2	9	5	1820	4	35	5
PP5EI-1:2	32	3	9	4	1847	3	37	7
PP7EI-1:2	34	3	7	7	1859	5	33	9
PP3EI-1:1	32	1	11	6	1623	9	34	6
PP5EI-1:1	33	1	9	7	1724	9	28	4
PP7EI-1:1	35	4	10	3	1792	4	26	2
PP3EI-2:1	32	2	10	7	1934	9	33	9
PP5EI-2:1	36	5	8	1	1842	9	27	9
PP7EI-2:1	33	3	10	2	1722	4	26	5

En todas las propiedades mecánicas a tracción se observa que existe un coeficiente de variación menor al 10% lo cual muestra la confianza en los resultados promedio obtenidos así como también su reproducibilidad. En la Tabla 3.4 no se incluyeron los datos del porcentaje de deformación a la rotura debido a que la dispersión existente es muy alta. Valores altos de dispersión son comunes debido al comportamiento plástico de los polímeros. Esto es debido a la presencia de pequeños defectos internos que actúan como grietas y también al hecho de que las cadenas poliméricas no se encuentran solicitadas uniformemente. Permitiendo así, que los esfuerzos se reparten de manera desproporcional respecto a la carga aplicada, logrando que algunos enlaces moleculares alcancen la rotura [60].

En la Figura 3.7 se presentan las curvas esfuerzo vs. porcentaje de deformación del PP y de los compuestos obtenidos sin variar la cantidad de compatibilizante. Dichos nanocompuestos tienen una relación PP-g-MA/arcillas constante de 1:2.

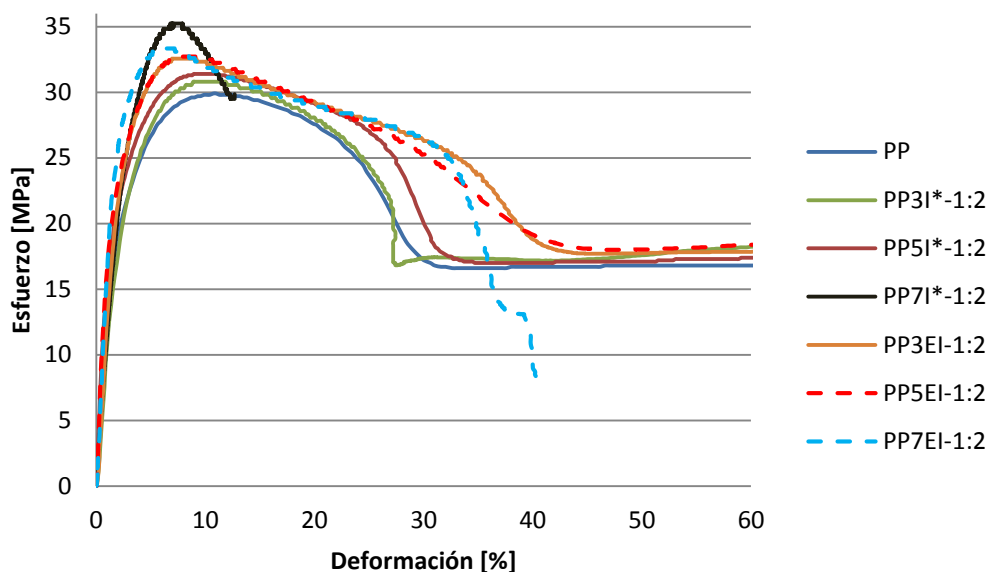


Figura 3.7. Curvas esfuerzo vs. porcentaje de deformación de los ensayos de tracción realizados a los materiales sin variar la cantidad de compatibilizante.

En las curvas de la Figura 3.7 se puede observar que todos los nanocompuestos obtenidos presentaron mayor resistencia a la tracción y mayor módulo de elasticidad que el PP. Los compuestos con mayor resistencia a la tracción son los que fueron reforzados con arcillas en polvo. El PP tiene una resistencia a la tracción de 31 MPa y un módulo de elasticidad de 1164 MPa. Los nanocompuestos reforzados con 3 wt% de arcilla en polvo mostraron una resistencia a la tracción de 32 MPa al igual que los reforzadas con 5 wt% de arcillas. Los compuestos reforzados con 7 wt% presentan una resistencia de 34 MPa; a diferencia de sus similares reforzados con el masterbatch de arcillas en los que no se observan variaciones significativas. Con respecto al módulo de elasticidad, se observó que los materiales reforzados con arcillas en polvo, con porcentajes del 3, 5 y 7 wt% presentan módulos de 1820, 1847 y 1859 MPa que equivalen a mejoras del 56, 59 y 60% en comparación con la matriz pura. Sin embargo, dichos nanocompuestos mostraron deformaciones ligeramente menores a la matriz. Los compuestos reforzados con arcillas en polvo muestran una menor velocidad de caída del esfuerzo, esto es debido a que presentan una mejor dispersión de las arcillas dentro de la matriz. En la Figura 3.8 se muestra la fractura de las probetas de PP y de nanocompuestos en los que no se modificó la cantidad de compatibilizante.

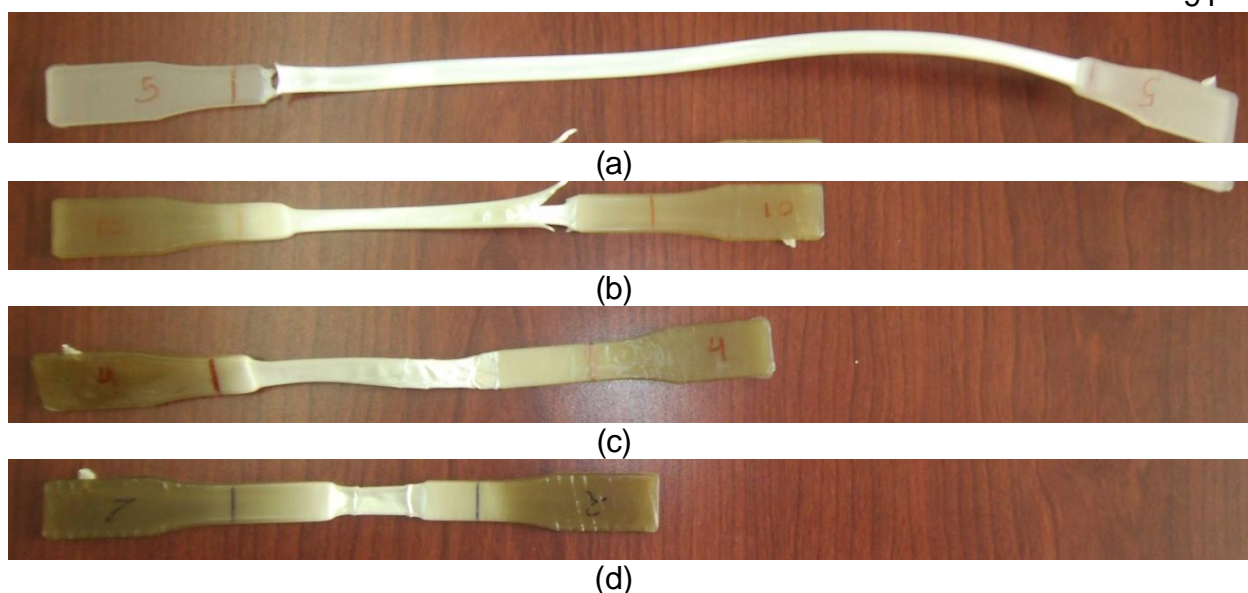


Figura 3.8. Fractura de las probetas de tracción del PP y de nanocompuestos en los que no se modificó la cantidad de compatibilizante: (a) PP, (b) PP3EI-1:2, (c) PP5EI-1:2 y (d) PP7EI-1:2.

En la Figura 3.8 se observa como los materiales reforzados con nanoarcillas en polvo presentan una menor ductilidad que el PP. Se observa también que conforme va aumentando la cantidad de arcillas la ductilidad del material sigue disminuyendo. Tal como se explicó anteriormente, el aumento en el módulo de elasticidad y la disminución de la deformación unitaria es debido a que las arcillas evitan el movimiento de las cadenas poliméricas. Es importante destacar que a pesar que disminuye la ductilidad, los nanocompuestos mantienen una tendencia dúctil incluyendo al que tiene un 7 wt% de arcillas en polvo, es decir, ninguno de ellos presenta una fractura completamente frágil.

Al añadir compatibilizante la resistencia a la tracción y el módulo de elasticidad aumentan ligeramente, tal como se puede observar en las curvas esfuerzo vs. porcentaje de deformación de la Figura 3.9. Sin embargo, mientras se aumenta compatibilizante (PP-g-MA) se observa que el material se vuelve más rígido, con lo cual su deformación máxima disminuye. Esto es debido a que la mayor cantidad de compatibilizante hace que mejore la interfaz de las arcillas con la matriz, disminuyendo aún más el movimiento de las cadenas poliméricas de PP. Para realizar estas curvas se tomó como referencia lo que ocurre con el 5 wt% de refuerzo, que es similar a lo que sucede con las demás composiciones. Al igual que en las anteriores figuras se truncó las curvas al 60% de su deformación. Este truncamiento es debido a la rotunda diferencia del porcentaje de deformación a la rotura de los diferentes compuestos. Por

ejemplo el PP5EI-1:2 presenta una deformación máxima del 165%, mientras que sus similares PP5EI-1:1 y PP5EI-2:1 muestran una deformación máxima del 70 y 27%, respectivamente. Cosas similares ocurren con los materiales reforzados con el 3 wt% y 7 wt%. Como se explicó anteriormente, la disminución en el porcentaje de deformación es debido a que la interacción del PP con las nanoarcillas disminuye la movilidad de las cadenas poliméricas, tal como lo indica Chafidz (2011) en su estudio. Cabe indicar que en la mayoría de aplicaciones el porcentaje de deformación a la rotura no es influyente porque mucho antes ya existe una caída brusca en el esfuerzo.

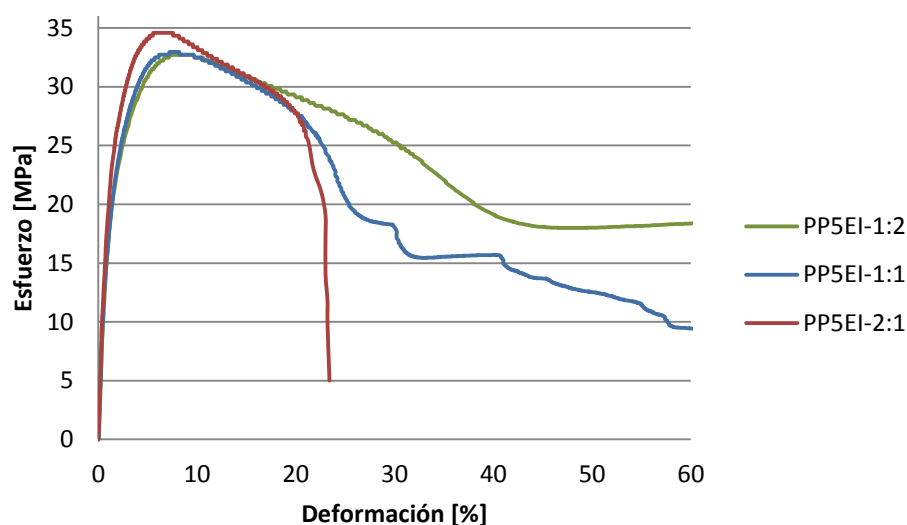


Figura 3.9. Esfuerzo vs. porcentaje de deformación a tracción de nanocompuestos reforzados con 5 wt% de arcillas y con diferentes cantidades de compatibilizante.

Para los nanocompuestos con 3 wt% de arcillas al aumentar la relación de PP-g-MA/arcillas a 1:1 y 2:1 se observa un incremento en la resistencia a la tracción del orden del 3% con respecto a los nanocompuestos que tienen una relación 1:2. En lo que respecta al módulo de elasticidad se observa una disminución del 11% para la relación 1:1 y aumento del 6% para la relación 2:1 con respecto a sus similares en los que la relación fue de 1:2. Para los nanocompuestos con 5 wt% de arcilla se tiene que la resistencia a la tracción aumentó en un rango de 3 y 13% para PP5EI-1:1 y PP5EI-2:1, respectivamente. El módulo de elasticidad de estos nanocompuestos también se mejoró en un 2% y 9%. Manteniendo la misma tendencia para el caso de los compuestos reforzados con 7 wt% de arcillas se tiene una resistencia 3% mayor. Sin embargo, los módulos de elasticidad en este caso se vieron disminuidos en un 4 y 7% para el caso de PP7EI-1:1 y PP7EI-2:1, en comparación con su similar PP7EI-

1:2. Con estos datos se nota claramente que en lo que respecta a la tracción, al aumentar la relación PP-g-MA/arcillas se observan variaciones que pueden ser consideradas despreciables. Tal como se dijo anteriormente, al añadir compatibilizante la ductilidad de los nanocompuestos del presente estudio disminuye. Esto se debe a que el compatibilizante utilizado no presenta buenas propiedades mecánicas, tal como lo tienen los compatibilizantes que presentan un mayor peso molecular tal como lo indica Kim y otros (2007) en su investigación. En la Figura 3.10 se muestra la fractura de las probetas de nanocompuestos reforzados con 5 wt% en los que se modificó la cantidad de compatibilizante. En ella se observa que la ductilidad disminuye al aumentar el compatibilizante tal como se había expuesto anteriormente.

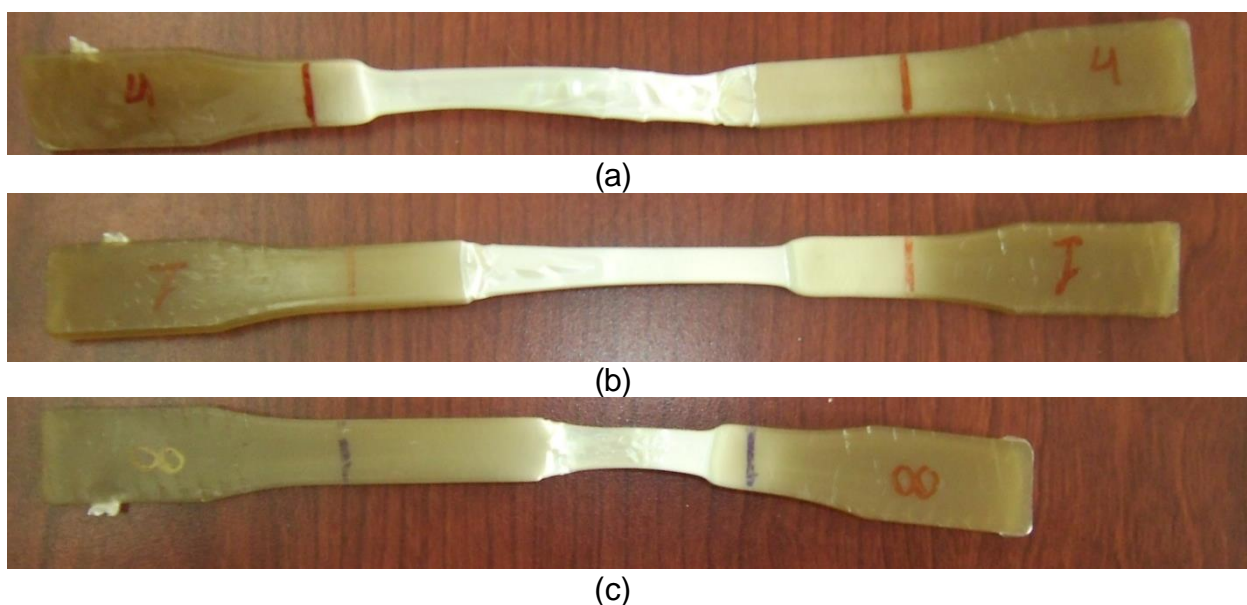


Figura 3.10. Fractura de las probetas de tracción de nanocompuestos con 5 wt% en los que se modificó la cantidad de compatibilizante: (a) PP5EI-1:2, (b) PP5EI-1:1 y (c) PP5EI-2:1.

3.2.2. ENSAYO DE FLEXIÓN

Los resultados del ensayo de flexión a tres puntos se indican en la Tabla 3.5. En esta tabla se encuentra el promedio de los datos obtenidos de resistencia a la flexión, módulo de elasticidad tangencial, la deformación evaluada en el esfuerzo máximo y la deformación máxima.

Tabla 3.5. Resistencia, deformación y módulo tangencial a flexión para el PP y sus nanocompuestos.

Material	Resistencia a la flexión		Deformación @ esfuerzo máximo		Módulo de elasticidad tangencial		Deformación máxima	
	MPa	CV [%]	%	CV [%]	MPa	CV [%]	%	CV [%]
PP	34	9	8	3	1053	8	13	1
PP3I*-1:2	36	5	8	4	1060	6	13	2
PP5I*-1:2	37	8	8	4	1183	5	13	1
PP5EI*-1:2	38	4	8	4	1197	3	13	2
PP7I*-1:2	38	6	8	4	1213	4	13	2
PP3EI-1:2	41	3	7	3	1306	4	13	1
PP5EI-1:2	48	3	7	4	1651	4	13	1
PP7EI-1:2	50	4	8	5	1736	2	13	0
PP3EI-1:1	41	4	8	5	1289	6	14	0
PP5EI-1:1	42	6	8	6	1334	9	13	1
PP7EI-1:1	47	7	8	7	1636	8	13	1
PP3EI-2:1	41	4	8	3	1327	4	14	0
PP5EI-2:1	49	7	8	6	1574	8	14	1
PP7EI-2:1	53	6	8	4	1864	7	14	1

Al igual que en el ensayo de tracción, en todas las propiedades mecánicas a flexión se observa que existe un coeficiente de variación menor al 10% lo cual muestra la confianza en los resultados promedios obtenidos así como también su reproducibilidad. Similar a lo realizado en los ensayos preliminares, se detuvo el ensayo entre el 13 y 14% de deformación. Por ello, en la Tabla 3.5 se observan coeficientes de variación del 1% y en algunos casos nulos.

En la Figura 3.11 se muestran las curvas esfuerzo vs. porcentaje de deformación del PP y de los compuestos obtenidos sin variar la cantidad de compatibilizante con una relación PP-g-MA/arcillas de 1:2.

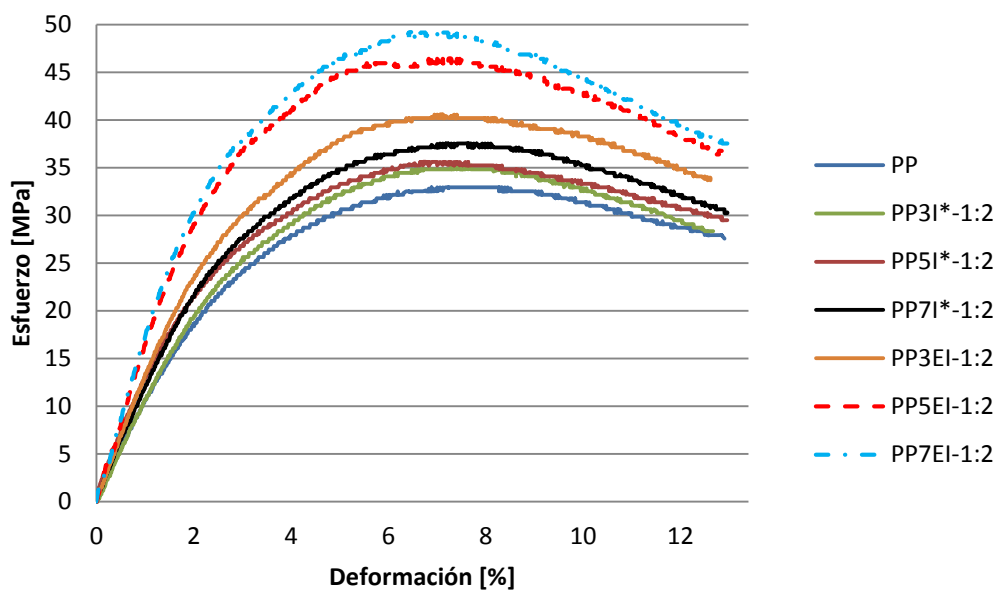


Figura 3.11. Esfuerzo vs. porcentaje de deformación de los ensayos de flexión realizados.

Al igual que en el ensayo de tracción, los nanocompuestos reforzados con arcillas en polvo mostraron mejores propiedades que los materiales compuestos reforzados con masterbatch. Esto se puede observar en la Figura 3.11. El PP presenta una resistencia a la flexión de 34 MPa y un módulo de elasticidad tangencial de 1053 MPa. Los materiales compuestos reforzados con 3, 5 y 7 wt% de arcillas en polvo exhibieron mejoras en cuanto a la resistencia a la flexión en el orden del 19, 40 y 46%, en comparación con la matriz pura. En cambio, los materiales compuestos reforzados con masterbatch de arcillas se observaron mejoras en el orden del 5, 6 y 11%, respectivamente. Para el caso del módulo de elasticidad tangencial a la flexión también se observaron mejores propiedades en los nanocompuestos obtenidos a partir de las arcillas en polvo correspondientes al 24, 57 y 65%. En lo que se refiere a las deformaciones no se observaron variaciones significativas. En la Figura 3.12 se muestra la falla de las probetas de PP y de nanocompuestos en los que no se modificó la cantidad de compatibilizante.

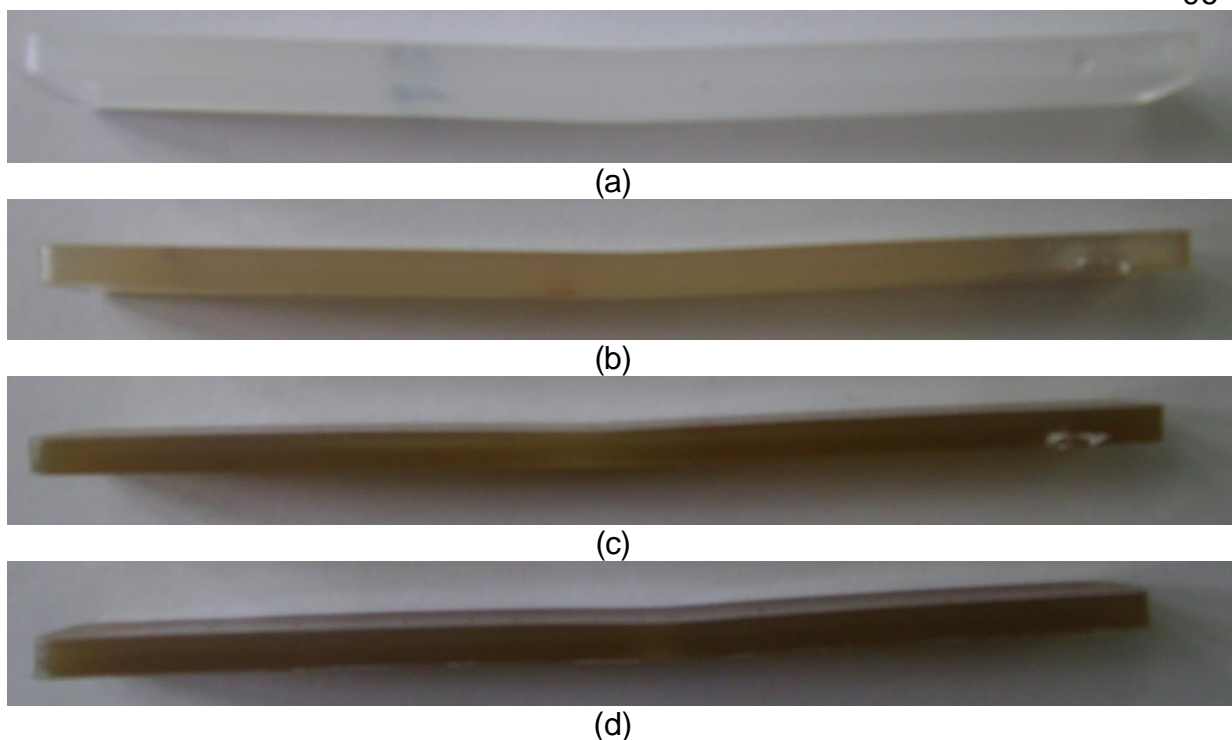


Figura 3.12. Falla de las probetas de flexión del PP y de nanocompuestos en los que no se modificó la cantidad de compatibilizante: (a) PP, (b) PP3EI-1:2, (c) PP5EI-1:2 y (d) PP7EI-1:2.

Al igual que en los ensayos preliminares a flexión, en el caso de los materiales compuestos en los que no se modificó la cantidad de compatibilizante tampoco se registró rotura en las probetas a flexión, tal como se observa en la Figura 3.12.

Al añadir compatibilizante ocurren cambios más notorios en lo que se refiere a las propiedades mecánicas a flexión en comparación con los obtenidos en tracción. Este comportamiento se puede apreciar en las curvas esfuerzo vs. porcentaje de deformación de la Figura 3.13. Para realizar estas curvas se tomó como referencia lo que ocurre con el 5 wt% de refuerzo. Este comportamiento es similar a lo que ocurre con las demás composiciones.

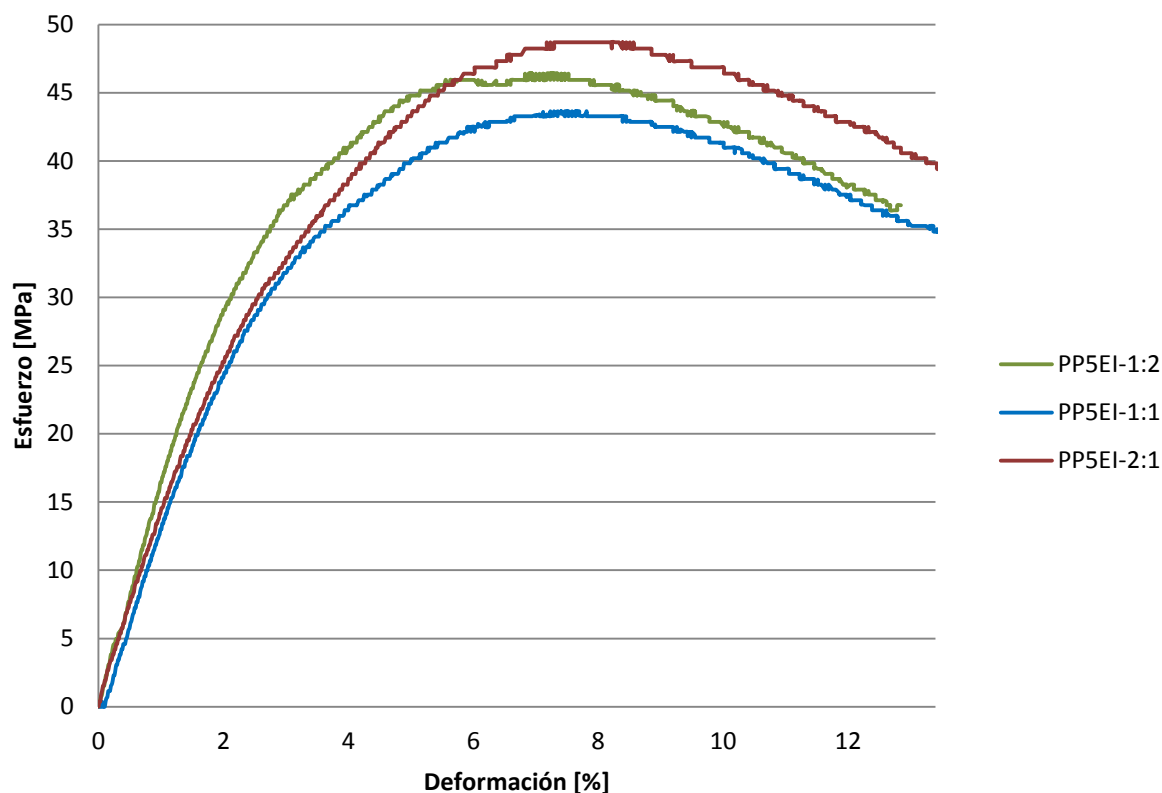


Figura 3.13. Esfuerzo vs. porcentaje de deformación a flexión de nanocompuestos reforzados con 5 wt% de arcilla y con diferentes cantidades de compatibilizante.

Para los nanocompuestos con 3 wt% de arcillas al aumentar la relación de PP-g-MA/arcillas a 1:1 y 2:1 no se observa ningún aumento en la resistencia a la flexión con respecto a los nanocompuestos que tienen una relación de 1:2. En lo que respecta al módulo de elasticidad se observa un incremento del 2% y del 20% para la relación 1:1 y 2:1, en comparación con su similar PP3EI-1:2, respectivamente. Para los nanocompuestos con 5 wt% de arcilla se tiene que la resistencia a la flexión disminuyó en un 13% para PP5EI-1:1 y aumentó un 2% para PP5EI-2:1. El módulo de elasticidad de estos nanocompuestos disminuyó en un 19% y 5%, respectivamente. Manteniendo la misma tendencia para el caso de los compuestos reforzados con 7% de arcillas se tiene que la resistencia a la flexión disminuyó en 6% para PP7EI-1:1 y aumentó un 6% para PP7EI-2:1. El módulo de elasticidad del PP7EI-1:1 disminuyó un 6%, mientras el módulo de elasticidad del PP7EI-2:1 aumentó en 14% en comparación con los nanocompuestos obtenidos que tienen una relación de 1:2. De acuerdo a estos datos, se puede notar que la relación de PP-g-MA/arcilla de 1:1 hace que disminuyan las propiedades mecánicas a flexión, sin embargo, la relación de 2:1 hace que aumenten. La disminución cuando la relación es de 1:1 puede deberse a que las bajas

propiedades mecánicas del compatibilizante no se vean compensadas con la adherencia de las arcillas dentro de la matriz, cosa que si sucede cuando la relación de PP-g-MA/arcillas es de 2:1. Al igual que en las probetas que no se modificó la cantidad de compatibilizante, al añadir compatibilizante tampoco se observa rotura en las probetas de flexión, tal como se puede apreciar en la Figura 3.14. En esta figura se muestra la falla de las probetas de flexión de los nanocompuestos reforzados con 5 wt% en los que se modificó la cantidad de compatibilizante.

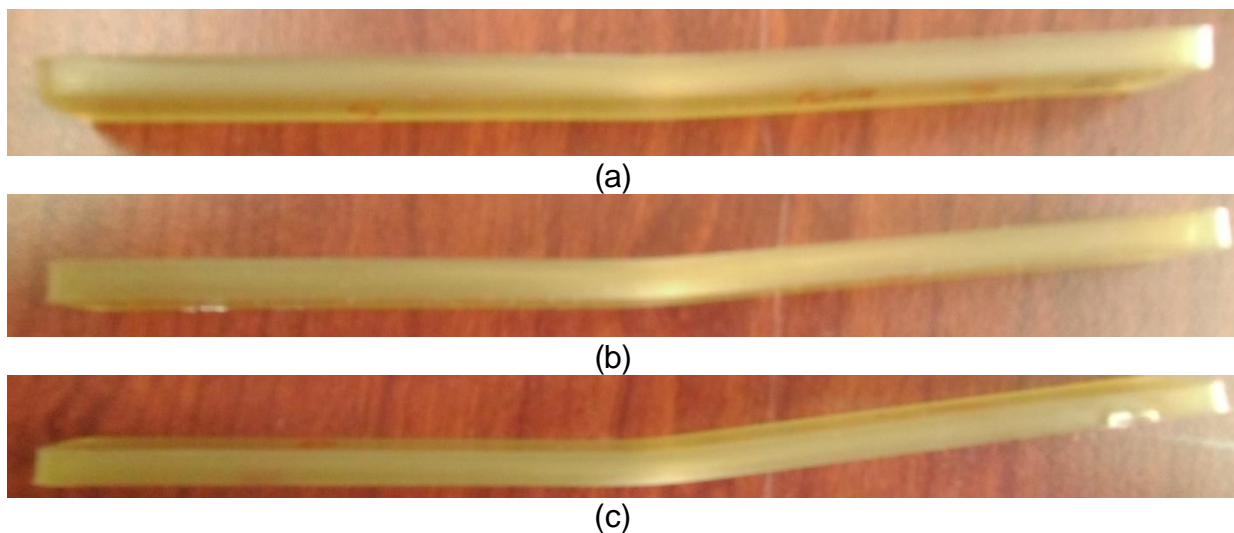


Figura 3.14. Fractura de las probetas de flexión de nanocompuestos con 5 wt% en los que se modificó la cantidad de compatibilizante: (a) PP5EI-1:2, (b) PP5EI-1:1 y (c) PP5EI-2:1.

3.2.3. ENSAYO DE IMPACTO

En la Tabla 3.6 se indican los valores promedio obtenidos del ensayo de impacto Izod. En esta tabla se encuentran los datos de resistencia al impacto promedio de los nanocompuestos obtenidos con sus respectivos coeficientes de variación. Se observan coeficientes de variación menores al 10%, lo que muestra la confianza en los resultados promedios obtenidos así como también su reproducibilidad.

Tabla 3.6. Resistencia al impacto promedio del PP y de los nanocompuestos ensayados.

Material	Resistencia al impacto promedio	
	kJ/m^2	CV [%]
PP	70	8
PP3I*-1:2	44	2
PP5I*-1:2	65	6
PP5EI*-1:2	44	8
PP7I*-1:2	32	3
PP3EI-1:2	58	8
PP5EI-1:2	35	5
PP7EI-1:2	39	4
PP3EI-1:1	56	5
PP5EI-1:1	40	5
PP7EI-1:1	39	3
PP3EI-2:1	52	7
PP5EI-2:1	39	4
PP7EI-2:1	38	2

En la Figura 3.15 se muestra un gráfico de barras en donde se encuentran los valores promedio de la resistencia al impacto de los nanocompuestos obtenidos sin variar la cantidad de compatibilizante.

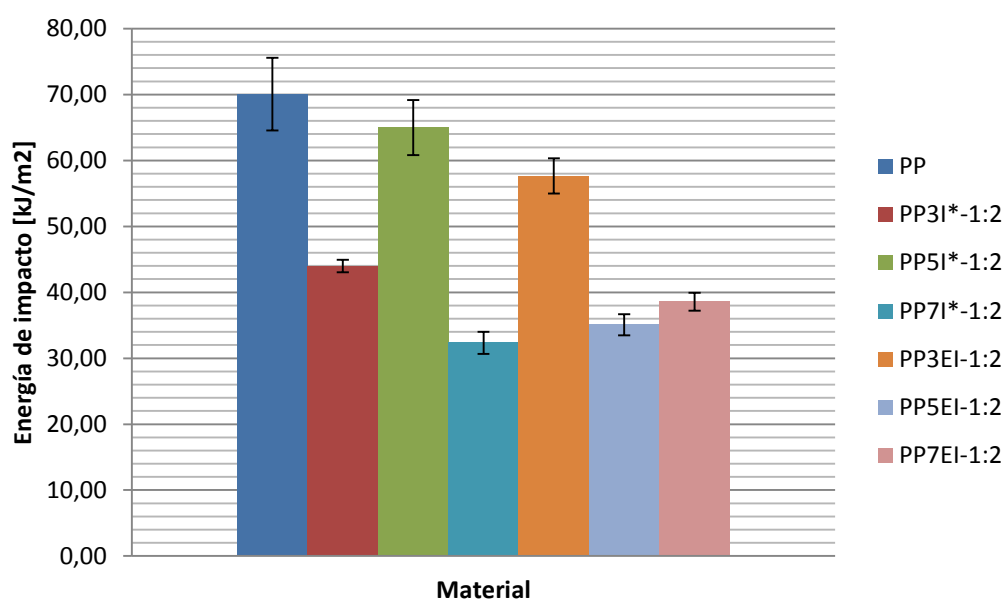


Figura 3.15. Resistencia al impacto sin variar la cantidad de compatibilizante de los nanocompuestos formulados.

En este gráfico, se observa que la resistencia al impacto disminuye al rededor del 50% al añadir nanoarcillas, con excepción de las formulaciones PP5I*-1:2 y PP3EI-1:2, en

las cuales la resistencia disminuye entre el 7 y 19%, respectivamente. La disminución en la resistencia al impacto es debido a que las nanoarcillas se comportan como un concentrador de esfuerzos que es más notorio al impacto que a tracción [27].

Para el caso de impacto, al igual que en los ensayos preliminares la fractura de los materiales obtenidos con el PP son similares. Esto se puede observar en la Figura 3.16 en donde se muestra la fractura de las probetas de impacto del PP y de los nanocompuestos en los que no se modificó la cantidad de compatibilizante

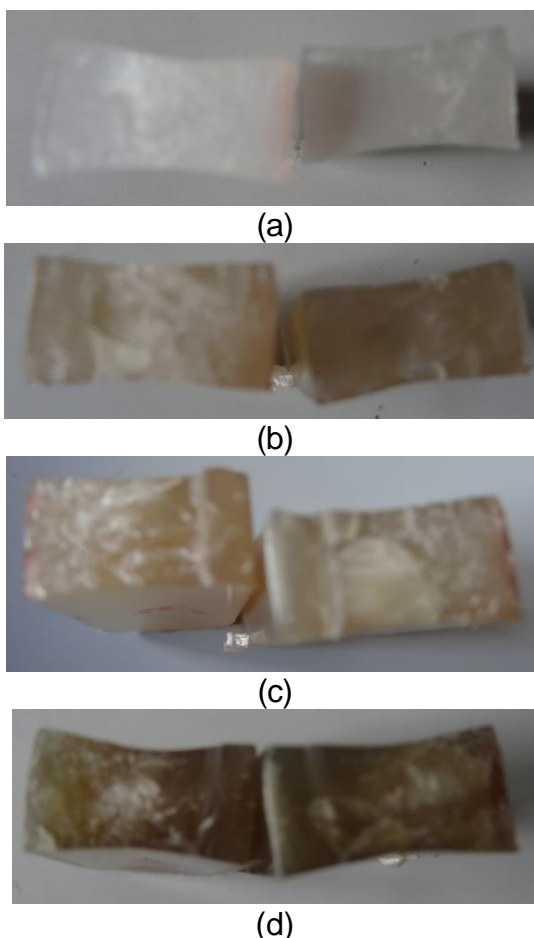


Figura 3.16. Fractura de las probetas de impacto del PP y de nanocompuestos en los que no se modificó la cantidad de compatibilizante: (a) PP, (b) PP3EI-1:2, (c) PP5EI-1:2 y (d) PP7EI-1:2.

En la Figura 3.16 al igual que en los casos anteriores se observa una fractura dúctil al inicio de la rotura, más o menos hasta llegar a la mitad de la probeta. Luego de ello se observa una fractura frágil.

Al añadir compatibilizante no ocurren cambios significativos en lo que se refiere a las propiedades mecánicas a impacto, tal como se puede apreciar en el gráfico de barras de la Figura 3.17.

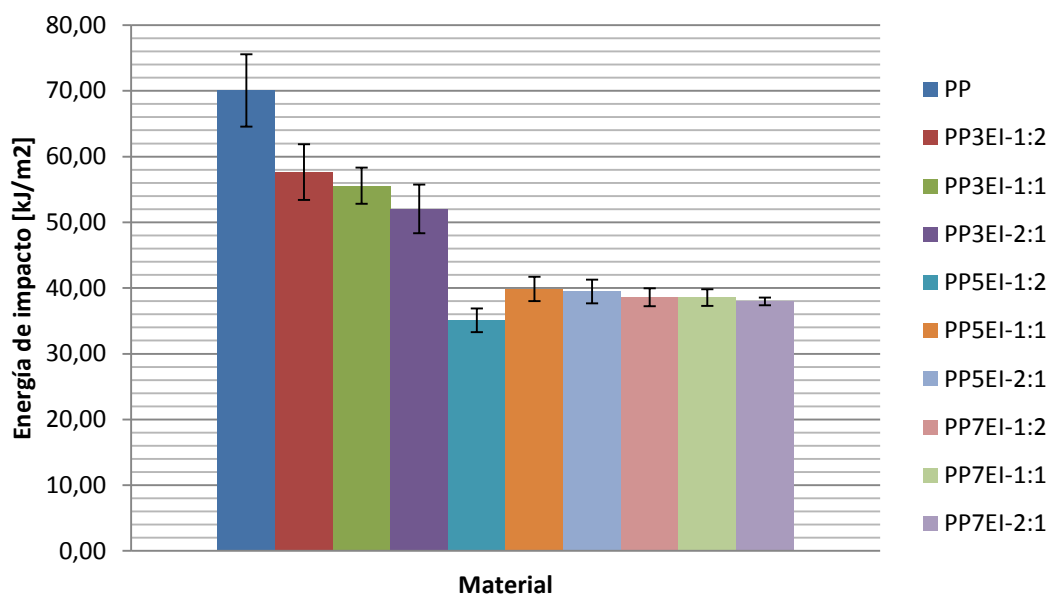


Figura 3.17. Resistencia al impacto al variar la cantidad de compatibilizante en los compuestos formulados.

Para los nanocompuestos obtenidos a partir del 3 wt% de arcillas en polvo se observa que existe una ligera disminución en la resistencia al impacto conforme aumenta la cantidad de compatibilizante. Para los nanocompuestos que tienen una carga de 5 y 7 wt% de arcillas se observan pequeños cambios que pueden ser considerados despreciables. En la Figura 3.17 se observa también que el PP presenta un mayor coeficiente de variación que los nanocompuestos. Este comportamiento puede deberse a la presencia de pequeñas discontinuidades internas existentes en las probetas de PP. Las probetas de nanocompuestos no presentan estas discontinuidades ya que su mayor índice de fluidez permite un mejor llenado del molde evitando la presencia de grietas o desperfectos internos.

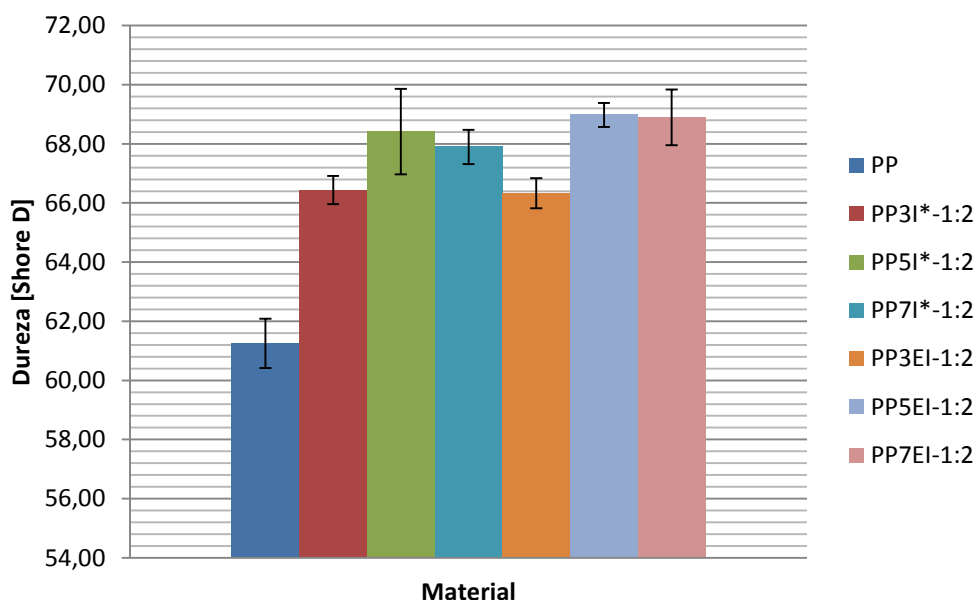
3.2.4. ENSAYO DE DUREZA

En la Tabla 3.7 se indican los resultados del ensayo de dureza. En esta tabla se encuentran los datos de dureza Shore D promedio de los nanocompuestos obtenidos con sus respectivos coeficientes de variación. En el presente ensayo se observan coeficientes de variación del orden del 1%. Esto muestra la confianza en los promedios obtenidos, así como también su reproducibilidad.

Tabla 3.7. Dureza Shore D del PP y de los nanocompuestos ensayados.

Material	Dureza promedio	
	Shore D	CV [%]
PP	61	1
PP3I*-1:2	66	1
PP5I*-1:2	68	1
PP5EI*-1:2	64	1
PP7I*-1:2	68	1
PP3EI-1:2	66	1
PP5EI-1:2	69	1
PP7EI-1:2	69	1
PP3EI-1:1	67	1
PP5EI-1:1	68	1
PP7EI-1:1	70	1
PP3EI-2:1	66	1
PP5EI-2:1	68	1
PP7EI-2:1	70	1

En la Figura 3.18 se indica un gráfico de barras en donde se encuentran las durezas promedio de los compuestos obtenidos sin variar la cantidad de compatibilizante. En este gráfico se puede observar que en general los nanocompuestos obtenidos presentan un incremento en la dureza del orden del 10% en comparación con la matriz pura.

**Figura 3.18.** Variación de la dureza sin variar la cantidad de compatibilizante en los nanocompuestos obtenidos.

La dureza de los nanocompuestos incrementa al aumentar la cantidad de nanoarcillas dentro de la matriz, tal como se observa en la Figura 3.19. Este aumento es debido a que las nanoarcillas restringen de cierta manera en la indentación del material. En dicha figura, también se muestra que el aumento de compatibilizante no influye de manera significativa en la dureza de los compuestos.

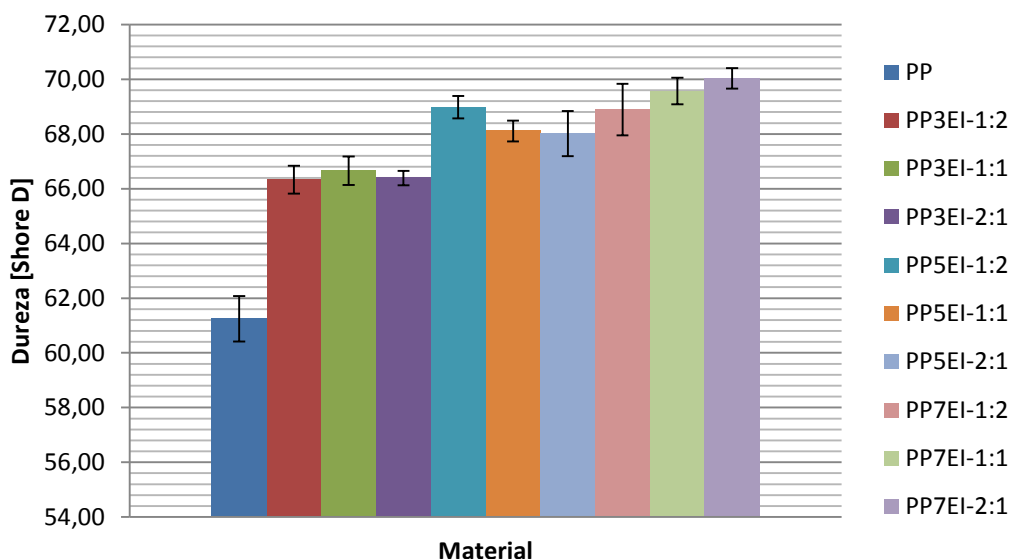


Figura 3.19. Variación de la dureza al variar la cantidad de compatibilizante en los compuestos formulados.

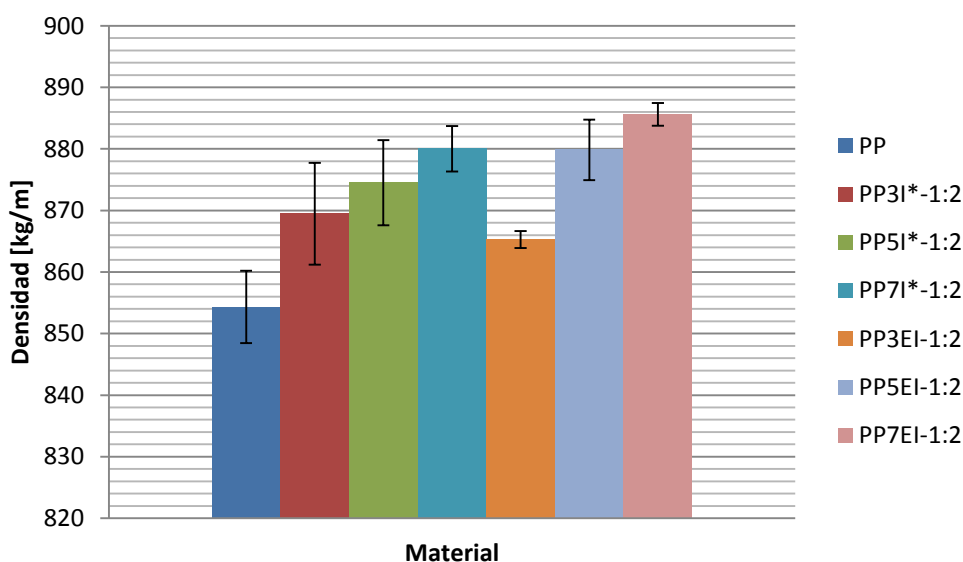
3.2.5. MEDICIÓN DE DENSIDAD

En la Tabla 3.8 se presentan los resultados de la densidad de los nanocompuestos obtenidos, con su respectivo coeficiente de variación. En el presente ensayo se observan coeficientes de variación son menores al 1%. Esto muestra la confianza en los resultados promedio obtenidos así como también su reproducibilidad.

Tabla 3.8. Densidad promedio del PP y de los compuestos obtenidos.

Material	Densidad promedio	
	kg/m ³	CV [%]
PP	854	1
PP3I*-1:2	869	1
PP5I*-1:2	874	1
PP5EI*-1:2	875	0
PP7I*-1:2	880	0
PP3EI-1:2	865	0
PP5EI-1:2	880	1
PP7EI-1:2	885	0
PP3EI-1:1	869	1
PP5EI-1:1	872	1
PP7EI-1:1	881	1
PP3EI-2:1	867	1
PP5EI-2:1	871	1
PP7EI-2:1	880	1

En la Figura 3.20 se presenta un gráfico de barras donde se detallan los valores de densidad de los compuestos obtenidos sin variar la cantidad de compatibilizante. En este gráfico se puede observar que en general los nanocompuestos obtenidos presentan un incremento en la densidad. Sin embargo, cabe destacar que este incremento es despreciable ya que es menor al 4%. La densidad no varía de forma significativa, debido a que la cantidad de arcillas colocadas es muy pequeña.

**Figura 3.20.** Densidad del PP y de los nanocompuestos obtenidos sin variar la cantidad de compatibilizante.

En la Figura 3.21 se observa el cambio de la densidad promedio de los nanocompuestos al variar la cantidad de compatibilizante. Para los materiales reforzados con 3 wt% de arcilla no existió un cambio notorio, sin embargo para los compuestos reforzados con 5 y 7 wt% de arcillas existió una disminución de densidad del orden del 1% cuando aumenta la cantidad de compatibilizante, en comparación con su similar preparado con una relación PP-g-MA/arcillas de 1:2. La disminución de densidad se debe a que el peso molecular del PP-g-MA es menor a la del PP.

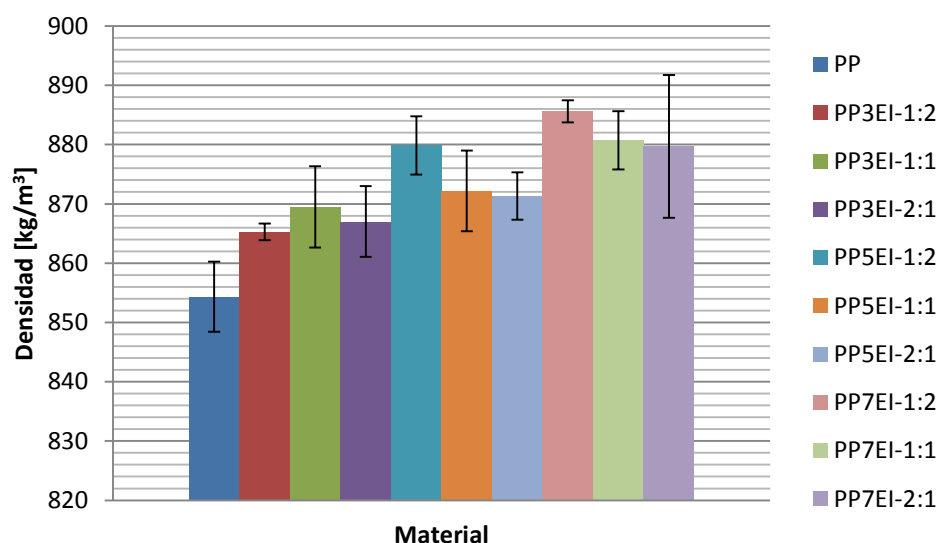


Figura 3.21. Variación de la densidad de los nanocompuestos obtenidos al variar la cantidad de compatibilizante.

3.2.6. ENSAYO TERMOGRAVIMÉTRICO

En la Tabla 3.9 se muestran los resultados del análisis termogravimétrico realizado a los nanocompuestos. En esta tabla se indican las temperaturas a las que se experimenta una pérdida del 10% ($T_{0.1}$) y el 50% ($T_{0.5}$) de la masa del material. La evaluación de estas temperaturas es importante ya que la $T_{0.1}$ es considerada como la temperatura de inicio de la degradación térmica del material y la $T_{0.5}$ representa la temperatura de degradación del material.

Tabla 3.9. Temperaturas a las que se pierde el 10% y el 50% de masa de los nanocompuestos.

Material	T _{0.1}	T _{0.5}
	°C	°C
PP	397	449
PP3I*-1:2	417	437
PP5I*-1:2	428	445
PP5EI*-1:2	420	446
PP7I*-1:2	426	442
PP3EI-1:2	421	445
PP5EI-1:2	425	444
PP7EI-1:2	434	453
PP3EI-1:1	420	444
PP5EI-1:1	426	444
PP7EI-1:1	414	440
PP3EI-2:1	423	440
PP5EI-2:1	417	442
PP7EI-2:1	416	442

En la Tabla 3.9 se observa que el material que exhibe la mayor temperatura de inicio de degradación (T_{0.1}) es el PP7EI-1:2 que presenta una mejora del rango del 9%. Dicho material también es el único que presenta una temperatura de degradación mayor que el PP. Todos los nanocompuestos con las otras composiciones presentan una mayor velocidad de degradación después de los 435°C, aproximadamente.

En la Figura 3.22 se presentan las curvas de porcentaje de masa vs. temperatura del ensayo termogravimétrico realizado a las muestras sin variar la cantidad de compatibilizante.

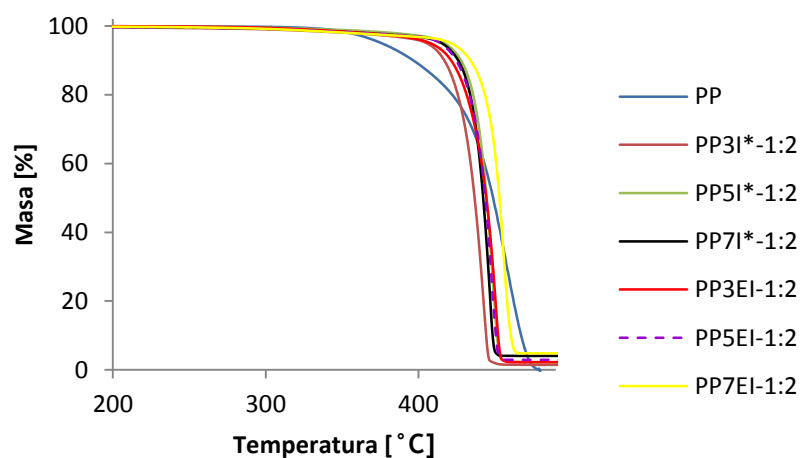


Figura 3.22. Porcentaje de masa vs. temperatura del ensayo termogravimétrico del PP y de los nanocompuestos sin variar la cantidad de compatibilizante.

En la Figura 3.22 se observa que al aumentar la cantidad de nanoarcillas dentro de la matriz, la estabilidad térmica mejora. Esto es debido a que la cantidad de material inorgánico (material con excelente estabilidad térmica como el talco o silicatos) dentro de la matriz aumenta. Sin embargo, también se observa que los nanocompuestos presentan una descomposición “explosiva” a partir de los 410 °C. Este comportamiento es muy parecido a lo observado por Zhang (Zhang, 2003) y muy similar a las curvas descritas por De Paiva (2006) que se muestran en el acápite 1.4.2. Según Zhang esto es debido a la inestabilidad de los cationes que se encuentran presentes en las arcillas. En la Figura 3.24 se observa el porcentaje de masa vs. temperatura del ensayo termogravimétrico de los nanocompuestos reforzados con 7 wt% de arcillas y con diferentes cantidades de compatibilizante. Los nanocompuestos reforzados con 7% de nanoarcillas fueron los elegidos para éste análisis porque fueron los que tuvieron una diferencia significativa al modificar la cantidad de compatibilizante.

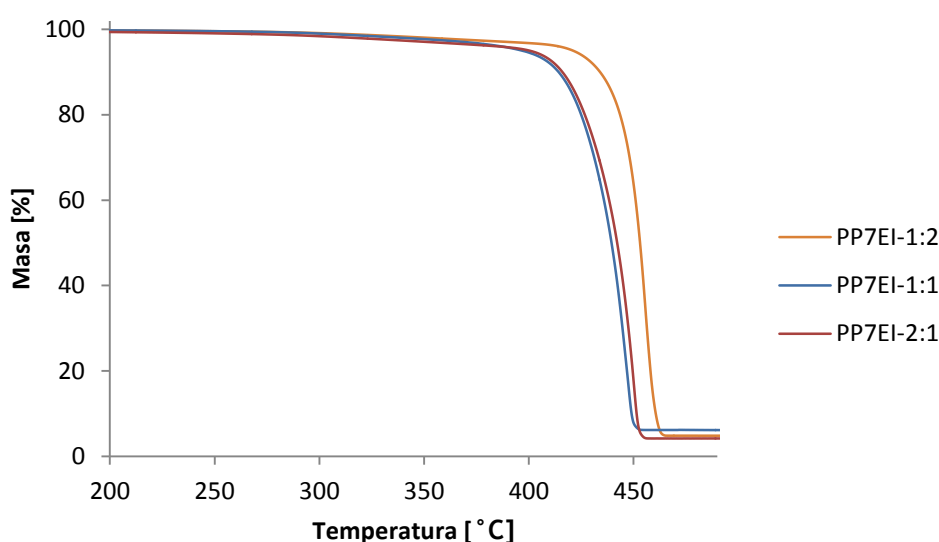


Figura 3.23. Porcentaje de masa vs. temperatura del ensayo termogravimétrico de los nanocompuestos reforzados con 7 wt% de arcillas y con diferentes cantidades de compatibilizante.

En la Figura 3.23 se observa que los nanocompuestos que tienen una relación de PP-g-MA/arcillas de 1:2 muestran una mayor estabilidad térmica que los materiales con una relación de 1:1 y de 2:1. Esto es debido a que el exceso de compatibilizante genera una disminución de estabilidad térmica, tal y como lo indican Hyun y otros (2007) en su estudio [61].

3.2.7. COMPARACIÓN DE PROPIEDADES OBTENIDAS

En la Tabla 3.10 se indican las propiedades de los nanocompuestos obtenidos. En dicha tabla se muestran propiedades de tracción, flexión, impacto, dureza y densidad. Para comparar las propiedades mecánicas de los materiales obtenidos se presenta el gráfico radial de la Figura 3.24. En éste gráfico se pueden apreciar las resistencias a la tracción, flexión e impacto de los materiales obtenidos. Así como también, los módulos y la dureza en escala Shore D.

Tabla 3.10. Propiedades a tracción, flexión, impacto, dureza y densidad de los materiales obtenidos.

Material	Resistencia a la tracción		Módulo de elasticidad a la tracción		Resistencia a la flexión		Módulo de elasticidad tangencial a la flexión		Resistencia al impacto promedio		Dureza promedio		Densidad promedio	
	MPa	CV [%]	MPa	CV [%]	MPa	CV [%]	MPa	CV [%]	kJ/m ²	CV [%]	Shore D	CV [%]	kg/m ³	CV [%]
PP	31	6	1164	9	34	9	1053	8	70	8	61	1	854	1
PP3I*-1:2	31	3	1064	5	36	5	1060	6	44	2	66	1	869	1
PP5I*-1:2	32	4	1876	6	37	8	1183	5	65	6	68	1	874	1
PP5EI*-1:2	33	4	1587	10	38	4	1197	3	44	8	64	1	875	0
PP7I*-1:2	31	4	1087	6	38	6	1213	4	32	3	68	1	880	0
PP3EI-1:2	32	2	1820	4	41	3	1306	4	58	8	66	1	865	0
PP5EI-1:2	32	3	1847	3	48	3	1651	4	35	5	69	1	880	1
PP7EI-1:2	34	3	1859	5	50	4	1736	2	39	4	69	1	885	0
PP3EI-1:1	32	1	1623	9	41	4	1289	6	56	5	67	1	869	1
PP5EI-1:1	33	1	1724	9	42	6	1334	9	40	5	68	1	872	1
PP7EI-1:1	35	4	1792	4	47	7	1636	8	39	3	70	1	881	1
PP3EI-2:1	32	2	1934	9	41	4	1327	4	52	7	66	1	867	1
PP5EI-2:1	36	5	1842	9	49	7	1574	8	39	4	68	1	871	1
PP7EI-2:1	33	3	1722	4	53	6	1864	7	38	2	70	1	880	1

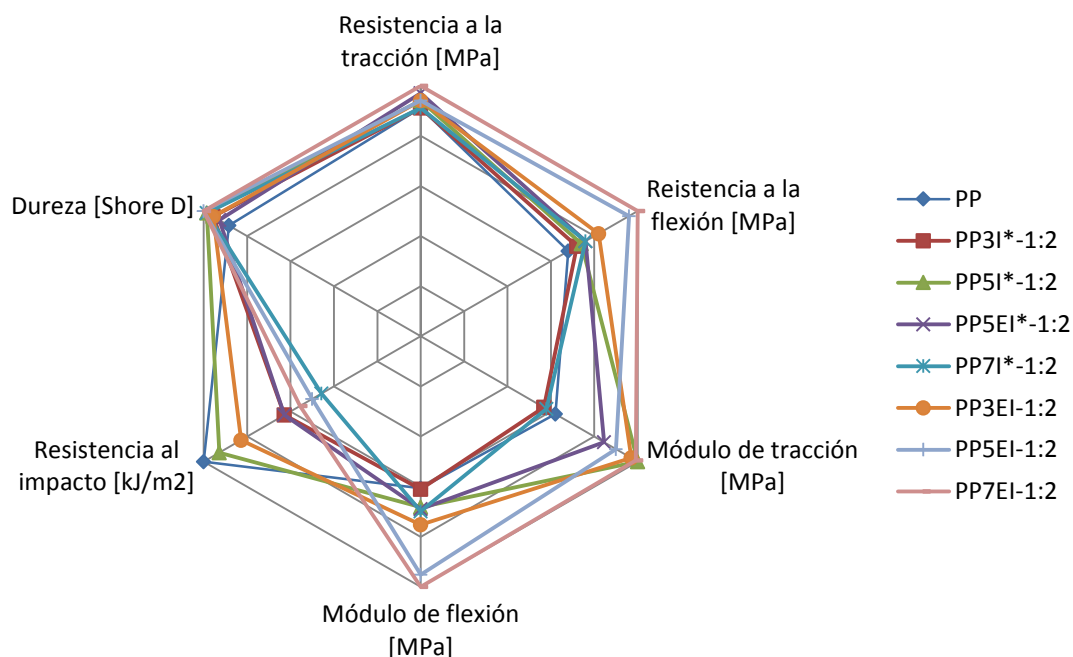


Figura 3.24. Comparación de las propiedades mecánicas de los compuestos obtenidos.

En la Figura 3.24 se puede ver que todos los materiales compuestos tienden a una forma común, esto significa que sus propiedades son similares. Además, se muestra que el PP tiene mayor tenacidad que los nanocompuestos obtenidos. Sin embargo, se observa que en las demás propiedades existen mejoras significativas para los nanocompuestos. Cabe señalar que los nanocompuestos que presentan mejores propiedades son los reforzados con 5 y 7 wt%, sin embargo, los materiales reforzados con el 7 wt% de arcillas muestran una menor deformación como se explicó en el acápite 3.1.1.

Para apreciar el efecto en las propiedades mecánicas de los nanocompuestos obtenidos y su relación con el peso del material en las Figuras 3.25 y 3.26 se observan las propiedades de tracción y flexión específicas de los materiales analizados en el presente estudio.

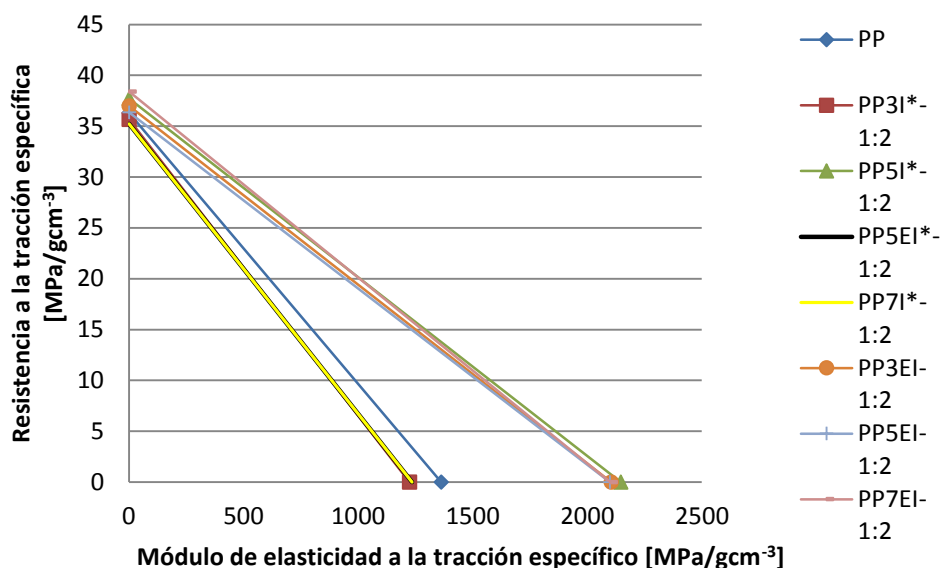


Figura 3.25. Comparación de las propiedades mecánicas específicas a tracción de los compuestos obtenidos.

En la Figura 3.25 se observa que los nanocompuestos obtenidos a partir de masterbatch de arcillas, con excepción del PP5I*-1:2, muestran menor resistencia específica y menor módulo a tracción que los reforzados con arcillas en polvo. También se observa que los nanocompuestos obtenidos a partir de arcillas en polvo muestran propiedades específicas a tracción bastante similares. Esto es debido a que los nanocompuestos fabricados a partir de nanoarcillas presentan una mayor adherencia sobre la matriz.

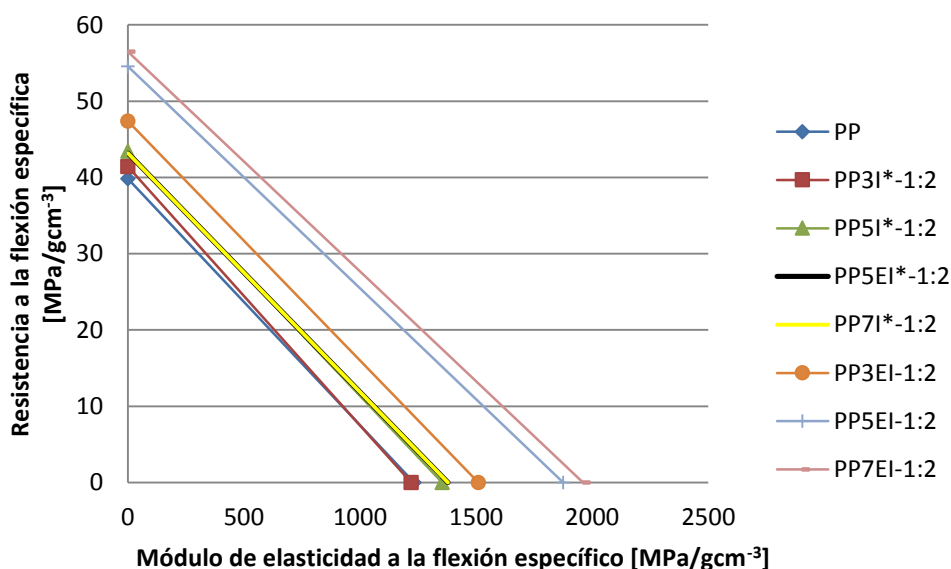


Figura 3.26. Comparación de las propiedades mecánicas específicas a flexión de los compuestos obtenidos.

Al igual que en las propiedades a tracción, en la Figura 3.26 se observa que los materiales que presentan menores propiedades específicas a flexión son el PP y los nanocompuestos reforzados con arcillas en polvo. Los nanocompuestos que presentan mejores propiedades específicas a flexión son los reforzados con 7 wt% seguidos por los reforzados con 5 y 3 wt% de arcillas en polvo. Sin embargo, tal como se explicó en los capítulos anteriores los nanocompuestos reforzados con 7 wt% presentan menor deformación, en comparación con los resultados del PP y de los nanocompuestos obtenidos a partir del 3 y 5 %wt de arcillas en polvo debido a la disminución en la movilidad de las cadenas poliméricas. Con ello, se puede concluir que los materiales que presentan una mejor combinación de propiedades mecánicas son los reforzados con 5 wt% de arcillas en polvo.

3.2.8. COMPARACIÓN CON RESULTADOS DE OTROS AUTORES

Para comparar los resultados obtenidos en este proyecto con los expuestos en el apartado 1.4, se debe considerar que los materiales y ensayos no necesariamente fueron idénticos. Por ello, esta comparación estará enfocada en el efecto que produce la adición de nanoarcillas a la matriz. Para un mejor efecto se decidió realizar las comparaciones dividiendo en propiedades a tracción, flexión, impacto y termogravimétrico. Para materiales con la misma matriz y refuerzo se comparan los datos del porcentaje de incremento con respecto al PP. En cambio para la comparación de propiedades con otro tipo de matrices u otro tipo de refuerzos se comparan las propiedades específicas promedio de cada material con las propiedades específicas promedio de la mejor composición obtenida en el presente estudio (PP5EI-1:2). Dicha composición presenta las siguientes propiedades: Resistencia a la tracción de 32 MPa, módulo de elasticidad a la tracción de 1847 MPa, resistencia a la flexión de 48 MPa, módulo de elasticidad tangencial a la flexión de 1651 MPa, resistencia al impacto promedio de 35 kJ/m², dureza Shore D promedio de 69 y una densidad promedio de 880 kg/m³.

3.2.8.1. Propiedades a tracción

Para comparar el efecto de la cantidad de arcillas se utilizó el estudio realizado por Ataefard y Moradian (2011) en el cual se utilizó montmorillonita orgánica modificada Cloisite 15A distribuida por Southern Clay Products con polipropileno (PP grado V30S) distribuido por Arak Petrochemical Company y polipropileno maleizado tipo Fusabond P MD353D distribuido por Du Pont Company. El PP usado por Ataefard y Moradian presentó una resistencia a la tracción de 26 MPa y un módulo de elasticidad de 775 MPa. En el caso de Advani, Liu y Wu (2001) usaron arcillas modificadas con otro

componente (trimetil hexadecil bromida de amonio) que mejora la intercalación de las arcillas montmorilloníticas dentro de la matriz de PP. El PP usado por Liu presenta una resistencia a la tracción de 20 MPa y un módulo de elasticidad de 850 MPa. Mientras que el PP usado en el presente estudio muestra una resistencia a la tracción de 31 MPa y un módulo de elasticidad de 1164 MPa. La información de las resistencias del PP son indicadas ya que en la Figuras 3.27 y 3.28 se encuentran valores de mejora porcentual, tomando como referencia la resistencia del PP de cada estudio. De la comparación de los resultados obtenidos en estos estudios se obtienen los gráficos de las Figuras 3.27 y 3.28.

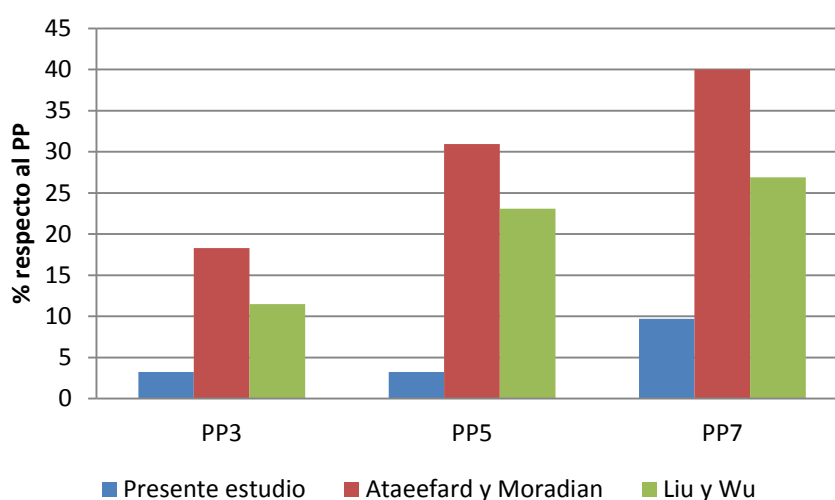


Figura 3.27. Incremento de la resistencia a la tracción de los nanocompuestos obtenidos en este estudio con los de Ataefard y los de Liu.

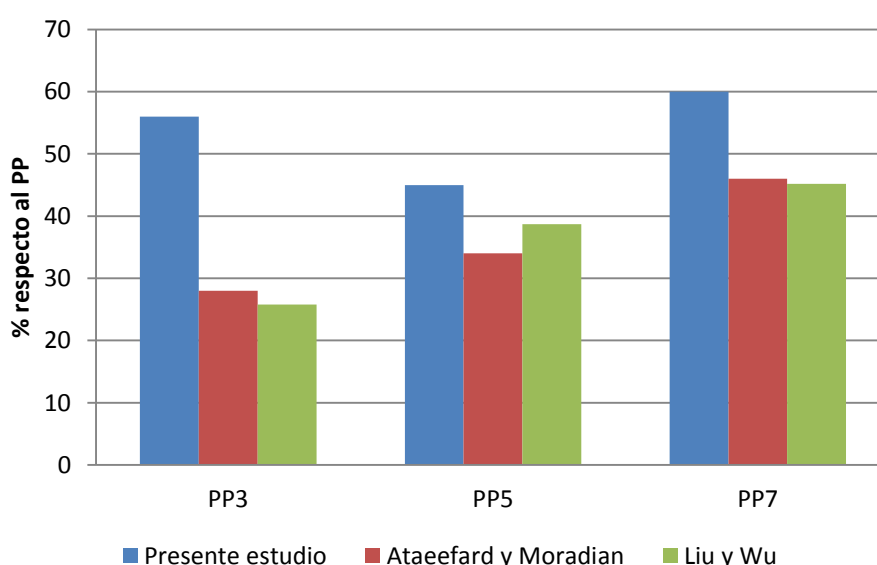


Figura 3.28. Incremento del módulo de elasticidad de los nanocompuestos obtenidos en este estudio con los de Ataefard y los de Liu.

De acuerdo con los resultados mostrados en la Figura 3.27 se observa que el aumento de las resistencias a la tracción de los nanocompuestos obtenido en este estudio respecto a la matriz de PP es 15, 28 y 30% inferior al presentado por Ataefard y Liu para los nanocompuestos reforzados con 3, 5 y 7 wt%, respectivamente. Sin embargo, como se observa en la Figura 3.28 al comparar los valores del incremento del módulo de elasticidad se obtienen valores 28, 11 y 14% mayores que los obtenidos por Ataefard y Moradian para nanocompuestos reforzados con 3, 5 y 7 wt%, respectivamente. La variación en la resistencia a la tracción y en el módulo se debe a que Ataefard y Moradian usaron polipropileno maleizado con mayor índice de fluidez (470 g/10 min). Este mayor índice de fluidez hace que mejore la interfaz de las nanoarcillas con la matriz, produciendo una mayor resistencia y un módulo de elasticidad relativamente alto. En cuanto al estudio realizado por Liu y Wu la mejora en la intercalación de las arcillas también produce una mejor interfaz que hace que se obtenga resultados similares a los mostrados por Ataefard y Moradian.

En la Figura 3.29 se muestran los resultados de resistencia a la tracción específica promedio para el PP5EI-1:2 del presente estudio y compuestos reforzados con materiales lignocelulósicos, fibras naturales y fibras sintéticas de estudios realizados en el Laboratorio de Nuevos Materiales de la Escuela Politécnica Nacional. Dichos estudios fueron realizados por Daniel Villamar (2013), Juan Páez (2011) y Jorge Cevallos con José Tenesaca (2012).

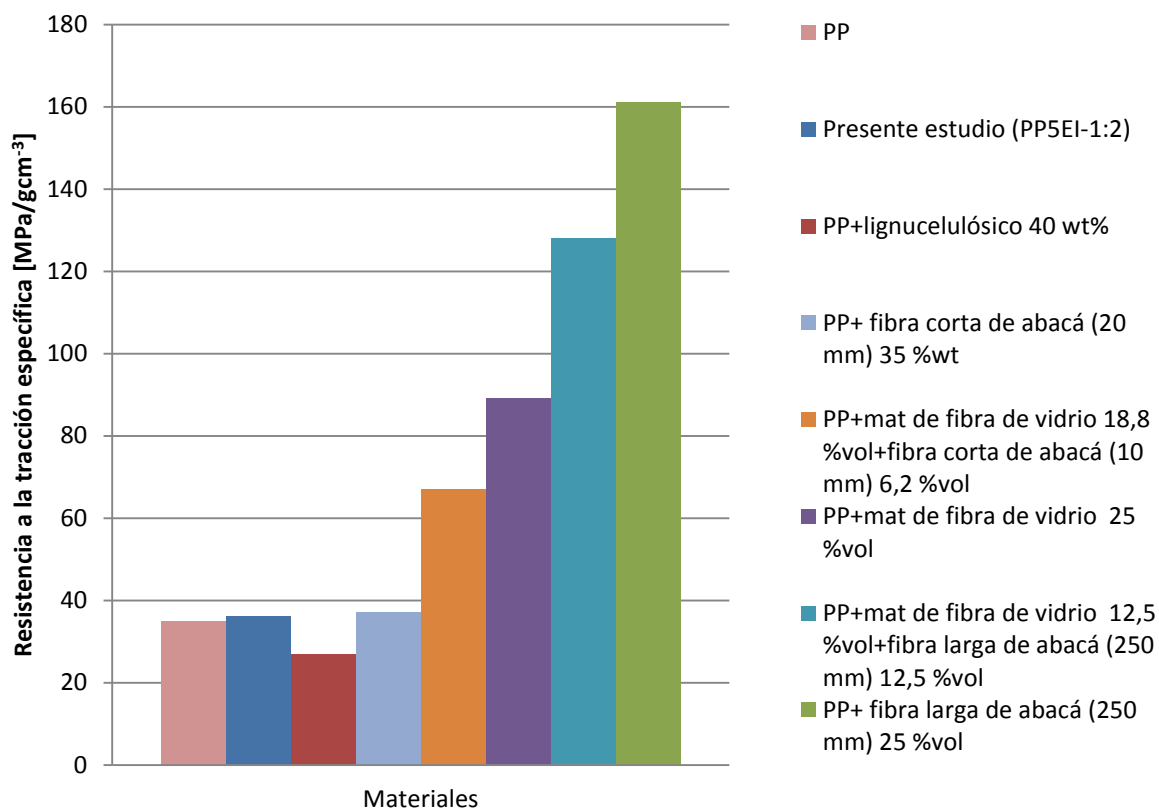


Figura 3.29. Resistencia a la tracción específica promedio del nanocompuesto PP5EI-1:2 y de compuestos reforzados con materiales lignocelulósicos, fibras naturales y fibras sintéticas.

En la Figura 3.29 se observa que Al comparar los compuestos de matriz polimérica de PP, el compuesto reforzado con 5 wt% de arcillas con el compuesto reforzado con 40 wt% de lignocelulósico (madera en polvo) se aprecia que las nanoarcillas debido a su tamaño nanométrico y a su gran superficie específica proporciona un mejor refuerzo. En comparación con los compuestos reforzados con fibras: los compuestos con fibras corta de abaca exhiben un incremento similar en un rango entre el 2 y el 5 % respecto a la matriz. Cuando se agregan fibras largas o fibras sintéticas al PP la resistencia a tracción de los compuestos se incrementa entre el 88 y 347 % respecto a la matriz, que es mucho mayor al 5% de incremento producido por las arcillas. Sin embargo, es importante indicar que la carga de refuerzo de las fibras largas y sintéticas es aproximadamente 15 veces mayor que la de las nanoarcillas.

En la Figura 3.30 se indican los resultados de módulo de elasticidad a la tracción específico promedio para el PP5EI-1:2 del presente estudio y compuestos con otro tipo de refuerzos.

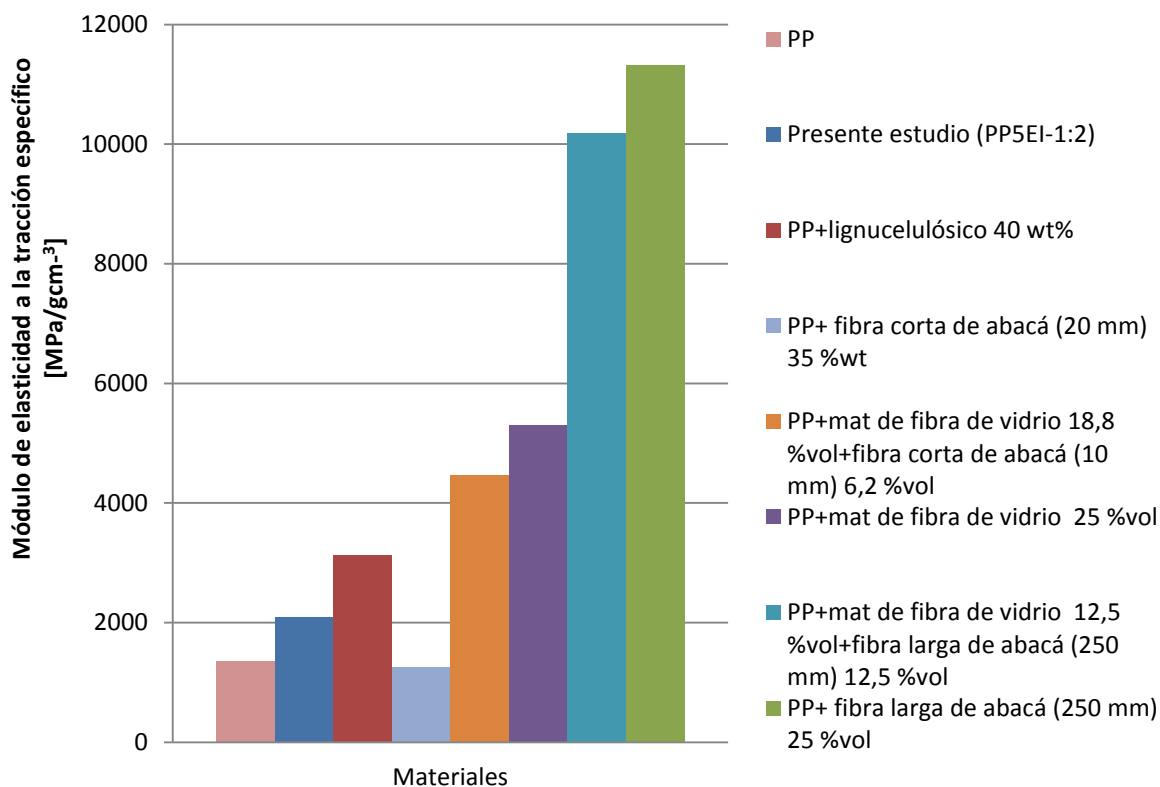


Figura 3.30. Módulo de elasticidad específico promedio del nanocompuesto PP5EI-1:2 y de compuestos reforzados con materiales lignucelulósicos, fibras naturales y fibras sintéticas.

En la Figura 3.30 se aprecia que los compuestos reforzados con material lignucelulósico presenta un módulo de elasticidad específico 49% mayor que el del presente estudio, esto se atribuye al mayor porcentaje de refuerzo añadido. Los compuestos con fibras cortas estudiados por Juan Páez (2007) presentan módulo de elasticidad específico 40% menor que el del presente estudio, esto es debido a que Páez utilizó un PP que en los ensayos de tracción revela un módulo de elasticidad de apenas 549 MPa [62]. Al igual que en la resistencia a la tracción específica se observa que los compuestos reforzados con fibras largas naturales y sintéticas revelan un módulo de elasticidad mayor del orden del 385%. Esto es debido a que siempre las fibras largas o el mat de fibras proporcionan un mayor refuerzo cuando se trata de propiedades mecánicas. Sin embargo, al igual que en el caso anterior es importante citar que la cantidad de arcillas colocadas en la matriz es 15 veces mayor que la cantidad de fibras naturales y sintéticas de los otros estudios.

3.2.8.2. Propiedades a flexión

Similar a lo que se hizo en las propiedades a tracción, se compararon el incremento de las propiedades de los nanocompuestos obtenidos en el presente estudio con los nanocompuestos similares obtenidos por otros autores en función del PP. Luego se compararon las propiedades específicas a flexión con otros tipos de materiales. Para evaluar la influencia de la cantidad de refuerzo y la cantidad de compatibilizante en comparación con otros autores se tomaron en cuenta tres estudios de PP reforzados con nanoarcillas. El primero realizado por Ziaei y Danesh (2011) en el cual se utilizó una matriz de polipropileno (PP V30S). Dicha matriz, presenta una resistencia a la flexión de 42 MPa y un módulo de elasticidad de 2500 MPa. Ziaei utilizó como compatibilizante PP-g-MA con nombre comercial Priex 20070 y como refuerzo utilizó arcillas montmorilloníticas del tipo Cloisite 10A. El segundo fue realizado por Din Ding y otros (2005) según lo indica Advani en su libro [14]. El tercer estudio también fue realizado por Ding y otros (2008). En éste estudio se utiliza PP isotáctico (F401) provisto por Guangzhou Petroleum Chemical con polipropileno maleizado preparado por Ding y su grupo de investigadores [63]. El primero y segundo estudio se utiliza para comparar el efecto que tiene la cantidad de nanoarcillas en las propiedades a flexión, mientras que el tercero se utiliza para comparar el efecto que tiene el aumentar la cantidad de compatibilizante cuando se tiene 3 wt% de arcillas. Se utiliza el 3 wt% porque fue el que eligió Ding en su estudio. En la Figura 3.31 se muestra el porcentaje incremento del esfuerzo a flexión promedio respecto al PP de los nanocompuestos obtenidos en este estudio con los de Ziaei y los de Ding.

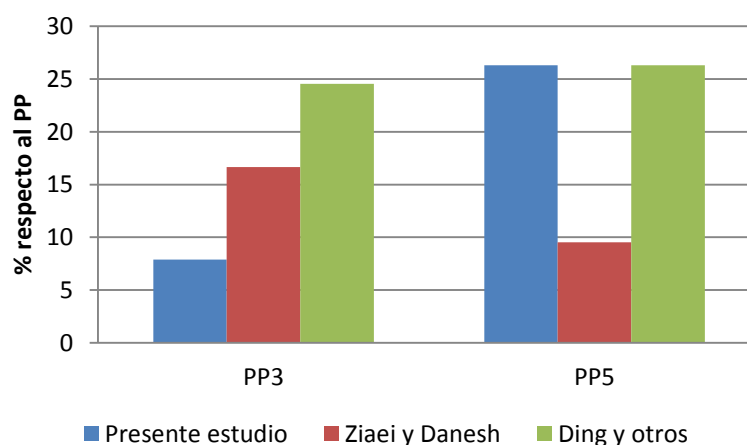


Figura 3.31. Incremento de la resistencia a la flexión de los nanocompuestos obtenidos en este estudio y los obtenidos por Ziaei y Ding.

De acuerdo con los resultados mostrados en la Figura 3.31 se observa que el aumento de la resistencia a la flexión del nanocompuesto obtenido en este estudio respecto a la matriz de PP es inferior para los compuestos reforzados con 3 wt% de arcillas, pero es superior para los compuestos reforzados con 5 wt% de arcilla en comparación con los resultados presentados por Ziaei y los de Ding. La variación de resultados al 3 wt% pueden deberse al tipo de PP utilizado en estos estudios, mientras que en el presente estudio se utiliza un PP con resistencia a la flexión de 34 MPa, en los estudios de Ziaei y Ding se utiliza PP de 42 y 57 MPa, respectivamente. La variación que existe con un refuerzo del 5 wt% según Ziaei se debe a las aglomeraciones de arcillas presentes en los nanocompuestos. En la Figura 3.32 se muestra el incremento del módulo de elasticidad tangencial a la flexión respecto al PP de los nanocompuestos obtenidos en este estudio con los de Ziaei y los de Ding.

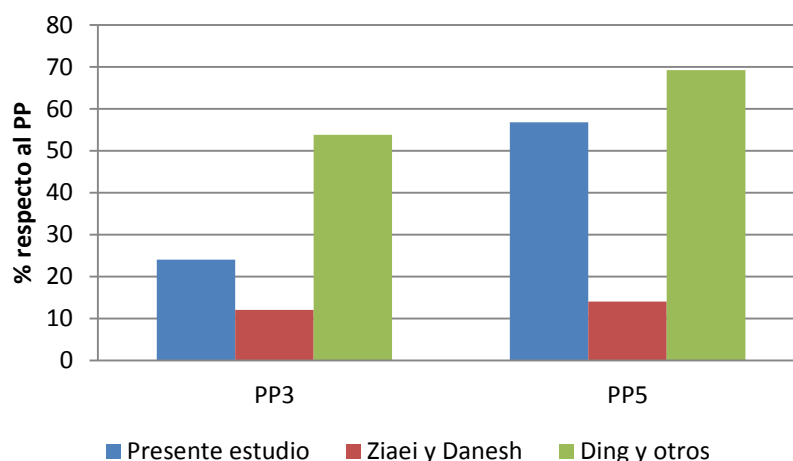


Figura 3.32. Comparación del módulo de elasticidad a la flexión de los nanocompuestos obtenidos en el presente estudio con los presentados por Ziaei y Ding.

Al comparar los valores del módulo de elasticidad del nanocompuesto obtenido en este estudio respecto al PP se obtienen valores mayores que los obtenidos por Ziaei y Danesh como se observa en la Figura 3.32. Las diferencias en las propiedades mecánicas entre los dos estudios se deben al índice de fluidez del compatibilizante. Ziaei y Danesh utilizaron polipropileno maleizado de menor índice de fluidez que el utilizado en el presente estudio e igual a 70 g/10 min. En cuanto al estudio realizado por Ding y otros, se tiene un mayor aumento debido a que Ding utilizó un PP más rígido (1300 MPa) que el utilizado en el presente estudio (1053 MPa). Sin embargo, se observa una tendencia similar. En las Figuras 3.33 y 3.34 se muestra el incremento

del esfuerzo y módulo de elasticidad a la flexión respecto al PP de los nanocompuestos reforzados con 3 wt% en polvo con diferentes cantidades de compatibilizante del presente estudio y del estudio realizado por Ding y otros.

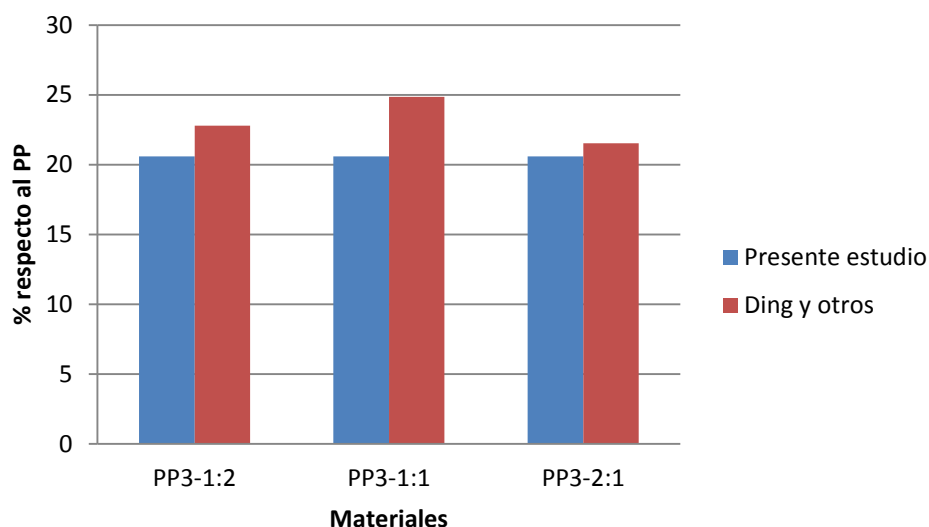


Figura 3.33. Incremento de la resistencia a la flexión de los nanocompuestos PP3EI con diferente cantidad de compatibilizante y los obtenidos por Ding y otros.

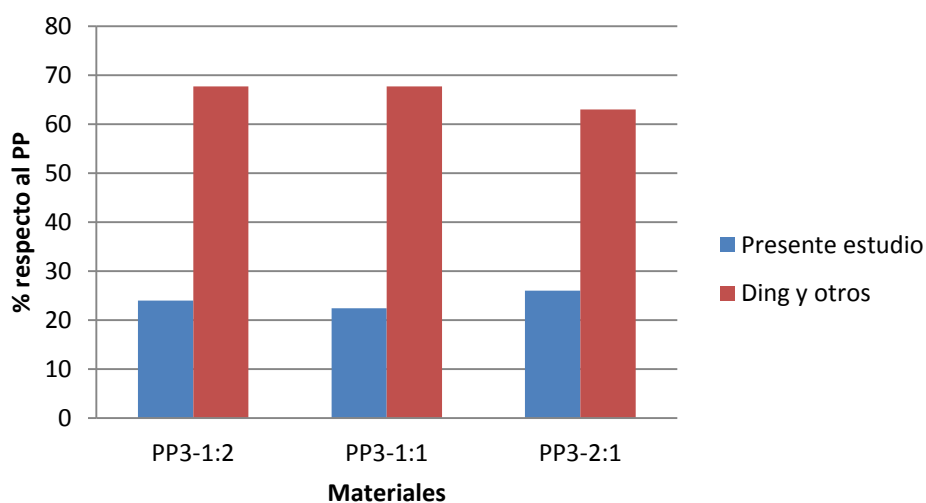


Figura 3.34. Incremento del módulo de elasticidad a la flexión de los nanocompuestos PP3EI con diferente cantidad de compatibilizante y los obtenidos por Ding y otros.

En la Figura 3.33 se observa que en el estudio realizado por Ding se tiene un incremento en la resistencia a la flexión ligeramente mayor que el obtenido en el presente estudio. Sin embargo, la tendencia de no influir de manera significativa sobre las propiedades mecánicas al añadir compatibilizante se mantiene. En lo que respecta

al módulo a la flexión en la Figura 3.34 se observa que en la investigación realizada por Ding y otros, se tiene un incremento mucho mayor. Esto se debe a que Ding utilizó como matriz un PP mucho más rígido que el utilizado en el presente estudio. Cabe indicar que la tendencia de mantener casi constante el módulo a la flexión a pesar de aumentar la cantidad de compatibilizante se mantiene.

En las Figuras 3.35 y 3.36 se aprecia la resistencia a la flexión específica promedio y el módulo de elasticidad a la flexión específico promedio para el PP5EI-1:2 del presente estudio y compuestos con otro tipo de refuerzos de estudios realizados en el LANUM.

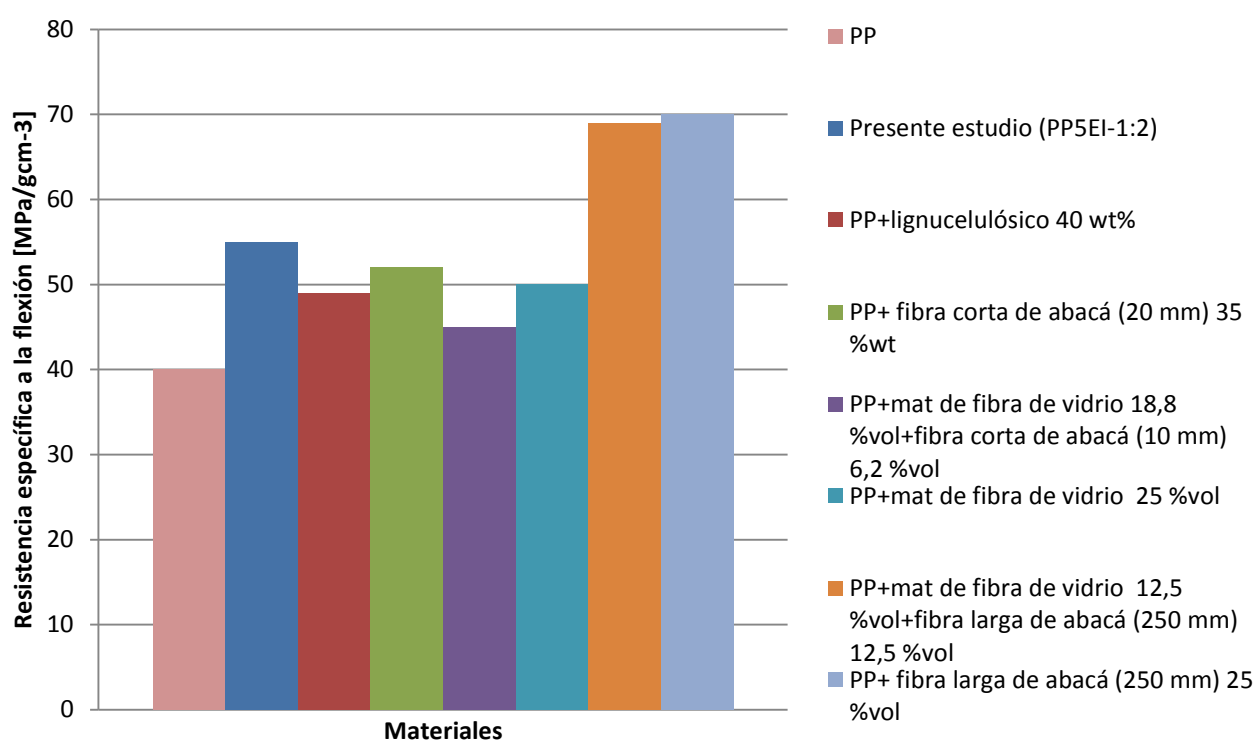


Figura 3.35. Resistencia a la flexión específica promedio del nanocompuesto PP5EI-1:2 y de compuestos reforzados con materiales lignucelulósicos, fibras naturales y fibras sintéticas.

En la Figura 3.35 se observa que los únicos compuestos que presentan una resistencia específica a la flexión mayor que los nanocompuestos reforzados con 5 wt% de arcilla son los reforzados con fibra larga de abacá y los reforzados con fibra larga de abacá+mat de fibra de vidrio. Con esto se justifica su gran aplicabilidad en elementos que funcionan a flexión principalmente, para obtener elementos más livianos y resistentes. La mejora en la resistencia a la flexión se justifica con la gran

área superficial que presentan las arcillas. Esta gran área superficial hace que se comporten como un excelente refuerzo a flexión con cantidades de aproximadamente 15 veces menor que las usadas con refuerzos de fibras.

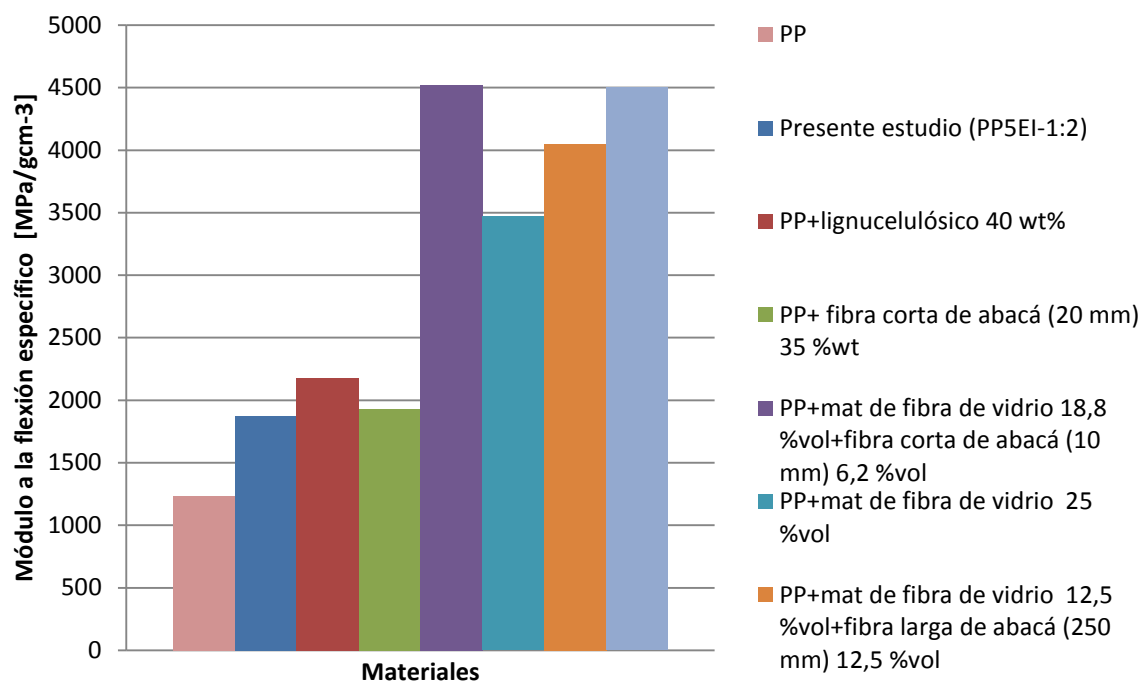


Figura 3.36. Módulo a la flexión específico promedio del nanocompuesto PP5EI-1:2 y de compuestos reforzados con materiales lignucelulósicos, fibras naturales y fibras sintéticas.

En la Figura 3.36 se observa que todos los materiales presentan un módulo a la flexión mayor que el caracterizado en el presente estudio. Sin embargo, es importante mencionar que las nanoarcillas no influyen de manera significativa en la deflexión del material, a diferencia de los materiales reforzados con fibras que según lo indican Cevallos y Tenesaca (2012) en algunos casos hacen que el material tenga un comportamiento frágil a la flexión [64].

3.2.8.3. Propiedades a impacto

Según lo indica Advani [14] existen pocos estudios de propiedades de impacto para nanocompuestos similares a los obtenidos en el presente estudio presente estudio. De acuerdo con Advani se observan incrementos del orden del 20 y 17% para refuerzos del 3 y 5 wt%, respectivamente. Sin embargo según el estudio realizado por Lucilene de Paivase tiene un decremento del orden del 5 y 10 % para los

nanocompuestos reforzados con 3 y 5 wt%, respectivamente. Sin embargo Paiva observó también un incremento en la 9% para los nanocompuestos reforzados con el 5 wt%. Los resultados del incremento o decremento (incremento negativo) de la resistencia al impacto de los nanocompuestos obtenidos con respecto al PP del presente estudio y de la investigación realizada por Paiva se muestran en la Figura 3.37.

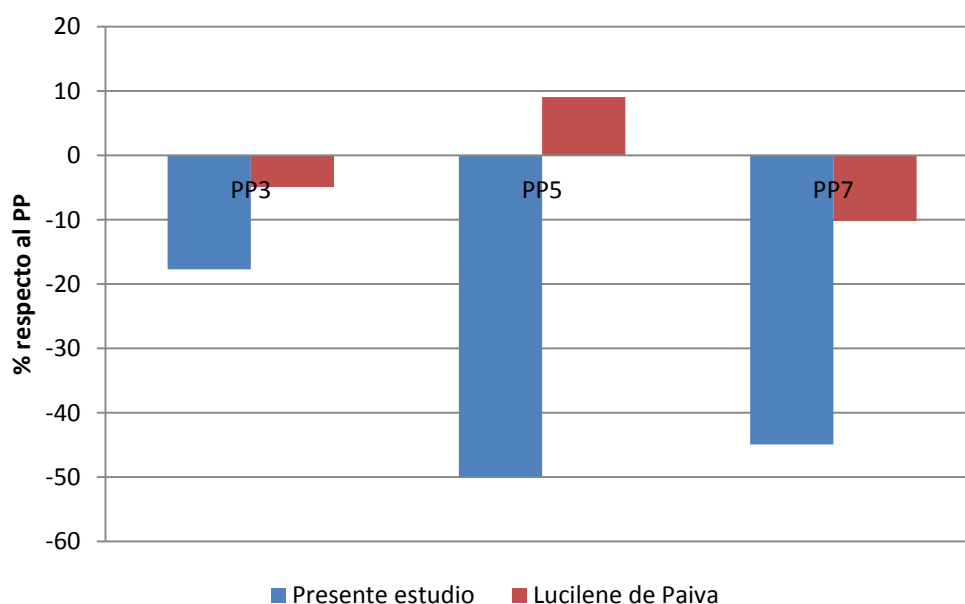


Figura 3.37. Disminución de la resistencia al impacto de los nanocompuestos obtenidos y los presentados por Lucilene De Paiva.

En la Figura 3.37 se observa como en el estudio realizado por Lucilene de Paiva también se tiene una disminución en la resistencia al impacto. Sin embargo, es importante destacar que dicha disminución no es tan alta como la que se presenta en éste estudio. Según, Kim y otros (2007) el peso molecular y el índice de fluidez del polipropileno maleizado influye directamente en la adhesión de las partículas en la matriz [65].

3.3. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y TERMOMECAÁNICA DEL PROTOTIPO SELECCIONADO

Basándose en el acápite 2.7, selección del prototipo se determino que el prototipo a estudiarse era la bandeja de batería, para la caracterización de la bandeja de batería se extrajeron probetas de tracción y flexión. Además se realizó el análisis termogravimétrico de las muestras. Los ensayos fueron realizados con el proceso que

se explicó en el acápite 2.7.3. Los resultados de estos ensayos se presentan en tablas y gráficos. Los datos que se presentan tabulados son los valores promedio para cada propiedad. Para la obtención de los gráficos que se muestran en este capítulo se eligió una curva tipo para cada composición.

3.3.1. ENSAYO DE TRACCIÓN DEL PROTOTIPO

Los resultados del ensayo de tracción se indican en la Tabla 3.11. En esta tabla se presentan los datos de resistencia a la tracción, módulo de elasticidad, así como también, las elongaciones evaluadas en el esfuerzo máximo y en la caída del esfuerzo.

Para el cálculo de cada propiedad expresada en la Tabla 3.11 se usaron los valores promedio encontrados a partir de los ensayos de tres probetas para el PP y tres probetas para el nanocompuesto PP5EI-1:2 que como se dijo en el ítem anterior, es la composición que presenta una mejor combinación de propiedades mecánicas.

Tabla 3.11. Resistencia, deformación y módulo de elasticidad a tracción de probetas extraídas de las bandejas de batería de PP y de PP5EI-1:2.

Material	Resistencia a la tracción		Deformación @ esfuerzo máximo		Módulo de elasticidad		Deformación @ caída del esfuerzo	
	MPa	CV [%]	%	CV [%]	MPa	CV [%]	%	CV [%]
PP	30	7	11	8	1514	3	21	8
PP5EI-1:2	35	3	5	5	2013	4	9	9

Como se muestra en la Tabla 3.11, las probetas extraídas de la bandeja de nanocompuesto presentaron una mayor resistencia y un mayor módulo de elasticidad, en comparación con la bandeja fabricada de PP. Dichas probetas mostraron una mejora del 17 y 33%, respectivamente. Sin embargo, en lo que respecta a las deformaciones las probetas extraídas de la bandeja de nanocompuesto, éstas presentan una disminución del 50%. Esta disminución se puede apreciar de mejor manera en las curvas comparativas de la Figura 3.38. Cabe indicar que el prototipo seleccionado no está sometido a grandes deformaciones, por ello, la deformación no juega un factor importante.

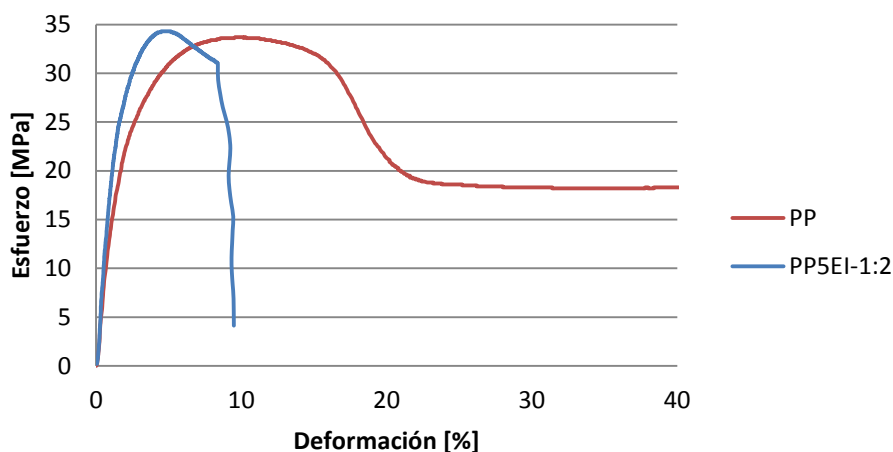


Figura 3.38. Esfuerzo vs. porcentaje de deformación del ensayo de tracción realizado a probetas extraídas de las bandejas de batería de PP y de PP5EI-1:2.

3.3.2. ENSAYO DE FLEXIÓN DEL PROTOTIPO

Los resultados del ensayo de flexión a tres puntos se indican en la Tabla 3.12. En esta tabla se encuentran los datos obtenidos de resistencia a la flexión, módulo de elasticidad tangencial, la deformación evaluada en el esfuerzo máximo y la deformación máxima. Al igual que en el ensayo de tracción y como se explicó en el acápite 2.7.3.2 para este ensayo se extrajeron tres probetas de cada bandeja.

Tabla 3.12. Resistencia, deformación y módulo de elasticidad a flexión de probetas extraídas de las bandejas de batería de PP y de PP5EI-1:2.

Material	Resistencia a la flexión		Deformación @ esfuerzo máximo		Módulo de elasticidad tangencial		Deformación máxima	
	MPa	CV	%	CV [%]	MPa	CV [%]	%	CV
PP	68	7	10	4	1197	7	13	5
PP5EI-1:2	90	5	8	8	2290	1	12	4

Como se muestra en la Tabla 3.12 las probetas de la bandeja fabricada con el nanocompuesto PP5EI-1:2 presentó mejoras del 32 y 91% para la resistencia a la flexión y módulo de elasticidad tangencial en comparación con las de PP. En lo que se refiere a las deformaciones se observa una leve disminución. En las curvas comparativas de la Figura 3.39 se pueden apreciar las curvas de esfuerzo vs. porcentaje de deformación a la flexión de las probetas extraídas de las bandejas fabricadas con PP y con PP5EI-1:2.

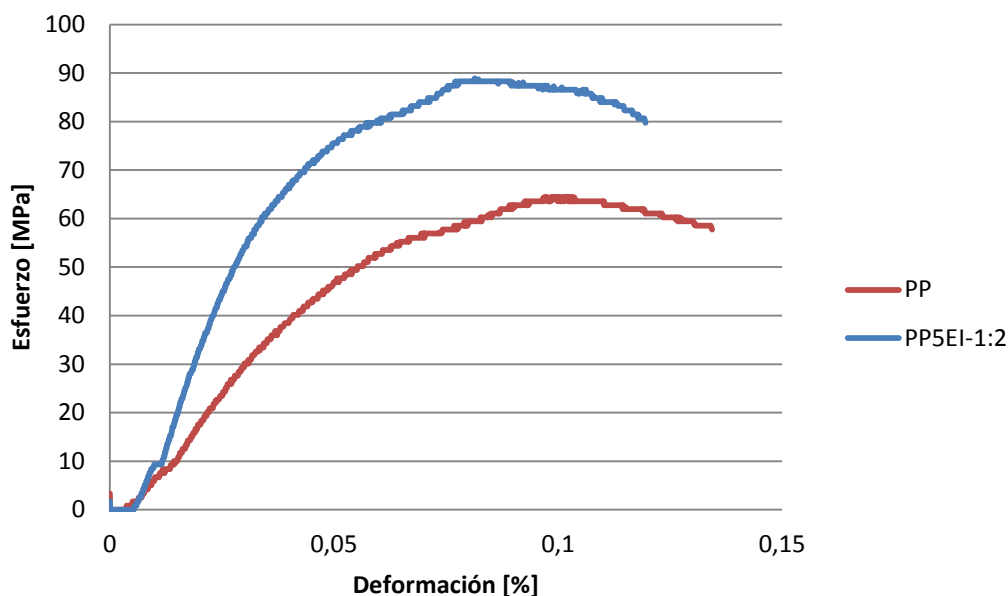


Figura 3.39. Esfuerzo vs. porcentaje de deformación del ensayo de flexión realizado a probetas extraídas de las bandejas de batería de PP y de PP5EI-1:2.

3.3.3. ENSAYO DE CARGA PUNTUAL DEL PROTOTIPO

Tal como se explicó en el acápite 2.7.3.3, para este ensayo se realizó una base para simular el funcionamiento de la batería. Sobre esta base se colocó la bandeja y se aplicó una carga puntual en el centro para observar su comportamiento. En la Figura 3.40 se encuentran las curvas de fuerza vs. deflexión de las bandejas de nanocompuesto (PP5EI-1:2) y de PP.

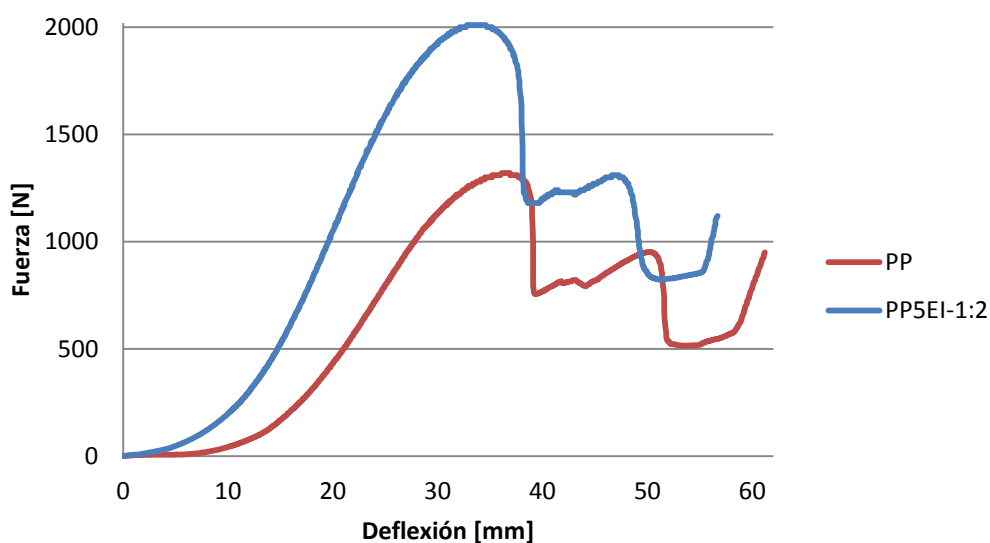


Figura 3.40. Fuerza vs. porcentaje deflexión del ensayo de carga puntual realizado en las bandejas de batería de PP y de PP5EI-1:2.

Tal como se identifica en la Figura 3.40, la bandeja de batería fabricada con nanocompuesto tiene una carga máxima de 2010 N, mientras que la bandeja fabricada con PP resiste apenas 1320 N. Esto indica que al agregar 5 wt% de arcillas en polvo al material se obtiene una mejora del orden del 52% en la carga máxima.

3.3.4. ENSAYO TERMOGRAVIMÉTRICO DEL PROTOTIPO

El ensayo termogravimétrico fue realizado con pequeñas muestras extraídas de las bandejas de PP y de PP5EI-1:2. Para dicho ensayo, al igual que para el ensayo termogravimétrico de las probetas con las distintas composiciones se usó el analizador termogravimétrico TGA Q500. Las curvas comparativas de porcentaje de masa vs. temperatura obtenidas de este ensayo se indican en la Figura 3.41.

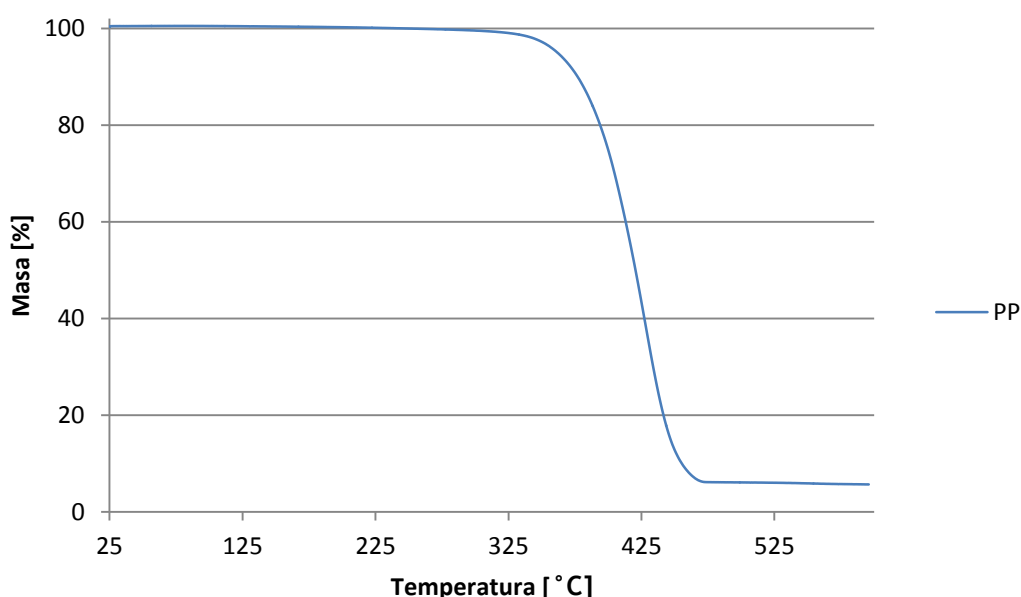


Figura 3.41. Porcentaje de masa vs. temperatura del ensayo termogravimétrico realizado en las bandejas de batería de PP y de PP5EI-1:2.

Como se observa en la Figura 3.41 la bandeja fabricada con material compuesto tipo PP5EI-1:2 presenta una mejor estabilidad térmica desde los 340°C. Se observa una ligera diferencia en la estabilidad del PP en comparación con los resultados del punto 3.1.6 debido a que el PP utilizado por la empresa TEXTICOM no es el mismo que el utilizado en el presente estudio.

3.4. POST-PROCESAMIENTO DE LA SIMULACIÓN

Se conoce que dentro del campo automotriz se desea reducir el peso de los elementos. Si un material presenta mejores propiedades es razonable la reducción de espesores reduciendo así el volumen de los elementos. Por ello en este acápite haciendo uso de la simulación se muestran los resultados de la disminución de las dimensiones de la bandeja.

3.4.1. SIMULACIÓN DEL PROTOTIPO SIN CAMBIOS DE LA GEOMETRÍA

Se generaron dos simulaciones con la geometría y dimensiones provistas por GM Ecuador. La primera se realizó con el material original y la segunda con el nanocompuesto. Se observa la distribución de esfuerzos y la deformación del elemento solicitados en el pre-procesamiento (acápites 2.7.4.1). Con los factores de seguridad se analizaron las zonas críticas de la geometría. La herramienta de esfuerzo (factor de seguridad del esfuerzo máximo equivalente) muestra una variación en la resistencia de la bandeja como se indica en la Figura 3.42.

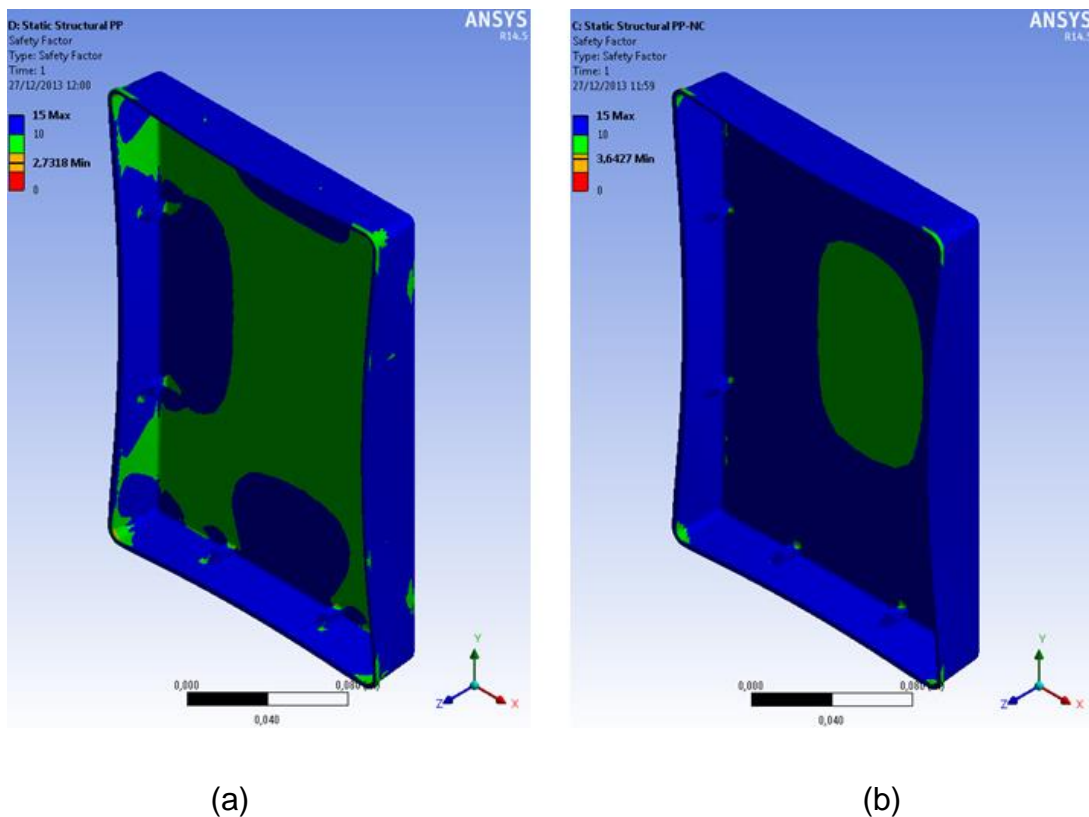


Figura 3.42. Herramientas de esfuerzo: esfuerzo máximo equivalente. (a) bandeja de PP (b) bandeja de material nanocompuesto.

La variación en la deformación de la bandeja y el esfuerzo máximo equivalente se registran en la Tabla 3.13. Con la ecuación 3 - 1 se calculó el porcentaje de la mejora del comportamiento del material.

Tabla 3.13. Datos obtenidos de la simulación de la bandeja de PP y de la bandeja de material compuesto.

Espesor	Volumen	Carga	Esfuerzo máximo principal	Deformación total	FS del esfuerzo máximo equivalente
mm	mm ³	N	MPa	mm	-
2,0 PP	169150,6	150	11,7	10,24	2,73
2,0 PP-arcilla	169150,6	150	11,7	7,06	3,64

$$\% MCM = \frac{EME_{bandeja MC} - EME_{bandeja PP}}{EME_{bandeja PP}} \cdot 100 \quad (3 - 1)$$

Donde;

% MCM: Porcentaje de mejora del comportamiento del material.

$EME_{bandeja MC}$: Esfuerzo máximo equivalente de la bandeja de material compuesto.

$EME_{bandeja PP}$: Esfuerzo máximo equivalente de la bandeja de PP.

$$\% MCM = \frac{3,64 - 2,73}{2,73} \cdot 100 = 33,3\%$$

En comparación de los resultados de deformación presentados en la Figura 3.40. (prototipo) y los valores registrados en la Tabla 3.13. (simulación) se aprecia una deformación mayor para las bandejas de PP (matriz pura) y una deformación menor para las de material compuesto, presentando una reducción de deformación entre el 42-45% respecto a la matriz pura. De la ecuación 3-1 se observa que existe una mejora del comportamiento de la bandeja frente a cargas de un 33.3 % por lo que se puede optimizar el prototipo.

3.4.2. OPTIMIZACIÓN DEL PROTOTIPO

Se buscó reducir el peso igualando el factor de seguridad (FS) del máximo esfuerzo equivalente provisto por el programa sobre la bandeja de material compuesto con el de la bandeja de PP provista por GM Ecuador. Para la reducción del peso se optó por reducir espesores y cambiar la geometría.

3.4.2.1. Reducción de espesores

Para la reducción del espesor se tomó en cuenta varias bandejas con distintos espesores. Dichas bandejas tienen las propiedades del nanocompuesto. Se tomó como referencia el espesor inicial y el aumento en el factor de seguridad en el esfuerzo máximo equivalente. Los resultados de las simulaciones a distintos espesores se presentan en la Tabla 3.14.

Tabla 3.14. Propiedades y resultados de las simulaciones sobre la bandeja provista por GM y las bandejas con reducción de espesor.

Material	Espesor	Volumen	Peso	Esfuerzo máximo principal	Deformación total	F.S.
-	mm	mm ³	g	MPa	mm	-
PP-arcilla	1.2	95336.7	83.9	32.7	42.95	1.276
	1.3	102676.5	90.3	28.1	34.67	1.52
	1.4	111279.4	97.9	23.5	27.45	1.79
	1.5	118528.7	104.3	20.5	22.69	2.07
	1.6	125784.4	110.7	18.7	18.93	2.26
	1.7	131937.8	116.1	17.9	16.20	2.38
PP	2.0	169150.6	148.8	11.7	7.06	3.64
	2.0	169150.6	144.5	11.7	10.24	2.73

Con los puntos del esfuerzo máximo equivalente y los espesores se obtuvo una curva, que se muestra en la Figura 3.43. Esta curva permite igualar esfuerzo máximo equivalente con el de la bandeja de PP.

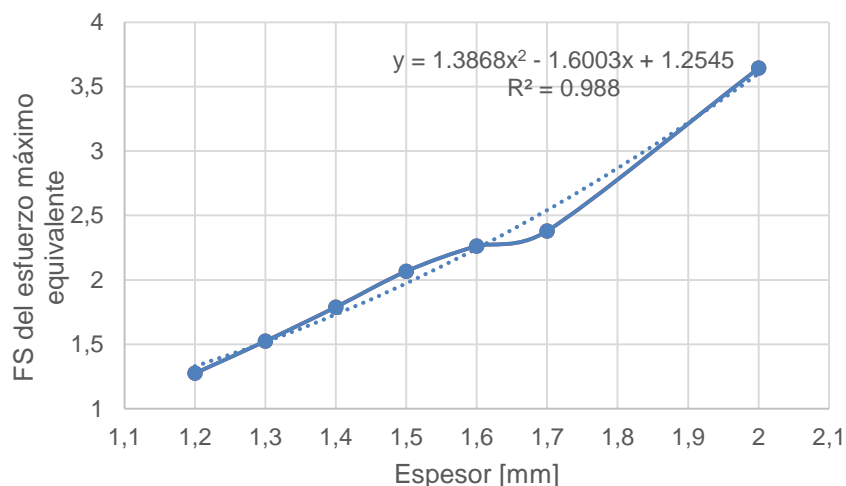


Figura 3.43. Esfuerzo máximo equivalente vs. espesor para reducción del espesor en las bandejas de batería.

Con el uso de la Figura 3.43 se determina que el comportamiento de la bandeja con material compuesto posee un comportamiento a la bandeja provista por GM-Ecuador con un espesor de 1.76 mm. La Figura 3.44 muestra la curva volumen vs. espesor de las bandejas. El espesor de 1.76 mm corresponde a un volumen de 141072.3 mm³.

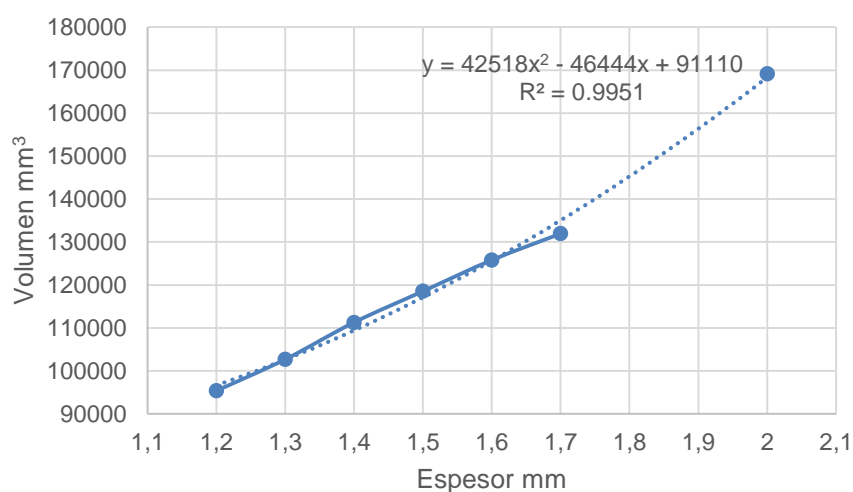


Figura 3.44. Volumen vs. espesor para reducción del espesor en las bandejas de batería.

Los datos de la Figura 3.44 se presentan en la Tabla 3.15. Se calculó el peso de los materiales a partir de la densidad de los mismos. Posteriormente, se determinó el porcentaje de la reducción del peso para el espesor de 1.76 mm y material nanocompuesto en comparación con la bandeja provista por GM-Ecuador.

Tabla 3.15. Peso de la bandeja original y la bandeja con reducción del espesor.

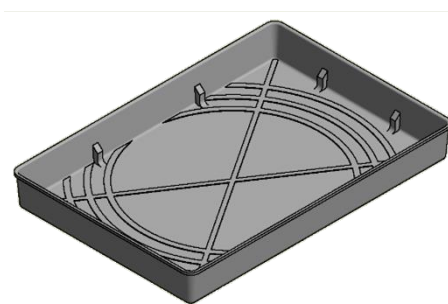
Espesor	Material	Volumen	Densidad	Peso
mm	-	mm³	g/cm³	g
2.00	PP	169150.6	0.854	144.5
1.76	PP-arcilla	141072.3	0.880	124.1

Se tiene una reducción del peso de 14.11% respecto al prototipo original. Esta mejora podría incrementarse al modificar la geometría de la pieza, como se explica a continuación.

3.4.2.2. Modificación de la geometría

En la simulación se observaron varias distribuciones de esfuerzo del material solicitado mecánicamente. Se observa que la mayor concentración de esfuerzos se encuentra en las nervaduras ubicadas en la parte inferior de la base, por ello se optó por el uso de refuerzos con nervaduras circulares en las partes cercanas a la base como se muestra en la Figura 3.45.

Para la evaluación de los costos del prototipo, bandeja de batería, se deben evaluar los costos de la materia prima, de la inyección y de extrusión. Para comparar se revisa el modelo original con el material base y la modificación del material, además los modelos optimizados con el cambio de material.

**Figura 3.45.** Bandeja de batería con nervaduras circulares en la base.

Con cambio en la geometría, los espesores utilizados para la simulación son inferiores a los del prototipo original y a los del prototipo con reducción de espesores. Los valores de los espesores de las paredes se presentan en la Tabla 3.16. Cabe mencionar que las nervaduras llegan al espesor original de la bandeja de batería proporcionada por GM Ecuador (2 mm).

Tabla 3.16. Propiedades y resultados de las simulaciones sobre la bandeja provista por GM y las bandejas con modificación sobre la geometría.

Nervaduras externas	Volumen	Peso	Esfuerzo máximo principal	Deformación total	F.S.
	mm ³	g	MPa	mm	-
1.2	102244.4	90.0	17.8	0.017454	2.4164
1.3	108765.7	95.7	17.1	0.014782	2.7407
1.4	116538.0	102.5	12.7	0.012341	3.0373

De la Figura 3.46, curva de esfuerzo máximo equivalente vs. espesor, se determinó que el espesor que brinda un comportamiento similar a la bandeja original corresponde a 1.3 mm, para el modelo reforzado con nervaduras sometido a cargas y condiciones de apoyo similares al modelo de la bandeja provista por GM Ecuador.

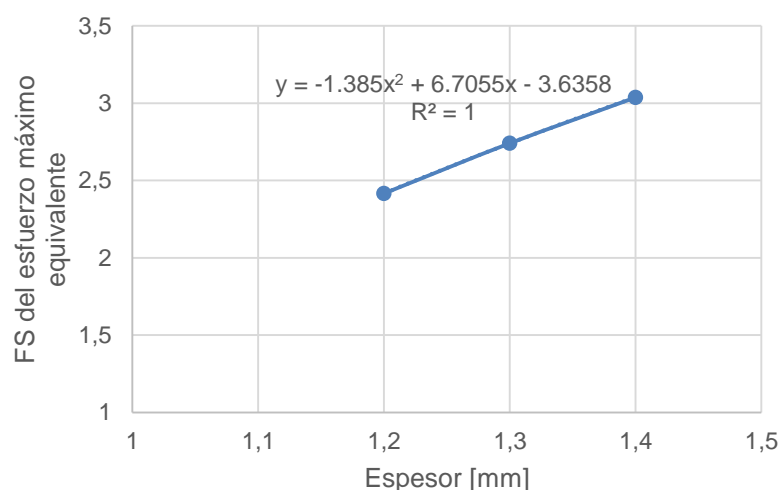


Figura 3.46. Esfuerzo máximo equivalente vs. espesor para la optimización de la geometría de las bandejas de batería.

De curva volumen vs. espesor de la Figura 3.47 se determinó el volumen para el espesor de 1.3 mm, el mismo que corresponde a 109866 mm³. Con un peso de 96.7 g para la bandeja optimizada.

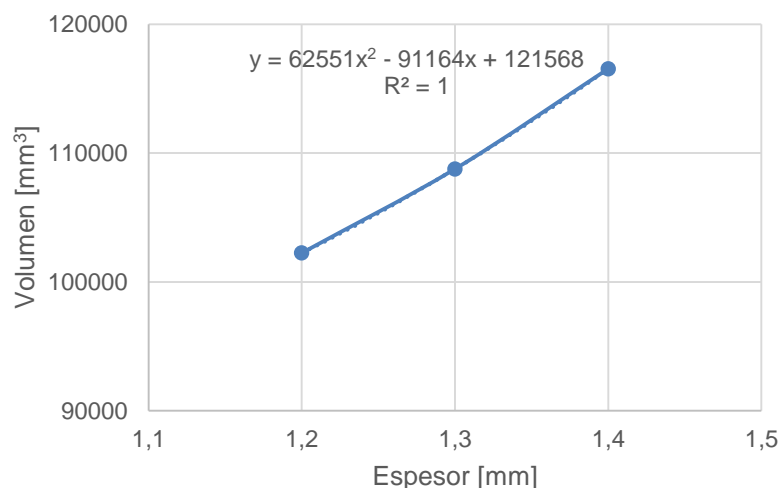


Figura 3.47. Volumen vs. espesor para optimización de la geometría de las bandejas de batería.

La comparación con el modelo provisto por GM y la bandeja de geometría modificada se registran en la Tabla 3.17. En la tabla se incluyen la densidad que varía por el cambio de material.

Tabla 3.17. Peso de la bandeja original y la bandeja con modificación sobre la geometría y cambio de material.

Espesor	Material	Volumen	Densidad	Peso
mm	-	mm ³	g/cm ³	g
2.00	PP	169150.6	0.854	144.5
1.30	PP-arcilla	109866.0	0.880	96.7

Modificando la geometría y usando el material nanocompuesto se obtuvo una reducción del peso de 33.1% respecto al prototipo original.

3.4.3. COSTO DEL PROTOTIPO

Para evaluar los costos del prototipo (bandeja de batería), se deben evaluar los costos de la materia prima, de la inyección y de extrusión. Para realizar la comparación se revisa el modelo original con el material base y la modificación del material, además los modelos optimizados con el cambio de material.

En la Tabla 3.18 se registran los costos de la materia prima. Los costos fueron obtenidos de proformas de Brenntag para el PP, WBV International Limited para el PP-g-MA y Nanocor para las nanoarcillas.

Tabla 3.18. Costo de los materiales

Denominación	Cantidad	Costo por kilo	V. Total	Costo por gramos
-	kg	USD/kg	USD	USD/g
PP	400	2.20	880	0.00220
PP-g-MA	200	2.87	574	0.00287
Arcilla	500	8.00	4000	0.00800

Los costos asociados a la producción del prototipo son las del material, extrusión e inyección. Para la determinación del costo del material se trata la composición de la muestra, por ejemplo la bandeja de batería con material de inyección PP5EI dada su composición corresponde a 133.6 g de PP, 7.23 g de MMT y un 3.61 g de PP-g-MA. Estas cifras se multiplican por sus costos unitarios en gramos presentados en la Tabla 3.18 para posteriormente sumar en subtotal. Para el ejemplo citado sería 0.29 USD de PP, 0.06 USD de MMT y 0.01 USD de PP-g-MA y la sumatoria o subtotal sería el costo del material de 0.36 USD presentado en la Tabla 3.19. El costo de inyección es de 1,25 USD/kg (según lo consultado con Texticom) y el costo de extrusión es de 1,30 USD/kg (promedio del costo internacional según lo indica Hyfluid Technology en su página web). Se extruye la totalidad del material para todos los casos por excepción del PP puro que es únicamente inyectado. El costo de extrusión e inyección se aplican a la cantidad total en gramos del material.

Tabla 3.19. Costo del prototipo y sus optimizaciones.

Denominación	PP	MMT	PP-g-MA	Costo material	Costo inyección	Costo extrusión	Costo Total
	g	g	g	USD	USD	USD	USD
Bandeja PP	144.5	0	0	0.32	0.18	0.00	0.50
Bandeja PP5EI-1:2	133.7	7.23	3.61	0.36	0.18	0.19	0.73
Bandeja reducción espesores PP5EI-1:2	114.8	6.21	3.10	0.31	0.16	0.16	0.63
Bandeja modificación geometría PP5EI-1:2	89.5	4.84	2.42	0.24	0.12	0.13	0.49

Desde el punto de vista de los costos el cambio de material por compuesto resulta poco favorable debido al aumento del 46% producido en los costos generales en comparación a la bandeja original provista por GM-Ecuador. La reducción de espesores produce un aumento del 26% del costo general. Sin embargo, al modificar la geometría se tiene una disminución en el costo del orden del 2% en comparación con la bandeja de PP. De esta manera se justifica el cambio de material por el

compuesto. Además de la ventaja que se obtiene al reducir el peso mejorando la eficiencia general del automóvil. En la tabla 3.20 se comparan los costos de materiales poliméricos en relación a la matriz de PP.

Tabla 3.20. Costo de materiales poliméricos en relación al PP [66].

Materiales	Siglas	Costo en relación al PP
Polipropileno	PP	1.00
Polietileno de baja densidad	LDPE	1.10
Polietileno de alta densidad	HDPE	1.10
Policloruro de vinilo	uPVC	1.30
Poliestireno	PS	1.40
Caucho estireno-butadieno	SBR	1.50
PP5EI-1:2		1.719
Estireno acrilonitrilo	SAN	1.80
Polimetilmetacrilato	PMMA	2.40
Acrilonitrilo butadieno estireno	ABS	3.40
Polyamide 6	PA6	3.75

CAPÍTULO 4

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

En el presente capítulo se muestran las conclusiones obtenidas en esta investigación. Dichas conclusiones fueron divididas en conclusiones generales y conclusiones referentes a cada una de las variables planteadas y a los procesos de caracterización y simulación del prototipo. Además se incluyen recomendaciones para posteriores estudios sobre nanocompuestos de similares características.

4.1. CONCLUSIONES

- Se obtuvieron y caracterizaron materiales compuestos de matriz de PP reforzados con nanoarcillas, variando el tipo de arcilla montmorillonítica, la composición en peso de la arcilla y la composición en peso del compatibilizante (PP-g-MA).
- El proceso utilizado para la obtención de probetas de nanocompuestos depende directamente del tipo de arcillas utilizadas, sean estas en masterbatch o en polvo. Los nanocompuestos a base de arcillas en polvo fueron obtenidos por un proceso de extrusión-inyección y los nanocompuestos fabricados a partir de masterbatch de arcillas fueron fabricados solamente mediante inyección.
- El control de la humedad de las arcillas es muy importante ya que las arcillas con humedades mayores al 1% generan poros y discontinuidades dentro de las probetas. Para evitarlo fue necesario secar las arcillas en polvo a 50°C durante 24 h. Es importante indicar que las arcillas en masterbatch presentan humedades muy cercanas a 0 debido al recubrimiento polimérico que tienen.
- La resistencia a la flexión específica obtenida en los nanocompuestos reforzados con 5 wt% (PP5EI-1:2) es mayor que la que se obtiene cuando se agregan fibras cortas naturales o refuerzos en polvo de materiales lignocelulósicos al PP. Con esto se justifica su gran aplicabilidad en elementos que funcionan a flexión principalmente, para obtener elementos más livianos y resistentes.

Cantidad de arcillas:

- Los nanocompuestos con 5 wt% (PP5EI-1:2) de arcillas en polvo, mostraron mejoras en la resistencia a la tracción y en el módulo elástico del orden del 3% y 45% con respecto a la matriz pura, respectivamente.

- La resistencia y el módulo a la flexión sufren aumentos más significativos que los encontrados a tracción. Para los nanocompuestos PP5EI-1:2 existe un aumento del 41% en la resistencia a la flexión y del 57% en su módulo. Con ello se obtuvo que las principales aplicaciones de este material deberían ser elementos que resistan cargas de flexión.
- Al incorporar arcillas al PP se observa que su tenacidad disminuye notablemente. Esta disminución es del orden del 50% para todas las formulaciones con excepción de las composiciones PP5I*-1:2 y PP3EI-1:2, en las cuales la resistencia disminuye entre el 7 y 19%, respectivamente.
- En los ensayos termogravimétricos se observa una mayor estabilidad térmica hasta los 410°C. Después de ello, se aprecia un comportamiento explosivo debido a la inestabilidad de los cationes que se encuentran presentes en las arcillas.

Tipo de arcillas:

- Los nanocompuestos que presentaron mejores propiedades a la tracción fueron los reforzados con masterbatch de arcillas. Ya que exhiben un módulo elástico 11% mayor a los compuestos de composición equivalente realizados con arcillas en polvo. Además, estas muestras presentaron una resistencia a la tracción similar sobre la misma composición.
- En las propiedades a flexión se observa un comportamiento contrario al observado en la tracción. En el estudio de estas propiedades se observa que el material que presenta una mayor resistencia y módulo a la flexión, fue el reforzado con arcillas en polvo. Dicho material es un 2% más resistente y presenta un módulo a la flexión 40% mayor que su similar fabricado a partir de materbatch de arcillas.
- La dureza, densidad y estabilidad térmica de los nanocompuestos reforzados con arcillas en polvo y los reforzados con masterbatch de arcillas es muy similar.

Cantidad de compatibilizante:

- Los materiales con una relación de compatibilizante:arcillas de 1:1 y 2:1 no mostraron mejoras significativas en la resistencia a la tracción ni en su módulo en comparación con los materiales obtenidos con una relación de 1:2. Algo similar ocurre en las propiedades a flexión en donde no se aprecian mejoras significativas.

Selección y fabricación del prototipo:

- De los cuatro prototipos propuestos dentro del sector automotriz, se seleccionó a la bandeja de batería utilizando el método ordinal corregido de criterios ponderados. La bandeja de batería reunió las características más apropiadas para la fabricación del prototipo en función del costo de material, el tamaño, producción, periodo de carga y sollicitación mecánica.
- Para la inyección de las probetas y del prototipo se emplearon los mismos parámetros que para el PP puro ya que la transición vítrea y la densidad de estos materiales es muy similar.

Caracterización del prototipo

- La resistencia a la tracción y el modulo elástico de las probetas extraídas de las bandejas realizadas con nanocompuestos son mayores en comparación con probetas realizadas con PP puro. Las probetas extraídas de las bandejas hechas de nanocompuesto presentaron mejoras del 17% y 33%, en la resistencia y en el módulo en comparación al PP puro. Sin embargo, los nanocompuestos presentaron una menor deformación unitaria.
- En el ensayo de flexión del prototipo se observan mejoras más notables que en el ensayo de tracción. De este estudio se obtuvo que los nanocompuestos tienen una resistencia 32% mayor que el PP. Además, los nanocompuestos también presentaron un módulo a la flexión 91% mayor que el PP.
- Del ensayo de carga puntual realizado al prototipo para simular su funcionamiento se obtuvo que la bandeja hecha de nanocompuesto resiste una carga de 2010 N, mientras que la bandeja hecha de PP resiste apenas 1320 N.
- En el ensayo termogravimétrico realizado para caracterizar el prototipo obtenido, se encontró que las bandejas hechas de nanocompuesto presentan una mayor estabilidad térmica desde los 340°C en comparación con sus similares de PP.
- Al simular las dos bandejas de PP y de nanocompuestos se obtuvo que las bandejas de nanocompuesto presentaban un factor de seguridad en el esfuerzo equivalente del orden de 3,6 mientras que la bandeja de PP tiene un factor de 2,7.

Optimización del prototipo:

- Al aumentar nervaduras a la bandeja se redujo el espesor hasta 1,3 mm. Esto representa una reducción del 33% del peso de la bandeja original proporcionada por General Motors Ecuador.

4.2. RECOMENDACIONES

- Se recomienda realizar un estudio similar con las arcillas montmorilloníticas existentes en el Ecuador.
- Es recomendable usar otro tipo de arcillas modificadas para un estudio similar. Para ello se podrían utilizar arcillas bentoníticas que también se encuentran presentes en el Ecuador.
- Es recomendable realizar el análisis de impacto con otro tipo de compatibilizante (PP-g-MA con mayor índice de fluidez) ya que éste puede ser uno de los causantes de la baja tenacidad de los nanocompuestos del presente estudio.
- Se recomienda analizar el efecto que tienen las arcillas montmorilloníticas dentro de otros tipos de polímeros como por ejemplo el polietileno o el PLA.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] G. Akovali, *Handbook of Composite Fabrication*. United Kingdom: Rapra technology ltd., 2001, p. 196.
- [2] F. Wallenberger and W. Norman, "Natural Fibers, Plastics and Composites." Kluwer Academic Publishers, United States, 2004.
- [3] D. Gay, S. V Hoa, and S. W. Tsai, *COMPOSITE MATERIALS: Design and applications*. United States: CRC Press LLC, 2003, p. 523.
- [4] P. Henrique, C. Camargo, K. G. Satyanarayana, and F. Wypych, "Nanocomposites : Synthesis , Structure , Properties and New Application Opportunities," vol. 12, no. 1, pp. 1–39, 2009.
- [5] L. A. Utracki, *Clay-Containing Polymeric Nanocomposites Volume 1*, 1st ed. United States: Rapra Technology Limited, 2004, pp. 1–456.
- [6] N. Gupta, T. C. Lin, and M. Shapiro, "Clay-epoxy nanocomposites: Processing and properties," *Jom*, vol. 59, no. 3, pp. 61–65, May 2007.
- [7] A. Barnes, "Thixotropy," vol. 0257, no. 97, pp. 4–9, 1997.
- [8] University of Wisconsin, "Ionic Concentration," 2014. [Online]. Available: <http://www.chem.wisc.edu/>.
- [9] Universidad de Castilla - La Mancha, "LAS ARCILLAS: PROPIEDADES Y USOS," 2013. [Online]. Available: <http://www.uclm.es/users/higueras/yymm/arcillas.htm>.
- [10] mindat.org, "Montmorillonite," 2014. [Online]. Available: <http://www.mindat.org/min-2821.html>. [Accessed: 20-Jun-2014].
- [11] E. T. Clocker, W. Paterek, N. D. Farel, and M. J. Selsley, "CONVERSION OF CLAY TO ITS COLLOIDAL FORM BY HYDRODYNAMIC ATTRITION," 3951850, 1976.
- [12] M. Clarey, J. Edwards, S. J. Tsipurky, G. W. Beall, and C. D. Eisenhour, "Method of manufacturing polymer-grade clay for use in nanocomposites," 6050509, 2000.
- [13] L. A. Utracki, *Clay-Containing Polymeric Nanocomposites Volume 2*, 1st ed. United States: Rapra Technology Limited, 2004.
- [14] S. G. Advani, *Processing and Properties of Nanocomposites*. United States: World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd, 2007.
- [15] F. P. La Mantia and M. Morreale, "Composites : Part A Green composites : A brief review," *Compos. Part A*, vol. 42, no. 6, pp. 579–588, 2011.

- [16] O. Faruk, A. K. Bledzki, H.-P. Fink, and M. Sain, "Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010," *Prog. Polym. Sci.*, vol. 37, no. 11, pp. 1552–1596, Nov. 2012.
- [17] I. Turku and T. Kärki, "The effect of carbon fibers, glass fibers and nanoclay on wood flour-polypropylene composite properties," *Eur. J. Wood Wood Prod.*, vol. 72, no. 1, pp. 73–79, Nov. 2013.
- [18] G. future Engineering, "NM-IMT / Montmorillonite Nanoclay for Industrial Purposes," 2014. [Online]. Available: <http://grafen.com.tr/product.php?id=87>. [Accessed: 20-May-2014].
- [19] J. M. Lagaron, "Matherials views." [Online]. Available: <http://www.materialsviews.com/entrepreneurship-in-materials-interview-jose-maria-lagaron/>. [Accessed: 20-May-2014].
- [20] Samitroy, "COMPRESSIVE STRENGTH ENHANCEMENT OF PULTRUDED THERMOPLASTIC COMPOSITES USING NANOCCLAY REINFORCEMENT," 2014. [Online]. Available: <http://samitroy.eng.ua.edu/nanoclay/mainpage.htm>. [Accessed: 20-May-2014].
- [21] Deborah D. L. Chung, *Composite Materials: Science and Applications*, 2nd ed. Springer.
- [22] J. Tudor, L. Willington, D. O. Hare, and B. Royan, "Intercalation of catalytically active metal complexes in phyllosilicates and their application as propene polymerisation catalysts,' *Chemical Communications*," 1996.
- [23] V. Mittar, *Characterization Techniques for Polymer Nanocomposites*. Germany: wiley-vch, 2012.
- [24] P. K. Mallick, *FIBERREINFORCED COMPOSITES: Materials, Manufacturing, and Design*, 3rd ed. 2007: Taylor & Francis Group, LLC., 2007.
- [25] Leistritz Extrusions Technik GMBH, "refreshing extrusion technology," 2013. [Online]. Available: http://www.leistritz.com/extrusion/de/00_pdf/MASTERBATCH_GB_2013.pdf. [Accessed: 15-Nov-2013].
- [26] A. W. Rodrigues and M. I. Brasileiro, "Desenvolvimento de Nanocompósitos Polipropileno / Argila Bentonita Brasileira : I Tratamento da Argila e Influência de Compatibilizantes Polares nas Propriedades Mecânicas," vol. 17, pp. 219–227, 2007.
- [27] A. Chafidz, M. A. Ali, and R. Elleithy, "Morphological, thermal, rheological, and mechanical properties of polypropylene-nanoclay composites prepared from masterbatch in a twin screw extruder," *J. Mater. Sci.*, vol. 46, no. 18, pp. 6075–6086, May 2011.
- [28] H. Ziaei, M. A. Danesh, and R. Hosseinpour, "Evaluation of Mechanical and Morphological Behavior of Polypropylene / Wood Fiber Nanocomposite Prepared by Melts Compounding," vol. 2, pp. 20–23, 2011.

- [29] M. Ataefard and S. Moradian, "Polypropylene/Organoclay Nanocomposites: Effects of Clay Content on Properties," *Polym. Plast. Technol. Eng.*, vol. 50, no. 7, pp. 732–739, Apr. 2011.
- [30] T. E. Twardowski, *Introduction to Nanocomposite Materials: Properties, Processing, Characterization*. United States: Destech Publications, inc, 2007.
- [31] F. Effenberger, M. Schweizer, and W. S. Mohamed, "Effect of Montmorillonite Clay Nanoparticles on the Properties of Polypropylene Fibres," *Polym. Plast. Technol. Eng.*, vol. 49, no. 6, pp. 525–530, May 2010.
- [32] D. B. Gama, J. F. Calado, S. M. L. Silva, and D. L. A. C. S. Andrade, "Influência da incorporação de argilas organofílicas nas propriedades mecânicas e de barreira de filmes de polipropileno," *Bras. Congr.*, pp. 10924–10932, 2012.
- [33] D. Wang and C. A. Wilkie, "In-situ reactive blending to prepare polystyrene–clay and polypropylene–clay nanocomposites," *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 80, no. 1, pp. 171–182, Jan. 2003.
- [34] S. Zhang and A. R. Horrocks, "A review of flame retardant polypropylene fibres," *Prog. Polym. Sci.*, vol. 28, no. 11, pp. 1517–1538, Nov. 2003.
- [35] T. Lan, G. Qian, Y. Liang, J. W. Cho, and A. Heights, "FR Applications of Plastic Nanocomposites," pp. 1–5, 2008.
- [36] L. B. De Paiva, A. R. Morales, and T. R. Guimaraes, "Propriedades Mecânicas de Nanocompósitos de Polipropileno e Montmorilonita Organofílica," *Polímeros Ciência e Tecnol.*, vol. 16, 2006.
- [37] V. H. Guerrero, J. Dávila, S. Galeas, P. Pontón, N. Rosas, V. Sotomayor, and C. Valdivieso, *Nuevos Materiales: Aplicaciones Estructurales e Industriales*. Ecuador: Imprefep, 2011.
- [38] PETROQUIM, "PH 1310," 2012. [Online]. Available: <http://www.petroquim.cl/wp-content/uploads/2012/12/FT-PH1310-Dic-20121.pdf>. [Accessed: 05-Jan-2013].
- [39] Nanocor, "P-801 Nanomer® Products for Polyolefin Nanocomposites." [Online]. Available: http://www.nanocor.com/tech_sheets/P801.pdf. [Accessed: 05-Jan-2013].
- [40] Nanocor, "P-802 nanoMax® Polyolefin Masterbatch Products." [Online]. Available: http://www.nanocor.com/tech_sheets/P802.pdf. [Accessed: 05-Jan-2013].
- [41] L. G. H. Komatsu, W. L. Oliani, A. B. Lugao, and D. F. Parra, "Investigação da adição de diferentes cargas de argila (cloisite 20a) na matriz de polipropileno com alta resistência do fundido," no. 2, pp. 9806–9813, 2012.
- [42] L. B. De Paiva and A. R. Morales, "Estudo das propriedades de nanocompósitos de polipropileno/polipropileno grafitizado com anidrido maleico e montmorilonita organofílica," 2005.

- [43] P. Peltola, E. Välipakka, J. Vuorinen, S. Syrjälä, and K. Hanhi, "Effect of Rotational Speed of Twin Screw Extruder on the Microstructure and Rheological and Mechanical Properties of nanoclay-Reinforced Polypropylene Nanocomposites," 2006.
- [44] A. A. Tavares, D. F. A. Silva, J. F. Calado, D. de L. A. C. S. Andrade, C. M. de O. Raposo, and S. M. de L. Silva, "FILMES DE POLIPROPILENO/ARGILA ORGANOFÍLICA - INFLUÊNCIA DO TIPO DE ARGILA NA MORFOLOGIA E PROPRIEDADES MECÂNICAS," pp. 10916–10923, 2012.
- [45] S. K. Nayak, S. Mohanty, and S. K. Samal, "Effect of Clay Types on the Mechanical, Dynamic Mechanical and Morphological Properties of Polypropylene Nanocomposites," *Polym. Plast. Technol. Eng.*, vol. 48, no. 9, pp. 976–988, Aug. 2009.
- [46] D. Villamar, "Caracterización de materiales compuestos lignocelulósicos obtenidos mediante extrusión," Escuela Politécnica Nacional, 2013.
- [47] A. Turi, *Thermal Characterization of polymeric materials*. United States: Academic prees, inc, 1981.
- [48] S. Robert F, *Thermal Analysis of Materials*. United States: Marcel Dekker, inc., 1994.
- [49] T. Hatakeyama and F. X. Quinn, *No Title*. United States: Wiley, 1999.
- [50] T. Da Cunha, "Produção e caracterização de nanocompósitos de polipropileno, poli (estireno butadieno-estireno) e montmorilonita," 2010.
- [51] ASTM International, "D4101 - 11: Standard Specification for Polypropylene Injection and Extrusion Materials," 2011.
- [52] ASTM International, "ASTM D638-10: Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics," 2010.
- [53] ASTM International, "ASTM D790-10: Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials," 2010.
- [54] ASTM International, "ASTM D256-10: Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics," 2010.
- [55] C. Riba, *Diseño concurrente*. España, 2002.
- [56] F. M. Cabrera, "Utilización de composites de matriz polimérica en la fabricación de automóviles," pp. 42–47, 2004.
- [57] J. E. Akin, *Finite Element Analysis with Error Estimators*. Great Britain: Elsevier Butterworth-Heinemann, 2005.
- [58] E. J. Barbero, *Introduction to composite materials desing*. United States: CRC Prees Taulor&Francis Group, 2011.

- [59] ANSYS, "ANSYS Mechanical User ' s Guide," 2013.
- [60] J. Arana and J. González, *Mecánica de Fractura*. España: Universidad del País Vasco, 2008.
- [61] J. H. Park, H. M. Lee, I.-J. Chin, H. J. Choi, H. K. Kim, and W. G. Kang, "Intercalated polypropylene/clay nanocomposite and its physical characteristics," *J. Phys. Chem. Solids*, vol. 69, no. 5–6, pp. 1375–1378, May 2008.
- [62] J. Páez, "Obtención de compuestos de polipropileno reforzado con fibras de abacá mediante moldeo por compresión," Escuela Politécnica Nacional, 2007.
- [63] C. Ding, H. He, B. Guo, and D. Jia, "Structure and properties of polypropylene/clay nanocomposites compatibilized by solid-phase grafted polypropylene," *Polym. Compos.*, vol. 29, no. 6, pp. 698–701, Jun. 2008.
- [64] J. Cevallos and J. Tenesaca, "Obtención y caracterización de materiales compuestos híbridos de matriz polipropileno reforzadas con fibras de vidrio y abacá mediante moldeo por compresión," Escuela Politécnica Nacional, 2012.
- [65] H.-S. Kim, B.-H. Lee, S.-W. Choi, S. Kim, and H.-J. Kim, "The effect of types of maleic anhydride-grafted polypropylene (MAPP) on the interfacial adhesion properties of bio-flour-filled polypropylene composites," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 38, no. 6, pp. 1473–1482, Jun. 2007.
- [66] Universidad de Oviedo, "Selección de materiales termoplásticos," España, 1998.

ANEXOS

ANEXO I

FICHA TÉCNICA DE LAS ARCILLAS EN POLVO (NANOMER®)

Descripción general:

Las arcillas Nanomer® son montmorillonitas compatibilizadas con alta pureza y pueden ser usadas para una gran variedad de plásticos. La incorporación de arcillas Nanomer dentro de poliolefinas mejora las propiedades físicas y la resistencia a la flama. La carga de arcillas se encuentra generalmente entre 4 y 6% para incrementar las propiedades mecánicas y entre el 1 y 4% para retardar la flama. Estas arcillas son bastante efectivas como retardantes a la flama cuando se combina con los retardantes tradicionales.

Información del producto:

Para usar este producto con poliolefinas se usan arcillas Nanomer basadas en dos superficies tratadas de forma diferente. La serie I.30 utiliza una amina primaria y la serie I.44 está basada en una sal cuaternaria de amonio. La serie I.30 ofrece una gran estabilidad térmica así como también una gran estabilidad electroquímica. Mientras la serie I.44 ofrece un fácil procesamiento con un conjunto de propiedades balanceadas. Los grados I.31PS e I.44PS contienen una modificación con silano. Los agentes de acoplamiento con silano permiten una mejor dispersión de las arcillas en condiciones de cizallamiento suaves, además proporcionan una mayor estabilidad a los silicatos. Las temperaturas de procesamiento máximas para las series I.30 e I.44 son de 280 °C y 240 °C, respectivamente. La serie I.44PT presenta una mejor estabilidad térmica que la serie I.44, particularmente cuando se tiene largos tiempos de procesamiento.

Tabla 1. Productos Nanomer® para compuestos a base de poliolefinas.

Producto	Dispersión	Estabilidad térmica	Mejora mecánica	Mejora FR	Electromecánica
I.30P	Buena	Excelente	Si	Si	Excelente
I.31PS	Excelente	Excelente	Si	Si	Excelente
I.44P	Excelente	Buena	Si	Si	Buena
I.44PS	Excelente	Buena	Si	Si	Buena
I.44PT	Excelente	Excelente	Si	Si	Buena

Características del producto:

Las arcillas son polvos muy finos. Cada paquete estándar contiene 20 kg del producto. Nanocor también puede empaquetar bolsas de 400 ó 600 kg, si el cliente lo necesita.

Recomendaciones del procesamiento:

Equipos que tengan una gran capacidad de corte son recomendados para la incorporación de arcillas Nanomer dentro de poliolefinas. Debido a que las poliolefinas son hidrofóbicas se recomienda el uso de un compatibilizante como el PP-g-MA o el PE-g-MA. Otra alternativa es usar masterbatch de Nanomer, disponibles como nanoMAX™. Estos pueden ser incorporados de una forma bastante sencilla.

Incremento de las propiedades:

Con una baja carga de arcillas Nanomer se puede obtener un gran incremento en las propiedades mecánicas.

ANEXO II

FICHA TÉCNICA DE LOS MASTERBATCH DE ARCILLAS (nanoMax®)

Descripción general:

nanoMax® es una serie de masterbatch de Nanomer-poliolefinas. Son las primeras arcillas que tienen una conveniente forma de pellets. Estos productos son producidos por fusión basados en tecnologías patentadas. Estos masterbatch incluyen todo el compatibilizante necesario para promover una dispersión completa de las nanoarcillas. Los masterbatch nanoMax típicos, ofrecen una excelente procesabilidad y pueden ser usados en una gran variedad de equipos incluyendo extrusoras, mezcladoras e inyectoras.

Cada masterbatch nanoMax contiene 50 wt% de arcillas Nanomer®. La adición de nanoMax dentro de poliolefinas mejora las propiedades mecánicas y la resistencia a la flama. La eficacia de las arcillas añadidas con nanoMax es similar a las arcillas bien dispersas dentro de las poliolefinas. Las cargas comúnmente usadas son bajas, y se encuentran entre 8 y 12 wt% para mejorar las propiedades mecánicas, y de 2 a 8% para mejorar la resistencia a la flama. Los masterbatch nanoMax son bastante efectivos como retardantes a la flama cuando se combinan con los retardantes tradicionales.

Información del producto:

Los masterbatch nanoMax pueden ser añadidos a varios tipos de polímeros como por ejemplo: PP, TPO, PE y EVA. Los grados para PE y EVA son principalmente diseñados para retardantes a la flama. Los grados para PP y TPO pueden ser usados para mejorar las propiedades mecánicas y para mejorar la resistencia a la flama. Para compuestos que necesiten ser retardantes a la flama con PP y TPO nanoMax-PP-nH están diseñadas con sistemas no halógenos con $Mg(OH)_2$. Los grados TPO incluyen un especial modificador de impacto que mejora la rigidez mientras mantiene la resistencia al impacto, incluyendo cuando se encuentra a bajas temperaturas. Los masterbatch nanoMax-PP-HiST pueden ser usados para formular compuestos con gran resistencia al impacto.

Tabla 1. Productos nanoMax® para compuestos a base de poliolefinas.

Grado	Aplicable	Incremento mecánico	Incremento al impacto	Retardante a la flama
nanoMax®-PP	PP-TPO	Si	n/a	Sistemas Br o APP
nanoMax®-PP-nH	PP-TPO	n/a	n/a	Sistemas MDH
nanoMax®-PP-HiST	PP-TPO	Si	Si	Sistemas Br o APP
nanoMax®-TPO	TPO	Si	Si	Sistemas Br o APP
nanoMax®-HDPE	HDPE	Si	n/a	Sistemas MDH y ATH
nanoMax®-LDPE	LDPE	Si	n/a	Sistemas MDH y ATH
nanoMax®-LLDPE	LLDPE	Si	n/a	Sistemas MDH y ATH
nanoMax®-EVA	EVA, LDPE	n/a	n/a	Sistemas MDH y ATH

Características del producto:

Los productos nanoMax tienen forma de pellets sin polvo. Cada paquete estándar contiene 10 kg del producto. Nanocor también puede embalar los productos en bolsa de papel a petición del cliente.

Recomendaciones de procesamiento:

Los masterbatch nanoMax pueden ser procesados en equipos comunes para dispersión de arcillas. Los masterbatch no necesitan compatibilizante. Para resinas muy densas, como el $Mg(OH)_2$, se recomienda usar una extrusora de doble tornillo para la formulación final. Para algunas aplicaciones, los masterbatch nanoMax pueden ser mezclados en una inyectora directamente.

ANEXO III

FICHA TÉCNICA DEL POLIPROPILENO



PH 1310

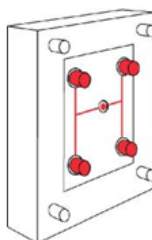
www.petroquim.cl

POLIPROPILENO HOMOPOLIMERO

Indicado para moldeo por inyección. De fácil procesabilidad, posee una adecuada estabilidad durante el proceso, buena rigidez y balance de propiedades mecánicas. Recomendado para piezas de uso general con mediano espesor de pared.

APLICACIONES

INYECCION



Artículos domésticos, utensilios de cocina
Potes y bandejas para alimentos
Tapas y juguetes

RECOMENDACIONES DE PROCESAMIENTO

INYECCION

Alimentación	180° C
Tornillo	190 a 220° C
Molde	20 a 60° C

PROPIEDADES	ENSAYOS ASTM	UNIDADES	VALOR
Índice de Fluidez 2,16 kg/230 °C	D-1238/95	g/10 min	13
Temperatura de Ablandamiento VICAT (1 kg)	D-1525/97	°C	154
Temperatura de Deformación Térmica – HDT (455 kPa)	D-648/97	°C	95
Resistencia al Impacto IZOD a 23 °C	D-256/93	J/m	34
Resistencia a la Tracción (en el punto de fluencia)	D-638/97	MPa	34
Elongación (en el punto de fluencia)	D-638/97	%	12
Módulo de Elasticidad en Flexión	D-790/97	MPa	1.500



CONSIDERACIONES ESPECIALES:

Este polímero cumple con las especificaciones del FDA (Food and Drug Administration), de acuerdo con el Code of Regulations Title 21, Part 177-1520. Por lo tanto, puede ser utilizado en embalajes que tengan contacto con alimentos. Los respectivos certificados FDA de cada producto se encuentran disponibles en www.petroquim.cl.

Los datos listados corresponden a valores típicos medidos en nuestro laboratorio, y deben ser entendidos sólo como una guía en la selección y procesamiento de la resina. Por este motivo, antes de utilizar cualquier material producido por Petroquim S.A., se recomienda a cada usuario realizar, con el apoyo de nuestros técnicos especializados, las pruebas necesarias para determinar que dicho producto es adecuado para el uso previsto.

Los usuarios deben asegurarse también que pueden usar los productos Petroquim con las medidas legales y de seguridad necesarias (la ficha de seguridad se encuentra disponible en nuestra página web www.petroquim.cl).

Petroquim S.A., declina de toda responsabilidad que pueda surgir del mal uso directo o indirecto de esta información.

Los valores entregados anteriormente pueden ser modificados sin previa comunicación.

Esta versión anula y reemplaza a las ediciones anteriores.

SERVICIO AL CLIENTE:

Email: info@petroquim.cl

Asistencia Técnica y Desarrollo de Mercado

Fono: (56-2) 351 6730 / (56-2) 351 6731/ (56-2) 351 6732

Ventas Nacionales

Fono: (56-2) 351 6723

Ventas Internacionales

Fono: (56-2) 351 6722

Hoja 2 de 2

Edición: 01
Revisión: Ene/2005

PETROQUIM S.A.

Hernando de Aguirre 268 – Providencia – Santiago – Chile – Código Postal: 7510047

Fono: (56-2) 351 6700 – Fax: (56-2) 351 6795

Planta: Camino a Ramutcho s/n – Hualpen – Chile – Casilla 163D Correo 5 Concepción – Chile

Fono: (56-41) 440 400 – Fax: (56-41) 440 412

ANEXO IV

FICHA TÉCNICA DE LA INYECTORA MILACRON MTH 55

Unidades métricas		Especificaciones Magna Toggle 50									
Especificaciones de la inyectora	Unit	500-66 22mm				500-140 28mm			500-217 32mm		
		A'	A	B	C	A	B	C	A	B	C
Capacidad de inyección máxima	g	20	30	36	49	64	84	106	99	125	171
Desplazamiento teórico	cm ³	21	32	38	52	67	88	112	104	132	180
Presión de inyección máxima	bar	2545	2072	1741	1279	2068	1584	1251	2074	1639	1204
Velocidad de inyección	cm ³ /s	52	78	93	127	87	114	144	85	108	147
Desplazamiento del tornillo de inyección	mm	85	85	85	85	110	110	110	130	130	130
Diámetro del tornillo	mm	18	22	24	28	28	32	36	32	36	42
Relación L/D del tornillo		27	21.9	20	17	23	20	17.7	22.6	20	17
Velocidad del tornillo	rpm	400	400	400	400	400	315	315	315	250	250
Torque del tornillo	Nm	60	120	172	172	266	532	532	532	676	676
	bar	48	95	138	138	170	170	170	170	172	172
Capacidad de inyección del plástico	g/s	3.5	6	7.5	12	12	12	17	12	14	22
No. de pirómetros (Barril/injector)		3/1	3/1	3/1	3/1	3/1	3/1	3/1	3/1	3/1	3/1
Total de la capacidad calórica	KW	5.5	5.5	5.5	5.5	6.4	6.4	6.4	7.3	7.3	7.3
Clamp Unit Specification											
Fuerza de cierre	t	50									
Desplazamiento del molde	mm	280									
Espaciomáximo	mm	630									
Molde Ht. Min / Max	mm	150 / 350									
Tamaño del plato	mm	500 x 485									
Distancia entre guías (H x V)	mm	325 x 310									
Diametro de laguña	mm	55									
Desplazamiento max. del expulsor	mm	100									
Fuerza del expulsor	t	3.2									
General Data											
Motor eléctrico	KW(HP)	11 (15)									
Dimensiones de la máquina (L x W x H)	m.	3.55 x 1.2 x 2.1									
Peso de la máquina	kg	2465									
Capacidad de aceite	L	208									
Capacidad de la tolva (GPPS)	kg	29.5									

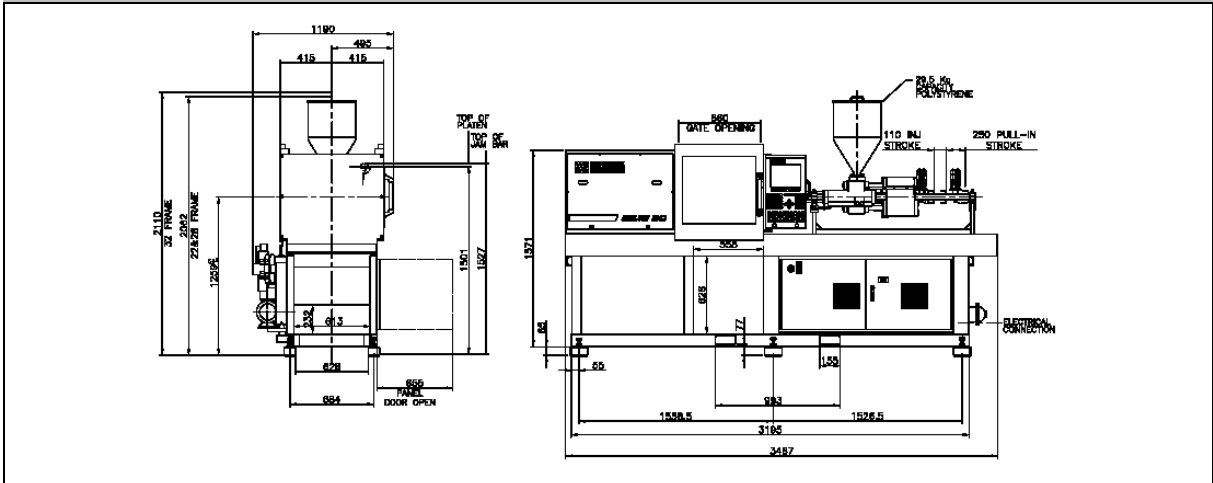
Requerimientos del agua

Inercambiador de calor: 1" BSP, 40 LPM, TDS<500, pH 7.2 a 8 en 29°C
Alimentación: 3/8" -19TPI BSP
Capacidad de conmutación: 70 Amp, Fusible
Area del molde permitida; (H x V): 22 x 21 cm²
Peso máximo del molde: Plato móvil 277 Kg
Plato fijo 143 Kg.

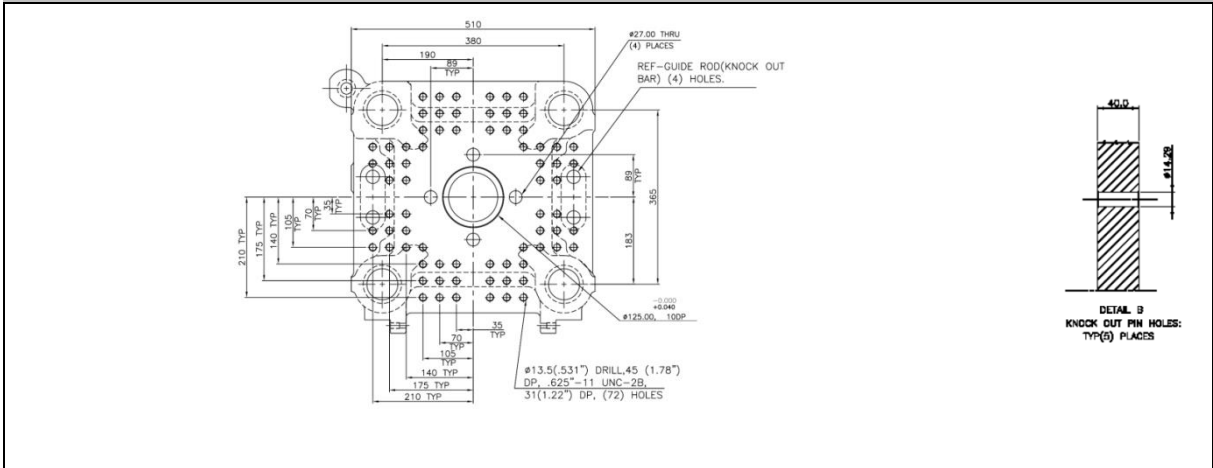
Dastos de la tolva:

Patrón de montaje	85 x 105	85 x 105	85 x 105
Tamaño de pernos	M10	M10	M10
Garganta de la máquina	Ø75	Ø75	Ø75

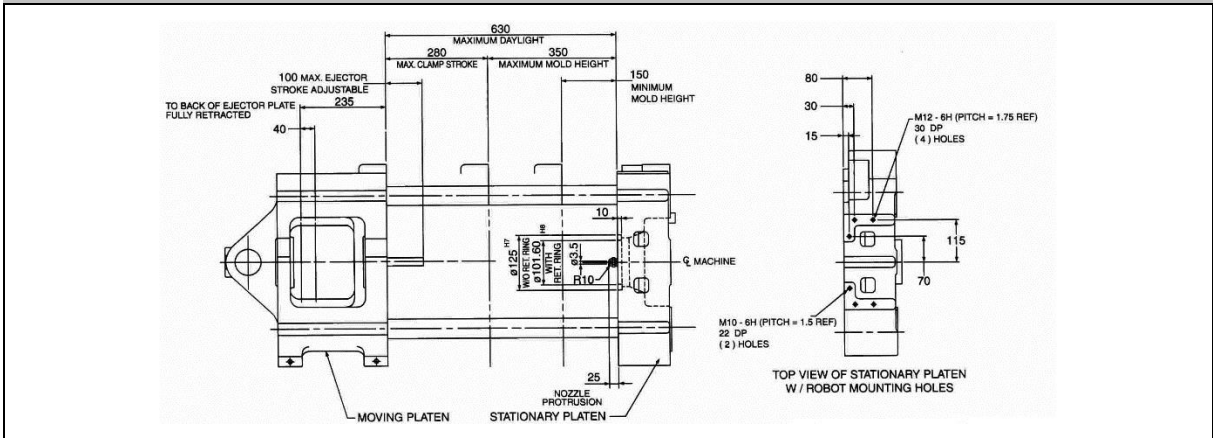
Esquema de la máquina



Plato móvil

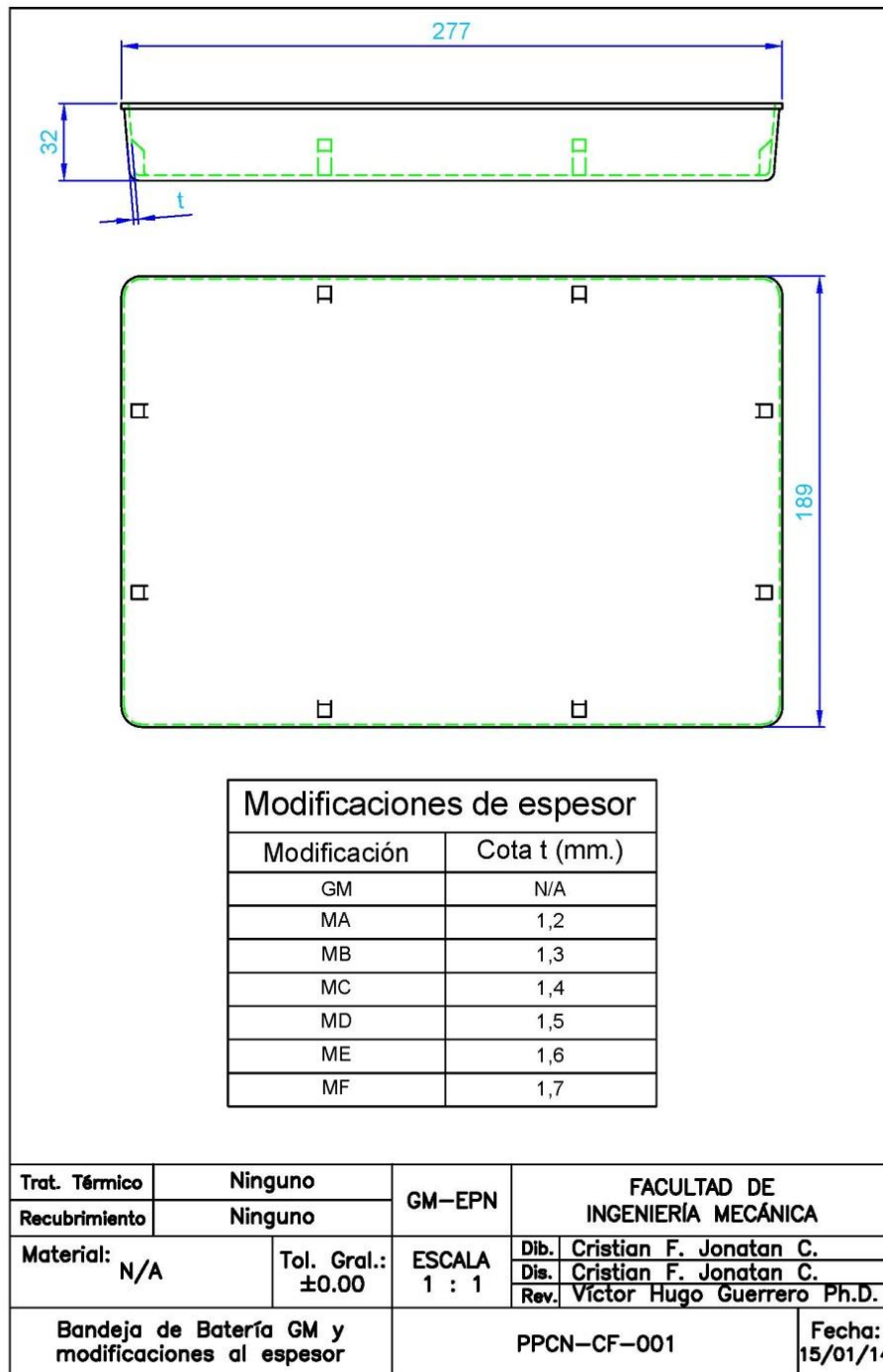


Espacio muerto



ANEXO V

PLANO DE LA BANDEJA DE NANOCOMPUESTO CON REDUCCIÓN DE ESPEORES



ANEXO VI

PLANO DE LA BANDEJA DE NANOCOMPUESTO CON NERVADURAS Y REDUCCIÓN DE ESPESORES

