

**EVALUACIÓN DE TÉCNICAS DE INCORPORACIÓN DE NANOPARTÍCULAS A  
POLÍMEROS TERMOPLÁSTICOS**

**JULIAN FERNANDO HIGUITA QUIROGA  
ÁLVARO ALEJANDRO GÓMEZ GÓMEZ**

**Director del trabajo de grado**

**Ing. Juan Felipe Santa Marín, M.Eng, Ph.D.**

**INSTITUTO TECNOLÓGICO METROPOLITANO  
FACULTAD DE INGENIERÍAS  
INGENIERIA EN ELECTROMECAÁNICA**

**2016**

## Resumen

En este trabajo se describió el proceso de mezclas con reómetro con materiales poliméricos y la caracterización de los materiales compuestos obtenidos. Se analizó el polipropileno (PP) que tiene baja resistencia al impacto y es muy sensible a la degradación térmica. En la presente se estudió el efecto de la inserción de anhídrido maleico y peróxido de dicumilo en el PP para obtener una mezcla. El grado de inserción se realizó mediante unos cálculos ya estandarizados. Las mezclas de PP con la inserción de los compuestos fueron preparadas por reometría de torque y su compatibilidad, se analizó por microscopía electrónica, SEM y calorimetría diferencial de barrido, DSC, se realizó y análisis espectros de FTIR, al igual se realizaron pruebas mecánicas y se analizaron los resultados.

## Reconocimientos

Damos gracias primordialmente a Dios por darnos la inteligencia, sabiduría, paciencia, entendimiento y la capacidad para ejercer este proyecto.

A nuestras familias por ser un apoyo vital durante todo el proceso de aprendizaje.

A todos y cada uno de los educadores del INSTITUTO TECNOLÓGICO METROPOLITANO, quienes nos instruyeron en este proceso de aprendizaje, aportándonos sus valiosos conocimientos y experiencias profesionales.

## Glosario

**ESPECTROFOTOMETRÍA:** la espectrofotometría es la medición de la cantidad de energía radiante que absorbe o transmite un sistema químico en función de la longitud de onda; es el método de análisis óptico más usado en las investigaciones químicas y bioquímicas.

**POLIMERIZACIÓN:** la polimerización es un proceso químico por el que los reactivos, monómeros (compuestos de bajo peso molecular) se agrupan químicamente entre sí, dando lugar a una molécula de gran peso, llamada polímero, o bien una cadena lineal o una macromolécula tridimensional.

**INSERCIÓN:** introducción o inclusión de una cosa a otra.

**SOLUBILIDAD:** capacidad de una sustancia o un cuerpo para disolverse al mezclarse con otra.

**ANFÓTERICO:** una sustancia anfótera es aquella que puede reaccionar ya sea como un ácido o como una base.

**TERMODINÁMICA:** estudio de las reacciones que se establecen entre el calor y el resto de las formas de energía.

**TERMOPLÁSTICO:** material que se ablanda por la acción del calor y se endurece al enfriarse, de forma reversible.

**MACROMOLECULARES:** moléculas de gran dimensión y que están formadas por miles y cientos de átomos.

**REÓMETRO:** instrumento usado para medir las propiedades reológicas de los materiales tanto en esfuerzo como en deformación controlada.

## Contenido

Glosario	iv
Introducción	12
1. Objetivos	14
1.1 General	14
1.2 Específicos	14
2. Marco conceptual	15
2.1 Polímeros	15
2.2 Polipropileno	15
2.2.1 Características	15
2.3 Dióxido de titanio (TiO <sub>2</sub> )	16
2.3.1 Propiedades.	17
2.3.2 Aplicaciones	18
2.4 Peróxido de dicumilo	18
2.5 Anhídrido maleico	19
2.6 Zeolita	21
2.7 Funcionalización de polímeros	23
2.8 Caracterización y técnicas	24
3. Metodología	26
3.1 Preparación de materias primas	26
3.1.1 Materia prima utilizada	26

3.1.2 Realización de las medidas del tamaño de las zeolitas.	30
3.2 Elaboración de mezclas en reómetro	30
3.3 Elaboración de planchas	38
3.4 Corte de probetas	39
3.5 Caracterización de compuestos	40
3.5.1 Pruebas mecánicas	40
4. Resultados	42
4.1 Resultados de microscopia	42
4.2 Análisis de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)	48
4.3 Resultados de elaboración de compuestos	51
5. Conclusiones	56
6. Anexos	57
Referencias bibliográficas	63

### Lista de Figuras

Figura 1. Polímero en colores	15
Figura 2. $\text{TiO}_2$	16
Figura 3. Estructura química $\text{TiO}_2$	17
Figura 5. Peróxido de dicumilo (PDC)	19
Figura 6. Estructura química del DCP	19
Figura 7. Anhídrido maleico	20
Figura 8. Estructura química anhídrido maleico	21
Figura 9. Materia prima.	27
Figura 10. Guantes para calor	27
Figura 11. Gafas de seguridad	28
Figura 12. Tapabocas	28
Figura 13. Espátula de bronce	28
Figura 14. Cepillos de bronce	29
Figura 15. Cronómetro	29
Figura 16. Nitrógeno	29
Figura 17. Rotores	31
Figura 18. Eje de cremallera	31
Figura 19. Tolva	31
Figura 20. Perillas	32
Figura 21. Plancha frontal	32
Figura 22. Plancha	33
Figura 23. Sensor de temperatura	33
Figura 24. Mezclas salidas del reometro	33
Figura 25. Mezclas salidas del reometro	34

Figura 26. Mezclas salidas del reometro	34
Figura 27. Mezclas salidas del reometro	34
Figura 28. Rotores marcados	35
Figura 29. Molino de cuchillas	36
Figura 30. Mezclas molidas y pesadas	36
Figura 31. Mezclas funcionalizadas y zeolitas pesadas	37
Figura 32. Zeolita 5A	37
Figura 33. Prensa hidráulica	38
Figura 34. Planchas	38
Figura 35. Centro de mecanizado Milltronics	39
Figura 36. Plano de la probeta de tensión	39
Figura 37. Probetas cortadas	40
Figura 38. Maquina universal	41
Figura 39. Mordazas de la maquina universal	41
Figura 40. Zeolitas 5A. MEB	42
Figura 41. Zeolitas 5A. MEB	42
Figura 42. Zeolitas 5A. MEB	43
Figura 43. Tiona	47
Figura 44. Tiona	47
Figura 45. Tiona	47



### Lista de Gráficas

Gráfica 1. Espectro zeolita 822	44
Gráfica 2. Barras para la zeolita a lo largo	45
Gráfica 3. Barras para la zeolita a lo ancho	46
Gráfica 4. Barras para la tiona a lo largo	48
Gráfica 5. Barras para la tiona a lo ancho	48
Gráfica 6. Espectro de zeolitas 822	49
Gráfica 7. Espectro referencial FTIR de la zeolita NaZSM-5	50
Gráfica 8. Espectro FTIR de zeolitas del tipo 5 A (a) y 5 A alcalina (b).	51
Gráfica 9. Resistencia máxima tensión / MPa	53
Gráfica 10. Módulo de Young /MPa	54
Gráfica 11. Deformación en ruptura /mm	55

### Lista de Tablas

Tabla 1. Composición química

44

### Lista de Anexos

Anexo A. Procedimiento para elaboración de mezclas en reometro de torque thermo scientific	57
Anexo B. Procedimiento para elaboración de planchas	61

## Introducción

Las mezclas de polímeros permiten la obtención rápida y económica de nuevos materiales con mejores características que aquellas observadas en los materiales individuales. El mayor problema de las mezclas poliméricas es su poca solubilidad debido a la poca compatibilidad entre polímeros o polímeros reforzados con partículas. En las mezclas, se busca mejorar la solubilidad, aumentando las interacciones entre los polímeros y así obtener un aumento de las propiedades. El polipropileno (PP) es uno de los termoplásticos de mayor demanda; es muy común el mezclarlo con otros polímeros con el fin de mejorar sus propiedades finales, especialmente la resistencia al impacto a bajas temperaturas. Para lograr que un material se logre mezclar y que posea unas buenas características, usualmente se insertan grupos funcionales sobre el polipropileno que permitan mayor interacción con otros polímeros, disminución de la tensión superficial entre las fases de los componentes de una mezcla y evitar la oxidación. (Gallego, López y Gartner, 2006)

Las reacciones de oxidación inician con la formación de radicales libres que en presencia de oxígeno forman peróxidos, y por lo tanto la pérdida de las propiedades originales del material. En general suponemos que una atmósfera protectora interrumpe las reacciones de degradación. (Beltrán, 2011)

También la oxidación en los polímeros puede originar algunos cambios no esperados en sus propiedades mecánicas. La resistencia de un polímero a la oxidación depende de su estructura química. Las cadenas saturadas son más resistentes a la oxidación; así como el polietileno, el poliestireno, el poliisobutileno, el poli carbonato, podemos decir que no son oxidados a temperatura ambiente por el oxígeno atmosférico. (Gonz, s.f).

Hasta el momento se han realizado investigaciones en cuanto a la implementación de grupos polares sobre el polipropileno (PP) y se han utilizado compuestos como el Anhídrido maleico (AM) el cual proporciona una alta resistencia a las mezclas. El peróxido de dicumilo (PDC) también se usa como un iniciador en la polimerización, como catalizador y agente de vulcanización. Todas estas reacciones de mezclado sobre el PP se llevan a cabo por el mecanismo de radicales libres, ya que son más fáciles de realizar a nivel industrial y pueden ocurrir en solución o en fase fundida. (Gallego, López y Gartner, 2006)

Se ha investigado como el tamaño y la forma de las partículas en la fase dispersa afectan las características de la mezcla final. Los trabajos realizados con estas mezclas han utilizado materiales poliméricos puros, pero es más factible el estudio de estas mismas reacciones en las mezclas usando materiales reciclados para observar la posibilidad de llevar a cabo el proceso. (Gallego, López y Gartner, 2006)

De esta manera se obtiene la posibilidad de reutilizar estos materiales y de alargar su vida útil, con lo que se pueden obtener algunos beneficios, económicos, ambientales y sociales para implementar de esta manera un manejo más agradable de estos plásticos que son de alto consumo.

## 1. Objetivos

### 1.1 General

Evaluar técnicas de incorporación de partículas submicrométricas a polímeros termoplásticos con el fin de obtener nano compuestos con propiedades funcionales mejoradas.

### 1.2 Específicos

- Caracterizar partículas submicrométricas a ser adicionadas a matrices poliméricas.
- Aplicar dos técnicas reportadas en la literatura para la incorporación de partículas submicrométricas a matrices poliméricas.
- Realizar la caracterización fisicoquímica y mecánica de los materiales nanos estructurados obtenidos con el fin de evaluar las técnicas de dispersión.

## 2. Marco conceptual

### 2.1 Polímeros

Un polímero comercial como el que se observa en la figura 1, es una molécula conformada por la repetición de pequeñas unidades químicas simples, en algunos casos esta repetición es lineal, de forma semejante a una cadena que está conformada por eslabones. La unidad repetitiva del polímero es con frecuencia igual o casi igual al monómero a su inicio del que se forma el polímero. (Billmeyer, 1975)



Figura 1. Polímero en colores

### 2.2 Polipropileno

El Polipropileno es un termoplástico que se obtiene por la polimerización del propileno, subproducto gaseoso de la refinación del petróleo. Todo esto realizado en presencia de un catalizador, bajo un gran cuidado de control, temperatura y presión. El Polipropileno se puede clasificar en tres tipos (homopolímero, copolímero rándom y copolímero de alto impacto), los cuales pueden ser modificados y adaptados para determinados usos.

#### 2.2.1 Características

- Optima relación Costo / Beneficio.

- Versatilidad: compatible con la mayoría de las técnicas de procesamiento existentes y usado en diferentes aplicaciones comerciales, como, empaquetado, industria automotriz, textiles, medicina, tuberías, etc.
- procesable: es el material plástico de menor peso específico ( $0,9 \text{ g/cm}^3$ ), lo que implica que se requiere poca cantidad para la obtención de un producto finalizado.
- Barrera al vapor de agua: evita el traspaso de humedad, lo cual puede ser usado para la protección de diversos alimentos.
- Buenas propiedades, químicas, de resistencia y transparencia.

El Polipropileno copolímero random clarificado para inyección y soplado, se caracteriza por su transparencia, flexibilidad y resistencia al impacto. Tiene un índice de fluidez desde  $1 \text{ g}/10 \text{ min}$  para soplado y hasta  $30 \text{ g}/10 \text{ min}$  para inyección, se puede usar en botellas, película y artículos de cocina. (Petroquim, s.f)

### 2.3 Dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ )

El dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) ver figura 2 y 3, es un semiconductor tipo n (tienen cinco electrones en su última capa) sensible a la luz que absorbe radiación electromagnética, principalmente en la región UV; además es un óxido anfótero muy estable químicamente. En la figura 2 se puede observar el dióxido de titanio.



Figura 2.  $\text{TiO}_2$



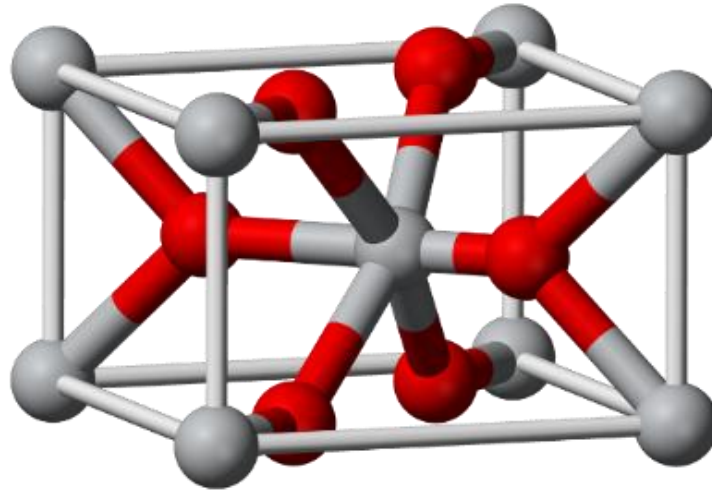


Figura 3. Estructura química  $\text{TiO}_2$

Por las características mencionadas, es el fotocatalizador más empleado actualmente para disminuir las moléculas orgánicas durante la purificación del agua. Además, se utiliza como pigmento blanco, recubrimiento anticorrosivo, sensor de gases, absorbente de rayos UV en cosméticos y de manera general en la industria cerámica. El polvo de dióxido de titanio se obtiene utilizando diversos métodos, entre los que sobresalen la síntesis química en fase vapor, hidrotérmal, precipitación controlada. (QuimiNet, 2006)

### 2.3.1 Propiedades.

- El dióxido de titanio es una de las sustancias químicas más blancas que existen, y mantiene su color en forma permanente.
- Es una sustancia con índice de refracción alto, por lo cual es opaco es decir protege del sol.
- refleja toda la luz, la luz ultravioleta y la que no refleja la absorbe. (Rosales, 2010)

2.3.2 Aplicaciones. Sus aplicaciones se pueden emplear en todas las industrias, como se puede observar en los siguientes ejemplos:

- El dióxido de titanio es usado en la industria de las pinturas y recubrimientos.
- En el sector de la impresión, hoy en día se opera con espesores bajos de recubrimientos, por lo que se requieren pigmentos de dióxido de titanio muy finos.
- El dióxido de titanio también es usado para dar color a artículos de plástico como juguetes, electrónicos, automóviles, muebles, empaque, entre otros. El pigmento de dióxido de titanio absorbe radiación protegiendo su contenido.
- Para la industria del papel se utilizan rellenos como el caolín, tiza o talco. Los pigmentos de dióxido de titanio se emplean para la realización de papel muy blanco que también debe ser opaco cuando es muy delgado. También se aplica para hacer papel “artístico”.
- Otras áreas de aplicación del dióxido de titanio son la industria cerámica, la manufactura de cemento blanco y el coloreado de hule.
- El dióxido de titanio también se usa como absorbentes de rayos UV en productos para el bronceado, jabones, polvos cosméticos, cremas, pasta de dientes, y la industria cosmética.
- Sus propiedades más importantes son: no tóxico, su compatibilidad con las mucosas y la piel, y su buena dispersión en soluciones orgánicas. (QuimiNet, 2006)

#### 2.4 Peróxido de dicumilo

El peróxido de dicumilo ver figura 5 y 6, (DCP, de sus siglas en inglés) es un peróxido orgánico que se usa como iniciador en polimerización por radicales libres (como otros peróxidos orgánicos), se descomponen mediante la acción del calor

formando radicales libres que reaccionan con los monómeros que formarán parte del polímero en uso. Es una alta fuente de radicales libres, que no solo se emplea como un iniciador de la polimerización, sino también como catalizador y agente de vulcanización. El DCP se descompone rápidamente, ocasionando incendio y explosión, al someterlo a altas temperaturas y a la influencia de la luz. Reacciona de manera violenta con sustancias no compatibles (ácidos, bases, agentes reductores, y metales pesados) o fuentes de ignición. Se recomienda almacenar en un lugar seco y refrigerado. (Cyclopaedia, s.f)



Figura 4. Peróxido de dicumilo (PDC)

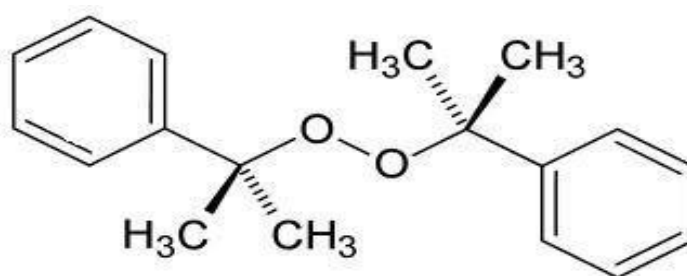


Figura 5. Estructura química del DCP

## 2.5 Anhídrido maleico

En la industria, el ácido maleico se crea del anhídrido maleico por hidrólisis. El anhídrido maleico se hace a partir de benceno o de butano en un proceso

de oxidación. El ácido maleico se convierte en anhídrido maleico por deshidratación, al ácido málico por la hidratación. Reacciona con el cloruro de tionilo o pentacloruro de fósforo para dar el cloruro de ácido maleico. (Bonner y Castro, 1979)

El anhídrido maleico (AM) o ácido maleico figura 7 y 8 es el monómero más usado debido a que es un poderoso receptor de electrones. La reacción de funcionalización se logra obtener por radicales libres usando un peróxido como indicador, por su baja volatilidad, su buena solubilidad y su compatibilidad con las poliolefinas, las altas temperaturas producen radicales libres por la descomposición térmica del indicador generándose así átomos de hidrogeno de la cadena del polímero y la ampliación del monómero insaturado. Algunos métodos empleados para la funcionalización con AM son: la funcionalización en fundido y en solución. La diferencia entre funcionalización en fundido y en solución, es que no requiere grandes cantidades de solventes permite producción a gran escala. (Guzmán y Murillo, 2014)



Figura 6. Anhídrido maleico

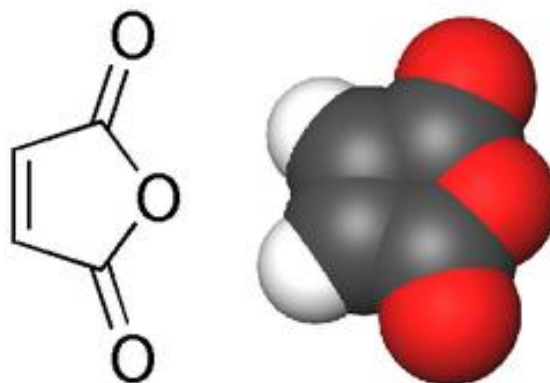


Figura 7. Estructura química anhídrido maleico

Es un compuesto orgánico de fórmula  $C_2H_2(CO)_2O$ .

## 2.6 Zeolita

Las zeolitas son una clase de aluminosilicatos cristalinos basados en un esqueleto con carga eléctrica negativa, con cavidades, canales y poros bien definidos, en la figura 9 se observa zeolita de forma mineral. Las zeolitas tienen aluminio, silicio y oxígeno en su estructura; y en los poros se puede observar cationes metálicos y moléculas de agua. Esta agua presente en los poros es la que se desprende de las zeolitas al ser sometidas a altas temperaturas. (Cortés, 2000)

Una característica particular de las zeolitas es que se usan en amplias aplicaciones: absorción, intercambio iónico, tamiz molecular (agente adsorbente para gases y líquidos). Algo importante de las zeolitas es su propiedad de adsorber gases y líquidos. Debido a su estructura porosa asegura una gran área en su interior, pero al paso a las mismas está limitado sólo a moléculas con un tamaño determinado que pueden pasar a través del tamiz. (Corella, 2007)



Figura 9 Zeolita mineral

Existen numerosas clases de zeolitas. Hoy en día se siguen descubriendo zeolitas de origen natural, y a la vez se continúa trabajando en laboratorios para integrar nuevas zeolitas acordes a las necesidades ya sean naturales o sintéticas, cada una tienen una estructura única. En este sentido es importante conocer las características que posee cada zeolita para poder elegir la más adecuada para determinada necesidad.

Las zeolitas tienen muchas aplicaciones. Cada una de ellas puede recibir varios usos dependiendo de su estructura. Estas son algunas de las más importantes: Intercambiadores de iones, agentes deshidratantes, adsorbentes, catalizadores. (Cortés, 2000)

En este trabajo se utilizó zeolita 5A ver figura 10, que es utilizada como adsorbente especial. Las zeolitas son usadas para remover contaminantes de aguas residuales, también pueden ser añadidas a bases en pinturas, resinas y algunos pegamentos.



Figura 10 zeolita 5A

## 2.7 Funcionalización de polímeros

La funcionalización de polímeros es definida como el proceso químico mediante el cual se incorporan grupos funcionales reactivos a una cadena polimérica. Estos grupos funcionales le otorgan a los polímeros, diferente reactividad frente a distintos agentes e introducen nuevas propiedades o potencian propiedades ya presentes. (Martinelli, Froimowicz y Calderón, 2003)

Mediante la funcionalización los nanomateriales, solucionan las mayores dificultades que se pueden presentar al trabajar con los mismos: dispersión, caracterización y manipulación. Además, también tiene ventajas:

- Los grupos funcionales sirven como puntos de anclaje para otras moléculas.
- Se logra una mayor afinidad con el medio (por ejemplo, una matriz polimérica).
- Puede facilitar la separación/purificación de los mismos (por tamaños, etc).

(Carboninspired, 2012)

## 2.8 Caracterización y técnicas

### Difracción de Rayos X (DRX)

Los rayos X son una radiación electromagnética de longitud de onda corta producida por el frenado de electrones de elevada energía o por transiciones de electrones que se encuentran en los orbitales internos de los átomos. El intervalo de longitudes de onda de los rayos X comprende desde aproximadamente  $10^{-6}$  nm hasta 10 nm, sin embargo, la espectroscopía de rayos X convencional se limita, en su mayor parte, a la región de aproximadamente 0,01 nm a 2,5 nm.

La técnica consiste en hacer incidir un haz de rayos X sobre el sólido sujeto a estudio. La interacción entre el vector eléctrico de la radiación X y los electrones de la materia que atraviesa dan lugar a una dispersión. Al producirse la dispersión tienen lugar interferencias (tanto constructivas como destructivas) entre los rayos dispersados, ya que las distancias entre los centros de dispersión son del mismo orden de magnitud que la longitud de onda de la radiación. El resultado es la difracción, que da lugar a un patrón de intensidades que puede interpretarse según la ubicación de los átomos en el cristal

### Espectroscopía Infrarroja (FT-IR)

La región del infrarrojo del espectro abarca la radiación con números de onda comprendidos entre  $12800$  y  $10\text{ cm}^{-1}$ , que corresponden a longitudes de onda de 0,78 a  $1000\ \mu\text{m}$ . según las técnicas experimentales y las aplicaciones, la región infrarroja total se divide en tres regiones denominadas infrarrojo cercano, medio y lejano. El principio de funcionamiento de ésta espectroscopía se basa en la excitación de los modos de vibración y rotación de los enlaces entre los átomos al ser irradiados con un haz de luz infrarroja.



Cada molécula, por las características de sus enlaces absorberá radiación de una o varias longitudes de onda específicas por lo que podrá ser identificada.

Los espectros de absorción, emisión y reflexión en el infrarrojo, de especies moleculares, se pueden explicar asumiendo que todos son el resultado de los distintos cambios energéticos producidos en las transiciones de las moléculas de unos estados de energía vibracionales y rotacionales a otros. (Universidad Nacional de la Plata, 2012)

### 3. Metodología

#### 3.1 Preparación de materias primas

Se realizaron mezclas de polipropileno con partículas en un reómetro de torque marca Thermo Scientific tipo HAAKE PolyLab QC. El polipropileno fue modificado con anhídrido maleico y peróxido de dicumilo

**3.1.1 Materia prima utilizada.** En la primera parte se realizó la protección durante la funcionalización con atmósfera de nitrógeno con lo que se buscaba evitar la oxidación del polipropileno a alta temperatura. Durante la funcionalización de los materiales poliméricos. Inicialmente, se pesó la cantidad adecuada de cada materia prima, es decir, el P.P (42,08 g), el anhídrido maleico (24 g), peróxido de dicumilo (0,45 g), para un total de 44.77 g de mezcla que corresponde con la capacidad de la cámara del reómetro y del molde para el proceso de moldeo por compresión para que no haya exceso de material y se pueda fundir correctamente. Ver figura 9.

Durante las mezclas se garantizó que el reómetro tuviera la temperatura adecuada, el computador estuviera encendido y con el programa abierto, verificar que haya nitrógeno, tener los elementos necesarios para usar en el momento que esté lista la mezcla (gafas de seguridad, cepillos de alambre de bronce, espátula pequeña de bronce, guantes para calor, tapabocas, cronometro), con todo esto verificado se procedió a realizar las mezclas. En las figuras 10, 11, 12, 13, 14, 15 y 16 se encuentran los equipos de seguridad y herramientas usadas durante la operación.

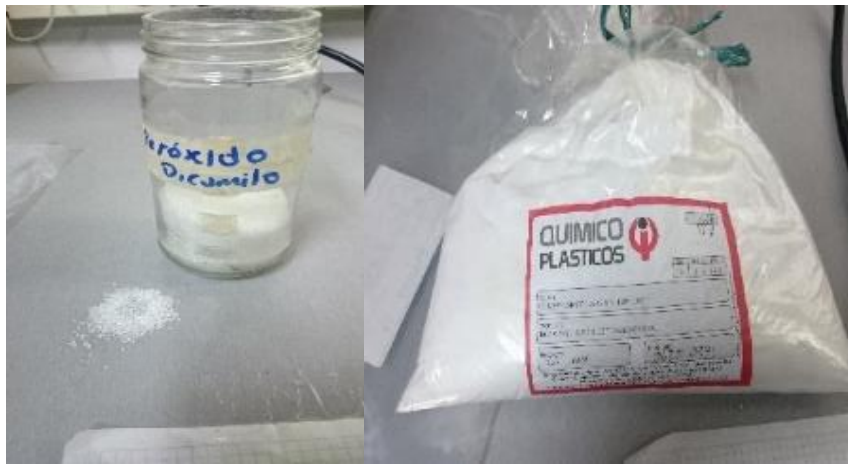


Figura 8. Materia prima.



Figura 9. Guantes para calor



Figura 10. Gafas de seguridad



Figura 11. Tapabocas



Figura 12. Espátula de bronce



Figura 13. Cepillos de bronce



Figura 14. Cronómetro



Figura 15. Nitrógeno

### 3.1.2 Realización de las medidas del tamaño de las zeolitas.

Sobre las Imágenes tomadas con el microscopio electrónico de barrido (MEB), se realizó el proceso de medición de forma manual, se unificaron las medidas y en Excel se realizó el promedio y la desviación estándar. Después las medidas se llevaron a un software de ingeniería origin mediante el cual se realizó el histograma de barras.

### 3.2 Elaboración de mezclas en reómetro

Para el uso del reómetro en todos los casos se operó con dos personas como mínimo, una vez verificado todo, las dos personas proceden a ponerse las gafas de seguridad y el tapabocas, mientras uno va estar usando el reómetro la otra persona va estar pendiente de tomar tiempo, abrir la válvula del nitrógeno en momento indicado, y operar el programa para guardar los resultados.

La persona que vaya a estar en el reómetro debe avisar a la persona que le va a ayudar para que trabajen en conjunto, no se recomienda una sola persona para este procedimiento, cuando se vaya a iniciar el procedimiento se accionan los rotores y el en programa se pone el valor de 60 rpm para la velocidad de los rotores, en ese momento se echa el P.P y se baja el eje tipo cremallera empieza todo el proceso, se inicia a tomar tiempo con el cronometro y acciona el programa para que empiece a guardar los datos, esta primera parte del PP se deja 1 minuto con 30 segundos, cuando llegue a este punto se adiciona el nitrógeno por 30 segundos en la tolva del reómetro para evitar una reacción con el ambiente, cuando llegue a los 2 minutos se detiene la toma de tiempo con el cronometro, se sube el eje tipo cremallera, se agrega el anhídrido maleico, peróxido de dicumilo, se baja nuevamente el eje tipo cremallera y se deja la atmosfera de nitrógeno en la tolva al mismo tiempo, se continua tomando el tiempo por 3 minutos, es decir, para un total de 5 minutos durante toda la mezcla. En las figuras 17, 18 y 19 se observan los elementos a operar del reómetro.



Figura 16. Rotores



Figura 17. Eje de cremallera



Figura 18. Tolva

En los 5 minutos se paró el proceso para retirar la mezcla, se detuvo el cronometro, se dejó de adicionar nitrógeno, se detuvo el programa para que deje de tomar los datos, se le da stop a los rotores y se procedió a retirar la mezcla.

Se retiraron las perillas que aseguraron las planchas, se bajó plancha frontal y se quitó parte de la mezcla, después se bajó la segunda plancha y al igual que la primera plancha se le quitó parte de la mezcla que hay en ella, con esta plancha hay que tener gran cuidado por el sensor ubicado en la parte central interna. La persona que está manipulando el reómetro y bajo las planchas ver figuras 20, 21, 22, y 23, y la otra persona que esta con el nitrógeno y el computador le ayudo a retirar la mezcla que hay en los rotores, se quitó lo que más se pudo obteniendo una buena cantidad de mezcla. Ver figuras 24, 25, 26 y 27.



Figura 19. Perillas

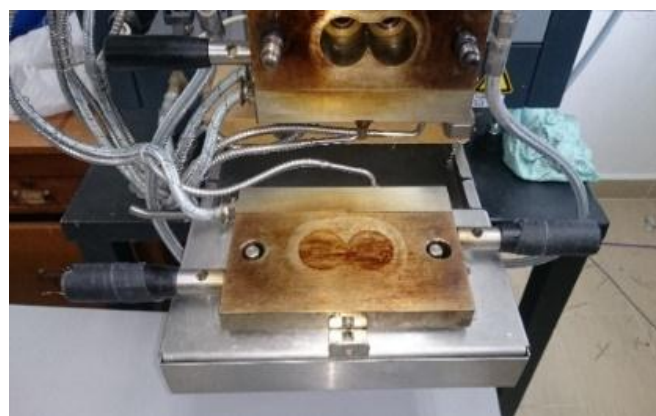


Figura 20. Plancha frontal



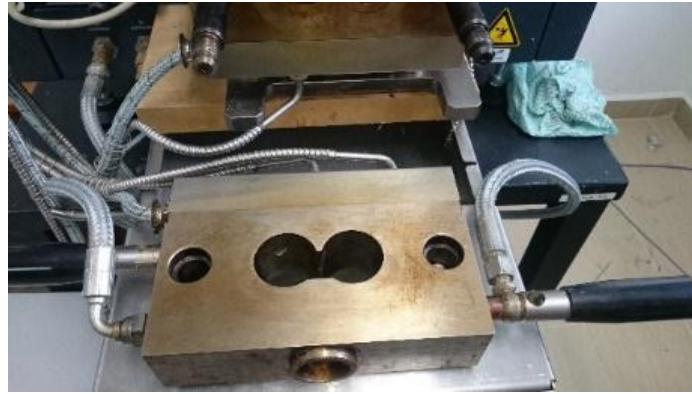


Figura 21. Plancha



Figura 22. Sensor de temperatura

Una vez obtenidas las mezclas (ver figuras 24, 25, 26 y 27 para observar el aspecto después de la salida del reómetro)

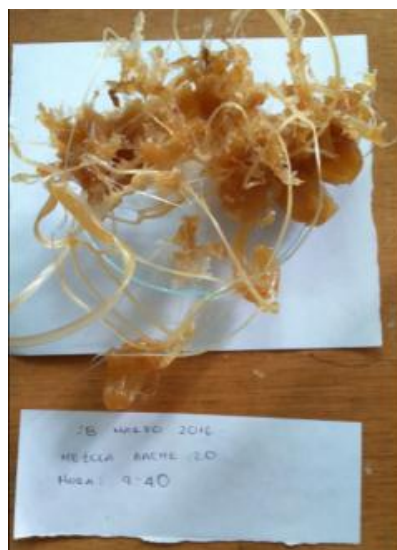


Figura 23. Mezclas salidas del reómetro

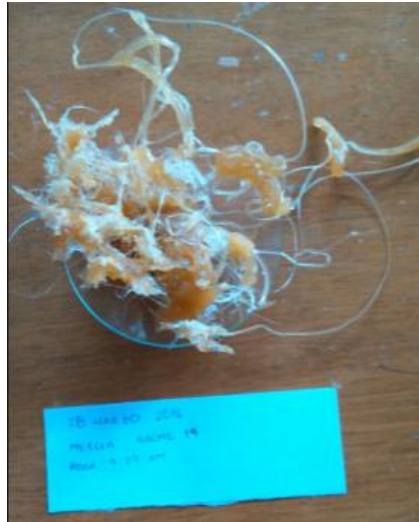


Figura 24. Mezclas salidas del reometro



Figura 25. Mezclas salidas del reometro



Figura 26. Mezclas salidas del reometro

Después de realizada la mezcla se limpió el reómetro (rotores, planchas y tolva); con la plancha del medio hay que tener bastante cuidado cuando se esté limpiando, porque en esta se encuentra el sensor de temperatura. Se bajaron los rotores se les retiro el exceso de mezcla que quedó, la limpieza se realizó con cepillos con alambre de cobre, espátula de cobre y papel. Se arma nuevamente iniciando con el montaje de los rotores, estos están marcados con una R (right) y L (left) ver figura 28, cada uno se montó y se giró manualmente hasta que acoplen y no giren, se montó la plancha del medio, luego se montó la plancha frontal y se ajustó todo con las perillas, Una vez armado el reómetro esté queda listo para realizar más mezclas en él. Este procedimiento se repite cada que se vaya a realizar alguna mezcla con el equipo.



Figura 27. Rotores marcados

Una vez se obtuvo la mezcla se pesó en una balanza, luego se realizó el proceso de molienda por medio de un molino de cuchillas hasta dejarla en gránulos pequeños (pelets). Una vez realizado el proceso de molienda se pesó nuevamente en una balanza y se guardó en una bolsa. Ver figuras 29 y 30.



Figura 28. Molino de cuchillas



Figura 29. Mezclas molidas y pesadas

Una vez se realiza la mezcla funcionalizada, el siguiente paso fue realizar mezcla con carga (zeolita 5A). Lo primero que se hizo fue, definir y calcular los porcentajes de carga que se realizaron. Se definió que tipo de carga (zeolita) se utilizó, con los cálculos ya realizados se pesaron las materias primas que se van a mezclar, es decir, la mezcla funcionalizada y la zeolita (carga). La mezcla al 1%, contuvo parte de la

mezcla funcionalizada (43,13 g) y zeolita (0,44 g), la mezcla al 3%, contuvo parte de la mezcla funcionalizada (41,52 g) y zeolita (1,28 g), la mezcla al 5%, contuvo parte de la mezcla funcionalizada (39,97 g) y zeolita (2,1 g). Ver figura 31 y 32.



Figura 30. Mezclas funcionalizadas y zeolitas pesadas



Figura 31. Zeolita 5A

Para realizar la mezcla con carga (zeolita) se realizó el mismo procedimiento realizado durante la funcionalización, solo que a esta no se le aplicó atmosfera de nitrógeno, y primero se le agrego la mezcla funcionalizada en gránulos y luego la zeolita (carga).

Esta mezcla igual que la funcionalizada se pesó y se molió hasta dejarlas en tamaños entre 1 y 3 mm de ancho y longitud, luego se realizó el moldeo por compresión.

### 3.3 Elaboración de planchas

La elaboración de las planchas se realizó por medio de una prensa hidráulica, la cual tiene dos láminas con resistencias que son las encargadas de calentarlas a una temperatura de 240°C, A esta temperatura se debe de llevar para que exista una buena distribución del material molido en las planchas de moldeo. Ver figura 33 y 34. (Procedimiento en el anexo 2).



Figura 32. Prensa hidráulica

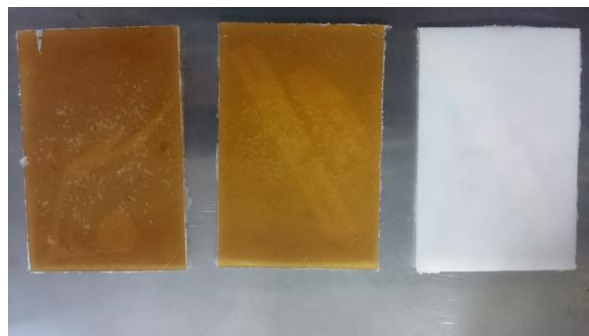


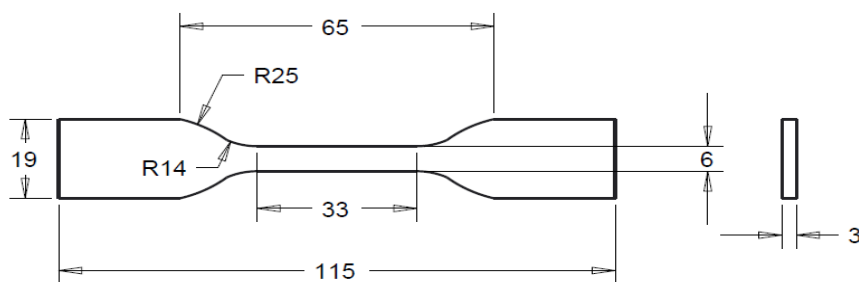
Figura 33. Planchas

### 3.4 Corte de probetas

Se fabricaron probetas de tensión a partir de las láminas previamente formadas mediante moldeo por compresión. Las probetas seleccionadas se describen en la norma ASTM D 638 y fueron cortadas mediante centro de mecanizado CNC milltronics. Un ejemplo de las probetas obtenidas se observa en la figura 35, 36 y 37.



Figura 34. Centro de mecanizado Milltronics



Probeta ASTM D638 TIPO IV  
Todas las medidas en mm

Figura 35. Plano de la probeta de tensión



Figura 36. Probetas cortadas

### 3.5 Caracterización de compuestos

En esta etapa, se realizó la caracterización fisicoquímica de partículas submicrométricas mediante las siguientes técnicas analíticas:

- Morfología detallada (poros y tamaño medio): las zeolitas fueron analizadas en un microscopio electrónico de barrido (MEB) por emisión de campo JEOL 7100F.
- Análisis de grupos funcionales por medio de FTIR: para identificar cualitativamente los grupos funcionales principales de las partículas, se usó un espectrómetro infrarrojo IR-Tracer mediante la técnica de la pastilla de KBr. Las pruebas se realizaron usando una longitud de onda entre  $4000-400\text{ cm}^{-1}$  con una resolución de  $4\text{ cm}^{-1}$ .

**3.5.1 Pruebas mecánicas.** Para las pruebas mecánicas se usó una máquina universal Shimadzu AGX 100 KN con celda de 100 KN para realizar los ensayos de tracción sobre los compuestos obtenidos. Ver figuras 38 y 39.

Durante el ensayo de tracción se aplicó un desplazamiento a una velocidad constante de  $5\text{ mm/min}$  hasta obtener la ruptura de las probetas. Se analizaron la carga de ruptura, el módulo de Young y la deformación en ruptura.





Figura 37. Maquina universal



Figura 38. Mordazas de la maquina universal

## 4. Resultados

### 4.1 Resultados de microscopia

En las figuras 40, 41 y 42, se observan las zeolitas 5A en el microscopio electrónico de barrido (MEB). Allí se puede observar que las zeolitas son sólidos no uniformes y alargados en diferentes tamaños.

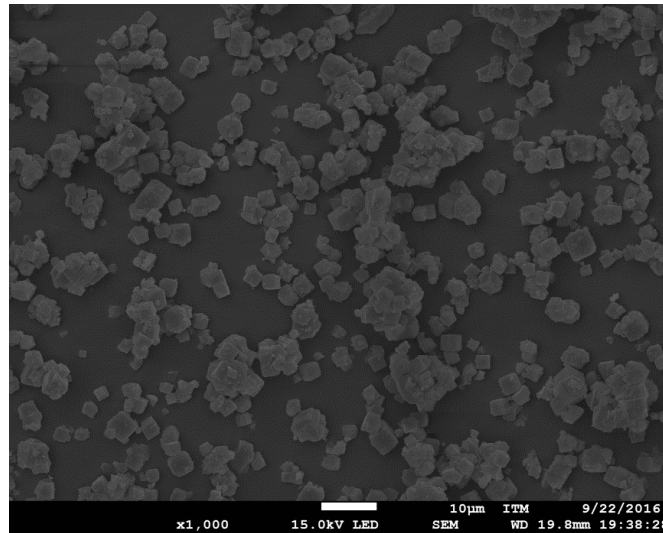


Figura 39. Zeolitas 5A. MEB

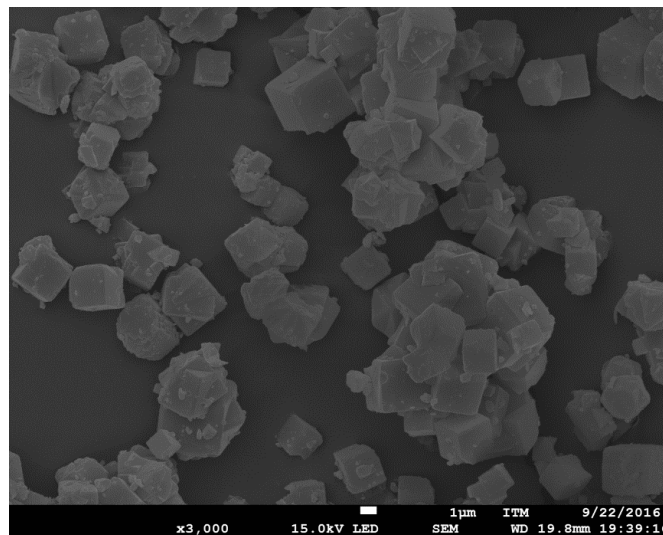


Figura 40. Zeolitas 5A. MEB

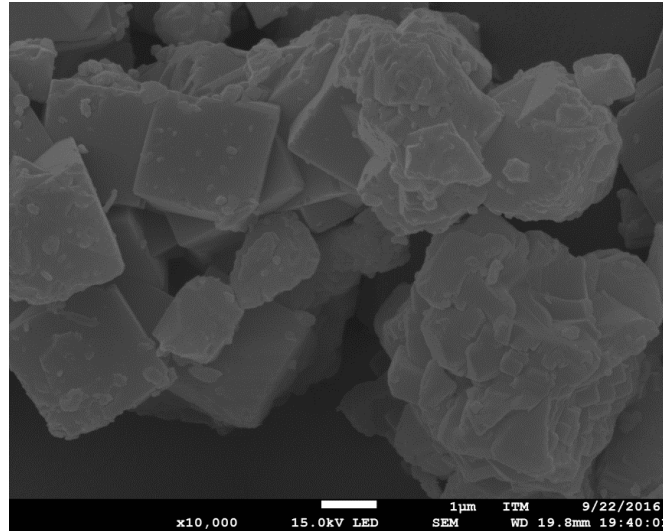


Figura 41. Zeolitas 5A. MEB

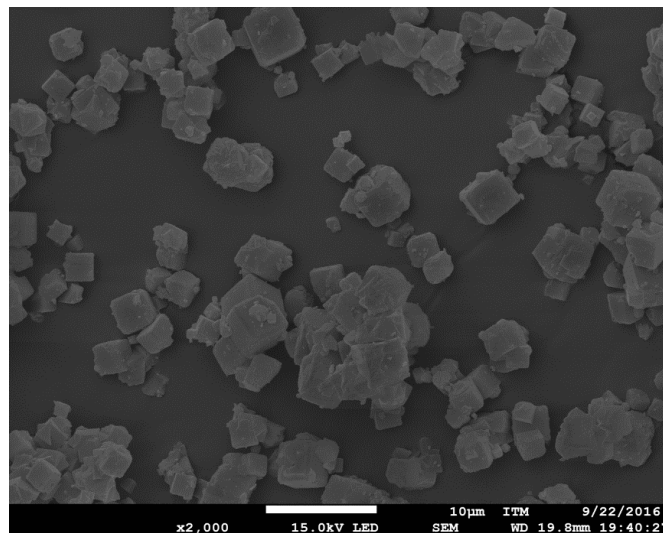


Figura 43. Zeolitas 5A. MEB

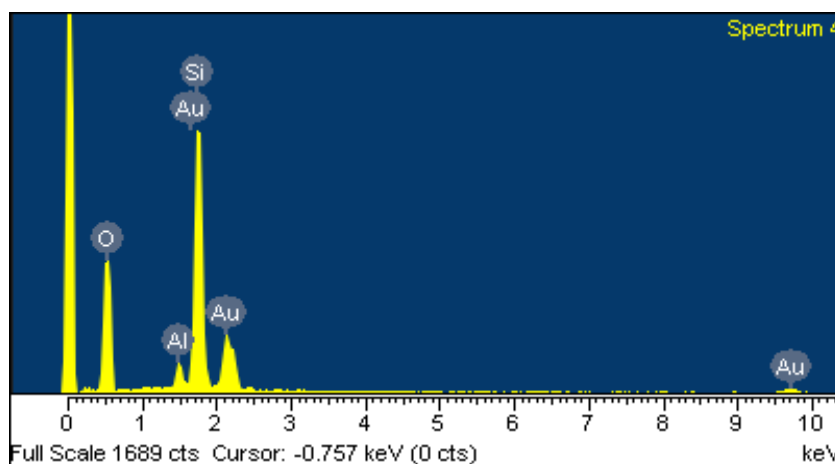
Los valores encontrados en este trabajo para el tamaño de las zeolitas fueron  $2,750 \pm 1,942 \mu\text{m}$  de largo y  $1,967 \pm 1,271 \mu\text{m}$  de ancho. Al comparar los resultados de este trabajo con los de otros autores como Sun, Shen, y Liu (2008) quienes encontraron un tamaño de  $1 - 10 \mu\text{m}$ , se observa valores similares para zeolitas de la familia 5A son ampliamente utilizados como adsorbentes.

La tabla 1 obtenida mediante microanálisis EDS muestra la composición química de las zeolitas y en la Gráfica 1 muestra el espectro. En la tabla 1 se muestra la composición química de la zeolita 822, se observó que los valores mayores están asociados al elemento oxígeno, también se observó valores altos de Silicio y aluminio. Los valores encontrados en este trabajo son entre el 26.10 de silicio (Si) y 2.24 de aluminio (Al), Otros autores, como Pertuz, Aguiar, Uribe, Centeno y Odriozola, encontraron 3,1 de Al, que posee valores similares a los reportados en este trabajo.

En el espectro se observan picos de oro, asociados a la capa usada para la preparación de las muestras. De igual forma el espectro muestra que hay gran cantidad de oxígeno, silicio y aluminio.

Tabla 1. Composición química zeolita 822

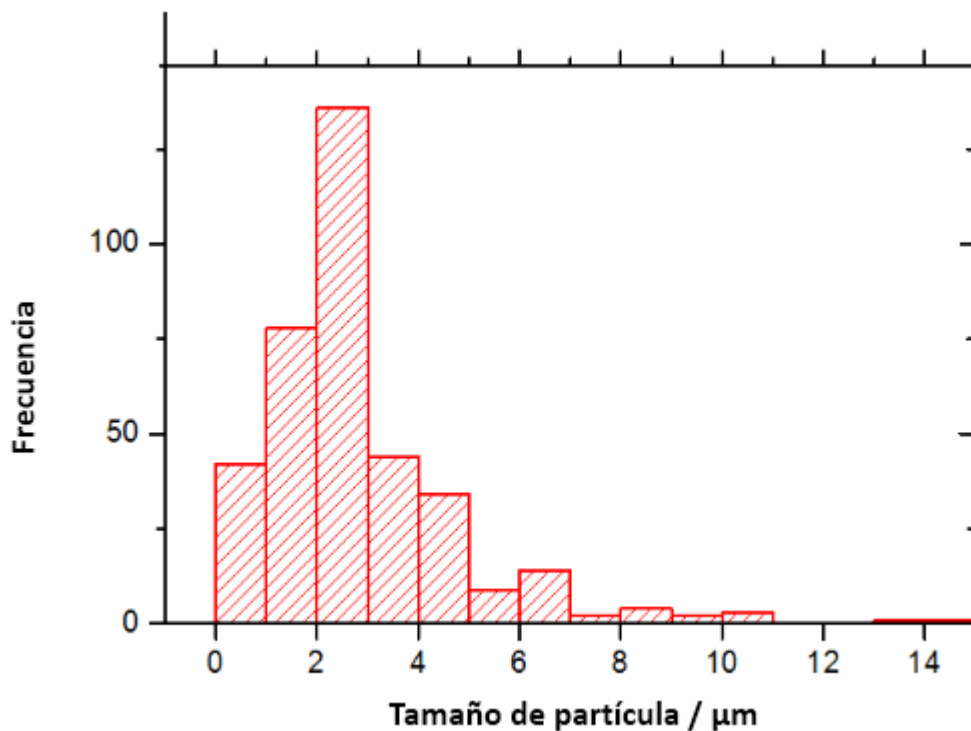
ELEMENTO	PESO%	ATOMICO
O	45.30	71.18
Al	2.24	2.09
Si	26.10	23.36
Au	26.36	3.36
Totals	100.00	



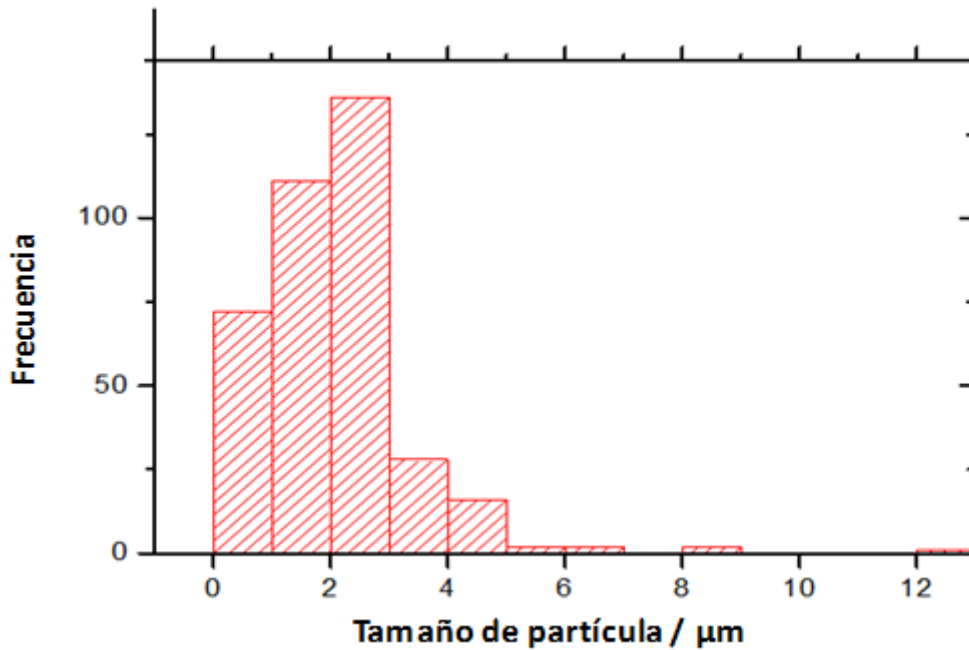
Gráfica 1. Espectro zeolita 822

La gráfica 2 muestra los resultados de la medición del tamaño promedio de las partículas de la zeolita 5A, Los resultados indican que los valores más altos están entre 2 y 3  $\mu\text{m}$  y los valores más bajos entre 7 y 8, 9 y 10  $\mu\text{m}$  de largo, y la Gráfica 3

muestra los valores más altos están entre 2 y 3  $\mu\text{m}$  y los valores más bajos entre 5 y 7  $\mu\text{m}$  de ancho. Los resultados por los autores Sun, Shen y Liu (2008) se encontraron que los tamaños de las zeolitas están entre 1 a 10  $\mu\text{m}$  y los autores Hartanto, Purbaningias, Fansuri y Prasetyoko (2011) se encontraron que los tamaños de las zeolitas están entre 1.25 a 1.0  $\mu\text{m}$ . comparándolos con los de este trabajo son de tamaños similares.



Gráfica 2. Resultados de medición de longitud de zeolitas



Gráfica 3. Resultados de medición de ancho de zeolitas

Los valores encontrados en este trabajo para el tamaño de las partículas comerciales de dióxido de titanio (tiona) fueron  $0,213 \pm 0.069 \mu\text{m}$  de largo y  $0.216 \pm 0,067 \mu\text{m}$  de ancho. Resultados por los autores Solution y Surfactants (2009) se encontraron que tiene un tamaño de  $0,36 \mu\text{m}$  y  $0,50 \mu\text{m}$  y la hoja de datos de seguridad se encontró que tiene un tamaño de  $0,15 \mu\text{m}$  y  $0,40 \mu\text{m}$ .

Las Gráficas 4 y 5 muestran los resultados de la medición del tamaño promedio de las partículas de Tiona. Los resultados indican que los valores más altos están entre  $0,15$  y  $0,25 \mu\text{m}$  y los valores más bajos entre  $0,05$  y  $0,1$ , y  $0,35$ ,  $0,40$  y  $0,15$  y  $0,20 \mu\text{m}$  de largo y la Gráfica 5 muestra los valores más altos están entre  $0,15$  y  $0,25 \mu\text{m}$  y los valores más bajos entre  $0,40$  y  $0,45 \mu\text{m}$  de ancho. Resultados por los autores Solution y Surfactants (2009) se encontraron que tiene un tamaño de  $0,36 \mu\text{m}$  y  $0,50 \mu\text{m}$  y una hoja de datos de seguridad se encontró que tiene un tamaño de  $0,15 \mu\text{m}$  y  $0,40 \mu\text{m}$ .

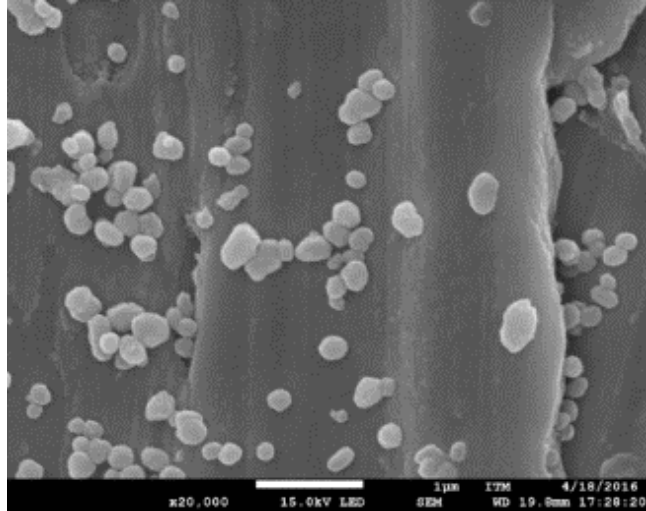


Figura 42. Tiona

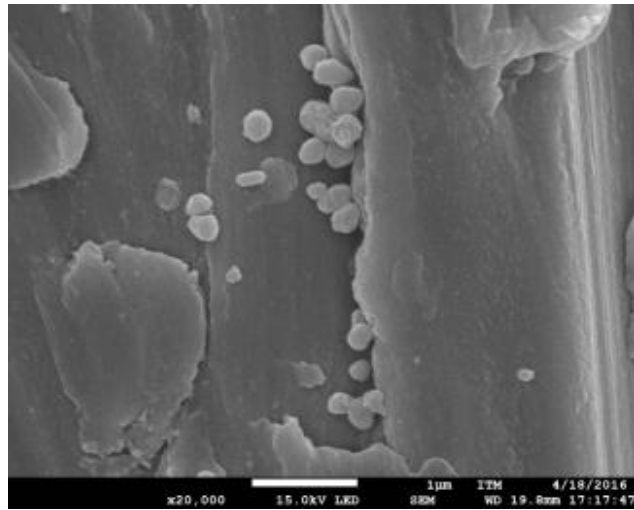


Figura 43. Tiona

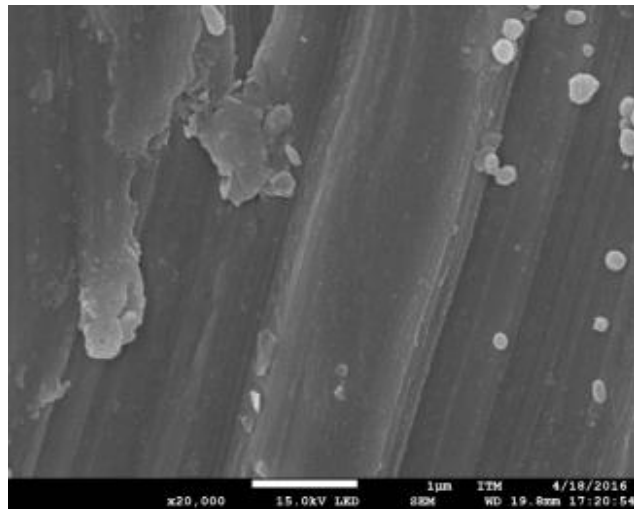
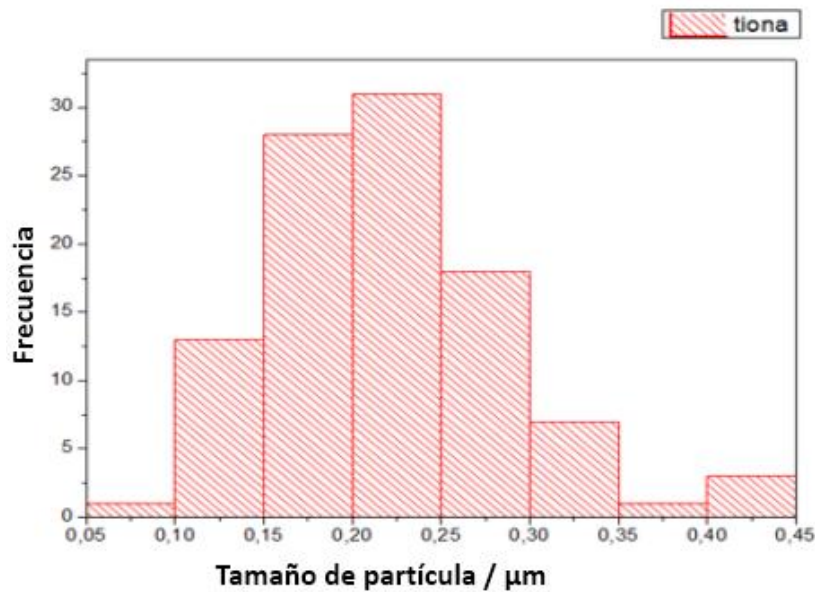
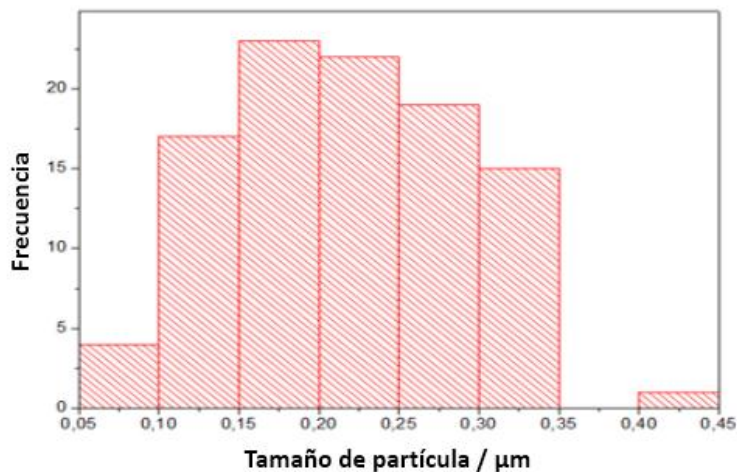


Figura 44. Tiona



Gráfica 4. Barras para la tiona a lo largo.



Gráfica 5. Barras para la tiona a lo ancho

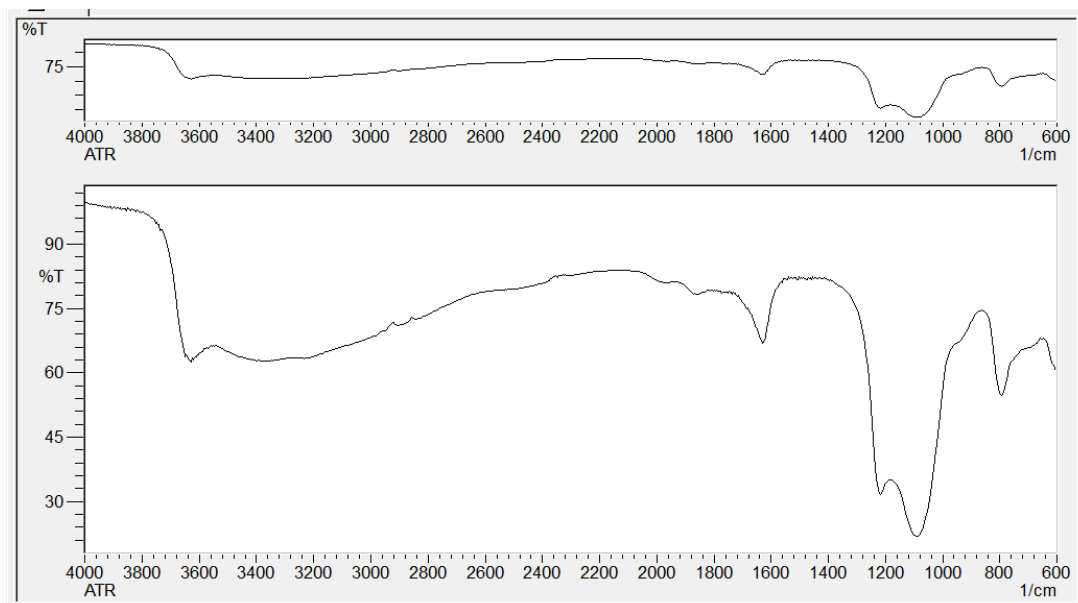
#### 4.2 Análisis de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)

En el espectro de la Gráfica 6 se observa el espectro obtenido para las zeolitas 822 analizadas en este trabajo. Se debe anotar que por falta de disponibilidad del equipo no se realizaron estas pruebas para las zeolitas del tipo 5A. El equipo no se rea Las bandas de absorción con características se observaron a 3655, 3447, 1627, 1226, 1150–1050, 802, 550 y 452  $\text{cm}^{-1}$ .



Los espectros de las muestras son iguales con respecto a la posición de las bandas. Las bandas de absorción a  $452\text{ cm}^{-1}$ ,  $802\text{ cm}^{-1}$ ,  $1100\text{ cm}^{-1}$  y  $1220\text{ cm}^{-1}$  son características de la flexión del enlace T–O, donde T es un elemento metálico incrustado en la estructura de la zeolita que puede ser silicio o aluminio, vibraciones de tensión simétrica externa, y vibraciones de tensión asimétrica externa, propia de los materiales que contienen silicio en su estructura (Guo et al., 2011).

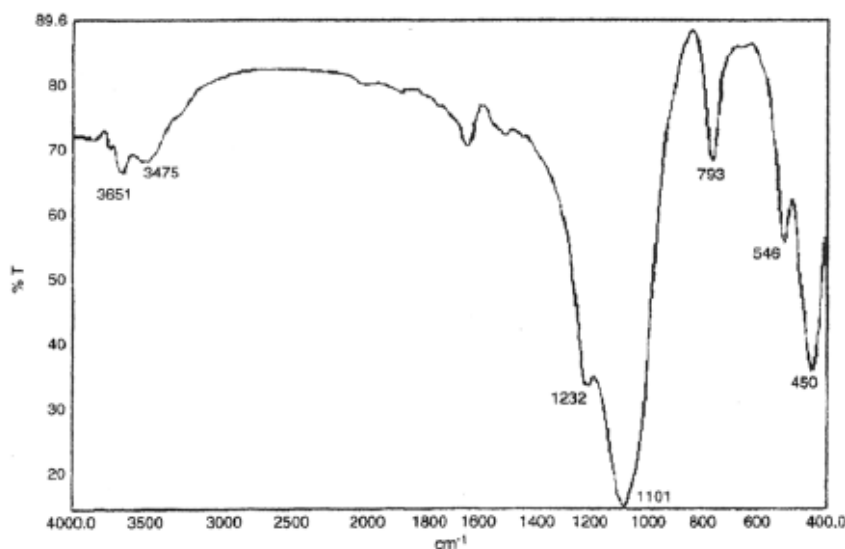
Las bandas características a  $3447\text{ cm}^{-1}$  son debidas a los grupos silanol aislados (Si–O–H) y la banda a  $3655\text{ cm}^{-1}$  corresponde a la estructura Al–OH. Las bandas que se observaron a  $1627\text{ cm}^{-1}$  son ocasionadas por las vibraciones de flexión de las moléculas de agua presentes en la estructura de la zeolita, la cual pudo haberse asimilado probablemente en el tratamiento de la muestra para el análisis del FTIR. Cuando las zeolitas son expuestas a la atmósfera siempre absorben agua debido a sus propiedades hidrofílicas (Sazama et al., 2011).



Gráfica 6. Espectro de zeolitas 822

Al comparar los resultados obtenidos con los de otros autores se observa en la Gráfica 5 que, para la zeolita sódica secada a  $120\text{ °C}$  por 15 horas, de color blanco, se observan las bandas características de NaZSM-5 a  $1214$ ,  $1097$ ,  $790$ ,  $540$  y a  $462$

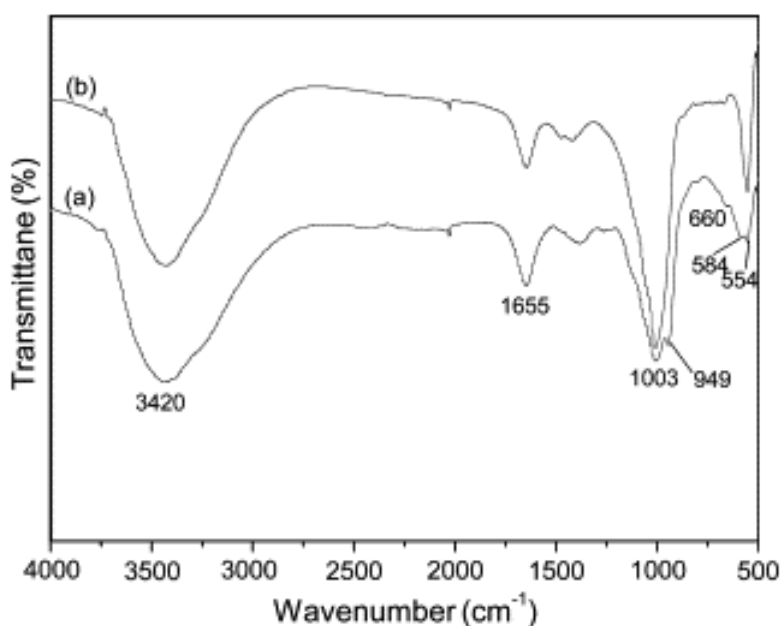
cm<sup>-1</sup>. Estas bandas al ser comparadas con las bandas del espectro referencial, mostradas en las Gráficas 7 y 8, resultan similares a las que figuran a 1232, 1101, 793, 546 y 450 cm<sup>-1</sup>, en el espectro referencial. Además, en tal espectro (A) se observa que las bandas no son muy intensas por la presencia de las impurezas. A diferencia, en el espectro (B), correspondiente a la zeolita calcinada a 550 °C por 1 hora, de color crema, se observan las mismas bandas a 1215, 1095, 790, 542 y 449 cm<sup>-1</sup>, pero más intensas. Asimismo, en el espectro (C), que corresponde a la misma zeolita calcinada a 550 °C por 20 horas, de color blanco, se observan mejor definidas y de mayor intensidad, las bandas a 1216, 1096, 789, 541 y a 456 cm<sup>-1</sup> correspondientes a las vibraciones de los grupos funcionales, presentes en la zeolita NaZSM-5, sobre todo las que figuran a 541 y 456 cm<sup>-1</sup> son específicamente las bandas características de la zeolita ZSM-5. Finalmente, estos resultados muestran con cierta certeza que la zeolita sintetizada es NaZSM-5. (Delmás, Muñoz y Lizardo, 2009)



Gráfica 7. Espectro referencial FTIR de la zeolita NaZSM-5

Los espectros de FTIR de la materia prima de zeolita 5A y zeolita 5A alcalina tratada se muestran en la Gráfica 8. Las formas y posiciones de las bandas a 554 cm<sup>-1</sup>, 660 cm<sup>-1</sup>, 1003 cm<sup>-1</sup>, 1655 cm<sup>-1</sup> y 3420 cm<sup>-1</sup> atribuidos a la zeolita tipo A, tanto

en dos espectros se observan que no hay cambios evidentes, lo que indica que la estructura cristalina de zeolita está esencialmente no afectada de activador líquido alcalino. Las bandas a  $584\text{ cm}^{-1}$  y  $949\text{ cm}^{-1}$  aparecen en zeolita material de 5A en bruto puede ser atribuido al precursor de zeolita amorfa mientras que desaparecen en zeolita 5A tratado con álcali, lo que indica que las fases amorfas se disolvieron en soluciones altamente alcalinas y se lavó a cabo. (Huang, Han y Yi, 2012)



Gráfica 8. Espectro FTIR de zeolitas del tipo 5 A (a) y 5 A alcalina (b).

### 4.3 Resultados de elaboración de compuestos

Al momento de la elaboración de las planchas se tuvieron problemas de porosidad. Por lo tanto, durante el procesamiento se encontró que la cantidad de material que se necesitaba para llenar la cavidad del tamaño del molde es muy importante debido a que puede ocasionar porosidad. Es importante tener en cuenta la cantidad de material que hay que utilizar y que se debe realizar una buena distribución de este en el molde para que haya una buena muestra y evitar que quede con poros.

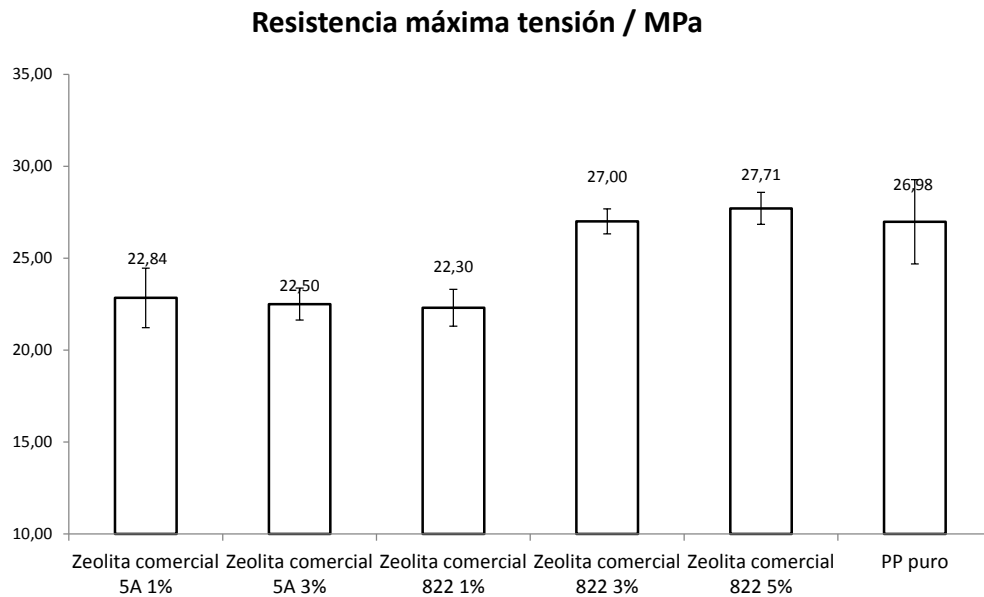
La Gráfica 9 muestra los resultados de la medición de la resistencia máxima en tensión de los compuestos obtenidos. Estos resultados incluyen la resistencia a la

tensión de los compuestos con las zeolitas analizadas en este trabajo y se observan adicionalmente los resultados con zeolitas del tipo 5A. Inicialmente se habían planteado dos técnicas de incorporación pero en el desarrollo del proyecto se decidió utilizar una única técnica con distintas partículas, es decir, se realizaron dos mezclas, la primera mezcla tenía partículas de polipropileno puro (copolímero random clarificado para inyección), y se le adiciono peróxido de dicumilo y anhídrido maleico (mezcla funcionalizada), la segunda etapa de la mezcla tenía partículas de la primera mezcla que fue la funcionalizada y a esta se le adicionaron partículas de zeolita 5A (mezcla cargada) , la segunda mezcla fue realizada con polipropileno puro (copolímero random clarificado para inyección) y partículas de zeolita 5A.

En la gráfica 9 se puede observar la probeta de polipropileno puro (copolímero random clarificado para inyección) tuvo una resistencia de tensión de 26,98 MPa y comparando con las probetas que se mezclaron con zeolita comercial al 1% y 3% tuvieron una resistencia menor de 22,84 y 22,50 MPa respectivamente. Esto quiere decir que al mezclar polipropileno puro con zeolita comercial 5A en porcentajes ascendentes la resistencia de tensión disminuye dando un punto de ruptura mayor que el polipropileno puro. Al adicionar un 1% y un 3% el punto de ruptura disminuyo en un 15% y 16% respectivamente. Con esto se analizó que al aumentar los porcentajes de zeolita 5A la resistencia máxima de tensión disminuye.

Al igual se observó que la zeolita 822 tuvo valores muy similares al polipropileno puro, al adicionar un 1% de zeolita 822 esta muestra una resistencia máxima de tensión menor comparando con el polipropileno puro, pero al aumentar la cantidad de zeolita 822 en un 3% y 5% arrojó resultados superiores de resistencia máxima en tensión comparándolo con el polipropileno puro, con esto se concluyó que al aumentar las cantidades de esta zeolita 822 la resistencia máxima de tensión aumentara.

Comparando las dos zeolitas la 5A y la 822 se sacó la conclusión de que al adicionar mayores porcentajes de zeolita 822 esta aumenta la resistencia máxima en tensión.



Gráfica 9. Resistencia máxima tensión / MPa

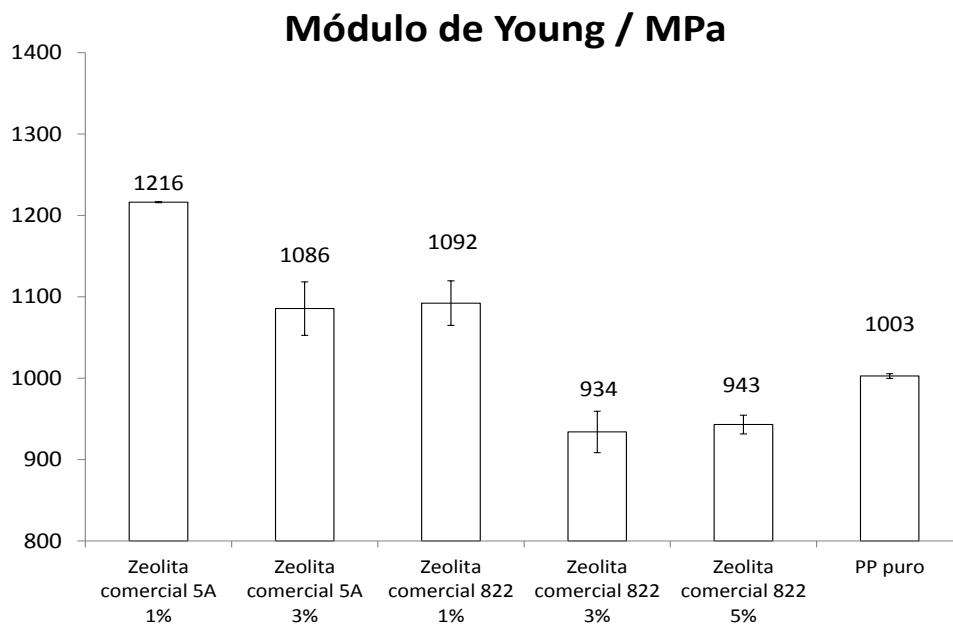
En la Gráfica 10 se muestran los resultados de la medición del módulo de Young de los compuestos obtenidos. Allí se puede observar que la probeta de polipropileno puro (copolímero random clarificado para inyección) con un valor de 1003 MPa tiene poca rigidez y al compararlo con la mezcla que contiene zeolita comercial 5A al 1% que con un valor de 1216 MPa y al 3% con un valor de 1086 MPa, estas dan una mayor rigidez, pero al ir aumentando el porcentaje de la zeolita comercial 5A va disminuyendo la resistencia debido a que la zeolita es un cerámico y tiende a volver más frágil el material. Al agregar un 1% de zeolita comercial 5A el módulo de Young aumenta un 21 %, al agregar una carga de 3% de zeolita comercial 5A el módulo de Young aumenta un 8 %.

Al aumentar la cantidad de porcentaje de zeolita comercial 5A el módulo de Young aumento. Es decir, el módulo de Young de los cerámicos como las zeolitas es muy

superior al de los polímeros, y al mezclarlos aumenta significativamente el módulo de Young.

Al igual se observó que la zeolita 822 tuvo valores inferiores comparándolos con el polipropileno puro, al contener menor cantidades de zeolita 822 el módulo de Young aumenta en comparación con el polipropileno puro.

Comparando las dos zeolitas la 5A y la 822 se sacó la conclusión de que al adicionar mayores porcentajes de zeolita 5A esta aumenta el módulo de Young. Y al adicionar zeolita 822 en mayores cantidades el módulo de Young es inferior comparándolo con el polipropileno puro.



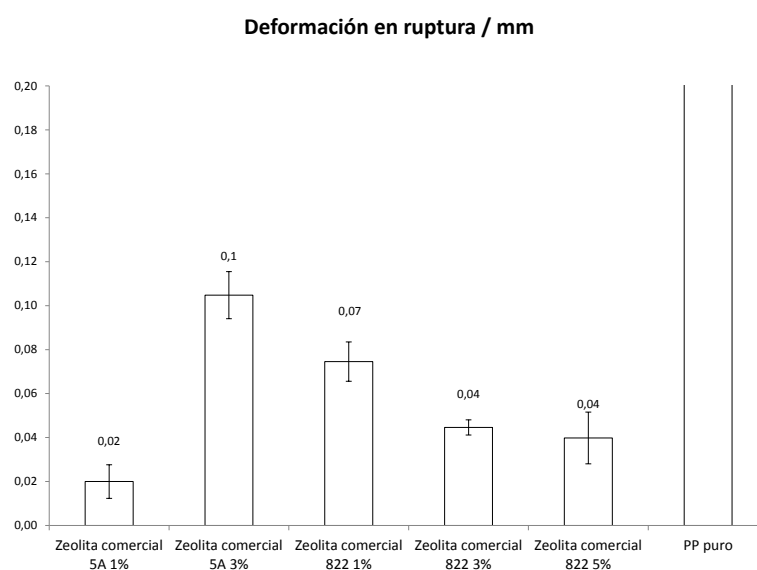
Gráfica 10. Módulo de Young /MPa

En la Gráfica 11 se muestran los resultados de la medición de la deformación en ruptura de los compuestos obtenidos allí se pudo observar que la probeta de polipropileno puro (copolímero random clarificado para inyección) tiene una deformación de ruptura muy alta, esto quiere decir que es bastante elástico antes de llegar a su punto de ruptura, y comparándolo con la mezcla que contiene zeolita

comercial 5A al 1% mostró un valor de 0,02 mm de elasticidad y en este punto se fracturó el material generando su ruptura, con 3% arrojó un valor de 0,1 mm de elasticidad logrando su ruptura, esto nos indicó que al contener menor porcentaje de esta zeolita 5A el material es más frágil permitiendo una ruptura más rápida y a la vez que se le va aumentando el porcentaje de zeolita 5A su ruptura se hace más difícil de lograr.

También se observó los resultados obtenidos con la zeolita 822 y comparándolos con el polipropileno puro hay una gran diferencia. Al adicionar un 1% de esta zeolita mostro un valor de 0,07 mm de elasticidad logrando su punto de ruptura, con un 3% y un 5% arrojó un valor de 0,04 mm de elasticidad logrando su punto de ruptura, con esto podemos concluir que al contener menor porcentaje de zeolita 822 tiene una deformación en ruptura mayor y al ir aumentando el porcentaje su deformación en ruptura es menor.

Comparando las zeolitas 5A y 822 estas se comportaron de manera contraria al contener mayor porcentaje de zeolita 5A aumento la elasticidad del material, y con la zeolita 822 al contener menor porcentaje aumento la elasticidad del material.



Gráfica 11. Deformación en ruptura /mm

## 5. Conclusiones

- La caracterización de las zeolitas permitió concluir que contiene una composición química con altos valores de Silicio (Si) 26,10.
- Se aplicó una sola técnica empleando materiales diferentes para la adición de partículas como lo fueron el anhídrido maleico, peróxido de dicumilo y zeolita 5A, las cuales fueron una mezcla funcionalizada y luego mezcla cargada.
- En las mezclas con la zeolita comercial 5A se observó un aumento significativo del módulo de Young.
- La resistencia máxima de tensión de los compuestos con zeolita 5A y zeolitas 822 fueron muy similares a los resultados obtenidos con el polipropileno puro.
- Al aplicar diferentes compuestos al polipropileno cambian las propiedades mecánicas y se vieron evidenciadas en las diferentes pruebas realizadas (módulo a la resistencia de tensión, módulo de Young, módulo de ruptura).



## 6. Anexos

### Anexo A. Procedimiento para elaboración de mezclas en reómetro de torque thermo scientific

#### Reómetro

El reómetro es uno de los instrumentos más completos de caracterización y análisis de los materiales termoplásticos, no solo permite conocer con anticipación el comportamiento que tendrían los polímeros a la transformación como extrusoras, inyectoras si no que permite la comparación de los mismos materiales a diferentes proporciones de los aditivos en estudio.

El reómetro es básicamente un mezclador que proporciona datos muy valiosos con respecto al procesamiento de los polímeros micro y nano-materiales, también se utiliza para describir las propiedades de una amplia variedad de materiales tales como polímeros en fundido, tintas, aceites entre otros. La comprensión de estas propiedades de los polímeros proporciona información esencial sobre la capacidad de procesamiento.

Evalúa rápidamente el comportamiento de flujo de las mezclas de polímeros, materiales compuestos y así sucesivamente, por lo cual se usa utiliza en laboratorios de investigación de procesamiento de polímeros.

Este instrumento ayuda a responder algunas preguntas importantes tales como: ¿Qué aditivos alteran el flujo?, ¿la carga de relleno aumentara o disminuirá la viscosidad de fundido?, ¿Cuánto va a afectar durante la fusión?, ¿en cuánto tiempo se produce los cambios de la mezcla?, ¿Cuál es la temperatura más adecuado para el tratamiento del material compuesto?

#### Procedimiento para uso del reómetro

1. Verificar led del regulador el del medio que este encendido (nunca se desconecta).
2. encender el pc.
3. para ingresar al sistema, ingresar la clave.
4. Abrir el programa “polysoft monitor”.
5. Verificar que el USB to can este encendido (parte de atrás del computador).
6. Cuando aparezca un recuadro de advertencia en la pantalla se le da “aceptar”.
7. Verificar que haya nitrógeno.

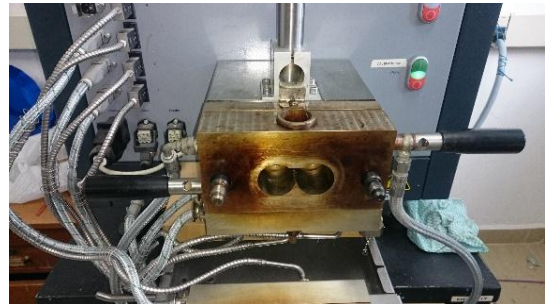
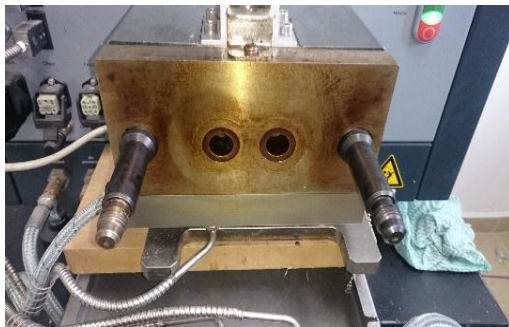
Si el reómetro esta desarmado en la parte de operación:

8. El enchufe principal del equipo siempre debe estar conectado, no desconectar.
9. Montar rotores
10. Montar placas con mucho cuidado sin ir a averiar el sensor de temperatura la parte interna.
11. Montar y ajustar las chapolas.
12. Montar tolva o embudo y girar 90° para asegurar.
13. Encender el equipo de la perilla principal.

Cuando se ese listo para usar el equipo

14. Encender la calefacción del equipo.
15. Encender los rotores del equipo.
16. En el computador poner la velocidad de los rotores en 60 RPM/MIN.
17. En el computador verificar que la temperatura llegue a 220°C.
18. Iniciar play general y play de Excel para que guarde los datos.
19. Cuando todo este verificado, temperatura del equipo, velocidad de los rotores, placas montadas y ajustadas,

20. Poner nitrógeno en 5 ml.
  21. Agregar polímero en el embudo.
  22. Bajar eje tipo cremallera para ingresar bien todo el polímero.
  23. Esperar unos minutos (depende del tipo de polímero), para agregar el otro componente.
  24. Pasado el tiempo subir eje tipo cremallera, agregar nitrógeno por 30 segundos.
  25. Después agregar el otro componente.
  26. Bajar nuevamente eje tipo cremallera.
  27. Y esperar resto del tiempo para que se mezcle bien, agregando nitrógeno constante.
  28. Pasado el tiempo retirar nitrógeno, subir eje tipo cremallera, apagar rotores, apagar calefacción, dar stop a todo, quitar chapolas, desmontar primera placa, con una espátula iniciar a quitar parte de la mezcla que queda, desmontar la segunda placa y continuar retirando la mezcla que tiene esta, al igual retirar la mezcla que hay en los rotores, cuando se retire la mayor parte de mezcla de los rotores bajarlos con mucho cuidado y con guantes para calor para realizar limpieza de ellos, esta limpieza se realiza con cepillo de alambre de cobre con el fin de no rayar ni desgastar los rotores.
- Una vez realizada la limpieza se montan nuevamente, estos están marcados R (derecho), L (izquierda), asegurarse de limpiar todo el exceso de mezcla de las tapas y montarlas nuevamente, montar las chapolas y ajustar. Este procedimiento se repite cada que se haga una mezcla.



**Reometro de torque y sus partes marca Thermo Scientific tipo HAAKE**

**PolyLab QC**

## Anexo B. Procedimiento para elaboración de planchas

Metodología de prensado de planchas de polipropileno puro de inyección y nano compuestos.

1. Estabilizar medidor a 240 C con las placas puestas y el aluminio.
2. Sacar y poner material en la placa bien distribuido, las partes gruesas en el centro.
3. Meter las placas con el material.
4. Dejar 4 minutos manteniendo las placas en contacto con el material para garantizar que el material se funda sin hacer presión, si no se ve bien fundido dejar más tiempo manteniendo las placas en contacto y sin hacer presión.
5. Si es una sola cavidad con material ubicarla en el centro de la placa.
6. Subir la presión lentamente con la palanca hasta 100 bar por 1 minuto (inicialmente se sube a 25 bar y se libera presión, se sube nuevamente a 50 bar y se libera presión, luego a 75 bar y se libera presión, para finalmente llegar a 100 bar).
7. Dejar 2 minutos a 100 bar.
8. Apagar el medidor.
9. Abrir la llave del agua (vuelta y media).
10. Sostener la presión en 100 bar si se baja durante el enfriamiento.
11. Dejar enfriando hasta que llegue hasta 40°C para evitar contracción a temperatura ambiente.(esta temperatura llega aproximadamente en 30 min, pero es necesario verificar con el medidor de temperatura).
12. Cerrar el agua.
13. Abrir despacio la prensa.

NOTA: Para polietileno se sube el medidor a 200°C

Hay una diferencia de 10°C entre el medidor y la temperatura de la placa inferior por lo tanto para garantizar que se llegue a la temperatura de fusión del material.

Se moduló la salida de agua para lograr enfriamiento de 20°C por minuto.



*prensa para moldeo por compresión*

 Institución Universitaria	INFORME FINAL TRABAJO DE GRADO	Código	FDE 089
		Versión	01
		Fecha	2014-05-08

### Referencias bibliográficas

- Beltrán, M., & Marcilla, A. (2011). Tipos de plasticos, aditivación y mezclado. Tecnología de Polímeros, 75–76. Retrieved from <http://iq.ua.es/TPO/Tema2.pdf>
- Billmeyer, F. W. (1975). Ciencia de los polímeros. Reverté.
- Bonner WA, Castro AJ. Química Orgánica Básica. 2 ed. La Habana; Editorial Pueblo y Revolución. 1979
- Carp, O., Huisman, C. L., y Reller, A. (2004). Photoinduced reactivity of titanium dioxide. Progress in solid state chemistry, 32(1), 33-177.
- Cortés, A. C. (2009). La importancia de las zeolitas. Cuadernos del Tomás, (1), 211-227.
- Cyclopaedia. (s.f). Peróxido de dicumilo Recuperado de: <http://www.cyclopaedia.es/wiki/Peroxido-de-dicumilo>
- Evonik. (2015). AEROXIDE®, AERODISP® and AEROPERL® Titanium Dioxide as Photocatalyst, 1–12.
- Gallego, K., López, B. L., y Gartner, C. (2006). Estudio de mezclas de polímeros reciclados para el mejoramiento de sus propiedades. Revista facultad de Ingeniería, 37, 59-70.
- Guzmán, M., & Murillo, E. A. (2014). Funcionalización de Polietileno de Baja Densidad con Anhídrido Maleico en Estado Fundido. Polímeros, 24(2), 162–169. <http://doi.org/10.4322/polimeros.2014.034>
- Hartanto, D., Purbaningias, T. E., Fansuri, H., & Prasetyoko, D. (2011). Karakterisasi Struktur Pori dan morfologi ZSM-2 mesopori yang disintesis dengan variasi waktu aging. J Ilmu Dasar, 12(1), 80-90.

Martinelli, M., Froimowicz, Pablo., y Calderón, M. (2003). Materiales poliméricos funcionalizados. *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 4(4), 30-47.

Pertuz, Y. Y. A., Aguiar, L. A. O., Uribe, U. N., Centeno, M. Á., & Odriozola, J. A. (2006). Modificaciones de las propiedades texturales y estructurales de una zeolita usy y de sus mezclas con “caolín clay” y clorhidrol como consecuencia del tratamiento hidrotérmico modifications of the textural and structural properties. *Revista Colombiana de Química*, 35(1).

Petroquim. (s.f). Que es el propileno. Recuperado de: <http://www.petroquim.cl/que-es-el-polipropileno/>

Pertuz, Y. Y. A., Aguiar, L. A. O., Uribe, U. N., Centeno, M. Á., & Odriozola, J. A. (2006). Modificaciones de las propiedades texturales y estructurales de una zeolita usy y de sus mezclas con “caolín clay” y clorhidrol como consecuencia del tratamiento hidrotérmico modifications of the textural and structural properties. *Revista Colombiana de Química*, 35(1).

Rosales García, J. A. (2010). Materiales para fotocatalisis y electrofotocatalisis.

QuimiNet (2006). ¿Para qué se usa el Dióxido de Titanio?. Recuperado de: <https://www.quiminet.com/articulos/para-que-se-usa-el-dioxido-de-titanio-5346.htm>

Serna, L., y Albán, F. (2011). Ácido poliláctico (PLA): Propiedades y aplicaciones. *Revista Ingeniería y Competitividad*, 5(1), 16-26.

Solution, S., y Surfactants, N. (2009). Hoja de datos de seguridad Hoja de datos de seguridad. *Explosion*, (1907), 2007–2010. Retrieved from

<http://www.senado.es/web/expedientappendixblobervlet?legis=10&id1=10097&id2=31>



Sun, H., Shen, B., & Liu, J. (2008). N-Paraffins adsorption with 5A zeolites: The effect of binder on adsorption equilibria. Separation and Purification Technology, 64(1), 135–139. <http://doi.org/10.1016/j.seppur.2008.08.013>

Universidad Nacional de la Plata. (2012). Técnicas de Caracterización. Conceptos Generales. Capítulo IV. Sedici, 1–21. Retrieved from [http://sedici.unlp.edu.ar/bitstream/handle/10915/2681/IV\\_-\\_Tcnicas\\_de\\_caracterizacion\\_Conceptos\\_generales.pdf?sequence=8](http://sedici.unlp.edu.ar/bitstream/handle/10915/2681/IV_-_Tcnicas_de_caracterizacion_Conceptos_generales.pdf?sequence=8)

**FIRMA ESTUDIANTES**

Juan Higuita  
cc. 1128384288

**Julián Fernando Higuita**

**CC 1'128'384'288**

**Estudiante Ingeniería Electromecánica**

*Alejandro Gómez*  
C.C 1128475144

**Álvaro Alejandro Gómez**

**CC 1'128'475'144**

**Estudiante Ingeniería Electromecánica**

**FIRMA ASESOR**

*Juan Felipe Santa Marín*  
CC 9866096

**Ing. Juan Felipe Santa Marín, M. Eng, ph.D.**

**Grupo de investigación Materiales Avanzados y**

**Energía –MATyER**

**FECHA ENTREGA: 29 noviembre de 2016**

**FIRMA COMITÉ TRABAJO DE GRADO DE LA FACULTAD**

\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

**RECHAZADO** \_\_\_\_\_      **ACEPTADO** \_\_\_\_\_      **ACEPTADO CON**  
**MODIFICACIONES** \_\_\_\_\_

**ACTA NO.** \_\_\_\_\_

**FECHA ENTREGA:** \_\_\_\_\_

**FIRMA CONSEJO DE FACULTAD** \_\_\_\_\_

**ACTA NO.** \_\_\_\_\_

**FECHA ENTREGA:** \_\_\_\_\_