

AMIDIQ

Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química



TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO
INSTITUTO TECNOLÓGICO DE CELAYA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA



XXXVII Encuentro Nacional de la AMIDIQ NUEVAS TECNOLOGÍAS Y TENDENCIAS EN LA INGENIERÍA QUÍMICA

Memorias

INGENIERÍA DE ALIMENTOS

INGENIERÍA DE PROCESOS

INGENIERÍA DE LAS REACCIONES

FENÓMENOS DE TRANSPORTE

SIMULACIÓN Y CONTROL

INGENIERÍA AMBIENTAL

BIOTECNOLOGÍA

TERMODINÁMICA

MATERIALES

POLIMEROS

EDUCACIÓN

CATÁLISIS

ENERGÍA



Mayo 3-6 2016
Puerto Vallarta Jalisco

Memorias del XXXVII Encuentro Nacional de la AMIDIQ
3 al 6 de Mayo de 2016, Puerto Vallarta, Jalisco, México

“NUEVAS TECNOLOGÍAS Y TENDENCIAS EN LA INGENIERÍA QUÍMICA”

Memorias del XXXVII Encuentro Nacional de la AMIDIQ
Puerto Vallarta, Jalisco, México
3 al 6 de mayo de 2016

“MODIFICACIÓN QUÍMICA DE NANOESTRUCTURAS DE CARBONO”: OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE SÍNTESIS DE MATERIALES HÍBRIDOS (ORGÁNICO-INORGÁNICO).

Pedro Luis Córdova Osorio^a, Alejandra García García^b, Andrés Felipe Betancur Lopera^c.

^aDivisión Académica de Ingeniería y Arquitectura, Universidad Juárez Autónoma de Tabasco, Carretera Cunduacán-Jalpa KM. 1. Col. La Esmeralda, Cunduacán, Tabasco, C.P.86690, México. E-mail pedroosorio2828@gmail.com

^bCentro de Investigación en Materiales Avanzados S.C., Alianza Norte 202, Km 10 Autopista Monterrey-Aeropuerto, Apodaca, Nuevo León, México, C.P. 66600. alejandra.garcia@cimav.edu.mx

^cUniversidad Pontificia Bolivariana, sede Medellín, Departamento de Óptica y Espectroscopia, Circular 1 No. 70-01, Bloque 8, piso 2, Medellín Colombia. andresfebelo@gmail.com

Resumen

Se realizó una síntesis a diferentes concentraciones de un material híbrido que tiene como base una resina epóxica y un alcóxido, midiendo adherencia y dureza, con el fin de determinar la concentración en la cual el material tiene mejores propiedades físicas y químicas. Las pruebas dieron como resultado que el porcentaje de los componentes óptimo es de 70%wt de Bisphenol A diglycidyl ether (DGEBA) y 30%wt de Tetraethyl orthosilicate (TEOS). Se observó que el material resultante tiene características ideales para favorecer la protección de aceros contra la corrosión.

I. Introducción

Desde hace décadas surgió la posibilidad de combinar compuestos orgánicos e inorgánicos y obtener nuevos materiales con mejores propiedades que las de los materiales constituyentes [1]. Uno de los métodos más ampliamente usados para la protección de metales son los recubrimientos protectores. Entre los varios recubrimientos protectores, se ha encontrado que los recubrimientos híbridos ofrecen una excelente protección a la corrosión debido a la combinación de las propiedades de un polímero orgánico y un agente inorgánico [2]. El componente inorgánico contribuye a incrementar la resistencia al rayado mientras que el componente orgánico incrementa la flexibilidad y la adhesión al sustrato metálico.

Una de las técnicas de procesamiento más empleadas en la obtención de los híbridos orgánico-inorgánicos es el método de sol-gel. Es un método muy flexible que permite procesar materiales a temperatura ambiente; esta característica es muy importante cuando se emplean polímeros [3,4]. Además, es una técnica de relativamente bajo costo, ya que no se requieren equipos sofisticados para su utilización. Otra ventaja es la obtención de productos como películas, monolitos o polvos de alta pureza [5].

II. Metodología

La síntesis de los materiales híbridos presenta diferentes procesos para su obtención, que dependen de los precursores y las características finales del material. En este proceso se sintetizará un material híbrido empleando una resina epoxica (DGEBA), un precursor inorgánico con base en silicio (TEOS) y un agente curante, esto mediante materiales y equipos comunes de laboratorio: vasos de precipitado, pipetas, espátulas, balanzas analíticas, etc.

Partiendo de la base del peso total del material, obtener las cantidades correspondientes a mezclar de resina epoxica, alcóxido y agente curante. Adicionar en un beaker resina DGEBA, seguido a esto verter 100% del peso de la resina en THF y agitar en una plancha magnética. Adicionar el alcóxido inmediatamente se ha solubilizado la mezcla y continuar la agitación. Finalmente adicionar el agente curante con agitación continua. El material final permanece en agitación por otros 5 minutos con el recipiente tapado.

III. Resultados

Se realizaron todas las concentraciones planteadas para hacer la comparación entre estas, se llevaron a cabo las caracterizaciones y se consideró la resina como el reactivo en mayor proporción debido al mecanismo de reacción, de igual manera se propusieron nuevas concentraciones, y se repitió por tres veces las concentraciones que se observaron con mejores características.

De las pruebas realizadas con SEM se logró observar la distribución de cada elemento tanto de resina epoxica como TEOS mostrando resultados favorables para las concentraciones mayores de resina epoxica.

Del análisis reológico se logró determinar el punto de gelación a partir del módulo elástico y el modulo viscoso dando como resultados para un gramo de material hibrido un tiempo de 17 min esto para la concentración de 70 % resina epóxica 30% TEOS.

Las pruebas de adhesión se hicieron por triplicado para cada recubrimiento, los resultados se promediaron. La fuerza de adhesión a la superficie metálica del recubrimiento hibrido se encontró que es mucho más alta que la del recubrimiento puramente epóxico, pero esta es menor con altas concentraciones de TEOS lo que indica que la concentración optima del material no favorece altas concentraciones de ningún reactivo.

III.1 Pruebas de Adherencia y Dureza

Las pruebas de adherencia y dureza se realizaron a un rango de concentraciones (ver Tabla1) donde la morfología del material hibrido no cambia, debido a que al aumentar el porcentaje de alcóxido en más del 40%wt la incompatibilidad entre la fase orgánica e inorgánica, y se generan clústers de material inorgánico del orden de las micras (ver Figura 2), sin presentar dureza o adherencia al llegar a altas concentraciones del alcóxido (ver figura 2a).

DGEBA %wt	TEOS %wt	Dureza GPa	Modulo Elástico GPa	Adherencia MPa-psi
65	35	0.217	4.1	3.5
70	30	0.272	5.18	4.9
75	25	0.223	4.82	5

Tabla 1. Rango de combinaciones con su porcentaje en peso de resina y alcóxido, con sus respectivos valores de dureza, Módulo elástico y adherencia.

III.2 Espectroscopia Raman

Las bandas características de la parte orgánica están bien definidas. Alrededor de 632.70 y 1117.34 cm^{-1} se presentan deformaciones de los enlaces C-H fuera y dentro del plano del anillo aromático. En 744.69, 826.18 y 1453.89 cm^{-1} se reflejan las vibraciones de los enlaces C-C, deformación del grupo CH₂ dentro y fuera en el anillo epóxido o glicidil, el cual es el anillo epóxido más reactivo y el que entra directamente a reaccionar con el agente curante, iniciando el proceso de polimerización del sistema, entrecruzando las cadenas poliméricas y reafirmando la estructura [6]. Dentro de la estructura del DGEBA las resonancias del CH₃ y los enlaces C-O del anillo del epóxido se evidencian en 1188.2 y 1295.89 cm^{-1} [7]. Por último, la banda más prominente alrededor de 1004.74 cm^{-1} está relacionada con los enlaces Si-O provenientes del alcóxido adicionado, y la clara definición en el espectro Raman dan cuenta de la integración química entre cada componente (orgánico-inorgánico)[8].

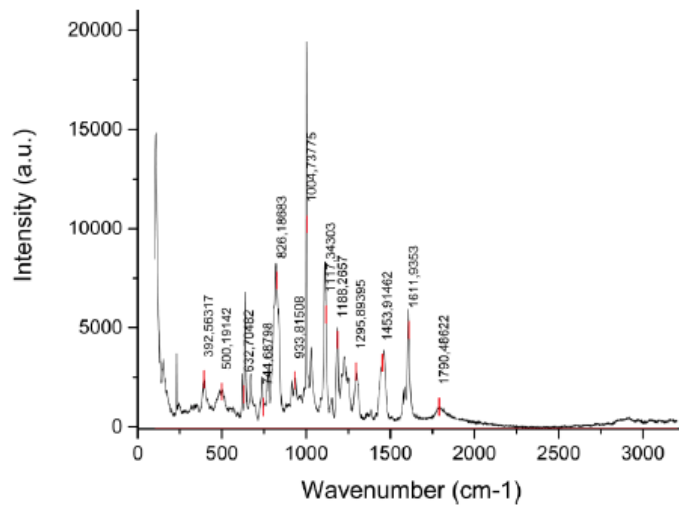


Figura 1. Espectro Raman del compuesto híbrido (DGEBA 70%wt / TEOS 30%wt). Se utilizó una línea de excitación del 633 nm.

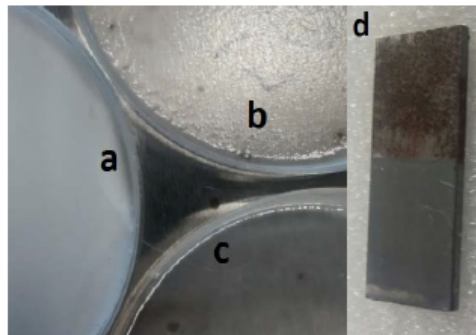


Figura 2. Morfología del material híbrido a diferentes concentraciones extremas e intermedia de los componentes base. a) DGEBA 30 %wt / TEOS 70%wt, b) DGEBA 50 %wt / TEOS 50%wt, c) DGEBA 70 %wt / TEOS 30%wt., d) Protección atmosférica de una lámina de acero al carbono 1018, recubierta con una mezcla de componente híbrido de la imagen c.

Se realizaron análisis de reología en los cuales se determinaron dos puntos de gelación para lo cual hasta el momento no se ha efectuado una correcta interpretación, este resultado será publicado en posteriores publicaciones.

IV. Conclusiones

De las caracterizaciones realizadas se logró determinar que la concentración óptima del material es cercana a 70 %wt resina epoxica 30%wt TEOS ya que a partir de los resultados mostrados favorece cada uno de los aspectos tanto químicos como mecánicos del material resultante. Las películas con altas concentraciones de resina ofrecen buena apariencia en la superficie, además de ser homogéneas en su morfología, por el contrario no tienen una dureza alta ya que el reactivo que da esta característica está en una cantidad baja. Las películas con concentraciones altas de TEOS ofrecen una dureza muy buena, sin embargo las películas obtenidas no son homogéneas, se presentan grumos en la superficie haciendo que esta sea rugosa.

Referencias

- [1] J. Alvarado. "Procesamiento y caracterización de recubrimientos híbridos cerámico-polímero," [En línea], acceso agosto 2008; Disponible: <http://www.qro.cinvestav.mx/~ceramics/PaginawebHibridos/lineas.htm>, 2008.
- [2] F. Andreatta et al., "Development and industrial scale-up of ZrO₂ coatings and hybrid organic-inorganic coatings used as pre-treatments before painting aluminium alloys," *Progress in Organic Coatings*, vol. 72, no. 1-2, pp. 3-14, 2011.
- [3] T. Wang et al., "Fabrication of continuous mesoporous organic-inorganic nanocomposite films for corrosion protection of stainless steel in PEM fuel cells," *Corrosion Science*, vol. 53, no. 4, pp. 1498-1504, 2011.
- [4] T. Zafeiropoulou et al., "Performance evaluation of organic coatings against corrosion in reinforced cement mortars," *Progress in Organic Coatings*, vol. 72, no. 1-2, pp. 175-180, 2011.
- [5] N. Pirhady Tavandashi, y S. Sanjabi, "Corrosion study of hybrid sol-gel coatings containing boehmite nanoparticles loaded with cerium nitrate corrosion inhibitor," *Progress in Organic Coatings*, vol. 69, no. 4, pp. 384-391, 2010.
- [6] C. C. Ibeh, *Handbook of Thermoset Plastics*. 1999.
- [7] C. Vargas-hernández, "Caracterización de los monómeros DGEBA y TMAB , y seguimiento de la reacción de entrecruzamiento por espectroscopia Raman Characterization of DGEBA and TMAB monomers , and monitoring the cross linking reaction by Raman spectroscopy," vol. 21, pp. 414-423, 2013.
- [8] S. Ponyrko, L. Kobera, J. Brus, and L. Matějka, "Epoxy-silica hybrids by nonaqueous sol-gel process," *Polym. (United Kingdom)*, vol. 54, no. 23, pp. 6271-6282, 2013.