



CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES AVANZADOS, S. C.

DEPARTAMENTO DE ESTUDIOS DE POSGRADO

Efecto de la incorporación de alúmina nanométrica en una matriz de policloropreno

TESIS

**PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRÍA EN NANOTECNOLOGÍA**

Presenta:

IQI. José David Varguez Lope

IQI. Manuel Jesús Domínguez Sánchez

Ing. Luis Manuel Mendoza Pinto

ASESOR:

Dr. Erasto Armando Zaragoza Contreras

AGRADECIMIENTOS

Les agradecemos a todas las personas que han apoyado la realización de este proyecto:

A la Universidad Tecnológica Metropolitana por permitirnos la oportunidad de superación a través de esta maestría, y a todo el personal que estuvo involucrado.

A nuestro asesor el Dr. Erasto Armando Zaragoza Contreras que sin su valiosa asesoría no hubiéramos podido concluir el presente trabajo.

A todo el personal del CIMAV que nos apoyaron en la realización de las diferentes pruebas que se presentan en este trabajo.

A todo el personal del CIMAV que nos apoyo durante la maestría.

A todos los profesores de maestría del CIMAV.

A nuestras familias por su apoyo incondicional.

ÍNDICE

ÍNDICE	ii
LISTA DE TABLAS	iv
LISTA DE FIGURAS	v
RESUMEN	6
ABSTRACT	7
CAPITULO I Introducción	8
I.1 Antecedentes	11
I.2 Marco teórico	20
CAPITULO II Justificación y Objetivos	33
II.1 Justificación	33
II.2 Hipótesis	34
II.3 Objetivo	34
II.4 Objetivos específicos	34
CAPITULO III Metodología experimental	36
III.1 Elaboración de muestras	36
III.2 Prueba de Análisis Termogravimétrico (TGA)	39
III.3 Prueba de Análisis Mecánico	40
III.4 Pruebas de Dureza	41

III.5 Prueba del Microscopio Electrónico de Transmisión de Alta Resolución (HRTEM)	42
.....
CAPITULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	43
IV.1 Morfología	43
IV.2 Estabilidad térmica	44
IV.3 Comportamiento mecánico	47
IV.4 Dureza	53
CAPITULO V. CONCLUSIONES	55
V.1 Recomendaciones	56
REFERENCIAS	57
ANEXOS	63

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Propiedades de la alúmina (Al_2O_3). _____ 27

Tabla 2. Formulaciones de los composites elaborados. _____ 37

LISTA DE FIGURAS

<i>Figura 1. Estructura general y diagrama de polímeros.</i>	22
<i>Figura 2. Estructura de cadenas poliméricas.</i>	24
<i>Figura 3. Propiedades de algunos elastómeros.</i>	25
<i>Figura 4. Balanza analítica y agitador de hélice de regulación mecánica.</i>	37
<i>Figura 5. Preparación de tablillas de madera para muestras.</i>	38
<i>Figura 6. Películas obtenidas para la realización de pruebas.</i>	39
<i>Figura 7. Muestra para la prueba de TGA.</i>	40
<i>Figura 8. Análisis Mecánico de muestras.</i>	40
<i>Figura 9. Durómetro marca Tru-Test, escala Shore tipo A.</i>	41
<i>Figura 10. Proceso de sonicación de la muestra para la prueba del HRTEM.</i>	42
<i>Figura 11. Migrografías de HRTEM de la alúmina nanométrica,</i>	43
<i>Figura 12 Micrografía TEM de nanopartículas de alúmina[18].</i>	44
<i>Figura 13. Análisis TGA de los composites pérdida de peso contra temperatura. (a) Curva TGA de las muestras de los 0 – 800 °C. (b) Curva TGA primera etapa de descomposición de las muestras. (c) Comportamiento de la degradación térmica del Policloropreno [31].</i>	45
<i>Figura 14. Estabilidad térmica de nanocomposites de PVA-alúmina ^[5].</i>	46
<i>Figura 15. Graficas de esfuerzo – Deformación de los especímenes</i>	48
<i>Figura 16. Ensayos de tracción para análisis del esfuerzo de NF30 con varias concentraciones de alúmina.</i>	49
<i>Figura 17.-Módulo de Young Vs. % alúmina del composite NF30 AL</i>	50
<i>Figura 18. -Módulo de Young Vs. %;</i>	50
<i>Figura 19. % de alúmina Vs Elongación máxima</i>	51
<i>Figura 20. Elongación máxima Vs concentraciones. a) Thomas y col ^[1] b) Swain y col ^[2].</i>	52
<i>Figura 21. Vs. Esfuerzo máximo Vs % de alúmina en la matriz.</i>	52
<i>Figura 22. Esfuerzo máximo Vs % de alúmina y % Nanosilica en la matriz PU^[2].</i>	52
<i>Figura 23. Dureza de composite con diferentes % de alúmina y NF30 como matriz.</i>	53
<i>Figura 24. Dureza de composite con diferentes % de nanopartículas,</i>	54

RESUMEN

En los últimos años, ha habido un interés creciente en el uso de óxidos metálicos a escala “nano” como cargas de refuerzo. La alúmina (Al_2O_3), es uno de los materiales cerámicos más importantes, ya que tiene un potencial considerable para una amplia gama de aplicaciones, incluyendo materiales de alta resistencia, cerámicas electrónicas y catalizadores.

En este trabajo, se realizaron pruebas de caracterización para determinar el efecto sobre las propiedades mecánicas al añadir alúmina nanométrica sobre una matriz polimérica en diferentes porcentajes peso/peso (0.1%, 0.25%, 0.5%, 1.0%, 2.5% y 5.0%). Los composites se caracterizaron mediante análisis termogravimétrico (TGA), análisis mecánico, dureza y microscopia electrónica de transmisión de alta resolución (HRTEM).

Con base en el análisis de los resultados arrojados por las pruebas mecánicas, se concluyó que la adición de alúmina en porcentajes pequeños aumenta la dureza del material, pero disminuye sus características mecánicas de esfuerzo y elongación; inclusive, se observó que en porcentajes de 2.5% y 5% de alúmina, estas disminuciones se vuelven críticas indicando que no presenta zona plástica o elongación. Por lo tanto, puede afirmarse que las nanopartículas utilizadas mejoran algunas propiedades mecánicas de la matriz de policloropreno.

ABSTRACT

In recent years, there has been increasing interest in the use of "nano" scale metal oxides as reinforcing fillers. Alumina (Al_2O_3) is one of the most important ceramic materials, as it has considerable potential for a wide range of applications, including high strength materials, electronic ceramics, and catalysts.

In this work, characterization tests were performed to determine the effect on the mechanical properties of nanometric alumina on a polymer matrix in different weight / weight percentages (0.1%, 0.25%, 0.5%, 1.0%, 2.5% and 5.0%). The composites were characterized by thermogravimetric analysis (TGA), mechanical analysis, hardness assays, and high-resolution transmission electron microscopy (HRTEM).

Based on the analysis of the results of the mechanical tests, it was concluded that the addition of alumina in small percentages increases the hardness of the material, but reduces its mechanical characteristics of elongation and elution; In addition, it was observed that in percentages of 2.5% and 5% of alumina, these decreases become critical indicating that they do not present the plastic zone or elongation. Therefore, it can be stated that the nanoparticles used, improve some of the mechanical properties of the polychloroprene matrix.

CAPITULO I Introducción

Los polímeros son una clase versátil de materiales de ingeniería debido a que pueden ser sintetizados a la medida para satisfacer requisitos específicos. Los rellenos juegan un papel dominante en la modificación de las propiedades del polímero base ^[1].

Las aplicaciones de nanotecnología en recubrimientos han mostrado un crecimiento notable en los últimos años. Este es el resultado de dos factores principales: 1) mayor disponibilidad de nanotecnología, como diversos tipos de nanopartículas, y 2) avances en procesos que pueden controlar la estructura del recubrimiento a nanoescala. Las nanopartículas se pueden incorporar en revestimientos poliméricos para permitir una mejora significativa en las propiedades seleccionadas, es decir, resistencia al rayado, resistencia a los rayos UV, conductividad, etc. Una variedad de nano-cargas, como nanopartículas y nano-tubos se están incorporando en materiales poliméricos para mejorar las propiedades del material, y están reemplazando cada vez más los revestimientos tradicionales en muchas aplicaciones comerciales. Las propiedades deseadas incluyen mejoras en rigidez, tenacidad, absorción UV, resistencia a la llama, conductividad iónica y biodegradabilidad ^[2].

Los compuestos poliméricos han sido el pilar de los materiales estructurales de alto rendimiento, pero estos materiales son inherentemente sensibles a factores ambientales como la temperatura, la exposición a líquidos, gases, campos eléctricos y la radiación, lo que afecta significativamente su vida útil. La adición de nanofillers de silicato estratificados

en la matriz polimérica ha llevado a mejoras en los módulos elásticos, la resistencia, la resistencia al calor, la disminución de la permeabilidad a gases y la inflamabilidad [3].

Los rellenos se usan para mejorar las propiedades mecánicas de los polímeros. Sin embargo, las cargas convencionales de tamaño micro provocan efectos adversos sobre la resistencia y la ductilidad [4].

Las cargas inorgánicas tradicionalmente baratas se usan en las industrias de polímeros. Su inclusión en polímeros no sólo mejora las propiedades mecánicas y térmicas de los productos finales, sino que también disminuye la contracción y la tensión interna durante la fabricación de artículos poliméricos. La adición de rellenos inorgánicos es una forma eficaz de disminuir el costo de producción. A pesar de mejorar algunas propiedades y reducir el costo, la adición de cargas inorgánicas podría causar reducciones en otras propiedades, especialmente cuando se añaden en mayor volumen.

Durante las últimas décadas, la introducción de nanopartículas abrió una oportunidad para que la industria de polímeros mejorara las propiedades del polímero más allá de los límites alcanzables por la adición de micro-partículas. Los nanocompuestos basados en polímeros exhiben propiedades mecánicas, térmicas y de barrera mucho mejores que los compuestos fabricados por polímeros y los rellenos convencionales correspondientes. Más importante aún, su adición a polímeros no tiene efectos negativos sobre las propiedades del polímero y a menudo una mejora drástica en las propiedades es alcanzable sólo añadiendo una pequeña cantidad de nanopartículas, tan bajo como 1% [5].

En la industria del caucho, se usan una variedad de cargas para mejorar y modificar las propiedades físicas de los materiales elastómeros. La adición de partículas rígidas, incluso en pequeñas cantidades, a un elastómero, influye fuertemente en su respuesta a los estímulos mecánicos. Los rellenos “nano” son la elección definitiva en los rellenos debido a su capacidad de modificar propiedades en niveles muy bajos de incorporación. En los últimos años ha habido un creciente interés en el uso de óxidos de metal nano como cargas de refuerzo. La alúmina (Al_2O_3) es uno de los materiales cerámicos más usados. La alúmina cristalina nano tiene un potencial considerable para una amplia gama de aplicaciones, incluyendo materiales de alta resistencia, cerámica electrónica y catalizadores ^[1].

En el presente trabajo, se pretende analizar los efectos en las propiedades mecánicas de una matriz polimérica, al añadir nanopartículas de alúmina (Al_2O_3) en diferentes porcentajes de concentración peso/peso. En este sentido se realizarán las pruebas denominadas Análisis Termogravimétrico (TGA), Análisis Dinámico Mecánico (DMA), Dureza y Microscopia electrónica de transmisión de alta resolución (HRTEM).

1.1 Antecedentes.

Chameswary y col. (2014) prepararon composites de hule butilo con adición de alúmina micrométrica (BRAL) y nanométrica (BRNAL), en una mezcladora de paletas con forma de “Z”. Pruebas de tensión-deformación mostraron la flexibilidad mecánica de los materiales compuestos. Se estudiaron otras propiedades como las dieléctricas y térmicas. Las curvas tensión-deformación de ambos composites muestran que son mecánicamente flexibles [6].

Kaboorani y Riedl (2012) utilizaron nanopartículas de alúmina para mejorar la resistencia de unión del PVA en condiciones húmedas y temperaturas elevadas. Se utilizaron muestras de PVA aplicadas a uniones de madera. Se observó que la resistencia al corte de las uniones de madera fue mejorada por la inclusión de nanopartículas al PVA en todas las condiciones. La estabilidad térmica del PVA también fue afectada por las nanopartículas. Estudios de nanoestructura mostraron que la buena dispersión de nanopartículas en el PVA es un paso crucial para obtener nanocompuestos con propiedades superiores [5].

Asa y col. (2013) evaluaron los efectos sobre la resistencia al impacto, la tenacidad a la fractura, la sorción del agua y la solubilidad de diversos óxidos metálicos. Utilizando óxido de titanio, óxido de zirconio y óxido de aluminio, al 2% en volumen, se crearon especímenes de resina acrílica. Los resultados mostraron que el óxido de zirconio fue el que mejor incrementó sus valores de resistencia al impacto y a la fractura y disminuyeron sus

valores de sorción de agua y solubilidad. Los demás compuestos también mostraron mejoras, pero en cantidades significativamente menores ^[7].

Islam y col. (2015) realizaron estudios de compuestos de polímeros epoxy reforzados con fibra de carbono modificados con nanominerales y nanotubos de carbono, el nanomineral usado fue Montmorillonita (óxido de aluminio y óxido de magnesio). Se realizaron ensayos de flexión de 3 puntos con DMA y prueba de impacto a baja velocidad (LVI). Los resultados obtenidos de estos experimentos se compararon con compuestos no modificados. Se encontró que el refuerzo con nanopartículas mejora significativamente las propiedades mecánicas y termo-mecánicas de los compuestos poliméricos reforzados con fibra de carbono ^[8].

Harandi y col. (2017) estudiaron compuestos de caucho con presencia de nanopartículas. Los materiales compuestos de nanocobre (NC) y hule estireno-butadieno (SBR) se prepararon usando un método de molino de rodillos. TEM y SEM mostraron una dispersión adecuada de NC en la matriz SBR sin aglomeración sustancial de nanopartículas. El efecto de las partículas NC sobre el comportamiento térmico del SBR se realizó mediante análisis termogravimétrico (TGA). Se utilizaron ensayos de tracción para investigar la capacidad de las nanopartículas con respecto a su comportamiento mecánico. Los resultados mostraron mejoras en las propiedades de tracción con la incorporación de NC a la matriz SBR ^[9].

Sezavar y col. (2015) estudiaron el papel del contenido de Al_2O_3 en la deformación y el mecanismo de fractura del poli(metacrilato de metilo) (PMMA), mediante el uso de una prueba de tracción. Se elaboraron materiales nanocompuestos de matriz PMMA reforzados con diferentes porcentajes en peso de alúmina (5, 10 y 15). Se encontró que la adición de nanopartículas de alúmina a PMMA provoca un aumento en el módulo pero no en la resistencia a la tracción o la cantidad de elongación a la rotura. Se observó que las propiedades de tracción del PMMA dependen del porcentaje en peso de alúmina, la adición de 15% en peso de alúmina provoca un aumento de un 25% del módulo de elasticidad ^[10].

Thomas y col. (2013) prepararon alúmina por el método de combustión en gel. La difracción de rayos X (XRD) y la microscopía electrónica de barrido (SEM) se utilizaron para caracterizar la nanoalúmina. Los resultados muestran que la alúmina preparada estaba en un intervalo de nanómetros. Se agregó como relleno de refuerzo en caucho natural y las mejoras de las propiedades mecánicas se consiguieron mediante la adición de pequeñas cantidades de nanoalúmina junto con anhídrido maleico como compatibilizante ^[1].

Shukla y Srivastava (2011) prepararon compuestos de resina epoxi sintetizados con placas de alúmina funcionalizadas y no funcionalizadas, con forma poligonal, espesor de 200 nm y un tamaño en el intervalo de 5 - 10 μm como refuerzo. La técnica utilizada fue polimerización in situ. Un Análisis por DMA se realizó para averiguar los módulos dinámicos de la resina epoxi – alúmina en placas. La inclusión de las placas de alúmina no funcionalizadas en la matriz epoxi mejoran el módulo de almacenamiento y la temperatura

de transición vítrea del polímero, mientras que, la mejora del módulo de almacenamiento y la temperatura de transición vítrea fue moderada en el caso de compuestos que tienen placas de alúmina funcionalizadas [4].

Swain y col. (2013) muestran el uso de nanopartículas de sílice y de alúmina en matriz de poliuretano (PU), lo que conduce a mejoras significativas en las propiedades mecánicas y térmicas del nanocompuesto. Se observa que con la incorporación de 1% de alumina en la matriz de PU, se tiene una mejora de la resistencia a la tracción de alrededor del 50%, y para la sílice la mejora es de alrededor del 41%, a la misma concentración. Los datos morfológicos muestran que por encima del 3% de las nanopartículas hay aglomeraciones en el nanocompuesto. De nuevo, con la absorción de humedad, se observa una disminución de las propiedades térmicas y mecánicas de la resina PU, pero en esta investigación se observa que con la incorporación de las nanopartículas, en presencia de humedad absorbida, existe una mejora en las propiedades mecánicas y térmicas del compuesto, sobre la de la matriz PU [2].

Zhang y Singh (2003) utilizaron partículas de Al_2O_3 de tamaño nanométrico (diámetro medio de 15 nm) como refuerzos para mejorar la tenacidad a la fractura de una resina de poliéster insaturada termoendurecible altamente reticulada, nominalmente quebradiza. Se observó que la adición de partículas de Al_2O_3 no tratadas, tal como se recibieron, no da lugar a una tenacidad a la fractura mejorada. En cambio, la tenacidad a la fractura disminuye en un 15% a medida que la fracción volumétrica de las partículas aumenta de

0% a 4.5%. Se observó una degradación similar en la tenacidad a la fractura para refuerzo por partículas de Al_2O_3 entre 1 y $35 \mu\text{m}$ [11].

El-Meligy y col. (2012) estudiaron las propiedades de resistencia y la repelencia al agua de las fibras de los tallos de algodón esterificadas con anhídrido propiónico. La adición de alúminia mejoró la resistencia a la flexión y aumentó la repulsión del agua [12].

Shokry y col. (2015) prepararon con éxito nanocompuestos consistentes de nanotubos de carbón multipared (MWCNT)/poliuretano basado en polibutadieno terminado en hidroxilo (HTPB). Se utilizaron dos métodos para elaborar los nanocompuestos: a) incorporación directa de MWCNT no funcionalizados en matrices poliméricas (unión no covalente) y b) polimerización *in situ* en su superficie (unión covalente). Como resultado de este estudio el TGA mostró mejoras de la estabilidad térmica de los materiales compuestos respecto al PU puro. La temperatura de transición vítrea (T_g) aumentó debido a la alta interacción de CNT con PU. También el módulo de Young aumentó [13].

Khabibullin y col. (2016) realizaron injertos de cepillos de PMMA en la superficie de α -alúmina (la menos reactiva de las alúminas) mediante tratamientos de diferentes disoluciones NaOH y $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$. Las partículas sólidas se caracterizaron con TEM y TGA. Se observó que la densidad de los injertos aumento. Este aumento es importante en el uso de partículas de alúmina α para diferentes aplicaciones, debido a que a mayor densidad del

injerto se evita la agregación y puede proporcionar una mejor dispersión de las partículas en matrices poliméricas específicas ^[14].

Ahs y col. (2004) sintetizaron PMMA (polimetilmetacrilato – alúmina) por polimerización de radicales libres en situ con nanopartículas de 38 y 17 nm de γ -alúmina. Se observó que a pequeñísimas fracciones de % en peso de carga, la temperatura de transición Tg disminuye a 25°C cuando se compara con el polímero puro. En adiciones mayores no se registran reducciones adicionales de Tg. El comportamiento térmico varía con el tamaño de la partícula, pero la dependencia se puede normalizar solo una superficie específica. El fenómeno Tg de los nanocompuestos se considera que es debido a las nanopartículas no adherentes que sirve a las capas de un sistema poroso con muchas interfaces internas que rompen la estructura filtrante de los dominios dinámicamente heterogéneos ^[15].

Alzarrug y col. (2015) utilizaron diferentes morfologías de rellenos de alúmina para reforzar compuestos basados en matrices de PMMA. Todas las cargas fueron añadidas sin tratamiento superficial y las características mecánicas fueron obtenidas por DMA y nanoindentación. De los resultados de nanoindentación se obtuvo el módulo de Young, con el 3% en peso de la carga se encontró un aumento de 134% en comparación con la matriz sola y en relación a la dureza resultó en un aumento del 157.8% comparada con el polímero sin aditivo. Del DMA se observó un aumento del doble del módulo de almacenamiento en comparación con el polímero solo ^[16].

Lausund y col. (2015) investigaron sobre la adhesión entre una cerámica de alúmina y un compuesto basado en una matriz de poliéster reforzada con fibra de vidrio. Se investigó sobre las propiedades físicas y químicas. Se realizaron diversos tratamientos superficiales. Los análisis mostraron que los tratamientos eliminaron contaminantes orgánicos del compuesto con alúmina. Se encontró que la adhesión mejoro de acuerdo con la alúmina recibida, esto se verificó con la investigación de la fractura superficial. El tratamiento con silano produjo una fina capa de silano sobre la superficie y tuvo el mayor efecto sobre la resistencia adhesiva. Esto podría explicarse porque el silano actúa como un promotor de adhesión entre la alúmina y el compuesto, mejora el humedecimiento de la superficie tratada con silano por el poliéster termoplástico y una interface de alúmina / poliéster más libre de defectos ^[17].

Ahs y col. (2004) investigaron los compuestos de alúmina/poli(metacrilato de metilo) PMMA que fueron sintetizados con nanopartículas de alúmina de 38 y 17 nm. A una fracción de peso óptimo, los nanocompuestos resultantes muestran una transición frágil a dúctil a temperatura ambiente en tensión uniáxial con un aumento en la deformación a falla con promedio de 40% de deformación y la aparición de un límite de elasticidad bien definido en tensión uniáxial. Con respecto a la Tg de los nanocompuestos cae más 20°C. Se comprueba que la transición frágil a dúctil depende de una pobre adhesión interfacial entre el polímero y la nanopartícula. Esto permite la nucleación de huecos, típicamente por partículas más grandes (~ 100 nm) que posteriormente se expanden durante la carga. Esto impide la formación aleatoria de huecos y promueve el cizallameito deslocalizado, en adición a la reducción del a Tg, también hay reducción del rendimiento al corte ^[18].

Petersen y col. (2015) estudiaron el efecto de la cara del trihidrato de alúmina (ATH) sobre las propiedades mecánicas de un polímero reforzado con fibra de vidrio (GFRP), se realizaron estudios de ensayos de compresión, tensión, cizallamiento y flexión de tres tipos de GFRP cargados con 0%, 25% y 50% de ATH. Se encontró que el control fue más fuerte que todas las pruebas excepto para la flexión. En la compresión la fuerza bajo 19% para el 25% de carga y 25% para el 50% de carga de ATH respectivamente en comparación con el control. Con respecto a la tensión la muestra con 25% de carga se comportó como el control, pero la muestra con 50% de carga tuvo una disminución significativa en la fuerza. Se concluyó que añadiendo ATH general decrece la fuerza y hace que el FRP sea más frágil. El rendimiento del ATH al 25% de carga es comparable con el control excepto para la compresión, mientras que el 50% de carga de ATH tiene un efecto más significativo sobre las propiedades del GFRP ^[19].

Cheng y col. (2011) formaron con éxito películas de alúmina dura y transparente (Al_2O_3) con espesores en el intervalo de 500 nm a 5 μm sobre superficies de polimetilmetacrilato (PMMA) y poliestireno (PS). El proceso se basó en membranas de aluminio anodizado (AMMs) a las superficies del polímero, seguido de un grabado químico. Debido a la fuerza capilar, el PS fundido y el precursor PMMA líquido introdujeron con éxito en los nanoporos (10 nm de diámetro) dentro de las capas de la alúmina y se solidificaron mediante enfriamiento y polimerización respectivamente. Las superficies laminadas resultantes exhibieron excelentes adhesión y propiedades mecánicas de superficie similares aquellas de sílice fundida, permaneciendo libres de grietas y transparentes aun con alúmina con espesor mayor a 1 μm . ^[20].

Handge y col. (2016) estudiaron las propiedades viscoelásticas de los materiales compuestos altamente cargados de poli vinilbutiral (PVB) y partículas de alúmina. Compuestos de cerámica – polímero con una concentración en volumen de partículas inorgánicas entre el 61% y el 77% fueron preparados. Tales grandes fracciones de carga implican un fuerte efecto de las interacciones de carga completas sobre las propiedades viscoelásticas del compuesto. El análisis térmico mecánico-dinámico reveló que los compuestos se caracterizaron por un comportamiento predominantemente elástico por debajo y por encima de la temperatura de transición vítrea (T_g) de la fase polimérica debido a las fuertes intensidades de carga y de polimerización. Se propuso una ecuación fenomenológica para describir el efecto de refuerzo que implica un aumento del módulo de almacenamiento en un factor de hasta cuatro órdenes de magnitud. Los resultados del barrido de frecuencia y deformación en el modo oscilatorio muestran que la fase del polímero influye fuertemente en la deformación de la red de contacto de las partículas inorgánicas. La calorimetría de barrido diferencial y la espectroscopia dieléctrica de banda ancha indican que la T_g no difiere significativamente en la resolución experimental para el PVB de control y los compuestos de PVB ^[21].

1.2 Marco teórico

En este apartado se presentan una serie de conceptos y fundamentos teóricos relacionados con el tema y que son necesarios para el entendimiento del desarrollo del proyecto.

1.2.1 Escala nanométrica

La palabra "nanotecnología" se usa extensivamente para definir las ciencias y técnicas que se aplican al nivel de nanoescala, esto es, medidas extremadamente pequeñas, "nanos" que permiten trabajar y manipular las estructuras moleculares y sus átomos. Tomando en cuenta que un nanómetro equivale en escala a la billonésima parte de un metro ($1 \text{ nm} = 1 \times 10^{-9} \text{ m}$).

Las implicaciones que conlleva el hablar de la escala nanométrica son de vital importancia cuando se habla de las propiedades de los materiales. Por ejemplo, el color, el cual es característico a simple vista o bajo el microscopio, es una propiedad que puede cambiar drásticamente cuando se presenta en forma de partículas muy pequeñas, del orden de nanómetros.

Otro efecto que toma relevancia al disminuir el tamaño de un objeto es el aumento de su superficie frente al volumen, que permanece constante, y el consecuente incremento en la relación área/volumen (A/V).

Centrándose en el dominio de la nanoescala comprendido entre 100nm y $1 \mu\text{m}$, las fuerzas de principal incidencia resultan ser las fuerzas de electrostática, notoriamente las fuerzas de Van Der Waals^[22].

1.2.2 Polímeros

Un polímero es una molécula de alto peso molecular construida por la repetición de pequeñas unidades químicas simples. En algunos casos la repetición es lineal, de forma

semejante como una cadena la forman sus eslabones. En otros casos, las cadenas son ramificadas formando retículos tridimensionales. La unidad repetitiva del polímero es usualmente equivalente o casi equivalente al monómero, o materia prima de la que se forma el polímero [23].

Los polímeros, que abarcan materiales tan diversos como los plásticos, el hule o caucho y los adhesivos, son moléculas orgánicas gigantes, con pesos moleculares desde 10,000 hasta más de 1,000,000 g/mol. La polimerización es el proceso mediante el cual moléculas más pequeñas se unen para crear estas moléculas gigantes. Los polímeros se utilizan en un número sorprendente de aplicaciones, incluyendo juguetes, aparatos domésticos, elementos estructurales y decorativos, recubrimientos, pinturas, adhesivos, llantas de automóvil, espumas y empaques. Los polímeros son a menudo utilizados como fibra y como matriz en compuestos.

1.2.3 Clasificación de los polímeros

Los polímeros se clasifican de varias formas: primero, según la manera en que las moléculas son sintetizadas; segundo, en función de su estructura molecular y tercero, por su familia química. Sin embargo, el método más usado para describir los polímeros es en función de su comportamiento mecánico y térmico. La Figura 1 compara las tres clases de polímeros.

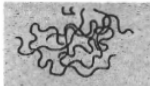
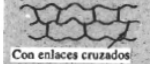

Comportamiento	Estructura general	Diagrama
Termoplástico	Cadenas lineales flexibles	
Termoestable	Red rígida tridimensional	 Con enlaces cruzados
Elastómero	Cadenas lineales con enlaces cruzados	 Con enlaces cruzados

Figura 1. Estructura general y diagrama de polímeros.

Los polímeros termoplásticos se componen de largas cadenas producidas al unir moléculas pequeñas o *monómeros* y típicamente se comportan de una manera plástica y dúctil. Al ser calentados a temperaturas elevadas, estos polímeros se ablandan y se conforman por flujo viscoso. Los polímeros termoplásticos se pueden reciclar con facilidad.

Los polímeros termoestables están compuestos por largas cadenas de moléculas con fuertes enlaces cruzados entre las cadenas para formar estructuras de redes tridimensionales. Estos polímeros generalmente son más resistentes, aunque más frágiles, que los termoplásticos. Los termoestables no tienen una temperatura de fusión fija y es difícil reprocesarlos una vez ocurrida la formación de enlaces entrecruzados.

Los elastómeros, incluyendo el hule, tienen una estructura intermedia, en la cual se permite que ocurra una ligera formación de enlaces cruzados entre las cadenas. Los elastómeros tienen la capacidad de deformarse elásticamente en grandes cantidades sin cambiar de forma permanente.

1.2.4 Elastómeros

Un cierto número de polímeros lineales naturales y sintéticos conocidos como *elastómeros* presentan gran cantidad de deformación elástica al aplicarles una fuerza. Bandas elásticas, llantas de automóviles, empaques en forma de anillos, mangueras y aislamiento para conductores eléctricos son usos comunes de estos materiales.

Los elastómeros, que son polímeros amorfos, no se cristalizan fácilmente durante su proceso. Tienen una baja temperatura de transición vítrea (T_g) y las cadenas se pueden deformar elásticamente con facilidad al aplicar una fuerza. Los elastómeros típicos (Figuras 2 y 3) cumplen con estos requisitos ^[24].

1.2.5 Policloropreno

Estructuralmente, el policloropreno es similar al caucho natural, y de hecho, fue descrito originalmente como caucho natural sintético. La diferencia entre los dos es que en la unidad de monómero de repetición que lo convierte en un polímero de cadena larga, el policloropreno tiene un átomo de cloro situado en una de las posiciones en las que el caucho natural tiene un átomo de hidrógeno. Este átomo de cloro proporciona la ventaja de mayor polaridad de la molécula, lo que es una gran ayuda en el desarrollo de la adhesión a un grupo diverso de superficies.

El Policloropreno se desarrolló casi por accidente. Experimentando con un catalizador de cloruro de cobre y gas acetileno en la década de 1920, en uno de los ensayos de Julius

Polimero	Unidad de Repetición	Aplicaciones
Polisopreno		Llantas
Polibutadeno		Llantas industriales, montajes contra vibración
Polisobutileno		Tubería, aislamientos, recubrimientos
Policloropreno (neopreno)		Mangueras, vainas para cables
Butadieno-estireno (caucho BS ó SBR)		Llantas
Butadieno- acrilonitrilo		Juntas, Mangueras para combustible
Silicona		Juntas, sellos

Figura 2. Estructura de cadenas poliméricas.

	Resistencia a la tensión (psi)	Elongación (%)	Densidad (g/cm ³)
Poliisopreno	3000	800	0.93
Polibutadieno	3500		0.94
Poliisobutileno	4000	350	0.92
Policloropreno (neopreno)	3500	800	1.24
Butadieno estireno (caucho BS o SBR)	3000	2000	1.0
Butadieno-acrilonitrilo	700	400	1.0
Silicona	1000	700	1.5
Elastómero termoplástico	5000	1300	1.06

Figura 3. Propiedades de algunos elastómeros.

Nieuwland Padre, de la Universidad de Notre Dame, produjo una sustancia de color casi negro. Finalmente, el Dr. Nieuwland fue capaz de sintetizar un polímero de divinilacetileno e informó sus resultados en un “paper”. Más tarde, en colaboración con científicos de DuPont, se controlaron las condiciones de reacción usando un tratamiento con ácido clorhídrico para producir cloropreno. La polimerización del monómero produjo un polímero gomoso que finalmente se comercializó como DuPrene, más tarde llamado neopreno. Este nuevo polímero exhibió muchas de las características del caucho natural, y un número de propiedades superiores en uso. Mayor resistencia química, mejor envejecimiento y una mejor resistencia a las temperaturas eran unas cuantas de las propiedades que eran prometedoras. Sin embargo, desde que el policloropreno fue un producto manufacturado, no era competitivo con productos agrícolas en la década de 1930. Además, para la mayoría de las aplicaciones de los adhesivos, se requirieron disolventes aromáticos de mayor costo, en parte, para la disolución en comparación con disolventes alifáticos usados típicamente para el caucho natural. Y en muchas aplicaciones, se requieren contenidos de sólidos mayores para lograr ciertas viscosidades en comparación

con los compuestos de hules naturales, que también aumentó el costo total. Durante la Segunda Guerra Mundial; sin embargo, hubo una gran demanda para este caucho que coincidía con muchas de las propiedades del hule natural. Después de la guerra, el policloropreno retuvo su popularidad debido a su excepcional rendimiento en algunas aplicaciones de unión por contacto.

El Policloropreno viene en dos variedades para la fabricación de adhesivos: de caucho sólido y emulsión o látex. El hule sólido era la forma preferida para la mayoría de la gente en la segunda mitad del siglo XX, ya que estaba disponible en una variedad de grados, todos los cuales pueden ser entremezclados para características específicas, y puede ser fácilmente convertido en un cemento a base de solvente. La mayoría de los disolventes eran baratos antes de la crisis del petróleo de finales de 1970, que preveía adhesivos baratos. Los tiempos de secado pueden ser controlados con mezclas de disolventes, que también permitió tiempos de proceso rápidos en comparación con otros sistemas adhesivos.

La combinación con resinas fenólicas y óxidos metálicos produjo características mejoradas que hicieron a los compuestos adecuados para numerosas aplicaciones. Sin embargo, debido a las leyes y regulaciones ambientales cada vez más estrictas, los adhesivos de policloropreno a base de solventes han ido perdiendo camino en algunas aplicaciones, a pesar de que el procesamiento y el rendimiento de uso final son por lo general superior a la de la mayoría de los sistemas de policloropreno a base de agua ^[25].

1.2.6 Alúmina

La alúmina u óxido de aluminio (Al_2O_3) es un material cerámico muy versátil, sus propiedades la hacen especialmente apta para aplicaciones en donde la temperatura es un factor crítico, además de su relativa facilidad para adaptarse a diversos trabajos y usos.

El óxido de aluminio existe en la naturaleza en forma de corindón, y de esmeril. Ciertas piedras preciosas, como el rubí, el zafiro, son formas de alúmina coloreadas por indicios de óxidos de metales pesados; se pueden fabricar piedras artificiales por fusión en la llama oxhídrica.

También en forma de óxidos hidratados que son los componentes de la bauxita y de la laterita (esta consta principalmente de hidróxidos aluminico y férrico, sílice y menores proporciones de otros óxidos).

A continuación se presenta la Tabla 1 con la recopilación de las propiedades y usos de la alúmina ^[25,26,27].

1.2.7 Usos de la alúmina

La alúmina se utiliza para contener metal fundido o para operar a alta temperatura, donde se requiera buena resistencia. También se utiliza la alúmina como sustrato aislante para soporte de circuitos integrados. Una aplicación clásica es el aislante de las bujías. Igualmente, se han descubierto algunas aplicaciones únicas en uso dental y médico, incluyendo restauración de dientes, relleno de huesos e implantes ortopédicos ^[24].

Tabla 1. Propiedades de la alúmina (Al_2O_3).

<i>Propiedades eléctricas</i>
Constante Dieléctrica: 9.0-10.1
Resistencia Dieléctrica (kV/mm): 10-35
Resistividad de Volumen a 25°C (Ohm.cm): >1014
<i>Propiedades físicas de la alúmina</i>
Absorción de Agua – saturación (%): 0
Densidad (g/cm^3): 3.9
Porosidad Aparente (%): 0
<i>Propiedades mecánicas</i>
Dureza –Knoop (kgf/mm^2): 2100
Dureza – Vickers (kgf/mm^2): 1500-1650
Módulo de Tracción (GPa): 300-400
Resistencia a la Cizalla (MPa): 330
Resistencia a la Comprensión (Mpa): 2200-2600
Resistencia a la Tracción (MPa): 260-300
<i>Propiedades Térmicas</i>
Calor Específico a 25°C (J/ K. kg): 850-900
Temperatura Máxima de Utilización Continua (°C): 1700
Dilatación Térmica, 20-1000°C ($\times 10^{-6} \text{K}^{-1}$): 8,0
Conductividad Térmica a 20°C (W/m.K): 26-35
Punto de Recocido (°C): 2100

Si el tamaño de la microestructura de los materiales cerámicos oxídicos monofásicos (alúmina, circonia, mullita, espinela) se reduce sensiblemente por debajo de $1\mu\text{m}$, hasta el nivel de los nanómetros (1nm es la milésima parte de $1\mu\text{m}$) y a su vez se elimina por completo la porosidad residual, mediante procesos de sinterización no convencionales (sinterización en vacío o mediante sinterización bajo presión asistida por pulsos eléctricos “Spark Plasma Sintering”) se aumenta notablemente su resistencia mecánica y su dureza a la vez que se hace transparente. Este hecho abre extraordinarias posibilidades para la utilización de estos materiales en aplicaciones de muy elevada responsabilidad, como por ejemplo ventanas ópticas para equipos aeroespaciales donde una elevada transparencia ha de conjugarse con una alta resistencia mecánica y elevada dureza. Por otro lado, los materiales compuestos nanoestructurados del tipo óxido/nano-óxido, óxido/nano-carburo, carburo/nano-carburo u óxido/nanometal ofrecen un amplio abanico de posibilidades como futuros biomateriales, componentes estructurales o materiales superduros. Tal es el caso de la aluminanano YAG (5% vol.) donde las nanopartículas del granate de alúmina e itria (YAG) por estar localizadas en los bordes de grano de la alúmina, los anclan y en consecuencia aumentan la resistencia a la deformación bajo carga a temperaturas elevadas ($<1.200^{\circ}\text{C}$) hasta tres veces por encima de la alúmina policristalina ^[29].

Nanopartículas de óxido de aluminio son de los principales materiales usados en ingeniería de nanopartículas. Estas nanopartículas son conocidas por su alta dureza y excelentes propiedades de abrasión y tienen amplias aplicaciones industriales tales como agentes abrasivos, aislantes y catalizadores. El uso de nanopartículas de óxido de aluminio en recubrimientos también se ha estudiado ampliamente.

1.2.8 Polímeros nanoreforzados: ventajas potenciales

Nanocompuestos poliméricos fabricados a partir de una dispersión efectiva de nanorellenos (nanopartículas, nanotubos, nanofibras, etc) en una matriz polimérica (termoplástico o termoestable) se han propuesto como una herramienta poderosa para la generación de nuevos materiales multifuncionales con mejores propiedades mecánicas, físicas y químicas.

Debido a su pequeño tamaño y gran área de superficie, los nanorefuerzos serían capaces de proporcionar una combinación única de propiedades, que no son posibles de alcanzar con cargas convencionales de refuerzos con tamaños en el rango de los micrómetros. De particular importancia, es el requisito de lograr una buena distribución de la nanocarga en el polímero, con el fin de obtener los aumentos perseguidos en las propiedades, sin pérdida de otras características debido a la alta tendencia a la aglomeración de las partículas. El desarrollo y comercialización de nanopartículas como nanoarcillas, nanotubos de carbono (CNT), nanofibras (CNF), nanopartículas inorgánicas y otros, ofrecen nuevas posibilidades para adaptar los adhesivos en el rango de la escala nanométrica. Debido a la gran área de superficie de las partículas de tamaño nanométrico se necesitan sólo pequeñas cantidades para provocar cambios significativos en las propiedades resultantes de los adhesivos nanocompuestos. Se podría proporcionar una nueva generación de adhesivos estructurales con la combinación de propiedades térmicas, eléctricas o termomecánicas que también proporcionan una mayor durabilidad al medio ambiente debido a su baja absorción de agua y propiedades de envejecimiento. Por ejemplo, el potencial de los nanorellenos para formulaciones adhesivas es prometedor, y sus efectos, en su mayoría están basados en la interacción física desarrollada entre la superficie de la nanopartícula y la resina de refuerzo en las interfaces de la matriz química.

Muchas de las nuevas aplicaciones de los adhesivos estructurales (es decir, aplicaciones de transporte, tales como la industria aeronáutica) requieren materiales estables en condiciones de servicio que implican entornos de alta temperatura, además de ser resistentes a la vibración y la fatiga de carga. La adición de nanocargas en formulaciones adhesivas generalmente aumentan su módulo y resistencia mecánica. Sin embargo, el objetivo principal en estos casos es aumentar la resistencia a la fractura sin pérdida de las características adhesivas. La investigación en la mejora de la resistencia a la fractura de los polímeros termoestables (quebradizos) utilizando nanorefuerzos representa una gran promesa. Aunque la dureza de estas resinas quebradizas suele aumentar por medio de la adición de cargas de hule, otras propiedades mecánicas son generalmente degradadas. Por ejemplo, la mejora de la tenacidad de las resinas epoxi por la incorporación de nanocargas (CNTs) en la resina ha sido reportado por numerosos investigadores. La participación de nuevos mecanismos de consumo de energía de fractura generada por la interacción entre las grietas y nanorellenos (desviación de la grieta, puenteo de grietas, fibra de extracción, etc.) se considera responsable del efecto de endurecimiento asociado a la adición del nanorefuerzo. Gojny et al. (2005) publicaron sobre la influencia de nanorellenos en la resistencia a la fractura de resinas epoxi frágiles y los mecanismos de micromecánica relacionados. Las mejoras en la resistencia con la adición de bajos contenidos de nanorelleno ha sido informado por numerosos autores, no sólo en el caso de polímeros nanoreforzados sino también en situaciones en las que la matriz nanoreforzada está incluida en un sistema más complejo, tal como materiales compuestos reforzados con fibras continuas. La fabricación de materiales compuestos con diferentes escalas de incorporación de nanorelleno en la matriz del material también es considerado como un método potencial

para mejorar esas propiedades deseadas. La fabricación de estos materiales compuestos requiere que las resinas nanoreforzadas mantengan sus características reológicas y de humectación para hacer posible la infiltración de las fibra. Ambos tipos de propiedades también son requeridas por los adhesivos nanoreforzados.

CAPITULO II Justificación y Objetivos

II.1 Justificación

La mayoría de las tecnologías modernas requieren de materiales con una combinación especial de propiedades, imposible de conseguir con los metales, cerámicas o polímeros convencionales. Esta combinación de propiedades es algo extraordinario, porque frecuentemente los materiales más densos son los más resistentes, además que un incremento de la resistencia y de la rigidez, se traduce generalmente en una disminución de la resistencia al impacto. Estas características físico-químicas deseadas se han logrado con el surgimiento y desarrollo de los materiales compuestos o composites.

El desarrollo de los composites ha permitido la mejora de las propiedades de los materiales, tales como alta resistencia específica (resistencia/densidad) y rigidez específica (rigidez/densidad) o la posibilidad de adaptar el material al esfuerzo requerido.

Los materiales compuestos de matriz polimérica se utilizan principalmente en la industria automovilística, naval, aeronáutica, aeroespacial, electrónica, de material deportivo y de la construcción, reemplazando a los metales y otros materiales en muchas aplicaciones.

Tomando en cuenta que el policloropreno es utilizado para desarrollar adhesivos, los cuales están teniendo un auge de aplicación en diferentes industrias como la aeronáutica, donde se busca tener materiales estables en condiciones de uso expuestos a altas temperaturas, y que sean resistentes a la vibración y a la fatiga de carga, en el presente trabajo se plantea determinar, con los resultados e información obtenida, el grado de mejora que puede proporcionar la alúmina nanométrica como material de refuerzo de una matriz de policloropreno y así profundizar en el estudio de los materiales compuestos con nanopartículas.

II.2 Hipótesis

Al adicionar alúmina nanométrica en una matriz polimérica de policloropreno mejora la estabilidad térmica, la dureza y el esfuerzo a la deformación con relación a la tensión.

II.3 Objetivo

Determinar el efecto sobre la estabilidad térmica, dureza y deformación mecánica al añadir alúmina nanométrica en una matriz de policloropreno en diferentes porcentajes de concentración.

II.4 Objetivos específicos

- Establecer la metodología para la preparación de nanocompuestos con matriz de policloropreno con concentración de alúmina nanométrica variable.

Determinar el efecto del contenido de alúmina nanométrica en una matriz de policloropreno sobre la estabilidad térmica, módulo de Young y dureza.

CAPITULO III Metodología experimental

En este proyecto se utilizó como matriz de policloropreno (Neopreno) el adhesivo de contacto 3M Fastbond 30-NF Green y como reforzante alúmina nanométrica. En el ANEXO I y II se incluyen las hojas técnicas de ambos materiales.

III.1 Elaboración de muestras

Tomando en cuenta que el Adhesivo de contacto verde 3M Fastbond 30-NF, en adelante denominado simplemente como “*la matriz*”, cuenta en promedio con un 48% de sólidos, las 6 muestras preparadas (variando el porcentaje p/p de alúmina), se formularon de la siguiente manera:

En un vaso de precipitado se pesó la alúmina nanométrica; posteriormente, se adicionó agua destilada para dispersar la alúmina y con una varilla de vidrio se agitó hasta homogeneizar la mezcla. En otro vaso de precipitado se pesó el adhesivo y se colocó en un agitador mecánico con una velocidad de la hélice de 200 rpm y se adicionó lentamente la mezcla alúmina/agua con la finalidad de integrar totalmente y de manera homogénea todos los componentes (Figura 4). Se probaron diferentes tiempos para la agitación de los componentes de la mezcla; sin embargo, siempre se tenía al final pequeñas aglomeraciones, por lo que se optó por utilizar el dispersante DISPERBYK – 2155 (ANEXO III) para eliminar este efecto indeseable. Las formulaciones finales de las muestras se presentan en la Tabla 2, cabe mencionar que también se consideró una muestra sin alúmina (Blanco o

referencia), para poder comparar el comportamiento de la matriz con respecto a las muestras con diferentes porcentajes de alúmina.

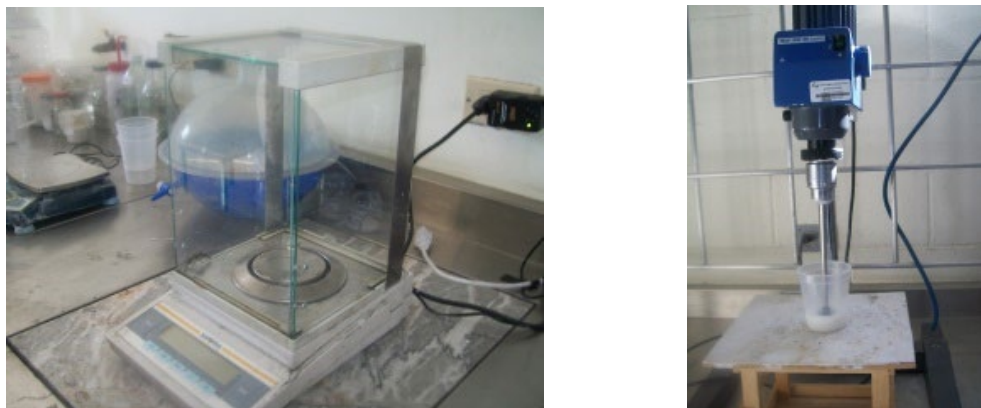


Figura 4. Balanza analítica y agitador de hélice de regulación mecánica.

Tabla 2. Formulaciones de los composites elaborados.

Composite	Alúmina (% p/p)	Adhesivo (g)	Alúmina (g)	Agua (mL)	Dispersante (mL)
NF30 BLANCO	0	50.00	0	10	0
NF30 AL0.1%	0.10	50.00	0.0244	10	1
NF30 AL0.25%	0.25	50.01	0.0600	10	1
NF30 AL0.5%	0.50	50.02	0.1215	10	1
NF30 AL1.0%	1.00	50.03	0.2407	10	1
NF30 AL2.5%	2.50	50.02	0.6123	20	1
NF30 AL5.0%	5.00	50.01	1.2631	40	1

Una vez terminadas las muestras, se colocaron en tablillas de madera previamente preparadas, lo cual se describe a continuación:

La preparación de las tablillas de madera (de 7.5 x 15 cm) consistió en colocarle en una de las caras teflón autoadherible, el cual serviría como superficie sobre la cual se pondría la muestra correspondiente. Posteriormente, se pusieron 9 capas de cinta maskin tape de 0.5” de ancho alrededor de los 4 bordes de la superficie con el teflón, formando una especie de pared sobre la superficie de la tablilla (Figura 5). Como paso final de la preparación de las tablillas se identificó cada una de ellas con el código de la muestra que sería vertida en ella; se prepararon 3 tablillas para cada muestra, incluyendo el blanco, por lo tanto, se prepararon 21 tablillas.



Figura 5. Preparación de tablillas de madera para muestras.

Se vertió en cada tablilla suficiente cantidad de muestra teniendo el cuidado de no sobrepasar el alto de la pared formada por las capas de la cinta adhesiva, y posteriormente de manera manual, se distribuyó la muestra depositada con la finalidad de lograr un grosor uniforme en toda la tablilla. Una vez llenas con sus respectivas muestras se dejaron en reposo durante 24 h para que se solidifiquen y obtener películas homogéneas para la

realización de las pruebas posteriores. Ya teniendo formadas las películas fueron retiradas de las tablillas con ayuda de una cuchilla (Figura 6) y se almacenaron en sobres de papel encerado previamente identificados con los códigos de las muestras.

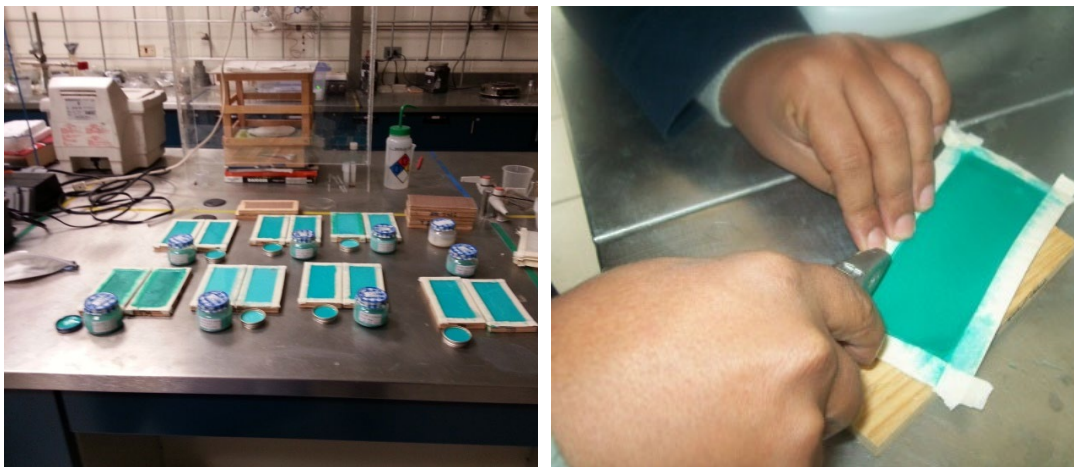


Figura 6. Películas obtenidas para la realización de pruebas.

III.2 Prueba de Análisis Termogravimétrico (TGA)

Para el TGA se cortaron con tijeras secciones rectangulares de las películas de cada una de las composiciones anteriormente descritas, cuyo peso fuera de aproximadamente 0.5 g. Posteriormente, se colocaron dentro de pequeñas bolsas con cierre hermético previamente identificadas (Figura 7) y mandadas a analizar en un equipo TGA Q500 V20.10 Build 36. Para dicho análisis, se obtuvieron 5 muestras de cada concentración, que tenían un peso desde 18.96 mg hasta 29.05 mg. Utilizando una atmósfera de gas Argón de 50 mL/min, y un rango de temperatura de 0°C a 800°C con una rampa de 10 °C /min.



Figura 7. Muestra para la prueba de TGA.

III.3 Prueba de Análisis Mecánico

Para el análisis mecánico de las muestras se cortaron con tijeras, tres secciones rectangulares de las películas de 7 x 30 mm de cada una de ellas. Posteriormente, se colocaron dentro de pequeñas bolsas con cierre hermético previamente identificadas, para ser analizadas en un equipo analizador mecánico dinámico DMA – RSA III (Figura 8).

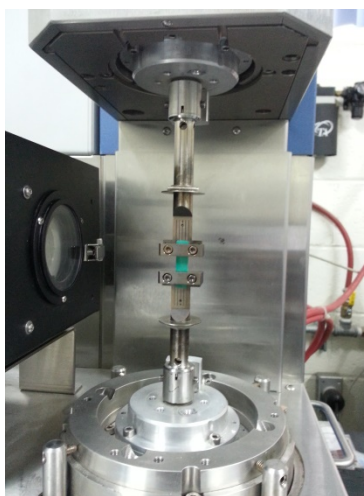


Figura 8. Análisis Mecánico de muestras.

III.4 Pruebas de Dureza

La prueba de dureza se basa en el principio de que un cuerpo penetrador es presionado continuamente en el material a medir con una fuerza determinada. Se mide la deformación en el punto de presión y de esta manera se obtiene el valor de la dureza del material.

Básicamente, la metodología consistió en aplicar el durómetro (Figura 9) sobre una muestra de forma circular de aproximadamente 2.5 cm de diámetro por 2.5 mm de espesor, con la suficiente fuerza de contacto, de manera consistente y sin brusquedad. Se utilizó una tabla de madera para apoyar las muestras, y se aplicó el medidor de dureza. La lectura fue tomada 3 s después de aplicar la fuerza. Se tomaron 5 muestras de cada espécimen, en diferentes puntos. La temperatura durante la prueba fue de 25°C.



Figura 9. Durómetro marca Tru-Test, escala Shore tipo A.

III.5 Prueba del Microscopio Electrónico de Transmisión de Alta Resolución (HRTEM)

La preparación de la muestra para la prueba de HRTEM consistió en hacer una dispersión agua-alúmina de la siguiente manera: en un matraz se vertieron 20 mL de agua y una pizca de alúmina. Posteriormente, se sonificó la mezcla durante 10 min (Figura 10).



Figura 10. Proceso de sonificación de la muestra para la prueba del HRTEM.

Una vez preparada la dispersión agua-alúmina se puso una gota en una rejilla de cobre y se esperó unos minutos para que seque; posteriormente, se puso una segunda gota en la rejilla y nuevamente se esperaron unos minutos para que se seque. Después se colocó la rejilla de cobre con la muestra dentro de una cápsula de polietileno para llevarla al área en donde sería analizada. La muestra de alúmina se analizó en un microscopio HRTEM (JEM 2200FS+CS, JEOL).

CAPITULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

IV.1 Morfología

Como parte importante de la caracterización de materiales es necesario hacer un análisis por microscopia electrónica cuando se utilizan compuestos nanométricos, esto es especialmente útil para poder observar la morfología y distribución de las nanopartículas y observar qué tan eficiente es la homogenización con otros materiales.

En la Figura 11 se observa la morfología y tamaño de partícula de la alúmina nanométrica utilizada como reforzante. Como se aprecia, se aglomera la alúmina, lo cual es un comportamiento normal de las partículas a escala nanométrico por la alta energía superficial que tienen, que se genera por las fuerzas de van der Waals, lo que se traduce en una tendencia a formar aglomeraciones. También se puede comprobar que las partículas de alúmina tienen forma semiesférica y su tamaño está, principalmente, en el orden de los 7 nm a los 25 nm [1, 6, 9, 30].

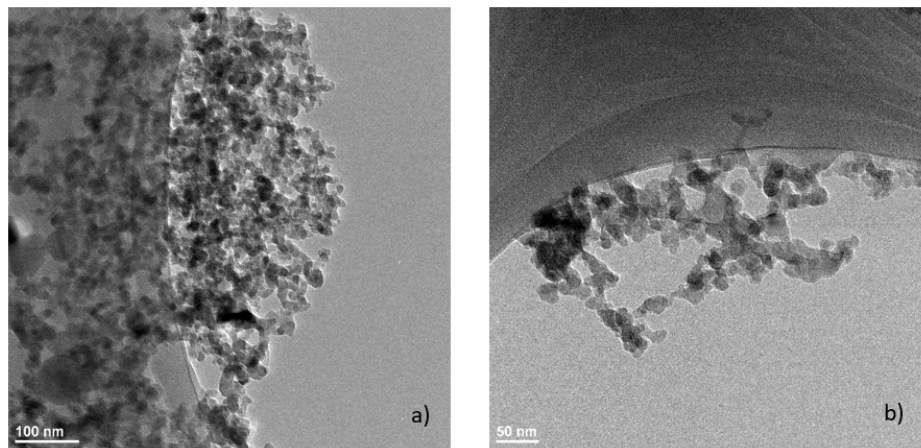


Figura 11. Migrografías de HRTEM de la alúmina nanométrica,
a) Alúmina magnificación 100 nm b) Alúmina magnificación 50 nm

En comparación con nuestros resultados se tiene el trabajo de Ash y col ^[18] quienes describen la morfología de las nanopartículas de alúmina en su investigación, con una distribución del tamaño de las partículas principalmente entre los 17nm y 38nm como se observa en la Figura 12. También se puede observar la formación de aglomeraciones

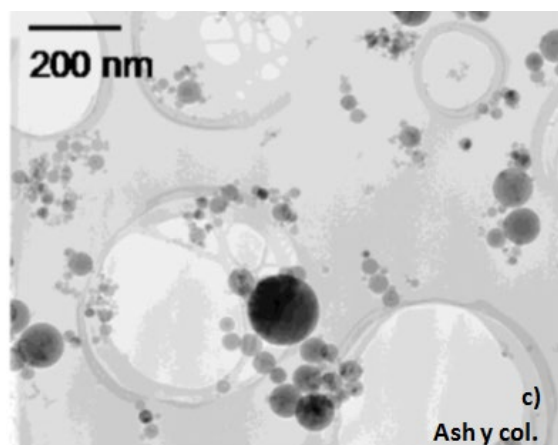


Figura 12 Micrografía TEM de nanopartículas de alúmina^[18].

IV.2 Estabilidad térmica

Se realizó TGA para estudiar la estabilidad térmica de la matriz de policloropreno sobre el efecto de la adición de la alúmina nanométrica. Los resultados de las pruebas de TGA se ilustran en la Figura 13(a). Se observa que los perfiles de degradación constan de tres fases, en la primera etapa, hasta los 300°C, se produce principalmente HCl por la descomposición de la matriz de policloropreno. En la segunda, hasta 450°C, y tercera etapa, hasta 730°C, se producen compuestos orgánicos clorados (como el clorobenceno) y compuestos aromáticos, de manera similar como lo reportaron Kameda y col ^[31] y puede apreciarse en la figura 13(c).

En la Figura 13(b) se puede observar que las curvas no son muy distintas independientemente de la cantidad de alúmina que se agregó, sólo el composite con 1% de

alúmina tuvo una pérdida de peso más rápida, lo cual podría atribuirse a que esta muestra estaba un poco más húmeda que las demás y por lo tanto perdió peso más rápidamente, indicando que el uso de la alúmina no afecta la estabilidad térmica del composite, siendo congruente con los resultados reportados por Kleps y col [31]. Coincidiendo con la literatura, la degradación de la matriz ocurre dentro de los primeros 400°C, lo que se puede observar en para todas las muestras, y dentro de los 400°C – 800°C se aprecia la degradación de la muestra [18, 34, 35,36, 37].

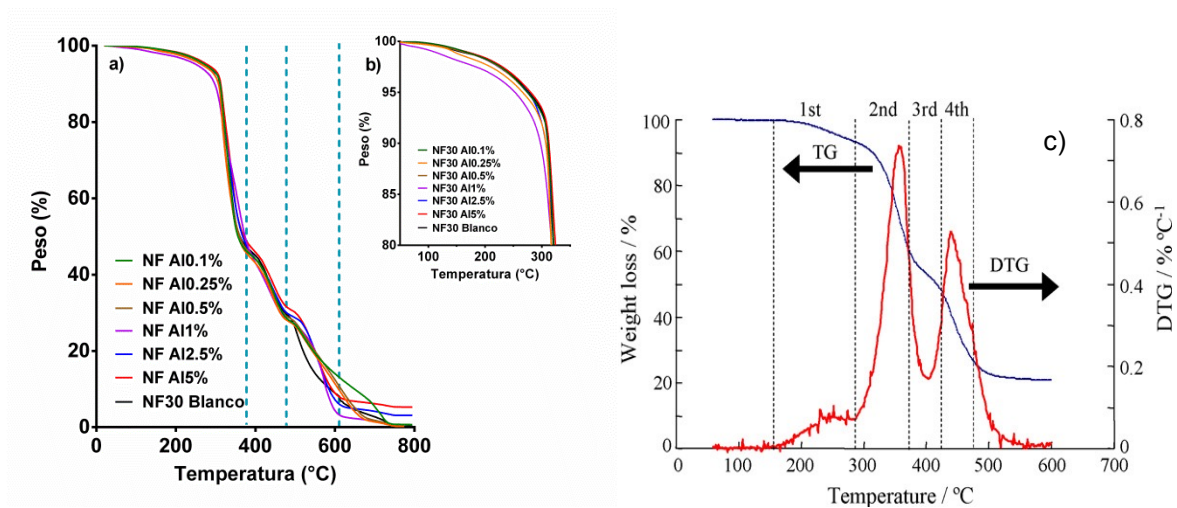


Figura 13. Análisis TGA de los composites pérdida de peso contra temperatura. (a) Curva TGA de las muestras de los 0 – 800 °C. (b) Curva TGA primera etapa de descomposición de las muestras. (c) Comportamiento de la degradación térmica del Policloropreno reportado por Kleps y col. [31].

Se ha reportado que a concentraciones bajas se obtienen mejores características del composite con respecto a la degradación. Harandi y col. reportaron que la disminución de la densidad de reticulación y el aumento concomitante de la movilidad de las cadenas de polímero acelera la degradación del polímero, esto se puede deber a la estructura del composite en el que la alúmina modifica en forma despreciable la densidad de reticulación de la matriz y a diferencia cuando se usan concentraciones más elevadas del

nanocompuesto se observan modificaciones a la densidad de reticulación que aceleran la oxidación y la degradación de la matriz [9].

Sin embargo, se observa también en los termogramas que antes de los 400°C los composites presentan una estabilidad térmica similar que la del Blanco. Kaboorani y col. reforzaron PVA con alúmina, con 3 diferentes porcentajes (1%, 2% y 4%), obteniendo una muy ligera mejora en la estabilidad térmica en todos los composites, atribuyéndoselo al efecto de restricción en la movilidad de las cadenas poliméricas en el PVA, lo cual puede observarse en la Figura 14 [5].

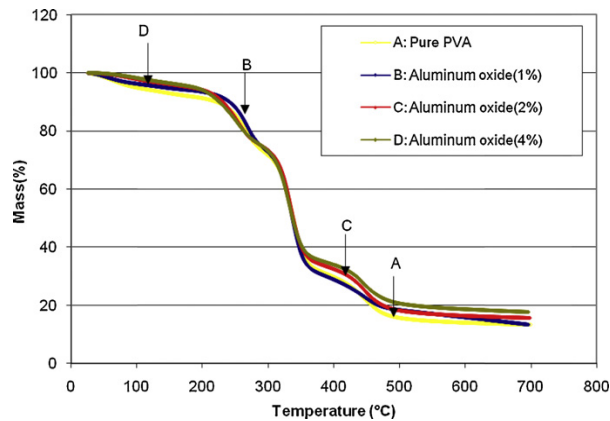


Figura 14. Estabilidad térmica de nanocomposites de PVA-alúmina reportado por Kaboorani y col. [5].

Se demuestra que la adición de la alúmina no mejora la estabilidad térmica de la matriz de policloropreno, también es importante observar que los resultados de estabilidad térmica son alterados dependiendo del tamaño de la nanopartícula según los trabajos de Ash y col. [15, 18].

IV.3 Comportamiento mecánico

Se realizaron estudios de esfuerzo – deformación a todas las muestras para determinar el efecto del contenido de alúmina nanométrica. Para ello, se corrieron 3 pruebas por espécimen de cada concentración a temperatura ambiente. La Figura 15 muestra las gráficas obtenidas, se puede observar en las gráficas la zona elástica para cada una de las muestras, la zona plástica de las gráficas varía de acuerdo con la muestra, pero se puede observar que la elongación a la ruptura del elastómero se reduce desde un 30% hasta un 60% conforme aumenta la carga de alúmina ^[1].

En la Figura 16 se muestran las curvas en comparación de los ensayos de tracción de los compositos NF30 AL. Se puede observar la disminución del esfuerzo en linealidad con el aumento de la concentración de alúmina en el elastómero. La muestra NF30AL1% muestra mejor comportamiento al no disminuir tanto la fuerza necesaria para la deformación. Trabajos reportados indican también comportamiento inusuales en los ensayos, pero al contrario de los resultados aquí reportados la anomalía de ellos presentó una disminución significativa, en esos estudios reportados se explica que esto se debió a que posiblemente existió mayor aglomeración de nanopartículas en la muestra y lo cual obligó a obtener un resultado inusual. En contraparte, se puede explicar que la NF30AL1% posiblemente presentó menos aglomeraciones y una dispersión más homogénea de la nanopartícula, posiblemente debido a la incursión del DISPERBYK ^[1, 6, 30].

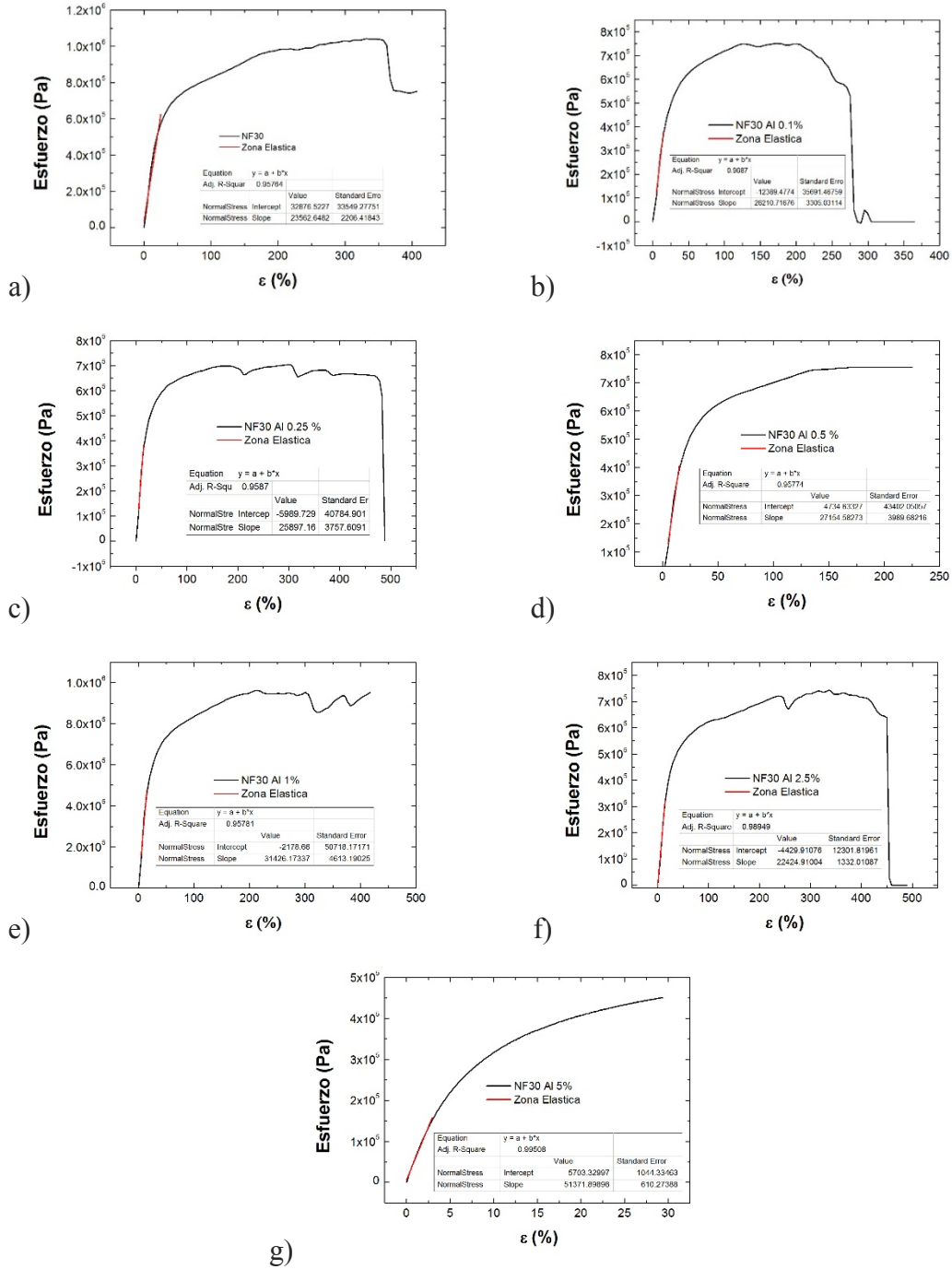


Figura 15. Graficas de esfuerzo – Deformación de los especímenes
 (a) NF30 Blanco (b) NF30 AL 0.1%, (c) NF30 AL 0.25% (d) NF30 AL 0.5%,
 (e) NF30 AL 1%, (f) NF30 AL 2.5%, (g) NF30 AL 5%.

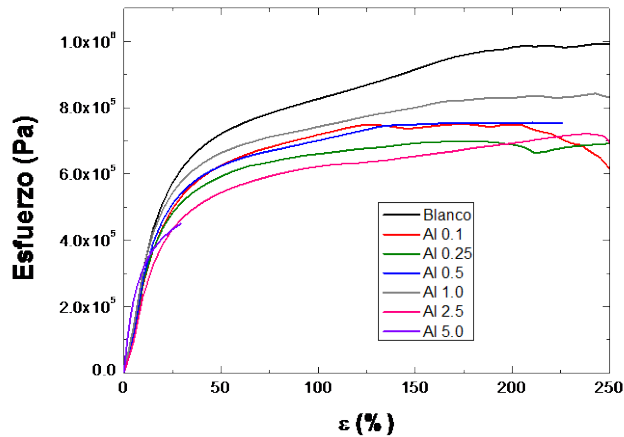


Figura 16. Ensayos de tracción para análisis del esfuerzo de NF30 con varias concentraciones de alúmina.

A partir de estos gráficos se puede obtener el módulo de Young. En la Figura 17 se muestran los resultados para todos los especímenes, es notorio que el módulo de Young aumentó conforme aumenta el porcentaje de concentración del nanocompuesto, como se ha reportado por Petersen y col. y otros grupos [1, 6, 19, 25, 30, 38].

Todos ellos explican que el incremento en el módulo de Young se debe a la incursión de nanopartículas en la matriz, se muestra un incremento en las concentraciones más bajas, hasta el 2%, sin embargo, se observa que en las concentraciones superiores a este porcentaje presenta una disminución y posteriormente un aumento consistente, este aumento, de acuerdo a Chee y col, en el módulo de Young a bajas concentraciones se debe a que la nanopartícula se agrega a la matriz, creando una fuerte interacción interfacial que permite que las nanopartículas se transfieran fácilmente a través del sistema matriz – nanocompartícula. Al llegar al umbral del 2% la nanopartícula se aglomera, este efecto se puede observar en la Figura 18a, reportada por Chee y col. [39]. Esta aglomeración de la alúmina permite el incremento del módulo de Young aumentándolo considerablemente,

debido a que impide el movimiento de las cadenas poliméricas, ya que habrá una débil interacción entre la nanopartícula y la matriz, por lo que la resistencia a la tracción se ve disminuida y la fragilidad del material aumentó. El efecto del aumento del módulo de Young no es exclusivo de la alúmina, en la Figura 18b se puede observar en los estudios de Shokry y col. que también tuvieron un incremento en el módulo de Young por la incursión de nanotubos de carbono en una matriz de PU [13].

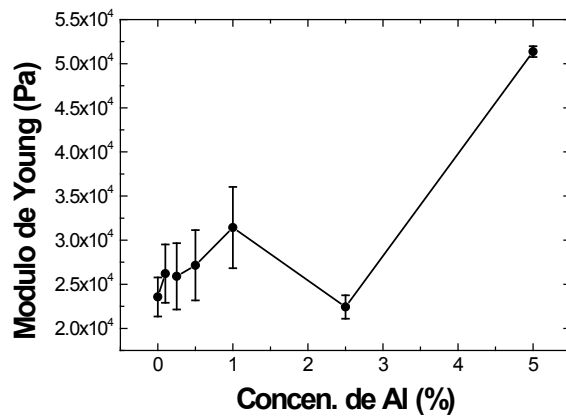


Figura 17.-Módulo de Young Vs. % alúmina del composite NF30 AL

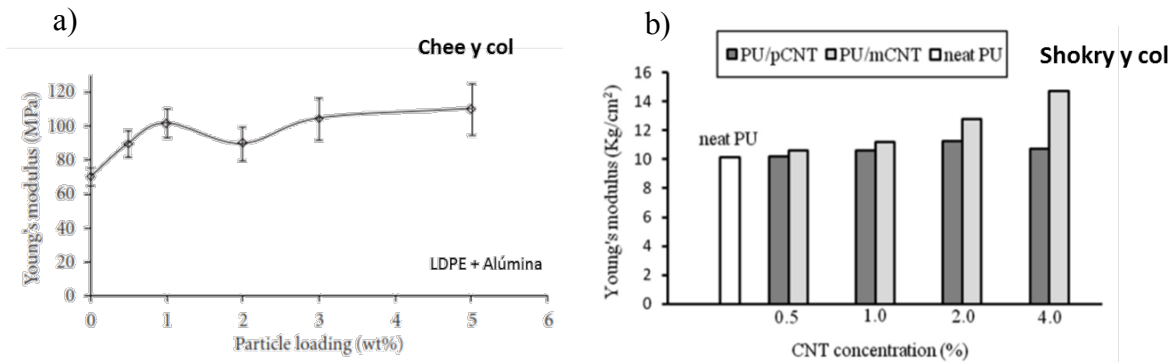


Figura 18. Módulo de Young Vs. Contenido de reforzante nanométrico; a) Matriz de LDPE con alúmina, reportada por Chee y col. [39], y b) Matriz de PU con alúmina, reportado por Shokry y col. [13]

Por otro lado, en la Figura 19 se puede ver y comprobar que, al reducir la zona plástica, también se reduce la elongación máxima. Interpretando este resultado se puede observar que entre mayor concentración de alúmina la elongación se reduce, con algunas excepciones como 0.25% y 2.5%. Es notable que la muestra de 5% disminuyó críticamente su elongación máxima, esto como producto de la aglomeración y la falta de dispersión de la nanopartícula en la matriz, como se ha reportado por Thomas y col. y Swain y col. como se puede observar en la Figura 20a y 20b, la alumina disminuyó la elongación máxima del material a medida que se incrementó su concentración [1, 2, 5, 10, 19].

La Figura 21 ilustra cómo disminuye la resistencia a la ruptura del material; es decir, se vuelve más rígido a medida que aumenta la concentración de alúmina. Sin embargo, con la concentración del 1% tiene una recuperación en el esfuerzo máximo. Aun así, no es mejor que la muestra en Blanco este estudio. Este resultado reportado por Ahs y col., Thomas y col., Chameswary y col., y Swain y col. sugiere que el material se vuelve más frágil por la incursión del nanompuesto e inclusive usando dispersantes se obtiene el mismo comportamiento como se puede observar en la Figura 22. [1, 2, 6, 18, 40]

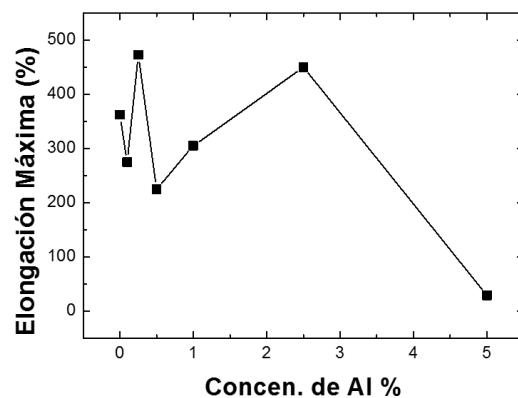


Figura 19. Contenido de alúmina (%) vs Elongación máxima

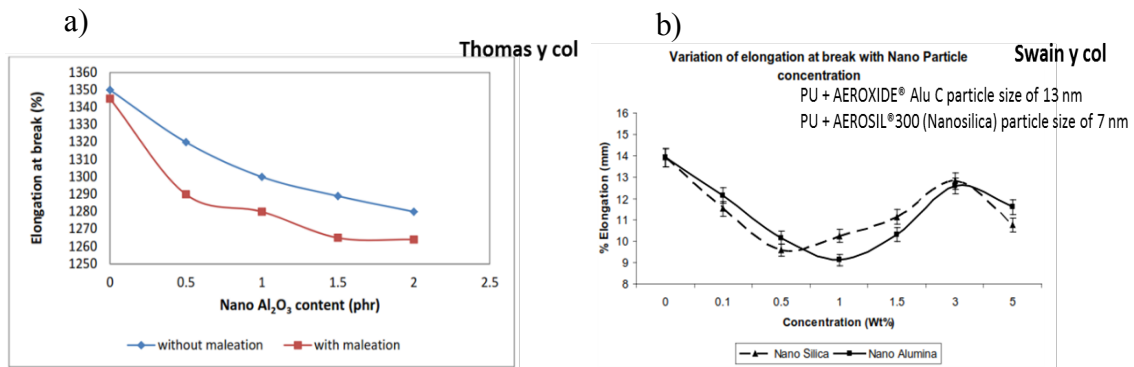


Figura 20. Elongación máxima vs concentraciones. a) Thomas y col [1] b) Swain y col [2].

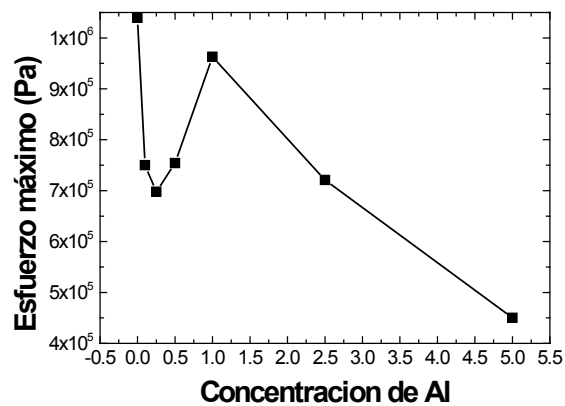


Figura 21. Esfuerzo máximo vs Contenido de alúmina en la matriz.

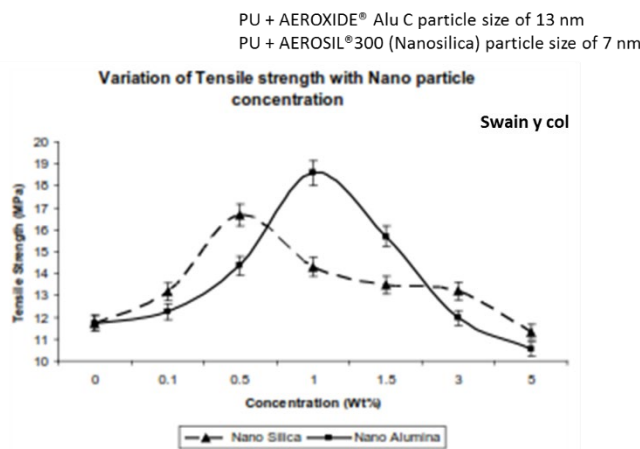


Figura 22. Esfuerzo máximo vs Contenido de alúmina y silica nanonéticas, en la matriz PU reportado por Swain y col. [2].

IV.4 Dureza

Se realizó un análisis de dureza para analizar las características de los composites con respecto a esta propiedad. Para tal efecto se elaboraron 7 especímenes de cada composite para realizar el estudio, a cada espécimen con forma de círculo, se le aplicó la prueba en cinco puntos, a fin de tener un muestreo uniforme, como se ilustra en la Figura 23.

El resultado del análisis de dureza mostró variación en los datos obtenidos siendo más dispersa para las diferentes muestras. Se puede observar que al aumentar la concentración de alúmina también incrementó la dureza, lo que se traduce en menor elasticidad del material. Un material más duro es un material más frágil y quebradizo.

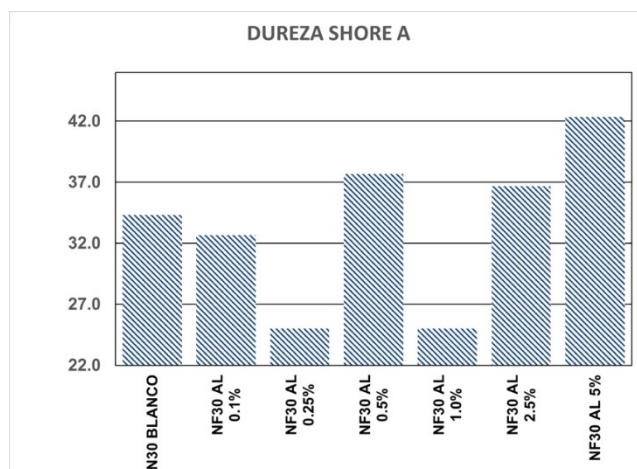


Figura 23. Dureza de composite con diferentes % de alúmina y NF30 como matriz.

Se puede observar que en la muestra de 1% y 0.25% la dureza ha disminuido y corrobora que el material se volvió más elástico como se observó en las gráficas de elongación máxima. Los resultados de los estudios de Dhabale y col., Figura 24a, mostraron que la dureza en escala Shore D de sus composites de LDPE + TiO₂ + Al₂O₃, aumenta la dureza conforme aumenta la cantidad de alúmina, sin aumentar el dióxido de titanio [41]. Los estudios de Shokry y col., con matriz de PU y nanotubos de carbonos, mostraron el mismos

resultados de endurecimiento de la matriz al elevar las concentraciones de las nanopartículas, Figura 24b ^[13]. Las variaciones observadas en esta investigación se pueden deber a la aglomeración de la alúmina y, por lo tanto, se presentan zonas con mayor dureza que otras, esto se puede observar en los datos que se obtuvieron para cada punto de prueba, lo cual mostró que hubo una variación en el resultado, en algunos casos, de hasta 5 puntos Shore, pero consistentemente el sistema matriz - nanopartícula se endureció.

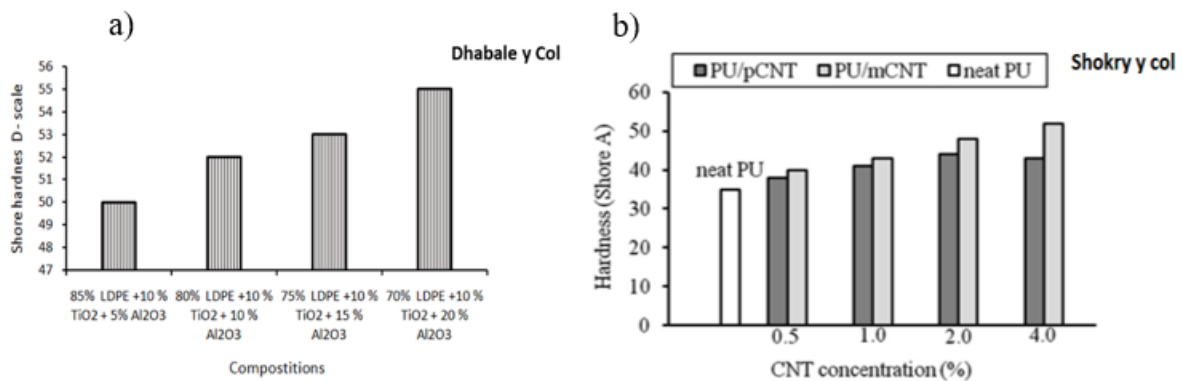


Figura 24. Dureza de composite con diferentes contenidos de nanopartículas,

a) Reportado por Dhabale y col. ^[41] y b) reportado por Shokry y col. ^[13].

CAPITULO V. CONCLUSIONES

La aglomeración de la alúmina nanométrica es una característica propia de este material, lo cual ha sido comprobado en otras investigaciones similares, registrándose los mejores resultados al tener mejor dispersión de la alúmina y bajas concentraciones. Al agregar alúmina a los compuestos genera aumentos en el módulo de Young, reflejando una disminución de la elongación máxima. Esto sucede cuando se incrementa la concentración de la alúmina, ya que en concentraciones menores a 0.5% la elongación máxima disminuyó en menor porción, pero consistentemente disminuye. La dureza del material aumentó conforme aumentó la proporción de alúmina en el compuesto, siendo congruente con la disminución de la zona de deformación y la elongación máxima; además, la estabilidad térmica de la matriz de policloropreno se mantuvo aún con los aumentos de carga del nanocompuesto.

Con todo lo anterior, se puede concluir que la adición de alúmina nanométrica en porcentajes pequeños aumenta la dureza y el módulo de Young del composite, pero disminuye sus características mecánicas en relación al esfuerzo máximo y la elongación máxima. En porcentajes mayores, estas disminuciones se vuelven críticas al grado de no presentar zona plástica.

Finalmente, se puede mencionar que con esta investigación se pudo comprobar que el agregar alúmina nanométrica a una matriz de policloropreno no todas sus características mecánicas fueron aumentadas; sin embargo, sí se observó que la dureza se aumentó, así como el módulo de Young, reflejándose en el aumento de la rigidez del composite. Las aplicaciones de este compuesto pueden ser variadas, como ejemplo, en el reforzamiento de rodillos fabricados con este polímero, ya que al tener mayor dureza aumentan su vida útil.

V.1 Recomendaciones

Es recomendable realizar estudios de DSC para observar el comportamiento de la Tg del polímero, y analizar si la alúmina modifica de alguna forma el comportamiento del mismo..

Asimismo, realizar estudios del comportamiento mecánico del sistema matriz – nanopartícula, considerando tiempos de curado de la matriz polimérica.

También realizar estudios sobre las propiedades de adhesión del composite, a través de estudio mecánicos y pruebas de T-Peeling.

Finalmente, es recomendable hacer análisis por HRTEM ó SEM de los composites para observar directamente las zonas de aglutinación de la alúmina y en específico, si esas zonas incrementan la dureza de la matriz.

REFERENCIAS

- [1] T. Thomas, E. P. Ayswarya, and E. T. Thachil, "Nano Alumina as Reinforcement in Natural Rubber Composites," *Int. J. Innov. Res. Sci. Eng. Technol.*, vol. 21, no. 6, pp. 2365–2370, 2013.
- [2] S. Swain, R. A. Sharma, S. Bhattacharya, and L. Chaudhary, "Effects of Nano-silica/Nano-alumina on Mechanical and Physical Properties of Polyurethane Composites and Coatings," *Trans. Electr. Electron. Mater.*, vol. 14, no. 1, pp. 1–8, 2013.
- [3] B. Sharma, S. Mahajan, R. Chhibber, and R. Mehta, "Glass Fiber Reinforced Polymer-Clay Nanocomposites: Processing, Structure and Hygrothermal Effects on Mechanical Properties," *Procedia Chem.*, vol. 4, pp. 39–46, 2012.
- [4] D. Shukla and R. Srivastava, "Effect of alumina platelet reinforcement on dynamic mechanical properties of epoxy," *Proc. World Congr. Eng.*, vol. III, pp. 3–7, 2011.
- [5] A. Kaboorani and B. Riedl, "Nano-aluminum oxide as a reinforcing material for thermoplastic adhesives," *J. Ind. Eng. Chem.*, vol. 18, no. 3, pp. 1076–1081, 2012.
- [6] J. Chameswary, L. K. Namitha, M. Brahmakumar, and M. T. Sebastian, "Material characterization and microwave substrate applications of alumina-filled butyl rubber composites," *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, vol. 11, no. 5, pp. 919–926, 2014.
- [7] N. V. Asar, H. Albayrak, T. Korkmaz, and I. Turkyilmaz, "Influence of various metal oxides on mechanical and physical properties of heat-cured polymethyl

- methacrylate denture base resins.," *J. Adv. Prosthodont*, vol. 5, no. 3, pp. 241–7, 2013.
- [8] M. E. Islam, T. H. Mahdi, M. V. Hosur, and S. Jeelani, "Characterization of Carbon Fiber Reinforced Epoxy Composites Modified with Nanoclay and Carbon Nanotubes," *Procedia Eng.*, vol. 105, no. Icte 2014, pp. 821–828, 2015.
- [9] M. H. Harandi, F. Alimoradi, G. Rowshan, M. Faghihi, M. Keivani, and M. Abadyan, "Morphological and mechanical properties of styrene butadiene rubber/nano copper nanocomposites," *Results Phys.*, vol. 7, pp. 338–344, 2017.
- [10] A. Sezavar, S. Zebarjad, and S. Sajjadi, "A Study on the Effect of Nano Alumina Particles on Fracture Behavior of PMMA," *Technologies*, vol. 3, no. 2, pp. 94–102, Apr. 2015.
- [11] M. Zhang and R. P. Singh, "Mechanical reinforcement of unsaturated polyester by AL₂O₃ nanoparticles," *Mater. Lett.*, vol. 58, no. 3–4, pp. 408–412, Jan. 2004.
- [12] M. G. El-Meligy, Z. A. Nagieb, and K. B. Isis, "Effect of Variation Aluminum Oxide Concentration on the Modified Novolac Stalk Composite," *ISRN Chem. Eng.*, vol. 2012, pp. 1–7, 2012.
- [13] S. A. Shokry, A. K. El Morsi, M. S. Sabaa, R. R. Mohamed, and H. E. El Sorogy, "Synthesis and characterization of polyurethane based on hydroxyl terminated polybutadiene and reinforced by carbon nanotubes," *Egypt. J. Pet.*, vol. 24, no. 2, pp. 145–154, 2015.
- [14] A. Khabibullin *et al.*, "Grafting PMMA Brushes from α -Alumina Nanoparticles via

SI-ATRP,” *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 8, no. 8, pp. 5458–5465, 2016.

- [15] B. J. Ash, R. W. Siegel, and L. S. Schadler, “Glass-transition temperature behavior of alumina/PMMA nanocomposites,” *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.*, vol. 42, no. 23, pp. 4371–4383, 2004.
- [16] F. A. Alzarrug *et al.*, “The use of different alumina fillers for improvement of the mechanical properties of hybrid PMMA composites,” *Mater. Des.*, vol. 86, pp. 575–581, 2015.
- [17] K. B. Lausund, B. B. Johnsen, D. B. Rahbek, and F. K. Hansen, “Surface treatment of alumina ceramic for improved adhesion to a glass fibre-reinforced polyester composite,” *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 63, pp. 34–45, 2015.
- [18] B. J. Ash, R. W. Siegel, and L. S. Schadler, “Mechanical Behavior of Alumina/Poly(methyl methacrylate) Nanocomposites,” *Macromolecules*, vol. 37, no. 4, pp. 1358–1369, 2004.
- [19] M. R. Petersen, A. Chen, M. Roll, S. J. Jung, and M. Yossef, “Mechanical properties of fire-retardant glass fiber-reinforced polymer materials with alumina tri-hydrate filler,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 78, pp. 109–121, Sep. 2015.
- [20] D. F. Cheng, M. Yagihashi, and A. Hozumi, “Lamination of alumina membranes to polymer surfaces: Thick, hard, transparent, crack-free alumina films on polymers with excellent adhesion,” *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 3, no. 7, pp. 2224–2227, 2011.
- [21] U. A. Handge, M. F. H. Wolff, V. Abetz, and S. Heinrich, “Viscoelastic and

dielectric properties of composites of poly(vinyl butyral) and alumina particles with a high filling degree,” *Polym. (United Kingdom)*, vol. 82, pp. 337–348, 2016.

- [22] L. Chávez Guerrero, N. M. Noriega, B. López Walle, and M. Hinojosa Rivera, “Fuerzas a escala nanométrica,” *Ingenierias*, vol. 11, no. 41, pp. 32–39, 2008.
- [23] F. W. Billmeyer, *Ciencia de los polímeros*, Reprint. Reverté, 1975.
- [24] D. R. Askeland, *Ciencia e ingeniería de los materiales*, 4a Edición. México, 1998.
- [25] S. G. Prolongo, M. R. Gude, and A. Ureña, “Nanoreinforced Adhesives,” in *Nanofibers*, A. Kumar, Ed. Croatia: Intech, 2010, pp. 40–68.
- [26] P.-F. Paradis, T. Ishikawa, Y. Saita, and S. Yoda, “Non-Contact Thermophysical Property Measurements of Liquid and Undercooled Alumina,” *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 43, no. 4R, p. 1496, 2004.
- [27] P. Auerkari, “Mechanical and physical properties of engineering alumina ceramics,” *Valt. Tek. Tutkimusk.*, vol. Research N, p. 26, 1996.
- [28] National Institute of Standards and Technology, “Aluminium oxide,” 2016. [Online]. Available: <http://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID=1344-28-1>. [Accessed: 05-Apr-2017].
- [29] F. Bartolomé *et al.*, “Nuevos materiales en la sociedad del siglo XXI,” Consejo Superior de Investigaciones Científicas, Madrid, 2007, pp. 11–20.
- [30] C. V. Opelt and L. A. F. Coelho, “Reinforcement and toughening mechanisms in polymer nanocomposites - Reinforcement effectiveness and nanoclay

- nanocomposites,” *Mater. Chem. Phys.*, vol. 75, pp. 119–126, 2015.
- [31] T. Kameda, Y. Watanabe, G. Grause, and T. Yoshioka, “Dehydrochlorination behavior of polychloroprene during thermal degradation,” *Thermochim. Acta*, vol. 476, no. 1–2, pp. 28–32, 2008.
- [32] T. Kleps and M. Piaskiewicz, “Investigation of the influence of metal oxides on the thermal degradation of chlorine-containing polymers by thermogravimetry,” *J. Therm. Anal.*, vol. 32, no. 6, pp. 1785–1789, 1987.
- [33] T. Kleps, D. Jaroszynska, and M. Piaskiewicz, “Investigation of the influence of zinc oxide on thermal degradation of polychloroprene,” *J. Therm. Anal.*, vol. 36, no. 3, pp. 1213–1221, 1990.
- [34] M. Abboud, M. Turner, E. Duguet, and M. Fontanille, “PMMA-based composite materials with reactive ceramic fillers. Part 1.—Chemical modification and characterisation of ceramic particles,” *J. Mater. Chem.*, vol. 7, no. 8, p. 1527, 1997.
- [35] K. Subramaniam, A. Das, L. Häußler, C. Harnisch, K. W. Stöckelhuber, and G. Heinrich, “Enhanced thermal stability of polychloroprene rubber composites with ionic liquid modified MWCNTs,” *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 97, no. 5, pp. 776–785, May 2012.
- [36] D. D. Jiang *et al.*, “Thermal degradation of cross-linked polyisoprene and polychloroprene,” *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 68, no. 1, pp. 75–82, Apr. 2000.
- [37] C. L. Beyler and M. M. Hirschler, “Thermal Decomposition of Polymers,” in *SFPE Handbook of Fire Protection Engineering*, M. J. Hurley, D. T. Gottuk, J. R. Hall, K.

Harada, E. D. Kuligowski, M. Puchovsky, J. L. Torero, J. M. Watts, and C. J. WIECZOREK, Eds. New York, NY: Springer New York, 2016, pp. 110–131.

- [38] V. K. Chaudhari and A. Lal, “Nonlinear Free Vibration Analysis of Elastically Supported Nanotube-reinforced Composite Beam in Thermal Environment,” *Procedia Eng.*, vol. 144, pp. 928–935, 2016.
- [39] C. Y. Chee, N. L. Song, L. C. Abdullah, T. S. Y. Choong, A. Ibrahim, and T. R. Chantara, “Characterization of Mechanical Properties: Low-Density Polyethylene Nanocomposite Using Nanoalumina Particle as Filler,” *J. Nanomater.*, vol. 2012, pp. 1–6, 2012.
- [40] G. Anand, N. Alagumurthi, R. Elansezhian, and N. Venkateshwaran, “Dynamic mechanical, thermal and wear analysis of Ni-P coated glass fiber/ Al_2O_3 nanowire reinforced vinyl ester composite,” *Alexandria Eng. J.*, Mar. 2017.
- [41] R. Dhabale and V. S. Jatti, “A bio-material: mechanical behaviour of LDPE- Al_2O_3 - TiO_2 ,” *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 149, pp. 12–43, Sep. 2016.

ANEXOS

ANEXO I. Ficha técnica de la alúmina nométrica AEROXIDE Alu C

Product information

AEROXIDE® Alu C

Highly dispersed fumed metal oxide

Characteristic physico-chemical data

Properties and test methods	Unit	Value
Specific surface area (BET)	m ² /g	100 ± 15
Tamped density* acc. to DIN EN ISO 787/11, Aug. 1983	g/l	approx. 50
Moisture* 2 hours at 105 °C	wt. %	≤ 5.0
Ignition loss 2 hours at 1000 °C; based on material dried for 2 hours at 105 °C	wt. %	≤ 3.0
pH in 4% dispersion		4.5 - 5.5
Al ₂ O ₃ - content based on ignited material	wt. %	≥ 99.8
Sieve residue (by Mocker 45 µm) acc. to DIN EN ISO 787/18, Apr. 1984	wt. %	≤ 0.050

* ex plant
The data represents typical values (no product specification)

Registration

AEROXIDE® Alu C

CAS-No.	1344-28-1
REACH (Europe)	registered
TSCA (USA)	registered
DSL (Canada)	registered
AICS (Australia)	registered
ENCS (Japan)	registered
IECS (China)	registered
KECI (Korea)	registered

AEROXIDE® Alu C is produced analogous to the AEROSIL®-process developed by Evonik. It is a very fine fumed metal oxide with a high specific surface area. Due to the electropositive chargeability, AEROXIDE® Alu C leads to specific properties in various applications.

Applications and properties

In following applications AEROXIDE® Alu C shows special advantages:

- in PET-films as antiblocking agent
- in fluorescent tubes and light bulbs as additive for a homogenous light emission, better flowability of the fluorescent mix during the electrostatic coating
- in powder coatings to improve chargeability
- in coatings of high quality ink-jet-paper to provide high gloss and excellent printing.

Safety and handling

Information concerning the safety of this product is listed in the corresponding Material Safety Data Sheet, which will be sent with the first delivery or upon updating. Such information is also available from Evonik Industries AG, Product Safety Department, E-MAIL sds-im@evonik.com or can be downloaded from our homepage www.aerosil.com. We recommend to read carefully the material safety data sheet prior to the use of our product.

Packaging and storage

AEROXIDE® Alu C is supplied in multiple layer 10 kg bags. We recommend to store the product in closed containers under dry conditions and to protect the material from volatile substances. AEROXIDE® Alu C should be used within 2 years after production.

This information and all technical and other advice are based on Evonik's present knowledge and experience. However, Evonik assumes no liability for such information or advice, including the extent to which such information or advice may relate to third party intellectual property rights. Evonik reserves the right to make any changes to information or advice at any time, without prior or subsequent notice. EVONIK DISCLAIMS ALL REPRESENTATIONS AND WARRANTIES, WHETHER EXPRESS OR IMPLIED, AND SHALL HAVE NO LIABILITY FOR MERCHANTABILITY OF THE PRODUCT OR ITS FITNESS FOR A PARTICULAR PURPOSE (EVEN IF EVONIK IS AWARE OF SUCH PURPOSE), OR OTHERWISE. EVONIK SHALL NOT BE RESPONSIBLE FOR CONSEQUENTIAL, INDIRECT OR INCIDENTAL DAMAGES (INCLUDING LOSS OF PROFITS) OF ANY KIND. It is the customer's sole responsibility to arrange for inspection and testing of all products by qualified experts. Reference to trade names used by other companies is neither a recommendation nor an endorsement of the corresponding product, and does not imply that similar products could not be used.

Customer Service

Europe/ Middle-East/ Africa/ Latin America Evonik Industries AG

Inorganic Materials
PB 010-A410
Rodenbacher Chaussee 4
63457 Hanau-Wolfgang
Germany
PHONE +49 6181 59 12532
FAX +49 6181 59 712532
aerosil@evonik.com
www.aerosil.com

North America Evonik Corporation

Inorganic Materials
299 Jefferson Road
Parsippany, NJ 07054-0677
USA
PHONE +1 800-233-8052
FAX +1 973-929-8502
aerosil@evonik.com
www.aerosil.com

Asia (excluding Japan) Evonik (SEA) Pte. Ltd.

Inorganic Materials
3 International Business Park
Nordic European Centre, #07-18
Singapore 609927
PHONE +65 6809-6877
FAX +65 6809-6677
aerosil@evonik.com
www.aerosil.com

Japan NIPPON AEROSIL CO., LTD.

Marketing & Sales Division
P.O. Box 7015
Shinjuku Monolith 13F
3-1, Nishi-Shinjuku 2-chrome
Shinjuku-ku, Tokyo
163-0913 Japan
PHONE +81 3 3342-1789
FAX +81 3 3342-1761
infonac@evonik.com
www.aerosil.jp

Technical Service

Europe/ Middle-East/ Africa/ Latin America Evonik Industries AG

Inorganic Materials
HPC 911-221 A
Rodenbacher Chaussee 4
63403 Hanau-Wolfgang
Germany
PHONE +49 6181 59-3936
FAX +49 6181 59 4489
technical.service.aerosil@
evonik.com
www.aerosil.com

North America Evonik Corporation

Inorganic Materials
2 Turner Place
Piscataway, NJ 08855-0365
USA
PHONE +1 888 SILICAS
PHONE +1 732 981-5000
FAX +1 732 981-5275
technical.service.aerosil@
evonik.com
www.aerosil.com

Asia (excluding Japan) Evonik Specialty Chemicals (Shanghai) Co.,Ltd

Inorganic Materials
55 Chundong Road
Xinzhuang Industry Park
Shanghai 201108
P.R. China
PHONE +86 21 6119-1065
FAX +86 21 6119-1075
technical.service.aerosil@
evonik.com
www.aerosil.com

Japan NIPPON AEROSIL CO., LTD.

Applied Technology Group
3 Mita-Cho
Yokkaichi, Mie
510-0841 Japan
PHONE +81 59 345-5270
FAX +81 59 346-4657
infonac@evonik.com
www.aerosil.jp

Evonik.Power to create.



ANEXO II. Ficha técnica del adhesivo de contacto verde 3M Fastbond 30-NF

3M
Fastbond^{MR}

30-NF Adhesivo de Contacto Neutral y Verde

Ficha Técnica

Características

• Adhesivo de contacto a base de agua, rociable. Alta fuerza inicial de pegado y amplio rango de adhesión. Por su alto contenido de sólidos y buena resistencia al calor puede ser usado en procesos de post-formado. Es un adhesivo no inflamable en estado líquido.

• Adhiere la mayoría de las espumas plásticas, laminados de plástico, madera, terciados de abedul, aglomerados, forrados de madera y lonas a ellas mismas y entre ellas.

• Probado y aprobado para ser usado por el Woodwork Institute of California bajo las direcciones de ANSI/HPMA BP 1983 para adhesivo Tipo II y la prueba de resistencia al calor especificado en el Manual de Millwork.

• Reconocido bajo el programa Component Program, descrito por Laboratories, Inc. Component Recognition Program Guide GSRJ2, archivo R14485 (N), Door Construction Materials, para el uso en puertas de metal huecas, contra fuego y del tipo batientes y compuestos de tipos de acero valorados e incluyendo 3 horas.

Nota: No recomendado para laminados en pared seca o superficies metálicas a menos que las superficies estén completamente secadas con aire forzado y protegidas de la humedad.

Propiedades Físicas

La siguiente información técnica debería ser considerada sólo representativa o típica, y no debería ser usada para propósito de especificación.

Base	Policloropreno
Color	30 Verde: Azul (húmedo), Verde (seco) 30 Neutral: Blanco (húmedo), Claro (seco)
Peso Neto	1,07 - 1,11 g/cm ³
Sólidos (por peso)	47 - 51 %
Solvente	Agua, menos de 5% de Tolueno y Metanol
Punto de Ignición	Ninguno
Viscosidad	200 - 750 cps.
Viscosímetro Brookfield	RVF sp. #4 - 10 rpm

Información de Manejo / Aplicación

Indicaciones para el uso :

1. Preparación de la Superficie: las superficies deben estar limpias, secas y libres de polvo. Limpiar con un solvente como alcohol isopropílico. La temperatura del adhesivo y las superficies que se van a pegar deben estar a lo menos a 18°C. Si se usa para láminas plásticas decorativas, se debe verificar las condiciones de humedad de ellas. Deben estar prácticamente exentas de humedad.

2. Aplicación: Aplique una capa uniforme y generosa del adhesivo a ambas superficies con una brocha de nylon, rodillo de pintura o pistola de pulverización (spray). Una capa generalmente es suficiente en la mayoría de las superficies. El secado del adhesivo se puede verificar por un cambio de tonalidad de la capa. Una superficie opaca y sin brillo al secarse, indica que no hay suficiente adhesivo. Los materiales muy porosos pueden necesitar más de una capa. (deje que el adhesivo se seque completamente entre ambas capas). Una película uniformemente lustrosa indica suficiente adhesivo.



Fastbond^{MR} 30-NF

Ficha Técnica

3. Cobertura: La cobertura depende mucho de la porosidad de los sustratos y del método de aplicación del adhesivo. Para sustratos menos porosos como madera dura, maciza y laminados de alta presión aplicados con rodillo o spray se pueden obtener rendimiento de 14 a 15 m² abiertos. Más adhesivo (menos cobertura) se recomienda si se van a pegar materiales más porosos como maderas suaves, tejidos, esponjas, etc., o si el adhesivo se aplica con brocha.

4. Tiempo de secado: A condiciones normales de temperatura y humedad, el adhesivo está seco y listo para pegar entre 20 - 40 min. Alta humedad o baja temperatura harán más lento el secado; alta temperatura acelerará el secado. A temperaturas más elevadas y baja humedad, el adhesivo puede secar en tan solo 10 minutos. Después que el adhesivo haya secado, la adhesión debe ser realizada dentro de 4 horas.

5. Ensamble: Posicione cuidadosamente las superficies a ser adheridas antes de pegar. No es posible ajuste posteriores después que las capas de adhesivo tomen contacto. Se pueden usar espaciadores, tales como tarugos o clavijas, barras de material laminado para ayudar a impedir la adhesión prematura por contacto del adhesivo y pegado antes de su correcto posicionado. Retire los espaciadores (separadores) y aplique una presión uniforme cargando hacia los bordes. Se puede usar un rodillo de 7,6 cm (3") con el máximo de presión corporal para asegurar un adecuado contacto y pegado especialmente en los bordes. Los materiales unidos pueden ser procesados o cortados inmediatamente después de la unión.

6. Limpieza : Si el adhesivo no ha secado, limpie el equipo de aplicación (rodillo, brocha o spray) con agua que contenga una pequeña cantidad de detergente. El adhesivo no se puede limpiar o sacar de los rodillos o brochas una vez que se ha secado. El exceso de adhesivo sobre las superficies puede ser retirado con limpiador Citrus Base Cleaner de 3M.

****Nota:** Cuando use solventes apague todas las fuentes de fuego y siga las precauciones e instrucciones de los fabricantes cuando se manipulen tales materiales.

Datos de Aplicación

1. Temperatura de Trabajo: Tanto el adhesivo como ambas superficies deberían estar a 18°C o más al momento de adherir. Después de almacenarlo a baja temperatura y antes de utilizarlo, el adhesivo debe ser entibiado a temperatura ambiente. No lo coloque en horno ni plancha, llévelo a temperatura colocándolo en una pieza tibia. Si esto no se realiza, el tiempo de apertura y otras propiedades de trabajo del adhesivo pueden ser adversamente afectada.

2. Utilice Suficiente Adhesivo: Es importante recordar que es difícil usar mucho adhesivo, pero se puede tener problemas si no se utiliza lo suficiente. El Adhesivo de Contacto Fastbond debe ser aplicado sobre ambas superficies. El adhesivo puede ser aplicado por dispersión, brocha o un rodillo de pintura.

Las superficies no porosas requerirían sólo una capa, mientras que las superficies porosas pueden requerir dos capas. Siempre cuando se utilice más de una capa, hay que asegurarse que el adhesivo seque completamente entre cada capa. Maderas duras, chapas de maderas templadas y láminas decorativas no son porosas. Maderas blandas, chapas de madera no templada, terciados y yeso son superficies porosas típicas que deben requerir dos capas.

Nota: Los adhesivos 3M dispersos en agua nunca deberían ser adelgazados.

3. Deje Secar Completamente el Adhesivo: Bajo condiciones normales de temperatura y humedad, el Adhesivo de Contacto Fastbond 30-NF se secará en aproximadamente 30 minutos. En condiciones muy calurosas y de baja humedad, el secado tomará entre 10 y 15 minutos. Menores temperaturas y más altas humedad significa menor tiempo de secado. Cuando la capa de adhesivo pierde completamente su apariencia lechosa y se torna clara está lista para pegar. Se tienen 4 horas después que el adhesivo ha secado para completar el trabajo de unión. Puede ser pegado tan pronto como esté seco, pero mientras más tiempo se espere, más fuerte será la adhesión inicial.



Fastbond^{MR} 30-NF

Ficha Técnica

Para acelerar el secado, se pueden usar lámparas de luz infrarroja. Cuando se usa secado forzado, el ensamblado y adhesión debe completarse mientras una o ambas caras están tibias. Si ambas superficies están frías, entibiar una o ambas previamente.

4. Aplicar Presión Completamente: La adhesión es inmediata luego del contacto. No se requiere presión sostenida, pero una presión buena y uniforme debe ser aplicada a cada metro cuadrado de la superficie. Aplique presión utilizando la mayor presión del cuerpo sobre un rodillo manual de goma tipo "J" (de no más de 7,6 cm -3"- de ancho). El uso de un rodillo de presión es recomendable para un desempeño óptimo.

5. Ensamblado: Coloque las superficies cuidadosamente antes de ensamblar. Ningún ajuste es posible después que las capas de adhesivo toman contacto. Utilice el método del "desprendimiento de hojas de papel" o espaciadores para el posicionamiento de piezas grandes.

6. Terminación: Los ensamblados adheridos pueden ser trabajados a máquina, cortados, torneados y terminados inmediatamente después de adheridos.

7. Limpieza: Brochas y rodillos que van a ser reutilizados deberían ser envueltos con envoltorio plástico para mantener el adhesivo húmedo, ya que es difícil lograr una limpieza completa.

Nota:

•Nunca verter solvente en una superficie adherida, éste atacará la línea de adhesivo y debilitará la adhesión. Sólo limpie con un paño humedecido con solvente * o limpiador como el 3M Citrus Base Cleaner. Aguarrás y kerosene no disolverán el adhesivo.

•Cuando utilice solventes asegúrese de extinguir todas las fuentes de ignición y siga las precauciones y direcciones de los productores cuando maneje estos materiales.

•Pinchadores rotatorios y otros rodillos anchos son insatisfactorios porque actúan en algunos puntos con baja presión y porque distribuyen la presión sobre un área muy grande.

Equipamiento de Aplicación

Un apropiado equipamiento de aplicación aumenta el desempeño del adhesivo. Fastbond 30-NF puede ser aplicado con rodillo de pintura, brocha o pistola de pulverización (sistema spray).

Pistola de Pulverización Estándar

Modelo	Capa de Aire	Boquilla
Binks 2001 SS	66SF	65SS
DeVilbiss MAS-503	#3	FF
Graco 800N	106-804	108-867

Pistola de Pulverización Estándar H.V.L.P. (Alto Volumen, Baja Presión)

Modelo	Capa de Aire	Boquilla
Binks Mach 1	95PT	94F
Graco Optimizer	188-754	276-294

Tanques de Presión

Se recomienda el uso de tanques de acero inoxidable. Tanques de acero carbono también pueden ser utilizados, pero deben ser revestidos internamente con una lámina de plástico. Los tubos pescadores y adaptadores pueden ser plásticos o de acero inoxidable.

Bombas

Se recomienda la utilización de una bomba de doble diafragma de 2,54 cm (1") o más de diámetro, con diafragma y esferas de teflón y cuerpo plástico. No utilice bomba tipo pistón o bomba de diafragma menor que 2,54 cm (1") (diámetro externo). Se sugiere la utilización de un filtro a la salida de la bomba.

Mangueras

Todas las mangueras deben ser de polietileno o nylon. Los adaptadores de las mangueras deben ser de acero inoxidable o plástico.

Nota: No utilice mangueras que hayan sido previamente utilizadas con solventes, sean ellos inflamables o no.



Fastbond™ 30-NF

Ficha Técnica

Propiedades

Las siguientes informaciones técnicas y datos deben ser considerados solamente representativos o típicos y no deberían ser usados para propósitos de especificación.

Resistencia al Cisalle

Adhesivo aplicado en madera dura, utilizándose sistema de aplicación con spray.

Temperatura de la Prueba (°C)	Resistencia (psi)
-37	1100
24	480
82	60
93	40
107	30

Resistencia a Tracción

Adhesivo aplicado a madera aglomerada y laminados de alta presión, utilizando sistema de aplicación spray. La velocidad de separación de los dos cuerpos de prueba durante el test fue de 0,12 cm/min.

Temperatura de la Prueba (°C)	Resistencia (psi)
24	113
66	55
82	30
93	27

*Falla del sustrato

Inflamabilidad de la Superficie

Test realizado de acuerdo con ASTM E-286-69 "Inflamabilidad Superficial de Materiales de Construcción" utilizando un túnel de 2,5 m. Resultados:

	FastBond 30-NF
Índice de expansión de llama	0
Índice de combustión	0
Índice de densidad de humo	16,1

Nota: No se presentaron emisiones de flamas o olores durante la prueba. La cantidad de adhesivo aplicada fue de 32 gr/m², adhesivo seco.

Almacenamiento y Manejo

Proteger del Congelamiento

Almacenaje: La mejor temperatura de almacenamiento es 15-27 °C para un máximo de vida en almacenaje. Temperaturas mayores reducen el tiempo normal de vida. Menores temperaturas producen aumento de la viscosidad por una naturaleza temporal. Este adhesivo de contacto en base agua quedará inutilizado al estar almacenado bajo 4°C por períodos prolongados. Rote el stock en la base de "primero en entrar, primero en salir"

Tiempo de Duración: cuando se almacena a la temperatura recomendada, en el envase original cerrado, estos productos tienen un tiempo de duración de 15 meses.

Para mayor información:



Centro de Atención al Consumidor

600-300-3636



E-mail: atencionconsumidor@3m.com

ANEXO III. Ficha técnica del dispersante DISPERBYK – 2155



DISPERBYK-2155

Data Sheet
Issue 11/2014

DISPERBYK-2155

VOC and solvent-free wetting and dispersing additive for solvent-borne and solvent-free coating systems, floor coatings, and printing inks. Particularly recommended for the manufacture of pigment concentrates with broad compatibility. The 100 % active substance makes it particularly suitable for high-solid and solvent-free systems.

Product Data

Composition

Block copolymer with basic, pigment-affinic groups

Typical Properties

The values indicated in this data sheet describe typical properties and do not constitute specification limits.

Amine value: 48 mg KOH/g
Active substance: 100 %
Density (68 °F): 8.85 lbs/US gal
Refraction index: 1.478

Food Contact Legal Status

For the current food contact legal status, please contact our product safety department or visit www.byk.com for further information.

Applications

Coatings and Printing Inks

Special Features and Benefits

DISPERBYK-2155 deflocculates pigments and stabilizes them by means of steric hindrance. It prevents a possible coflocculation, which leads to non-floating coloring in pigment blends. The deflocculating property of the additive results in increased gloss, color strength, transparency or hiding power, and a reduced millbase viscosity.

A member of  ALTANA

DISPERBYK-2155

Data Sheet
Issue 11/2014

Recommended Use

Due to its high solids content, DISPERBYK-2155 is particularly suitable for high-solid coating systems and floor coatings. The additive is exceptionally compatible with all standard coating binders such as alkyd resins, cellulose nitrate, polyols, chlorinated rubber, epoxides, and polyurethanes. DISPERBYK-2155 greatly reduces the viscosity of the millbase which enables a higher pigment content in pigment concentrates.

Industrial coatings	<input checked="" type="checkbox"/>
Wood and furniture coatings	<input checked="" type="checkbox"/>
Automotive coatings	<input checked="" type="checkbox"/>
Architectural coatings	<input type="checkbox"/>
Printing inks	<input type="checkbox"/>

especially recommended recommended

Recommended Levels

Amount of additive (as supplied) based upon pigment:

Inorganic pigments: 5-10 %
Titanium dioxides: 1-3 %
Organic pigments: 10-35 %
Carbon blacks: 15-75 %

The above recommended levels can be used for orientation. Optimal levels are determined through a series of laboratory tests.

Incorporation and Processing Instructions

Wetting and dispersing additives should generally be added to the millbase. This is the only way in which they can be fully effective. In binder-free dispersion, the solvent components of the millbase should be pre-mixed with the additive while stirring, prior to the addition of the pigment. If the grinds contain binder, the binder, solvent, and additive should be homogenized prior to adding the pigment.

Special Note

Deflocculated pigments have a greater tendency to settle. This applies particularly to inorganic pigments, which have a high density. The use of liquid rheology additives, such as BYK-410 or BYK-430, in the grinding phase, counters this phenomenon.



BYK USA Inc.
524 South Cherry Street
P.O. Box 5670
Wallingford, CT 06492
USA
Tel 203 265-2086
Fax 203 284-9158

cs.usa@byk.com
www.byk.com

ANTI-TERRA®, BYK®, BYK®-DYNAET®, BYK®-SILCLEAN®, BYKANOL®, BYKETOL®, BYKET®, BYKOPLAST®, BYKUMEN®, CARBOBYK®, DISPERBYK®, DISPERPLAST®, LACTRAM®, NANOBYPK®, PAPERBYK®, SLEBYK®, VISCOBYK®, and Greenability® are registered trademarks of BYK-Chemie. ACTAL®, ADJUST®, ADVITROL®, ASTRABEN®, BENTOLITE®, CLAYTONE®, CLOISITE®, FULACOLOR®, FULCAT®, GARAMITE®, GELWHITE®, LAPONITE®, MINERAL COLLOID®, OPTIBENT®, OPTIFLO®, OPTIGEL®, PURE THIX®, RHEOCIN®, RHEOTIX®, RC-SYMP®, TIXOGEL®, and VISCOSEAL® are registered trademarks of BYK Additives. AQUACER®, AQUAMAT®, AQUATIX®, CERACOL®, CERAFAX®, CERAFLOUR®, CERAMAT®, CERATIX®, HORDAMER®, and MINERPOL® are registered trademarks of BYK-Ceig. SCORNA® is a registered trademark of BYK Kometa.

The information and data stated herein, although in no way guaranteed, are based upon tests and reports considered to be reliable and are believed to be accurate. No warranty, either expressed or implied, is made or intended. Use by a customer should be based upon their own investigations and appraisals. Any recommendation should not be construed as an invitation to use a material in infringement of patents. This issue replaces all previous versions – Printed in the USA.