

**EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y DE DESGASTE
DE MATERIALES COMPUESTOS DE ORGANOARCILLA Y
POLIETILENTEREFTALATO (PET)**

**PAOLA ALEXANDRA MEDINA GÓMEZ
ANGELA MILENA SUÁREZ SUÁREZ**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA QUÍMICA
BUCARAMANGA
2006**

**EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y DE DESGASTE
DE MATERIALES COMPUESTOS DE ORGANOARCILLA Y
POLIETILENTEREFTALATO (PET)**

**PAOLA ALEXANDRA MEDINA GÓMEZ
ANGELA MILENA SUÁREZ SUÁREZ**

**Proyecto de grado para optar al título de
Ingeniera Química**

**Director:
Ph.D GUSTAVO NEIRA ARENAS**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE FISICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA QUÍMICA
BUCARAMANGA
2006**

AGRACECIMIENTOS

Nuestro sincero agradecimiento

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

Al Doctor GUSTAVO NEIRA ARENAS por brindarnos la posibilidad de trabajar con el en este proyecto.

A los técnicos EDUARDO, WILSON Y GUILLERMO de la escuela de INGENIERIA QUIMICA por su colaboración en cada etapa de nuestro proyecto

A DANIEL GARAVITO técnico de la escuela de INGENIERIA METALURGICA por su apoyo incondicional

A las empresas EXTRUCOL S. A. en especial al INGENIERO JORGE CASTELLANOS y a los técnicos EDGAR CUADROS y NELSON SANCHEZ, por colaborarnos y permitirnos trabajar en esta empresa

A TORNOPLAS por permitirnos trabajar en su empresa.

A todos los miembros del Grupo de Investigaciones en Minerales, Biohidrometalurgia y Medio Ambiente.

Al Laboratorio de Plasma de la escuela de FISICA.

A todas aquellas personas que de una u otra manera contribuyeron a la realización de este proyecto.

DEDICATORIA

*A **DIOS** por ser la luz que ilumina mi camino*

*A mis padres **ROSA MARGARITA y CARLOS AUGUSTO** quienes con mucho esfuerzo y sacrificio me han dado las herramientas para crecer y ser mejor cada día*

*A **CARLOS ANDRÉS Y MIGUEL AUGUSTO** quienes son más que mis hermanos, mis amigos y con quienes podré contar siempre*

*A **JAVIER** por brindarme siempre cariño comprensión y apoyo durante toda mi carrera*

*A mi tía **MARIA EUGENIA** por haber sido siempre como una segunda madre, y brindarme calor de hogar*

*A **ADRIANA, DORA ISABEL FABIOLA Y OLGA** por abrirme las puertas de sus casas en muchos momentos de mi carrera.*

*A mis **AMIGOS** siempre los llevare conmigo.*

PAOLA

DEDICATORIA

Este trabajo está dedicado a todas aquellas personas que de alguna u otra forma brindaron su apoyo y colaboración para lograr mis objetivos.

Pero muy especialmente a mi madre, mi ángel de la guarda.

A mi padre por su dedicación y esfuerzo.

A mis hermanitos del alma, Tom y Nata, la razón para seguir adelante.

A mi sobrinita María Alejandra.

A mis tíos por su continua solidaridad.

A mis compañeros y amigos, principalmente a Paomego.

Y por supuesto, al Padre Celestial que me acompaña.

Es una fortuna contar con ustedes. Gracias infinitas.

ANGELA

RESUMEN

TITULO

EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y DE DESGASTE DE MATERIALES COMPUESTOS DE ORGANOARCILLA Y POLIETILENTEREFTALATO (PET).*

AUTORES:

PAOLA ALEXANDRA MEDINA GÓMEZ
ANGELA MILENA SUÁREZ SUÁREZ**

PALABRAS CLAVES:

Materiales compuestos, Modificación orgánica, Montmorillonita, PET.

DESCRIPCIÓN:

En este proyecto se determinaron las propiedades mecánicas, térmicas y de desgaste de materiales compuestos de polietilentereftalato (PET) y cantidades variables de montmorillonita modificada orgánicamente. Inicialmente, se confirmó la efectividad de la hexadecilamina ($C_{16}H_{33}NH_2$) como agente modificador, mediante la combinación de varias técnicas, tales como xrd, ftir, y análisis termogravimétrico. Se comprobó que durante la modificación, el reactivo produce un aumento en el espaciamiento interlaminar de la montmorillonita desde 15.49 a hasta aproximadamente 31 a, usando soluciones con un 30% de hexadecilamina.

Los materiales compuestos fueron elaborados con PET virgen y reciclado como base polimérica y cargados con finas partículas ($<45\mu m$) de arcilla modificada como refuerzo. A partir de la evaluación de sus propiedades mecánicas, se estableció que los materiales compuestos sufren una importante fragilización con el aumento de la arcilla presente, aunque se detectó un leve incremento en el módulo elástico y en la dureza. La resistencia al desgaste, medida por el índice de Taber, es menor con el aumento de la organobentonita en el material.

El comportamiento mecánico de los materiales compuestos elaborados con PET virgen o PET reciclado fue similar, aunque con el primero se produjo una resistencia al esfuerzo máximo, 64% más alto que con el último. Se observó que la temperatura de transición vítrea (tg) del PET, determinada mediante calorimetría diferencial de barrido disminuyó desde 76 hasta 65.6°C para el PET reciclado y desde 73 hasta 67°C para el PET virgen, en presencia de varias cantidades de arcilla natural o modificada orgánicamente.

* Trabajo de grado

** Facultad de Ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Ph.D GUSTAVO NEIRA ARENAS

SUMMARY

TITLE:

EVALUATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES AND OF IT WEARS AWAY OF MADE UP MATERIALS OF ORGANIC-CLAY AND POLIETILENTEREFTALATO (PET).*

AUTHORS:

PAOLA ALEXANDRA MEDINA GÓMEZ
ANGELA MILENA SUÁREZ SUÁREZ**

KEY WORDS

Composites materials, organical modified, montmorillonite, PET.

DESCRIPTION

The mechanical, thermal and wear resistance properties of composite materials of polyethylene-tereftalate (PET) and various amounts of organically-modified montmorillonite, were evaluated. initially, the effectivity of hexadecilamine ((c16h33nh2) as modifying reagent was confirmed though the combination of a number of techniques such as xrd, ftir and tga. It was probed that during modification, the reagent produce an increase in the basal spacing of the montmorillonite from 15.49 to around 31 a, when using solutions with 30% of hexadecilamine.

The composite materials were made with virgin and recycled PET as a polymeric base and loaded with fine (<45um) modified clay particles, as a reinforcement. after evaluation of their mechanical properties, it was found that the composite materials exhibited and important fragilization effect with the increase of clay present, even though a marginal increase inelastic module and hardness was detected. Wear resistance, measured by the Taber index, was shown to be lower with increasing amounts of organobentonite in the material.

The mechanical behavior of the composite materials made with virgin or recycled PET was similar, even though the first produced a maximum stress resistance 64% higher than the latter. On the other hand, glass transition temperature (tg) of PETdetermined by dsc was observed to decrease from 76 to 65.6°C for recycled PET and from 73 to 67°C for virgin PET, in the presence of various proportions of organically-modified and natural, non-modified montmorillonite.

* Work of degree

**Faculty of Physical-Chemistry Engineerings. School Chemical Engineering. Director: Ph.D GUSTAVO NEIRA ARENAS

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCION	1
1. MARCO TEORICO	4
1.1 COMPOSICION Y PROPIEDADES GENERALES DEL PET	4
1.2 LAS ARCILLAS BENTONITICAS	5
1.3 MATERIALES COMPUESTOS POLIMERO-SILICATO	6
1.4 PROPIEDADES DE LOS MATERIALES POLIMERICOS	8
1.4.1 Propiedades Mecánicas	8
1.4.2 Propiedades Térmicas	10
1.4.3 Propiedades Superficiales	11
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL	12
2.1 CARACTERIZACION DE MUESTRAS DE ARCILLAS BENTONITICAS	12
2.1.1 Caracterización Físicoquímica	12
2.1.1.1 Capacidad de Intercambio Catiónico	12
2.1.1.2 Densidad Real	12
2.1.1.3 Espectroscopia de infrarrojo	13
2.2 MODIFICACION ORGANICA DE LAS ARCILLAS	13
2.2.1 Procedimiento de la modificación orgánica de la arcilla bentonitita	13
2.2.2 Ensayos de modificación orgánica de las arcillas	13
2.3 PREPARACION DE LOS MATERIALES COMPUESTOS	14
2.4 CARACTERIZACION DE LOS MATERIALES COMPUESTOS	16
2.4.1 Ensayo de Tracción	16

2.4.2	Ensayo de Dureza	18
2.4.3	Ensayo de Resistencia al Desgaste	18
2.4.4	Determinación de la densidad	19
2.4.5	Ensayos Térmicos	19
2.4.5.1	Análisis termogravimétrico	19
2.4.5.2	Calorimetría Diferencial de Barrido	20
3.	RESULTADOS Y ANALISIS	21
3.1	CARACTERIZACIÓN DE LAS MUESTRAS DE ARCILLA NATURAL	21
3.1.2	Capacidad de Intercambio Catiónico	21
3.1.3	Densidad real	21
3.1.4	Espectroscopia de Infrarrojo	21
3.2	CARACTERIZACIÓN DE LA ARCILLA MODIFICADA	22
3.2.1	Capacidad de Intercambio Catiónico	22
3.2.2	Espectroscopia de Infrarrojo	23
3.2.3	Difracción de Rayos X	26
3.3	PROPIEDADES MECANICAS DE LOS MATERIALES COMPUESTOS,	27
3.3.1	Ensayo de tracción	27
3.3.2	Ensayo de Dureza	30
3.4	Resistencia al desgaste	31
3.5	Densidad Real	31
3.6	ENSAYOS TERMICOS	32
3.6.1	Análisis Termogravimétrico	32
3.6.2	Calorimetría Diferencial de Barrido	33
	CONCLUSIONES	36
	RECOMENDACIONES	38
	BIBLIOGRAFIA	39

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Especificaciones Técnicas de la hexadecilamina	7
Tabla 2. Especificaciones Técnicas del PET	14
Tabla 3. Mezclas a base de PET virgen	15
Tabla 4. Mezclas a base de PET reciclado	16
Tabla 5. Densidad Real de la Sonoita®	21
Tabla 6. Principales frecuencias de absorción de la Sonoita®	22
Tabla 7. Capacidad de intercambio catiónico de la Sonoita®	22
Tabla 8. Principales frecuencias de absorción de las arcillas modificadas	25
Tabla 9. Espacio interlaminar de la arcilla modificada	26
Tabla 10. Propiedades mecánicas de los materiales compuestos con PET virgen	27
Tabla 11. Propiedades mecánicas de los materiales compuestos con PET reciclado	28
Tabla 12. Dureza de compuestos de PET reciclado	30
Tabla 13. Dureza de compuestos de PET virgen	30
Tabla 14. Índice Taber para compuestos de PET reciclado	31
Tabla 15. Índice Taber para compuestos de PET virgen	31
Tabla 16. Densidad de compuestos de PET virgen	32
Tabla 17. Densidad de compuestos de PET reciclado	32
Tabla 18. Resultados DSC para compuestos de PET reciclado	34
Tabla 19. Resultados DSC para compuestos de PET virgen	34

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Fig. 1. Dispersión de la arcilla en el polímero	8
Fig. 2. Diagrama general esfuerzo-deformación de materiales	9
Fig. 3. Curvas de tensión-deformación para algunos materiales poliméricos.	10
Fig. 4. Molino de cuchillas Thomas Willey	14
Fig. 5. Equipo de inyección RAY RAN	17
Fig. 6. Equipo para pruebas de tracción Shimadzu.	17
Fig. 7. Durómetro Shore tipo D	18
Fig. 8. Inyectora Boy 50S de Tornoplast	19
Fig. 9. Abrasímetro 5130 Taber Industries	19
Fig.10. Espectro Infrarrojo de la Sonoita® sin modificar	21
Fig.11. Espectro Infrarrojo de la arcilla modificada al 20%	23
Fig.12. Espectro Infrarrojo de la arcilla modificada al 30%	24
Fig.13. Espectro Infrarrojo de la arcilla modificada al 33%	24
Fig.14. Espectro Infrarrojo de la arcilla modificada al 50%	25
Fig.15. Difractograma comparativo de arcilla modificadas (20, 30, 33 y 50%) hexadecilamina y Arcilla natural	26
Fig.16. Diagrama esfuerzo-deformación para materiales compuestos de PET reciclado	28
Fig.17. Diagrama esfuerzo-deformación para materiales compuestos de PET Virgen	29

Fig.18. Termograma para compuestos de PET reciclado y arcilla modificada al 30%	33
Fig.19. DSC para PET Reciclado	35

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO A. Propiedades ASTM del PET	43
ANEXO B. Estructura general de las arcillas	44
ANEXO C. Caracterización geoquímica y fisicoquímica de arcillas bentoníticas	45
ANEXO D. Determinación de la densidad real Norma ASTM C329-88	49
ANEXO E. Curvas esfuerzo-deformación para materiales compuestos	51
ANEXO F. Gráficas de dureza de los materiales compuestos	54
ANEXO G. Termogramas de los materiales compuestos	55
ANEXO H. Gráficos comparativos de DSC para materiales compuestos	58
ANEXO I. Análisis DSC de algunos compuestos	60

INTRODUCCION

En Colombia se han hallado gran número de yacimientos de arcillas, con distintas propiedades dependiendo de las diversas condiciones climáticas y geológicas. Sin embargo, este recurso natural ha sido subutilizado en aplicaciones tales como la alfarería o como material de construcción, sin tener en cuenta su potencial tecnológico como materia prima para aplicaciones industriales que permitan un mayor desarrollo o mejoramiento de procesos existentes.

Por otra parte, el incremento del consumo de plásticos a nivel mundial, crea la necesidad de buscar nuevas alternativas de aprovechamiento de estos materiales para su reutilización; ya que las tendencias actuales intentan reducir la contaminación que los plásticos generan.

Los materiales compuestos de polímero/silicatos representan una nueva clase de mezclas de plásticos especiales debido a la dispersión de las partículas inorgánicas a escala nanométrica. Generalmente el tipo de silicato utilizado en estos materiales compuestos es la montmorillonita⁽¹⁾, una arcilla de tipo esmectita, que con un tratamiento previo facilita su exfoliación completa y dispersión en matrices poliméricas, permitiendo mejorar las propiedades mecánicas del polímero.

Estos materiales compuestos se pueden fabricar tanto con resinas vírgenes como con recicladas; por lo tanto destacamos la importancia de utilizar el PET reciclado para la elaboración de los compuestos, teniendo en cuenta que con su reutilización puede atenuarse el impacto medioambiental que se origina por el desecho y el manejo inadecuado de los polímeros.

El ensayo de materiales sujeto a normas técnicas se hace necesario para controlar e identificar un material así como para obtener datos útiles en cuanto al diseño de piezas a fabricar y estimar sus características de comportamiento en servicio, previsiones y durabilidad, o la inviabilidad de su empleo con fines prácticos. Por esta razón se llevaron a cabo pruebas que acrediten el mejoramiento de las propiedades que le imprime el refuerzo de silicato, al PET.

Este proyecto buscó incentivar el máximo aprovechamiento de las arcillas en aplicaciones innovadoras, como es el caso de su uso como refuerzo de materiales poliméricos; demostrando que de esta manera se obtienen compuestos con mejoras notorias en sus propiedades mecánicas, térmicas y de resistencia al desgaste, lo cual amplía su potencial como materia prima de diferentes productos.

El objetivo general de este trabajo fue el de Evaluar las propiedades mecánicas y la resistencia al desgaste de materiales compuestos de base polimérica y refuerzo de partículas de filosilicato, elaborados a partir de PET virgen, PET reciclado y diferentes proporciones de organoarcilla montmorillonítica. Asimismo los objetivos específicos fueron:

- Obtener una serie de materiales compuestos de base polimérica empleando polietilentereftalato (PET) virgen y reciclado, con proporciones variables de arcilla bentonítica modificada orgánicamente.
- Determinar la resistencia al desgaste y las propiedades mecánicas (dureza, rigidez, esfuerzo de fluencia, deformación y esfuerzo máximo) de los materiales compuestos obtenidos.

- Establecer el grado de variación de las propiedades térmicas (temperatura de transformación vítrea) y mecánicas del material compuesto cuando se utilizan diferentes proporciones de organoarcilla en su preparación.
- Identificar posibles usos y aplicaciones de los materiales compuestos obtenidos a través de la correlación de sus propiedades térmicas, mecánicas y de desgaste.

1. MARCO TEORICO

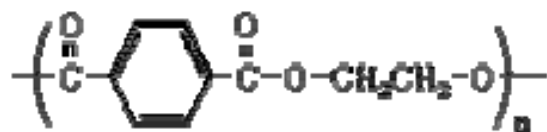
1.1 COMPOSICION Y PROPIEDADES GENERALES DEL PET

Los polímeros son compuestos que se producen por la unión de cientos de miles de moléculas pequeñas denominadas monómeros, que forman enormes cadenas de diferentes formas. Algunas son lineales, otras tienen ramificaciones o presentan estructura tridimensional.

Lo que distingue a los polímeros de los materiales constituidos por moléculas de tamaño normal son sus propiedades mecánicas. En general, los polímeros tienen una muy buena resistencia mecánica debido a que las grandes cadenas poliméricas se atraen. Las fuerzas de atracción intermoleculares dependen de la composición química del polímero y pueden ser de varias clases. Las más comunes son denominadas Fuerzas de Van der Waals.

El Polietilentereftalato (PET) es un polímero de tipo termoplástico que se produce a partir del Acido Tereftálico y Etilenglicol, por poli condensación. Existen dos tipos: grado textil y grado botella. Para el grado botella se lo debe post condensar, existiendo diversos colores para estos usos.

La estructura química de su unidad repetitiva (eslabón de la cadena) se muestra a continuación:



Este material presenta resistencia química frente a ácidos, bases, sales, jabones, alcoholes y aceites; se emplea para envasar bebidas y alimentos porque se considera no reactivo y no tóxico; no transmite ningún tipo de olor ni sabor. Además posee buena resistencia al impacto a cualquier temperatura, admite el plegado repetitivo, no sufre blanqueamiento a la tracción, tiene gran transparencia y alto brillo. La resina se presenta en forma de cilindritos o chips, los cuales secos se funden e inyectan a presión en máquinas de cavidades múltiples de las que salen las preformas (recipientes aún no inflados que solo presentan la boca del envase en forma definitiva). Después se someten a un proceso de calentamiento e inyección preciso y gradual hasta que toman la forma del molde. Gracias a este proceso, las moléculas se acomodan en forma de red. Esta disposición da al material propiedades de alta resistencia mecánica así como baja permeabilidad a gases y vapores. En el anexo A encontramos propiedades ASTM del Polietilentereftalato (PET).

1.2 LAS ARCILLAS BENTONICAS

Las arcillas son los productos finales de la meteorización de los silicatos. Comprenden un grupo de minerales, entre los cuales se encuentran principalmente los filosilicatos: tienen forma de escamas, lo que hace que la superficie de agregación sea mucho mayor que su espesor, esta propiedad a su vez permite un gran almacenamiento de agua por adherencia, dando plasticidad a la arcilla y provocando la hinchazón de algunas variedades.

Las arcillas, como en el resto de los filosilicatos, tienen una estructura basada en el apilamiento de planos de iones oxígeno e hidroxilos. Los oxígenos se unen formando capas de extensión infinita con coordinación tetraédrica. Tres de cada cuatro oxígenos están compartidos con los tetraedros vecinos. En el interior de los

tetraedros se alojan cationes Si^{4+} . Los hidroxilos forman capas con coordinación octaédrica. Los oxígenos tetraédricos sin compartir con otros oxígenos (oxígenos apicales) forman parte de la capa octaédrica adyacente. Los cationes octaédricos son, generalmente, Al^{3+} , Mg^{2+} , Fe^{2+} o Fe^{3+} y, más raramente, Li^+ , Cr^{2+} , Mn^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} o Zn^{2+} (Figura 1). Una capa octaédrica entre dos tetraédricas, unidas fuertemente por enlace covalente, forman la unidad estructural básica de las esmectitas. En el anexo B se encuentra la estructura general de las arcillas.

Las importantes aplicaciones industriales de este grupo de minerales radican en sus propiedades físico-químicas las cuales derivan, principalmente, de:

- Su tamaño de partícula considerablemente pequeño.
- Su morfología laminar (filosilicatos)
- Las sustituciones isomórficas, que dan lugar a la aparición de carga en las láminas y a la presencia de cationes débilmente ligados en el espacio interlaminar.

Una bentonita es una roca compuesta esencialmente por minerales del grupo de las esmectitas, el cual es el nombre genérico que recibe un grupo de filosilicatos cuyas composiciones corresponden a la de silicatos alumínicos y/o magnésicos de Na, Ca, Mg, Fe y Li, hidratados. Las especies más importantes son montmorillonita (Na o Ca), beidellita (Ca) y nontronita (Fe), entre las dioctaédricas (Al), y saponita, estevensita (Mg) y hectorita (Li), entre las trioctaédricas. Las rocas en las que las esmectitas son los minerales dominantes se denominan “bentonitas”.

1.3 MATERIALES COMPUESTOS POLIMERO-SILICATO

Los materiales compuestos de polímero-silicato, representan una nueva clase de mezclas de plásticos especiales debido a la dispersión de partículas inorgánicas a

escala nanométrica. Generalmente el tipo de silicato usado en estos compuestos es la montmorillonita, una arcilla de tipo esmectita(1).

La montmorillonita es hidrofílica, lo que dificulta su exfoliación completa y dispersión en polímeros convencionales que suelen tener un carácter hidrófobo(1). Por esta razón, normalmente se modifica la montmorillonita a través de sustitución de sus iones de sodio por iones de amonio orgánico, lo que da como resultado un complejo organoarcilloso que sí es compatible con los materiales plásticos, de manera que las plaquetas individuales pueden dispersarse más fácilmente en la matriz polimérica.

Dentro de los reactivos utilizados para llevar a cabo la modificación orgánica de arcillas se encuentra la Hexadecilamina, una sal de amonio clasificada como amina primaria; sus especificaciones técnicas se encuentran consignadas en la tabla 1.

PROPIEDADES	UNIDADES	EVALUACION
Masa Molar	g/mol	241.46
Densidad Aparente	Kg/m ³	800
Forma	-----	Polvo Cristalizado
Color	-----	Blanco
Índice de refracción	(50°C Y 589 nm)	1.4376
Punto de Ebullición	°C	330
Punto de Fusión	°C	43-46

Tabla 1. Especificaciones Técnicas de la Hexadecilamina

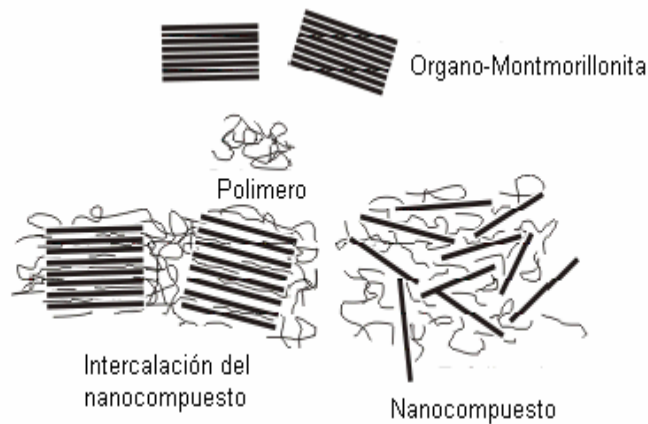


Figura 1. Dispersión de la arcilla en el polímero.

Entre los métodos para la producción de materiales compuestos polímero-silicato está la preparación mediante mezclado por inyección. Esta ruta de preparación de materiales compuestos sería la más interesante desde un punto de vista tecnológico, económico y ecológico, ya que las tecnologías y los equipos existentes podrían ser utilizados y puestos a escala de cantidades comerciales y no se necesita disolvente alguno.

1.4 PROPIEDADES DE LOS MATERIALES POLIMERICOS

1.4.1 PROPIEDADES MECANICAS

Las propiedades mecánicas de los polímeros vienen condicionadas por la inherente naturaleza viscoelástica de los mismos que hace que al someterlos a un estímulo externo su respuesta no se efectúe instantáneamente. El cese del estímulo pone de manifiesto la tendencia de las macromoléculas a regresar al estado inicial, aunque

este retorno no es instantáneo. Dos parámetros fundamentales en las propiedades mecánicas de los polímeros son el tiempo y la temperatura. La caracterización de las propiedades mecánicas se realiza mediante diferentes tipos de ensayos, de los cuales los más empleados:

- **Fluencia:** Caracteriza la evolución de la deformación con el tiempo al aplicarse un esfuerzo constante y proporciona información de la función de fluencia y de los tiempos de retardación.
- **Esfuerzo-deformación:** Proporciona información de la relación esfuerzo-deformación del polímero viscoelástico al someterlo a una velocidad de deformación constante. A partir de ellos se determinan el módulo elástico, el esfuerzo y alargamiento de fluencia, alargamiento a rotura, resistencia a la tracción y la tenacidad.



Fig. 2. Diagrama General Esfuerzo-Deformación

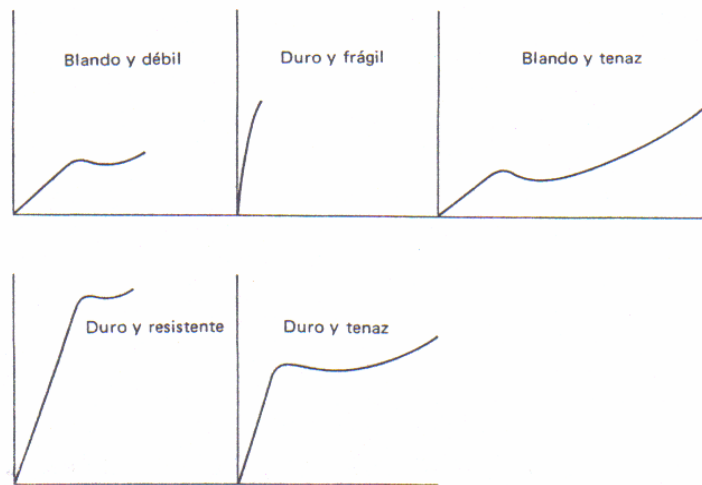


Fig. 3. Curvas de tensión-deformación para algunos materiales poliméricos.

- **Dureza:** Es una propiedad compuesta que combina los conceptos de resistencia a la penetración, rayado y daño superficial. La mayoría de los ensayos de dureza para los plásticos se basan en la resistencia a la penetración por un punzón que hace presión sobre el plástico bajo una carga constante. La dureza puede variar en amplio rango desde una pureza Shore A de 10 hasta Shore D de 75.

1.4.2 PROPIEDADES TERMICAS

Se sabe que los materiales cambian sus propiedades con la temperatura. En la mayoría de los casos las propiedades mecánicas y físicas dependen de la temperatura a la cual se somete el material durante su procedimiento. Dentro de las más importantes tenemos:

- **Capacidad Calorífica:** Un material sólido cuando se calienta, experimenta un incremento en la temperatura, lo que significa que algo de energía ha sido absorbida. La capacidad calorífica es una propiedad que es indicativa de la

habilidad de un material para absorber calor de los alrededores. Esta representa la cantidad de energía requerida para producir un aumento de la unidad de temperatura (1°C o 1°K)

- **Conductividad Térmica:** La conductividad térmica es el fenómeno por medio del cual el calor se transporta de una región de alta temperatura a una de baja temperatura de una sustancia.

1.4.3 PROPIEDADES SUPERFICIALES

Los materiales interactúan con su entorno a través de sus superficies. En la actualidad existe, en muchos casos un gran interés en obtener polímeros, cuyas propiedades internas sean parcial o totalmente distintas a aquellas que exhibe superficialmente. Algunas propiedades mecánicas superficiales de interés son el coeficiente de fricción y la resistencia al desgaste, las cuales se determinan mediante ensayos de fricción y desgaste, respectivamente.

La resistencia al desgaste es la resistencia que ofrece un material a dejarse erosionar cuando esta en contacto de fricción con otro material, y puede definirse como la pérdida de masa de una pieza sometida a un agente abrasivo, a unas condiciones específicas.

Existen diferentes métodos de análisis disponibles para evaluar la resistencia a la abrasión. El método ASTM C1353 utiliza el abrasímetro Taber y ruedas de abrasión estandarizadas; este establece un valor de resistencia a la abrasión determinando la pérdida de peso resultante de la abrasión sobre los especímenes planos bajo condiciones controladas.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1 CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS DE ARCILLAS BENTONITICAS

La caracterización geoquímica y fisicoquímica de las arcillas mas aptas para utilizar en este proyecto fue extraída de datos encontrados en el trabajo de grado que precedió a esta investigación(2), los cuales se resumen en el anexo C. Los resultados fueron verificados, y adicionalmente se llevaron a cabo algunas pruebas adicionales que permitieran establecer si la arcilla empleada podría usarse como buen material de refuerzo.

2.1.1 Caracterización Fisicoquímica Se realizaron pruebas de Capacidad de Intercambio Catiónico, densidad real y espectroscopia de infrarrojo.

2.1.2.1 Capacidad de Intercambio Catiónico. Esta prueba fue realizada en el Laboratorio de Suelos de la Universidad Industrial de Santander. Se utilizó una solución extractora de acetato de amonio 1N. La ecuación utilizada fue:

$$CIC (meq/100g) = \frac{(V * N) soda * 100}{w}$$

Donde:

w = peso de la muestra (g)

V = Volumen de soda (ml)

N = Normalidad de la soda

2.1.2.2 Densidad Real. Se llevó a cabo siguiendo la norma ASTM C 329-88 y el procedimiento detallado se encuentra en el anexo D.

2.1.2.3 Espectroscopia de infrarrojo. Se preparó una pastilla con KBr y aproximadamente 3 mg de la muestra para luego colocarla en el pastillero de un espectrómetro de infrarrojo FT-IR 8400s. Se obtuvo el espectro IR correspondiente a la arcilla Sonoita sin modificar.

2.2 MODIFICACION ORGANICA DE LAS ARCILLAS

Teniendo en cuenta los resultados de estudios realizados en proyectos anteriores(2) y los obtenidos con la caracterización de la arcilla Sonoita®, se llevó a cabo la modificación de esta, utilizando Hexadecilamina ($C_{16}H_{33}NH_2$) grado analítico de MERCK como agente de modificación orgánica.

2.2.1 Procedimiento de la modificación orgánica de la arcilla bentonítica(3). Se pasó la muestra por un tamiz malla Tyler 325 para separar la fracción arcillosa. Se mezclaron 30 gramos de arcilla Bentonítica en 600 ml de agua destilada a 80°C, con agitación constante. En otro vaso se mezclaron 17.23 g de Hexadecilamina con 7.2 ml de Acido Clorhídrico concentrado y 100 ml de agua destilada a 80°C y agitación continua. Se mezclaron las dos soluciones sin dejar de agitar y manteniendo la temperatura por aproximadamente 2 horas. Al cabo de este tiempo se obtuvo un precipitado el cual fue filtrado y lavado con agua destilada caliente para luego dejar secar por 12 horas aproximadamente.

2.2.2 Ensayos de modificación orgánica de las arcillas. Siguiendo el anterior procedimiento de modificación se realizaron muestras con diferentes porcentajes de agente modificador (20, 30, 33, 50) % y se les realizaron pruebas de rayos x y de espectrometría de infrarrojo para identificar el porcentaje de hexadecilamina que lograba una modificación más efectiva.

2.3 PREPARACION DE LOS MATERIALES COMPUESTOS

Para la preparación de los materiales compuestos se utilizó PET virgen el cual fue donado por la empresa QUÍMICA COMERCIAL ANDINA S.A., PET reciclado obtenido en la zona industrial de Bucaramanga, arcilla montmorillonita Sonoita® del Valle del Cauca, previamente caracterizada, en diferentes proporciones (30, 33)%, seleccionadas de acuerdo a valores sugeridos en la bibliografía y Hexadecilamina como agente modificador.

En la tabla No. 1 se muestran las especificaciones técnicas del PET virgen.

PROPIEDADES	UNIDADES	EVALUACION
Viscosidad intrínseca	dl/g	0.84±0.02
Densidad	g/cm ³	1.40±0.01
Humedad	wt%	0.1 Max
Punto de Fusión	°C	247±3.0
Tamaño del Pelet	g/100EA	1.5±0.2

Tabla 2. Especificaciones técnicas del PET

Se realizó una reducción de tamaño de grano al material polimérico utilizando un molino de cuchillas marca Thomas Willey modelo 4 con una capacidad de 250g/h facilitado por la Planta de Aceros de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica (Fig. 4) obteniendo un diámetro de partícula de 800 µm y así se logró una mejor homogenización en el momento de la mezcla PET-ARCILLA.



Fig. 4. Molino De Cuchillas Thomas Willey

La mezcla se llevó a cabo de manera manual mediante el mezclado mecánico de los componentes en un recipiente y luego pasándolos por un molino de rodillos de bolas cerámicas que se encuentra en el grupo de Biohidrometalurgica en Guatiguara durante 20 minutos para garantizar una mayor interacción entre las partículas.

En las tablas No. 2 y 3 se muestran las mezclas elaboradas para la preparación de los materiales compuestos:

PET VIRGEN

Mezcla	Composición	Nomenclatura
1	PET Virgen	PV
2	PET Virgen + 1% asm	PV1ASM
3	PET Virgen + 3% asm	PV3ASM
4	PET Virgen + 5% asm	PV5ASM
5	PET Virgen + 1% am con 30% hexadecilamina	PV1AM30H
6	PET Virgen + 3% am con 30% hexadecilamina	PV3AM30H
7	PET Virgen + 5% am con 30% hexadecilamina	PV5AM30H
8	PET Virgen + 1% am con 33% hexadecilamina	PV1AM33H
9	PET Virgen + 3% am con 33% hexadecilamina	PV3AM33H
10	PET Virgen + 5% am con 33% hexadecilamina	PV5AM33H

Tabla 3. Mezclas a base de PET virgen

PET RECICLADO

Mezcla	Composición	Nomenclatura
11	PET Reciclado	PR
12	PET Reciclado 1% asm	PR1ASM
13	PET Reciclado + 3% asm	PR3ASM
14	PET Reciclado 5% asm	PR5ASM
15	PET Recic.+ 1% am con 30% hexadecilamina	PR1AM30H
16	PET Recic. + 3% am con 30% hexadecilamina	PR3AM30H
17	PET Recic.+ 5% am con 30% hexadecilamina	PR5AM30H
18	PET Recic.+ 1% am con 33% hexadecilamina	PR1AM33H
19	PET Recic.+ 3% am con 33% hexadecilamina	PR3AM33H
20	PET Recic.+ 5% am con 33% hexadecilamina	PR5AM33H

Tabla 4. Mezclas a base de PET reciclado

2.4 CARACTERIZACION DE LOS MATERIALES COMPUESTOS

A los materiales compuestos obtenidos se les realizó una caracterización mediante ensayos mecánicos (tracción, dureza, resistencia al desgaste), análisis térmicos (Termogravimetría-TGA y Calorimetría diferencial de barrido-DSC) y determinación de la densidad.

2.4.1 Ensayo de Tracción. Para este ensayo se elaboraron probetas del material compuesto siguiendo los parámetros de la norma ASTM D3350, en forma de corbatín y espesor de 0.2 mm. Las mezclas se introdujeron una a una en una inyectora manual de laboratorio marca RAY RAN facilitada por la empresa EXTRUCOL S.A. (Fig. 5) y se dejaron depositadas durante quince minutos por carga para obtener una temperatura homogénea y permitir un mayor nivel de mezclado. El equipo dispone de controladores de temperatura y elementos para alimentar y retirar

el material. La temperatura se mantuvo constante. Para mezclas con PET reciclado en 250°C y para mezclas con PET virgen en 255°C.

Las probetas elaboradas fueron sometidas a ensayos de tracción (ASTM D638-03), utilizando un equipo digital marca SHIMADZU serie autograph AG-I 250KN (Fig. 6), facilitado por el Laboratorio de Resistencia de Materiales de la Universidad Santo Tomas. Este equipo está provisto de mordazas para mantener la probeta fija. Se trabajó con una celda de 1 kN y una velocidad constante de 25 mm/min.



Fig. 5. Equipo de Inyección Ray Ran



Fig. 6. Equipo para pruebas de tracción Shimadzu

pruebas de tracción Shimadzu

2.4.2 Ensayo de Dureza. Para este ensayo se utilizó un Durómetro manual marca Shore Instrument Y MFG. CO, INC (Fig. 7), con escala Shore Tipo D.



Fig. 7. Durómetro Shore tipo D.

2.4.3 Ensayo de Resistencia al Desgaste. Se elaboraron 2 baldosas de los diferentes materiales compuestos, mediante moldeo por inyección. Para tal fin se elaboró un molde siguiendo las dimensiones especificadas en el manual del equipo ($10 \times 10 \times 0.613$) cm^3 y se colocaron las mezclas en una inyectora marca BOY 50S facilitada por la empresa Tornoplas (Fig. 8). El ensayo de resistencia al desgaste se realizó en un Abrasímetro marca 5130 de TABER INDUSTRIES (Fig. 9) proporcionado por la Escuela de Física de la Universidad Industrial de Santander. La acción de desgaste, característica del abrasímetro, es producida por el contacto de una muestra que gira sobre su eje vertical, en contra de dos ruedas abrasivas que giran por fricción con la muestra. Este equipo cuenta con un sistema de vacío que succiona el material desgastado continuamente durante la prueba. Se utilizó un material abrasivo de diamante CS10 con un peso de 1000g y se hicieron mediciones de pérdida de peso para 2000 y 8000 ciclos.



**Fig. 8. Inyectora BOY 50S de Tornoplast.
TABER Industries**



Fig. 9. Abrasímetro 5130

El índice de abrasión de TABER es la pérdida de peso en mg por 1000 ciclos de abrasión para pruebas a condiciones específicas. Para evaluar el índice de TABER(14), se utiliza la siguiente expresión:

$$\frac{(W_i - W_f) \times 1000}{\text{No. ciclos}}$$

Donde $W_i - W_f$: es la diferencia entre el peso inicial y el peso final de la muestra.

2.4.4 Determinación de la densidad. Se llevó a cabo siguiendo la norma ASTM C 329-88 descrita en el anexo B.

2.4.5 ENSAYOS TERMICOS

2.4.5.1 Análisis termogravimétrico. Se pesaron 10 mg de muestra y se analizaron en un equipo marca TGA 2050 Thermogravimetric Analyzer a una velocidad de calentamiento de 7°C/min bajo flujo de nitrógeno, en un rango de temperatura de 30-950 °C.

2.4.5.2 Calorimetría Diferencial de Barrido. Se pesaron 10 mg de muestra y se analizaron en un equipo DSC Q10 de la TA Instruments en atmósfera inerte de nitrógeno, a una velocidad de calentamiento de 10°C/min.

3. RESULTADOS Y ANALISIS

3.1 CARACTERIZACIÓN DE LAS MUESTRAS DE ARCILLA NATURAL

3.1.1 Capacidad de Intercambio Catiónico. La CIC de la arcilla empleada reportó un valor de 65 meq/100g, con el cual se verifica su alta capacidad de intercambio, típica de las arcillas montmorilloníticas.

3.1.2 Densidad real.

Ensayo	Densidad (g/cm ³)
1	2.41
2	2.43

Tabla No. 5 Densidad Real de la Sonoita®

Se observa en la tabla 5, que el valor encontrado de densidad real de la arcilla fue muy aproximado a los valores reportados para este tipo de materiales.

3.1.3 Espectroscopia de Infrarrojo.

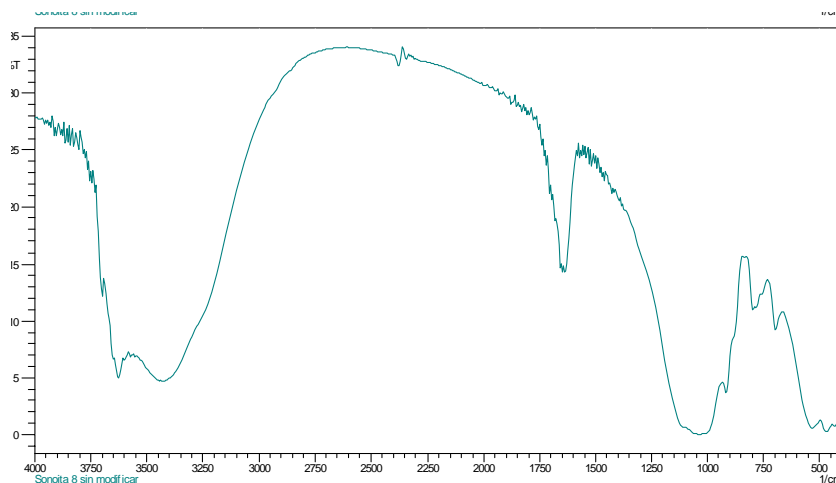


Fig. 10. Espectro infrarrojo de la Sonoita® sin modificar

La figura 10 es el resultado del análisis de espectroscopia de infrarrojo para la arcilla Sonoita® sin modificar. Los tipos de enlaces presentes en la muestra de arcilla se presentan en la tabla 6.

Frecuencia (cm ⁻¹)	Grupos Funcionales
3500-4750	Grupos Hidroxílicos
3400	Estiramiento del OH del agua. Pérdida de agua de algunos minerales por calentamiento.
3600-3700	No se pierde al calentarse a 200°C, indicando su carácter estructural asociado a grupos OH
3680-3550	Grupos OH en la estructura mineral
1650	Deformaciones del agua interlamilar, característico de arcillas montmorilloníticas
1000,1110 y 950	Absorciones producidas por SiO ₂
720-800	Feldespatos

Tabla No.6 Principales frecuencias de absorción de la Sonoita®.

3.2 CARACTERIZACIÓN DE LA ARCILLA MODIFICADA

La arcilla utilizada en este trabajo corresponde a una arcilla comercial (Sonoita®), suministrada por la empresa BENTOCOL LTDA del Valle del Cauca, cuyas características fueron determinadas a través del análisis de muestras provenientes de diferentes regiones (1).

3.2.1 Capacidad de Intercambio Catiónico.

MUESTRA	CIC (meq/100g)
Sonoita® sin modificar	65
Sonoita® modificada al 30%	37
Sonoita® modificada al 33%	20

Tabla 7. Capacidad de intercambio Cationico de la Sonoita®

En la tabla 7 se muestran los resultados obtenidos del análisis de Capacidad de Intercambio Catiónico. La CIC de la Sonoita® cambia considerablemente como consecuencia del tratamiento de modificación. Posiblemente esto se debe a que la modificación orgánica permite el intercambio de iones entre la hexadecilamina y la arcilla, lo cual disminuye la capacidad de intercambio catiónico de ésta última.

3.2.2 Espectrometría de Infrarrojo. En las figuras 11, 12, 13 y 14 se presentan los espectros de infrarrojo para arcilla modificada con 20%, 30%, 33% y 50% de hexadecilamina. Puede notarse que los picos obtenidos para estas cuatro muestras son los mismos con variaciones en su intensidad, lo cual se debe a los cambios en la concentración del agente modificador.

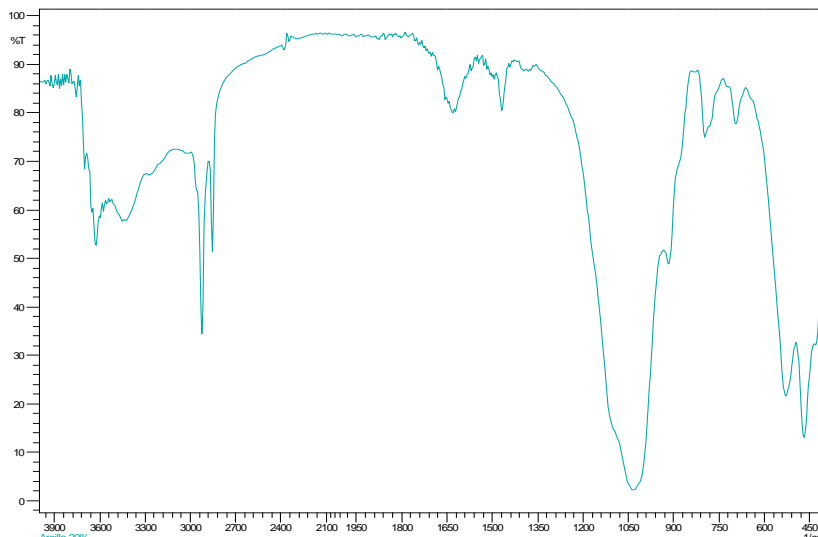


Fig. 11. Espectro infrarrojo de la arcilla modificada al 20%

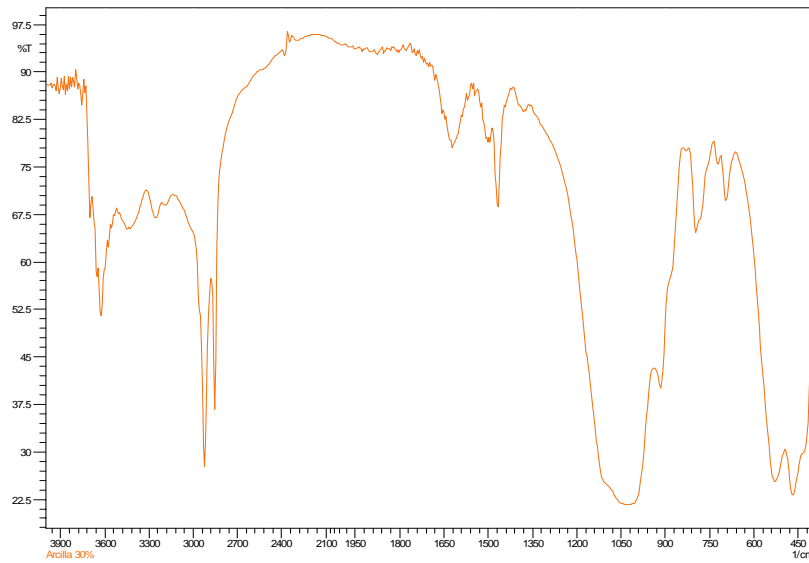


Fig. 12. Espectro infrarrojo de la arcilla modificada al 30%

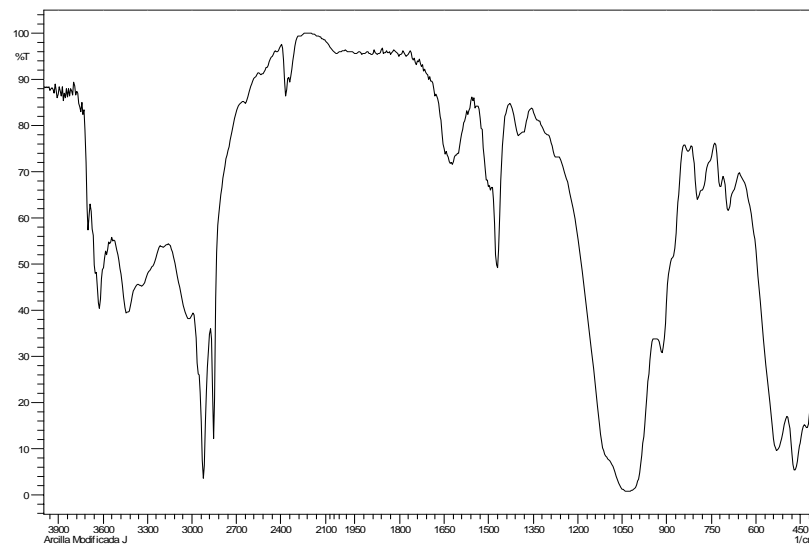


Fig. 13. Espectro infrarrojo de la arcilla modificada al 33%

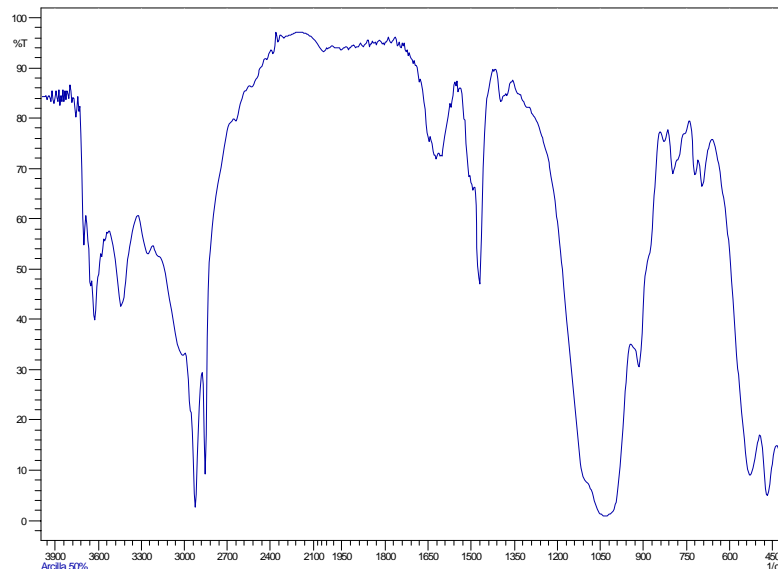


Fig 14. Espectro infrarrojo de la arcilla modificada al 50%

Vibración (cm ⁻¹)	Caracterización
3700	Grupos Hidroxilicos
3200-3500	Alargamiento N-H
2900-2850	Enlaces C-H
1650-1560	Flexión N-H
1500	Enlaces NH ₂
1360-1180	Alargamiento enlace C-N
1000,1110 y 950	Absorciones producidas por SiO ₂
900-650	Flexión N-H

Tabla 8. Principales frecuencias de absorción de las arcillas modificadas

3.2.3 Difracción de Rayos X

Hexadecilamina (%)	Espacio Interlaminar (Å)	Angulo de Difracción (2θ)
0	15.49	5.7
20	28.28	3.12
30	30.94	2.85
33	31.448	1.40
50	33.83	2.61

Tabla 9. Espacio interlaminar de la arcilla modificada

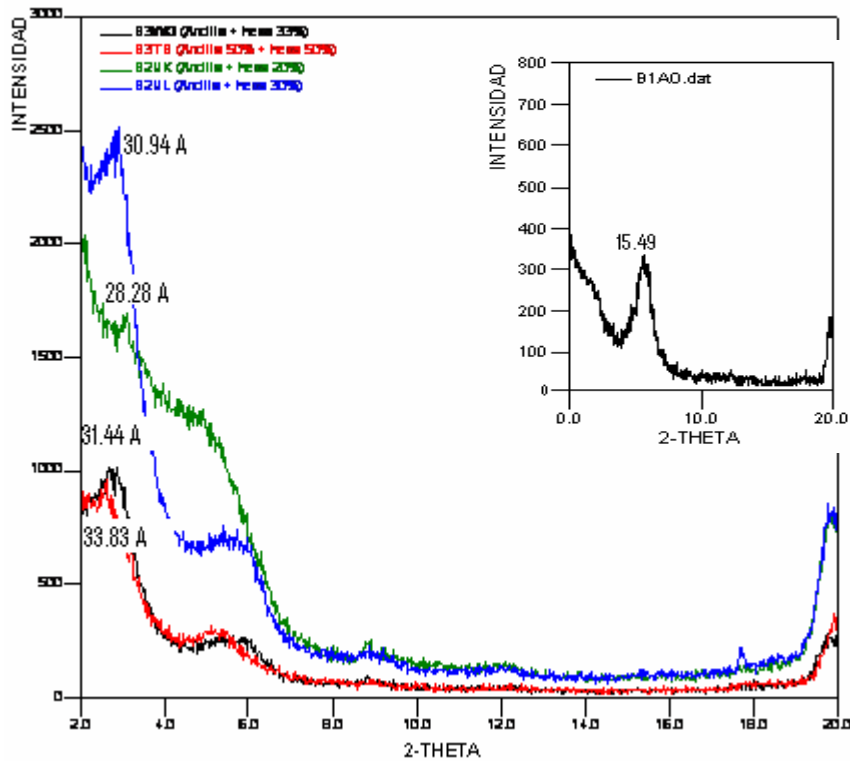


Fig. 15. Difractograma comparativo de arcillas modificadas (20, 30, 33 y 50% hexadecilamina) y arcilla natural

En la figura 15 se muestran los espectros de Difracción de Rayos X para muestras de arcilla modificada con 20, 30, 33 y 50% de hexadecilamina en peso y en la Tabla 8 se consignan los datos de espacio interlaminar en Armstrong (Å), determinados mediante la Ecuación de Bragg ($\lambda=2d\text{sen}\theta$) con $\lambda=1.5406\text{Å}$, para cada espectro.

El aumento del espacio interlaminar no presenta un comportamiento proporcional con el aumento de composición de hexadecilamina, esto presume un punto de saturación de la arcilla en el cual no va a incrementarse el espaciado interlaminar.

Los datos indican que con porcentajes de 30 y 33 % se produce un espaciado interlaminar muy similar, el cual se incrementa en una proporción insignificante para un porcentaje de 50% de hexadecilamina, si se tiene en cuenta la gran cantidad adicionada de agente modificador.

3.3 PROPIEDADES MECANICAS DE LOS MATERIALES COMPUESTOS

3.3.1 Ensayo de tracción. Este análisis se llevó a cabo por medio del estudio de las propiedades que nos determina la curva Esfuerzo-Deformación, tales como modulo elástico, carga máxima, desplazamiento máximo, esfuerzo máximo y deformación máxima.

PET VIRGEN					
Propiedad compuesto	Módulo Elástico (Kgf/mm ²)	Máxima Carga (Kgf)	Máximo Desplazamiento (mm)	Esfuerzo Máximo (Kgf/cm ²)	Máxima Deformación (%)
PV	128.021	84.1393	2.687	701.161	6,477
PV1ASM	122.658	51.7538	1.647	431.282	3,090
PV3ASM	120.533	40.6899	1.442	339.082	2,519
PV5ASM	119.770	35.7124	1.236	297.603	1,946
PV1AM30H	146.542	35.1547	1.237	292.956	1,949
PV3AM30H	153.371	26.672	1.03	222.266	1,372
PV5AM30H	152.732	14.0084	0.821	116.736	0,790
PV1AM33H	148.419	25.4865	1.021	212.388	1,347
PV3AM33H	158.18	25.5738	1.025	205.387	1,359
PV5AM33H	158.24	23.5905	1.028	114.215	1,347

Tabla 10. Propiedades mecánicas de los materiales compuestos con PET Virgen.

PET RECICLADO					
Propiedad compuesto	Módulo Elástico (Kgf/mm ²)	Máxima Carga (Kgf)	Máximo Desplazamiento (mm)	Esfuerzo Máximo (Kgf/cm ²)	Máxima Deformación (%)
PR	127.096	53,9366	2,279	449,472	5,345
PR1ASM	151.353	34,8615	1,23	290,513	2,429
PR3ASM	152.907	30.4261	1,02	203,465	2,845
PR5ASM	152.245	20.5412	1,24	194.562	2,417
PR1AM30H	149.942	32.4885	1,562	265.738	2.512
PR3AM30H	150.458	31,5762	1,229	263,135	2,427
PR5AM30H	153.326	14,1645	0,816	118,037	1.276
PR1AM33H	145.254	32,4206	1,229	270,172	2,427
PR3AM33H	155.338	25,5439	1,021	212,866	1,847
PR5AM33H	157.345	4,55367	0,609	37,9473	0,699

Tabla 11. Propiedades mecánicas de los materiales compuestos con PET Reciclado.

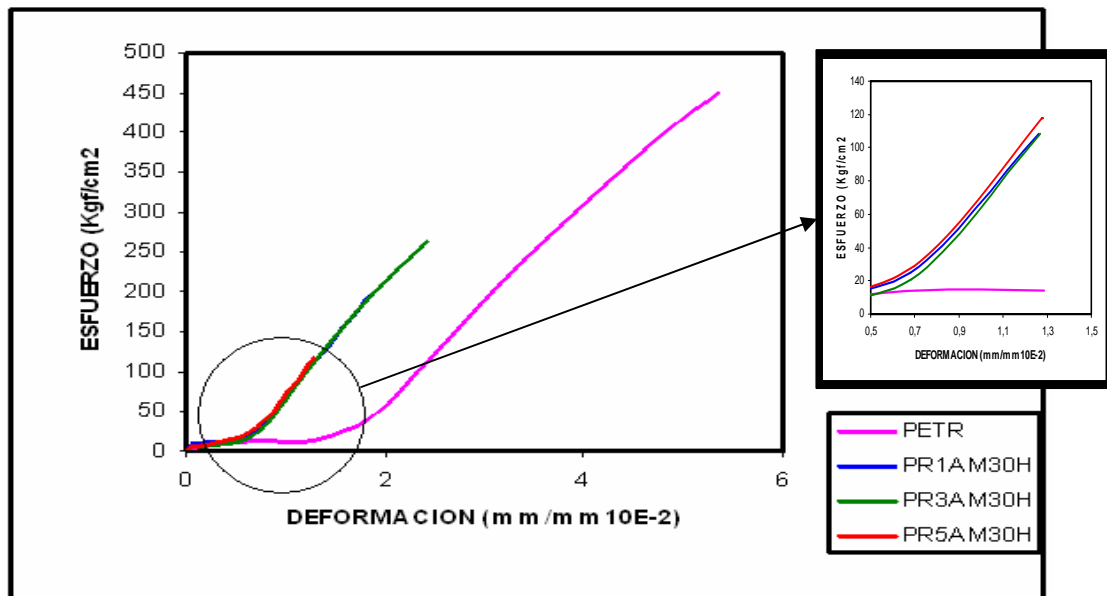


Fig. 16. Diagrama Esfuerzo-Deformación materiales compuestos de PET Reciclado.

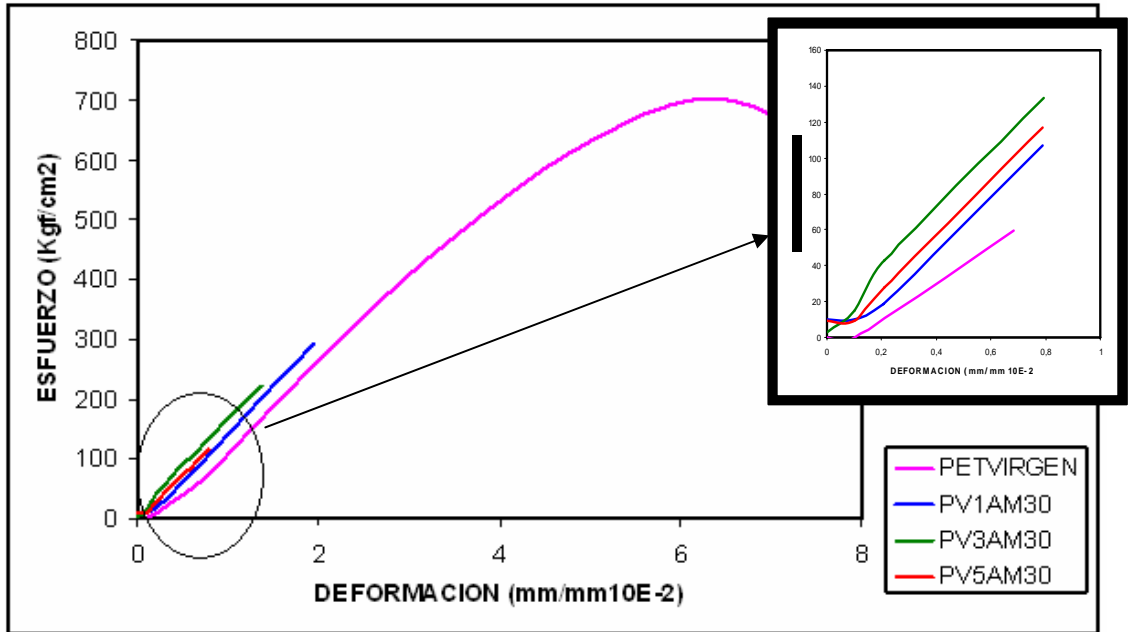


Fig. 17. Diagrama Esfuerzo-Deformación materiales compuestos de PET Virgen.

En las tablas 10 y 11 se encuentran los datos de los diferentes parámetros que se derivan de la curva Esfuerzo-Deformación, y en las figuras 16 y 17 puede verse su comportamiento comparativo; de ellas puede verse que las tres muestras presentan un incremento del módulo elástico para las diferentes concentraciones de arcilla modificada tanto para materiales con PET Virgen como con PET Reciclado, el valor de el modulo de elasticidad, es una medida de la rigidez del material, entre mayor sea la pendiente de la curva, mas rígido será el material, por lo que se puede afirmar que las mezclas en comparación con el material sin refuerzo de arcilla son más rígidas y no se deforman fácilmente. Es visible que la ruptura ocurre poco después del limite elástico, para materiales con refuerzo arcillosos, es decir que este fragiliza el material original.

Se observa además que para mezclas con PET virgen y PET reciclado, la máxima resistencia a la tensión y la máxima deformación disminuyen al aumentar el porcentaje de arcilla modificada adicionada tanto en un 30 como en un 33%, haciendo que el material resista menos carga antes de romperse. Debido a que se afecta la ductilidad del material, las muestras se alargan menos antes de la ruptura. En el anexo E se encuentran las curvas Esfuerzo- Deformación para materiales compuestos con PET Virgen y PET Reciclado a diferentes composiciones de arcilla de refuerzo.

3.3.2 Ensayo de Dureza Shore Tipo D

PET RECICLADO	
PET R	70
PR1ASM	71
PR3ASM	72
PR5ASM	73
PR1AM30H	74
PR3AM30H	75
PR5AM30H	76
PR1AM33H	75
PR3AM33H	76
PR33AM5H	77

PET VIRGEN	
PET V	72
PV1ASM	75
PV3ASM	75
PV5ASM	76
PV1AM30H	74
PV3AM30H	74
PV5AM30H	75
PV1AM33H	76
PV3AM33H	76
PV5AM33H	77

Tabla 12. Dureza compuestos de PET reciclado

Tabla 13. Dureza compuestos de PET virgen

En las tablas 12 y 13 se observa que ya sea para materiales compuestos de PET virgen o de PET reciclado, la dureza tiende a aumentar conforme aumenta la composición de arcilla modificada en la mezcla; esto hace que los materiales sean resistentes a las deformaciones locales; además está directamente relacionado con el aumento del modulo de elasticidad de los materiales. Las graficas de variación de dureza con respecto a concentración de arcilla se encuentran en el anexo F.

3.4 RESISTENCIA AL DESGASTE

En las tablas 14 y 15 se encuentran registrados los datos de resistencia al desgaste de materiales compuestos de PET virgen y reciclado a diferentes composiciones de arcilla; se observa que se presenta una disminución en la resistencia al desgaste como resultado de las adiciones de refuerzo de arcilla. Esto se evidencia independientemente del número de ciclos

PET RECICLADO		
COMPUESTO	INDICE DE TABER	
	2000 Ciclos	8000 Ciclos
PET R	6,97	3,44
PR1ASM	8.52	5,96
PR3ASM	11,47	8.15
PR1AM30H	7,69	4,87
PR3AM30H	9,88	5.22
PR5AM30H	11,72	5,73
PR1AM33H	6,94	6,22
PR3AM33H	8.77	8.96
PR5AM33H	11,5	12,47

PET VIRGEN		
COMPUESTO	INDICE DE TABER	
	2000 Ciclos	8000 Ciclos
PET V	5,56	4,14
PV1ASM	6.19	5,38
PV3ASM	8.22	6.13
PV1AM30H	7,04	5.22
PV3AM30H	10,79	6,77
PV1AM33H	6.53	7,06
PV3AM33H	12,99	8,03

Tabla 14. Índice Taber compuestos de PET reciclado **Tabla 15. Índice Taber compuestos de PET virgen**

Cabe resaltar que este método de análisis no puede predecir el comportamiento en servicio de los defectos estructurales, tales como los defectos puntuales a nivel interno, originados en la inyección del material; solo se mide la resistencia a la abrasión de la zona superficial.

3.5 Densidad Real. Los resultados de densidad para los diferentes materiales compuestos se muestran en las tablas 16 y 17.

En los materiales compuestos de polímero con refuerzo de arcilla, la densidad se mantiene en un valor casi constante comparado con el material base original.

COMPUESTO	DENSIDAD (g/cm ³)
PV	1,3314
PV1ASM	1,3555
PV3ASM	1,3722
PV5ASM	1,3860
PV1AM30H	1,3428
PV3AM30H	1,3650
PV5AM30H	1,3890
PV1AM33H	1,3441
PV3AM33H	1,3630
PV5AM33H	1,3806

Tabla 16. Densidad PET virgen

COMPUESTO	DENSIDAD (g/cm ³)
PR	1,3201
PR1ASM	1,2144
PR3ASM	1,3957
PR5ASM	1,4995
PR1AM30H	1,3693
PR3AM30H	1,3701
PR5AM30H	1,3809
PR1AM33H	1,3504
PR3AM33H	1,3588
PR5AM33H	1,4133

Tabla 17. Densidad PET reciclado

3.6 ENSAYOS TERMICOS

3.6.1 Análisis Termogravimétrico. En la figura 18 se presenta el termograma de compuestos de PET reciclado y arcilla modificada con 30% de hexadecilamina. La temperatura en la cual se produce la descomposición del material es de aproximadamente 374°C.

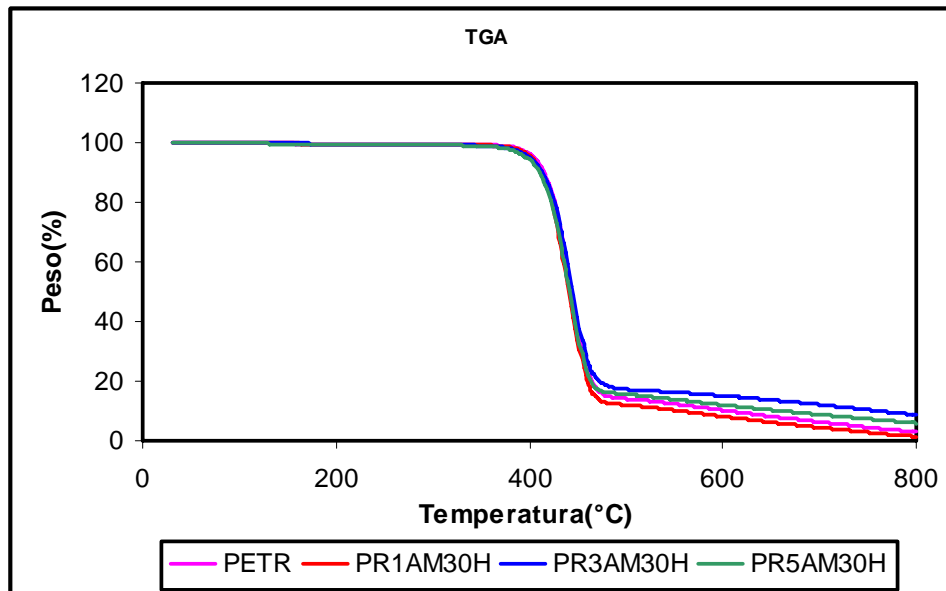


Fig. 18. Termograma para compuestos de PET reciclado y arcilla modificada al 30%

En el anexo G se encuentran todos los termogramas. Puede notarse en los datos obtenidos de los termogramas, que la temperatura de degradación de los diferentes materiales compuestos no logró una variación significativa con respecto al PET virgen o reciclado; esto se traduce en que el material de refuerzo no incrementa la estabilidad térmica del material, posiblemente debido a que la cantidad de arcilla modificada contenida en los compuestos es muy baja.

3.6.2 Calorimetría Diferencial de Barrido. En las tablas 18 y 19 se registran los resultados de análisis DSC para todas las muestras. En la figura 19 se presenta el DSC para PET reciclado, en el se pueden apreciar los picos que representan la temperatura de transición vítrea, la temperatura de cristalización y la temperatura de fusión.

MATERIAL	TEMPERATURA DE FUSION (°C)	DE	TEMPERATURA DE TRANSICION VITREA (°C)
PETR	246.91		76
PR1ASM	248.75		71.29
PR3ASM	249.47		71.16
PR5ASM	248.56		71.12
PR1AM30H	251.41		68.96
PR3AM30H	250.321		66.33
PR5AM30H	248.63		66.18
PR1AM33H	248.26		70.8
PR3AM33H	248.86		68.42
PR5AM33H	248.05		65.6

Tabla 18. Resultados DSC para compuestos de PET reciclado

MATERIAL	TEMPERATURA DE FUSION (°C)	DE	TEMPERATURA DE TRANSICION VITREA (°C)
PETV	247		73
PV1ASM	248.53		71.9
PV3ASM	249.26		71.83
PV5ASM	249.04		71.58
PV1AM30H	249.22		71.78
PV3AM30H	249.87		71.46
PV5AM30H	249.59		71.31
PV1AM33H	248.79		71.34
PV3AM33H	249.71		70.25
PV5AM33H	250.21		67.77

Tabla 19. Resultados DSC para compuestos de PET virgen

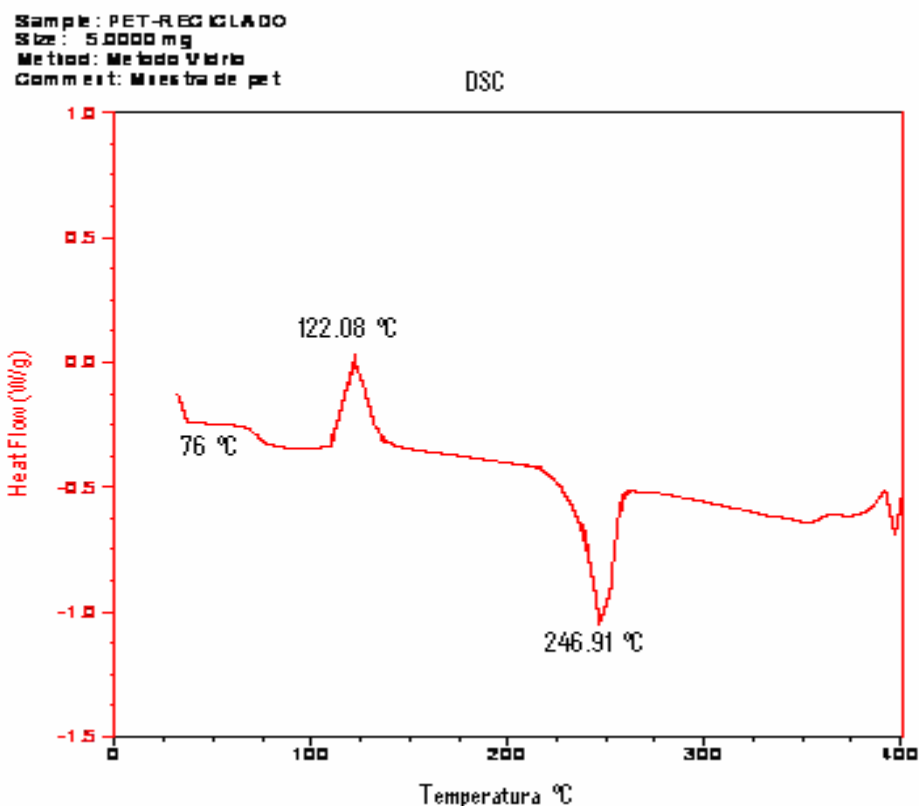


Fig. 19. DSC para PET Reciclado

Se observó una disminución en la temperatura de transición vítrea para compuestos de PET virgen y PET reciclado. Sin embargo para los compuestos de PET reciclado la reducción fue más significativa (10°C aprox.) en comparación con los compuestos de PET virgen (5°C aprox.). Esto se debe posiblemente a la alteración de las propiedades del PET reciclado, por los procesos a los que ha sido sometido antes de ser reciclado.

En el anexo I se encuentran los análisis de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) para algunos materiales compuestos

CONCLUSIONES

- En este trabajo se encontró que es posible lograr la modificación orgánica de la arcilla, empleando concentraciones inferiores de agente modificador a los encontrados en trabajos realizados anteriormente. Con un porcentaje de Hexadecilamina de 30% se obtuvo un espaciamiento interlamina similar al de la arcilla modificada al 33%, lo cual reduce los costos del proceso.
- Los materiales compuestos obtenidos presentaron un aumento en el módulo elástico y en la dureza, comparados con las resinas originales; esto se traduce en materiales más rígidos y con menor capacidad de deformación, y por lo tanto no son aptos para aplicaciones que exijan soportar altos esfuerzos de tracción, tales como componentes estructurales. Sin embargo, sí podrían ser empleados en aplicaciones funcionales como utensilios domésticos, tuberías eléctricas, mampostería, entre otros.
- La resistencia al desgaste por abrasión de los materiales compuestos elaborados, disminuyó proporcionalmente a la cantidad de arcilla adicionada. Esto se evidencia en índices de TABER más altos a mayores concentraciones de arcilla. El refuerzo de arcilla modificada no imprimió mejoras sustanciales en las propiedades en tracción del polietileno tereftalato (PET) produciendo su fragilización. Resultados similares se han encontrado en recientes investigaciones, en las cuales se han utilizado otro tipo de polímeros y aditivos(8).

- Se observó en los resultados obtenidos que el porcentaje de arcilla modificada que causaba mayor impacto en las mezclas, deteriorando sus propiedades, fue de 5%; esto permite concluir que posiblemente el límite de material de refuerzo más apto para su aplicación práctica, es del 3% de arcilla modificada, según los rangos de refuerzo estudiados en este trabajo.
- El comportamiento observado en las propiedades mecánicas para los compuestos elaborados con PET virgen y PET reciclado es muy similar. Sin embargo cabe destacar que el esfuerzo máximo del PET virgen es un 64% mayor, respecto al correspondiente para el PET reciclado.

RECOMENDACIONES

Teniendo en cuenta el evidente incremento de consumo de materiales plásticos, es necesario realizar nuevas investigaciones para caracterizar otros polímeros; así como también aditivos que permitan lograr la creación de materiales más eficientes y que permitieran obtener una gama mas amplia de estos materiales, con propiedades diferentes.

Se recomienda el estudio más amplio de nuevos agentes modificadores que reduzcan los costos asociados a la modificación de la arcilla.

BIBLIOGRAFIA

1. REINECKE, H., Nanotecnología y sus aplicaciones en envases poliméricos, Plásticos Modernos, Vol. 89, No 584, (02-2004), p. 169.
2. BARRERA, M., MEJIA, I., Preparación de nanocompuestos de polímero-silicato usando bentonitas colombianas modificadas. Bucaramanga 2006, Trabajo de Grado, Universidad Industrial de Santander, Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas, Escuela de Ingeniería Química.
3. HUANG. J, ZHU. K., Poly (etherimide)/montmorillonite nanocomposites prepared by melt intercalation: morphology, solvent resistance properties and thermal properties. Polymer 42 (2001) p. 873-877
4. LOPEZ, M.A. y ARROYO, M. Nanocomposites Poliméricos. Plásticos Modernos. Vol. 83, No. 550. (04-2002). p. 403
5. CERRADA, María. Tendencias actuales en la caracterización de polímeros. Plásticos Modernos. Vol. 83. No. 551 (05-2002). p. 501
6. SMITH, William. Fundamentos de la Ingeniería de Materiales. Segunda Edición. Ed. Mc Graw Hill. España 1993.
7. BARON, Arturo. Separación, purificación y Caracterización de una bentonita. Pilarización de la bentonita con complejos de Al, Zr y Ti y ensayo de su actividad catalítica en el rompimiento de hidrocarburos. Bucaramanga 1997. Trabajo de

Grado, Universidad Industrial de Santander, Facultad de Ciencias, Escuela de Química.

8. VILLAMIZAR, L. RAMOS, J. Estudio de la influencia en las propiedades reológicas y fisicomecánicas del polietileno de alta densidad mediante el uso de un aditivo masterbatch (silicona/polietileno). Bucaramanga, 1999. Tesis de Grado, Universidad Industrial de Santander, Escuela de Ingeniería Química.

9. GARCIA, M. ARGUELLES, A. CASTRILLO, M. Evaluación del comportamiento mecánico de un material compuesto de matriz termoplástico reforzado con fibra de vidrio. Plásticos Modernos. Vol. 89, No. 585. (03-2005). Pág. 281.

10. COLLAR, E. Propiedades y ensayo de los materiales plásticos. Plásticos Modernos. No. 477 (03-1996). Pág. 249.

11. REINECKE, Helmut. La magia del Nanomundo. Nanopartículas, Nanocompuestos, Nanotecnología. Plásticos Modernos. Vol. 88. No. 577 (07-2004).

12. CABEDO, L. FEIJOO, J. VILLANUEVA, M. Comparación entre Nanocompuestos Biodegradables de poli (ácido láctico) (PLA) Amorfo con Arcillas de Distinta Naturaleza. Plásticos Modernos. Vol. 89. No. 584 (02-2004). Pág. 177.

13. GARCIA, D. GOBERNADO-MITRE, I. FERNANDEZ, J. MERINO, C. Modificación de bentonitas para la obtención de nanocompuestos poliméricos. Plásticos Modernos. Vol. 86. No. 567 (09-2003).

14. Operating Instructions for Taber Models 5130 & 5150 Digital Abrasers with LED Readouts, TABER Industries 1994.

15. CAMARGO D., NAVAS D., Síntesis y Caracterización de Polímeros tipo IPN's con Base en aceite de Higuera Modificado, Almidón y Monómero Acrílico, Bucaramanga 2006, Tesis de Grado, Universidad Industrial de Santander, Escuela de Ingeniería Química.

ANEXOS

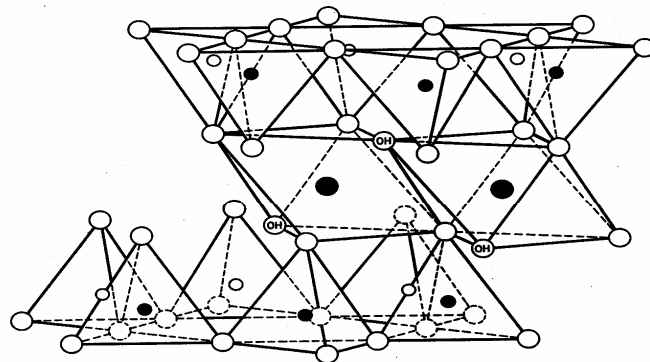
ANEXO A
PROPIEDADES ASTM DEL PET

PROPIEDADES ASTM	PET
Resistencia a Tracción (Kgf/cm ²)	492.1-703.1
Resistencia a Compresión (Kgf/cm ²)	773.4-1054.6
Resistencia a Flexión (Kgf/cm ²)	984.2-1265.5
T _g (°C) Temperatura de transición de cristalino-amorfo	73-80
Módulo de Elasticidad (10 ³ Kgf/mm ²)	70.3-421.8
T _m (°C) Temperatura de transición amorfo-cristalino	245-260
Conductividad Térmica (10 ⁴ Cal*s/cm ²)	3.3-3.6
Densidad (g/cm ³)	1.29-1.4

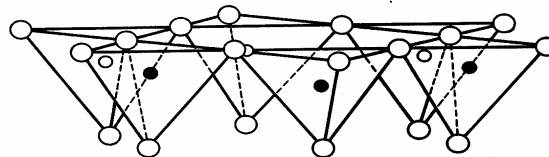
Fuente: Revista de Plásticos Modernos. No. 490, Abril de 1997

ANEXO B

ESTRUCTURA GENERAL DE LAS ARCILLAS



Exchangeable cations
 nH_2O



○ Oxygens (OH) Hydroxyls ● Aluminum, iron, magnesium
○ and ● Silicon, occasionally aluminum

ANEXO C
CARACTERIZACION DE LAS ARCILLAS BENTONITICAS DEL VALLE DEL CAUCA⁽¹⁾

Separación de la fracción arcillosa

No muestra	5	6	7
% Fracción arcillosa *	99	99	99
% Fracción no arcillosa**	1	1	1

* Pasante malla 325; ** Retenido malla 325

En esta tabla se reportan los valores de fracción arcillosa, obtenidos mediante la separación en una malla Tyler No. 325. Como puede verse, los altos porcentajes de fracción arcillosa en las tres muestras, favorecen los propósitos que se buscan en esta investigación.

Caracterización Geoquímica

- **Difracción de Rayos X**

Los análisis de Difracción de Rayos X reportaron la presencia de especies mineralógicas, las cuales se registran en la siguiente tabla:

Muestra No. Mineral	5	6	7
Cuarzo	X	X	X
Montmorillonita	X	X	X
Albita	X		

Las muestras No. 6 y 7 presentan cuarzo como única impureza, siendo entonces las más apropiadas para los fines de este proyecto.

- **Análisis Químico**

En el análisis químico se reportan los porcentajes en peso sobre muestra seca, que hacen parte de la composición de las tres muestras de arcillas.

Muestra No.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	MgO	CaO	Ti ₂ O	K ₂ O	LOI
5	47.80	19.47	10.16	2.36	3.33	0.98	1.01	2.47	12.35
6	47.83	18.42	10.69	2.38	3.44	1.55	0.88	2.45	12.28
7	48.51	21.47	8.23	2.69	2.39	1.22	0.84	2.19	12.45

Comparando estos resultados con la composición química de una bentonita sódica típica ideal (2.87%Na₂O, 57.49% SiO₂, 20.27% Al₂O₃, 3.94%Fe₂O₃), la muestra No. 7 reporta los valores más cercanos y por lo tanto es la de mayor pureza.

Caracterización Fisicoquímica

- **Densidad Real**

Muestra No.	5	6	7
Densidad (g/cm ³)	2.40	2.41	2.42

- **Capacidad de Intercambio Catiónico**

Para esta prueba se utilizó acetato de amonio 1 N como solución extractora.

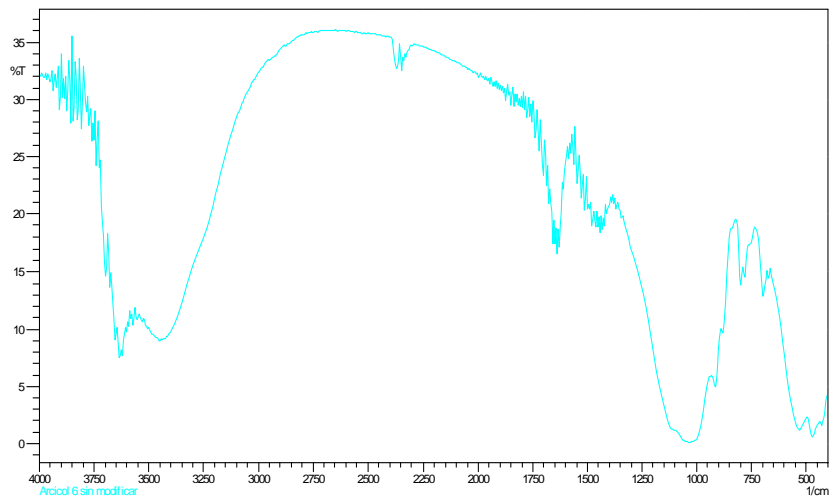
Muestra No	5	6	7
CIC (meq/100g)	60	64	66

La muestra No. 7 presenta el valor más alto de CIC, hecho que confirma sus buenas características como material apto para la modificación orgánica.

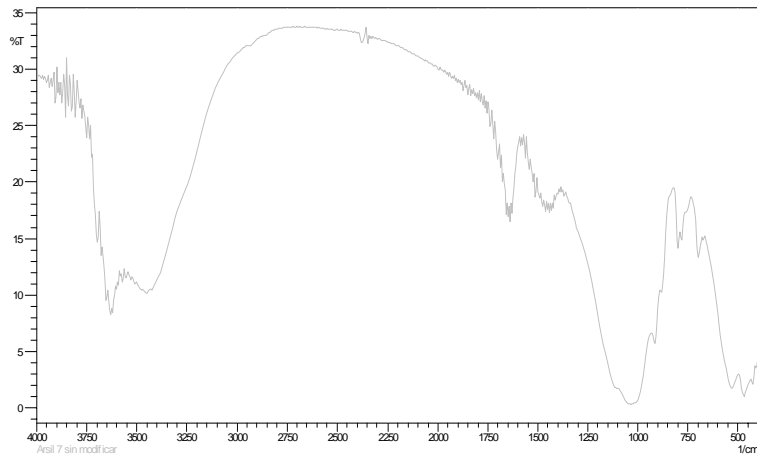
- **Espectroscopia de Infrarrojo**

Cada una de las muestras presentan bandas de absorción a 970 cm^{-1} debida a las tensiones de los grupos Si-O y a 1650 cm^{-1} correspondiente a las deformaciones del agua interlaminar lo cual es característico de los minerales montmorilloníticos.

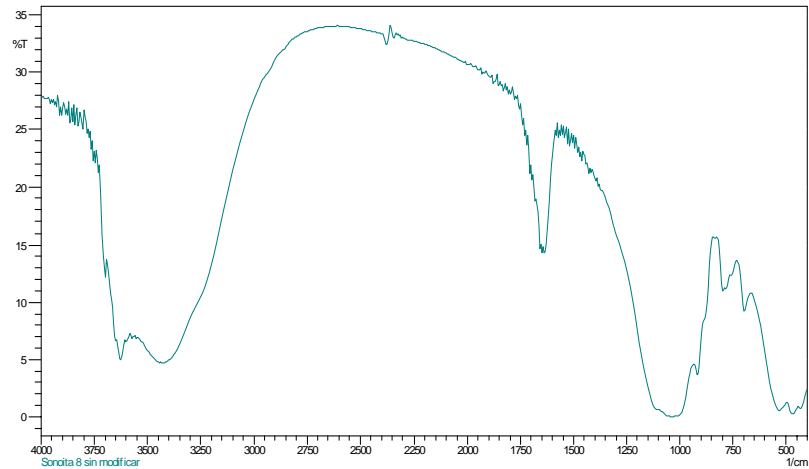
Muestra No. 5 (Arcicol)



Muestra No. 6 (Arcil)



Muestra No. 7 (Bentonita)



En la siguiente tabla se presentan los enlaces presentes en las muestras de arcillas:

Frecuencia (cm ⁻¹)	Grupos Funcionales
3500-4750	Grupos Hidroxílicos
3400	Pérdida de agua de algunos minerales por calentamiento. La altura del pico a este valor se asocia con montmorillonita
3600-3700	No se pierde al calentarse a 200°C, indicando su carácter estructural asociado a grupos OH
3680-3550	Grupos OH en la estructura mineral
1000, 1110 y 950	Absorciones producidas por SiO ₂
720	Feldespatos

ANEXO D
DETERMINACION DE LA DENSIDAD REAL

- **NORMA ASTM C 329-88**

1. Secar la muestra a una temperatura de 110°C
2. La granulometría del mineral debe ser < 4.75 mm.
3. Pesar el picnómetro vacío M_f , previamente limpio y seco.
4. Introducir el mineral de estudio dentro del picnómetro (ocupando entre la mitad y los $\frac{3}{4}$ parte del volumen del picnómetro) y pesar, restar la masa del picnómetro vacío (M_f), y así determinar el peso de la muestra seca M_o (para muestras con partículas de tamaño máximo de 2 mm, el peso mínimo de la muestra es de 20 gramos; para tamaños máximos de 4.75 mm son 100 gramos).
5. Adicionar líquido para humectar completamente el sólido y sacar todas las burbujas de aire que están presentes.
6. El líquido elegido debe humectar completamente el mineral de tal forma que penetre fácilmente en el interior de los poros y además no presente ninguna reacción con el sólido.
7. Completar con el líquido hasta llenar el picnómetro (Tener en cuenta la tapa y el capilar) y pesar, M_b .
8. Vaciar el picnómetro y limpiarlo.
9. Llenar el picnómetro con el líquido elegido y pesar, M_a
10. Introducir el termómetro en el agua y registrar la temperatura, con 0.5°C de precisión.
11. Calculo de la densidad:

$$\rho = \frac{M_o * \rho_l}{[M_o + (M_a - M_b)]}$$

Donde:

ρ = Densidad Real del Mineral

M_o = Peso de la Muestra sólida seca

ρ_l = Densidad del liquido

M_a = Peso del picnómetro lleno de agua

M_b = Peso del picnómetro con agua mas muestra

ANEXO E

CURVAS ESFUERZO-DEFORMACION DE LOS MATERIALES COMPUESTOS.



Probetas para las pruebas de Tensión.

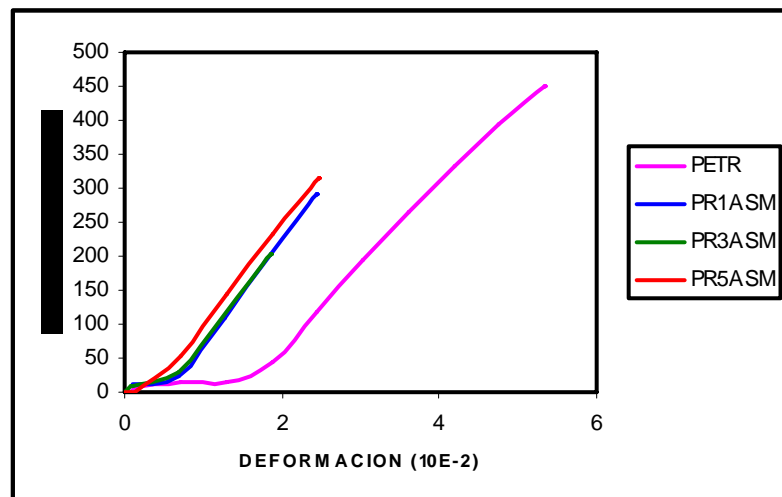


Diagrama Esfuerzo-Deformación materiales con PET Reciclado y arcilla sin modificar

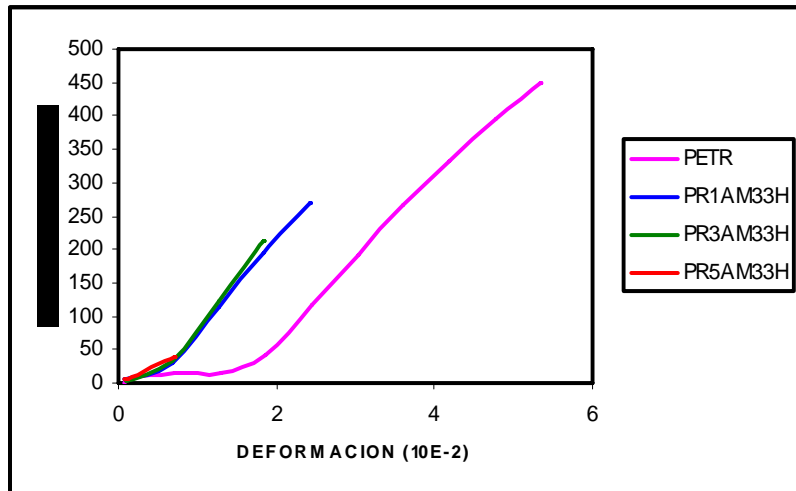


Diagrama Esfuerzo-Deformación materiales con PET Reciclado y arcilla modificada al 33% de Hexadecilamina.

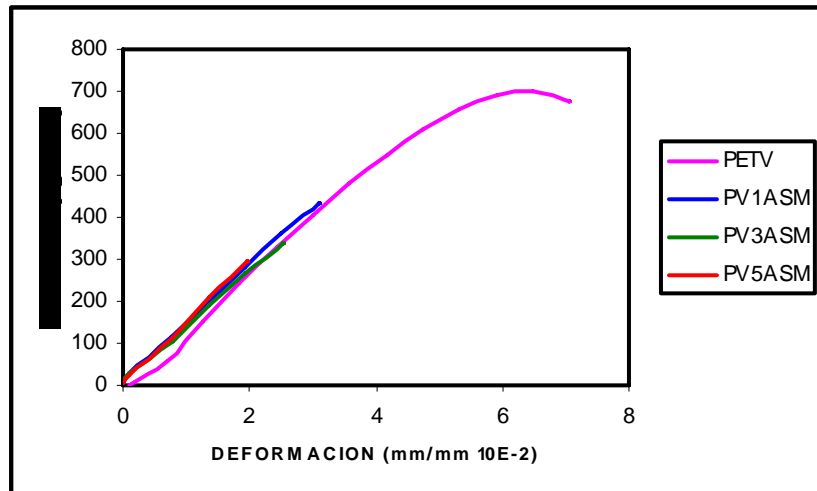


Diagrama Esfuerzo-Deformación materiales con PET Virgen y arcilla sin modificar.

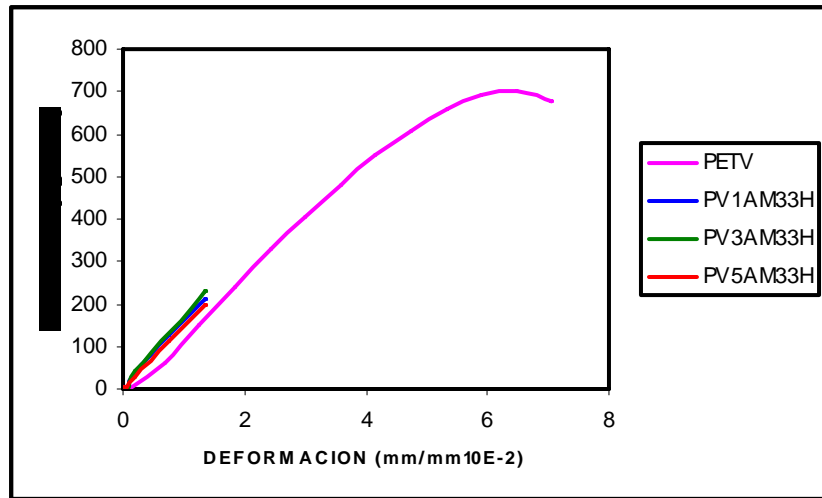
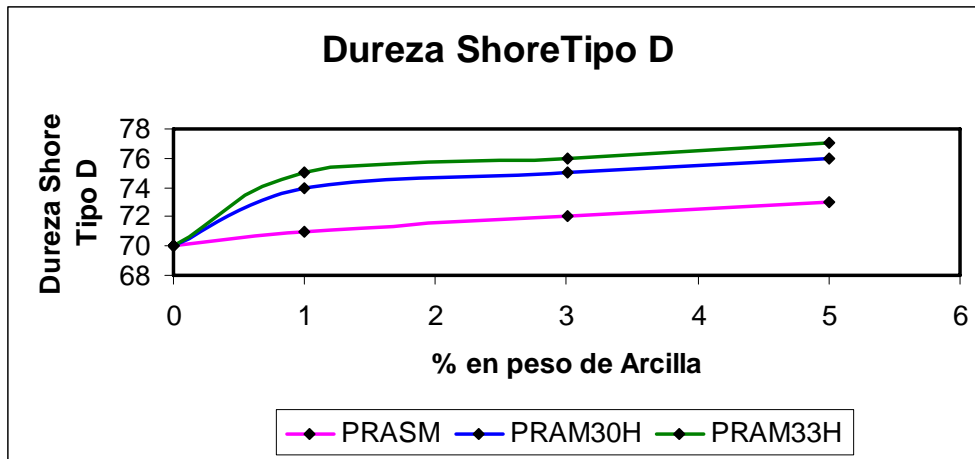
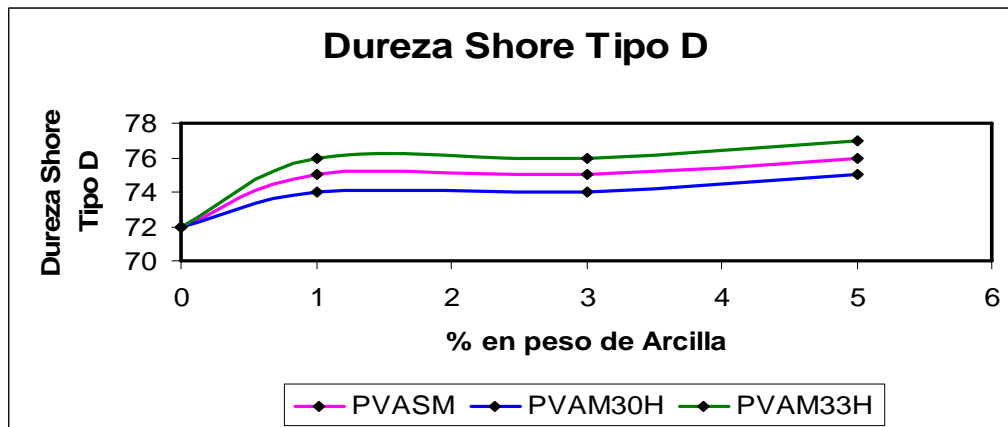


Diagrama Esfuerzo-Deformación materiales con PET Virgen y arcilla modificada al 33% de Hexadecilamina.

ANEXO F
DUREZA DE LOS MATERIALES COMPUESTOS



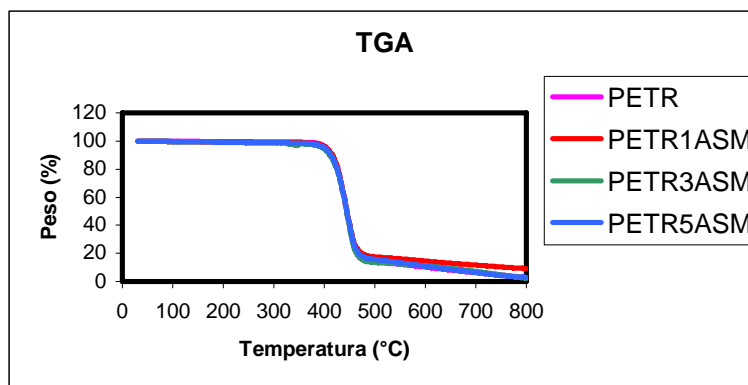
Variación de la dureza a diferentes concentraciones de arcilla en mezclas con PET Reciclado.



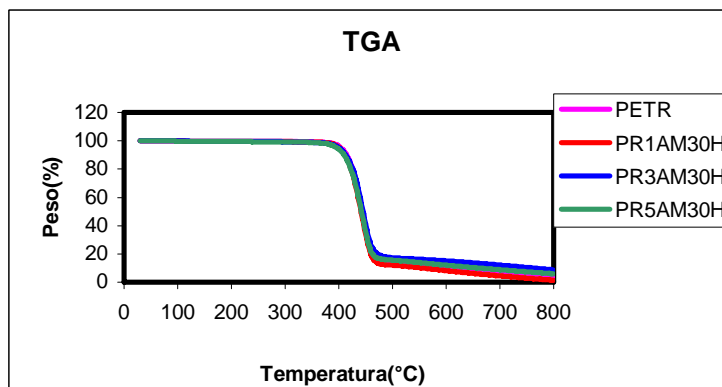
Variación de la dureza a diferentes concentraciones de arcilla en mezclas con PET Virgen.

ANEXO G

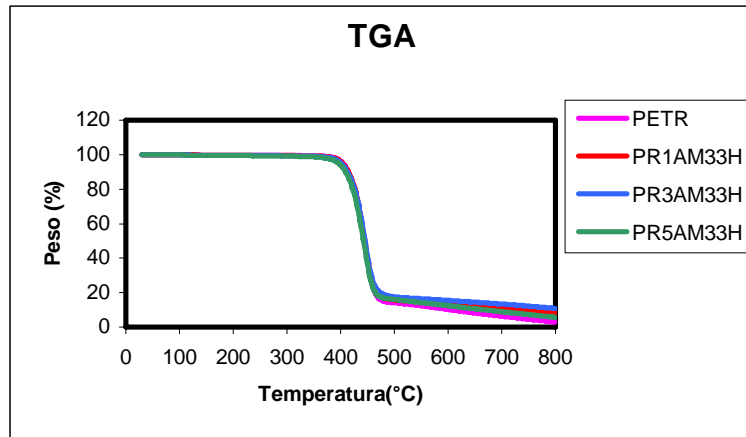
TERMOGRAMAS DE LOS MATERIALES COMPUESTOS



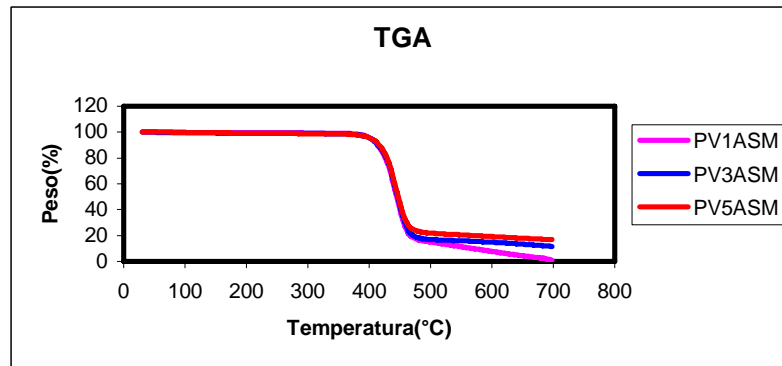
Curva de descomposición de materiales compuestos de PET reciclado y arcilla sin modificar



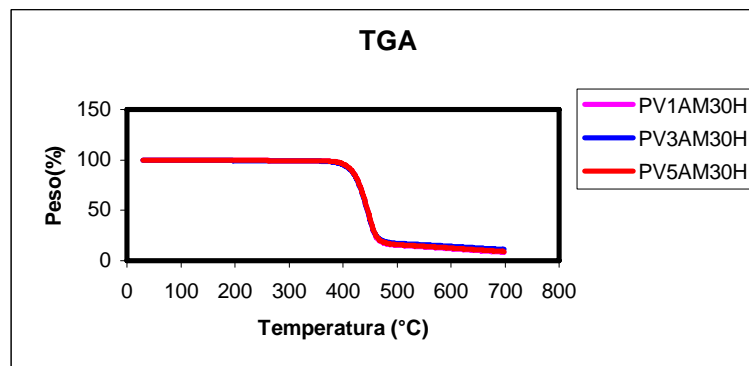
Curva de descomposición de materiales compuestos de PET reciclado y arcilla modificada al 30%



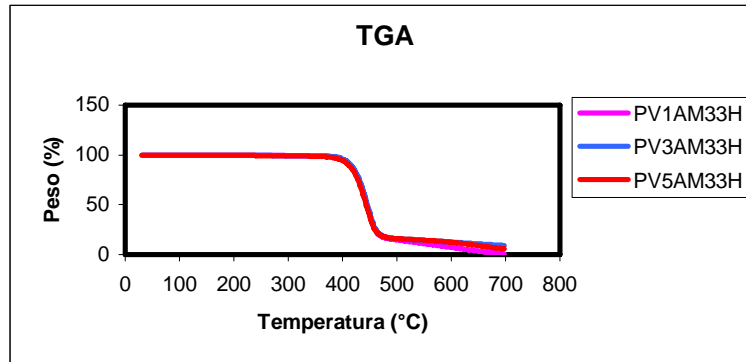
Curva de descomposición de materiales compuestos de PET reciclado y arcilla modificada al 33%



Curva de descomposición de materiales compuestos de PET virgen y arcilla sin modificar



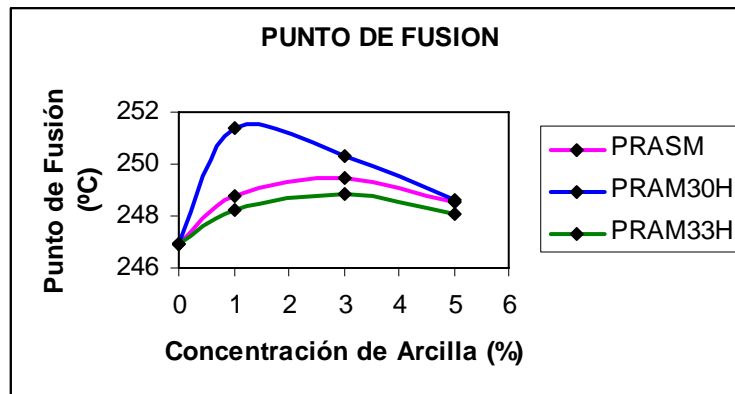
Curva de descomposición de materiales compuestos de PET virgen y arcilla modificada al 30%



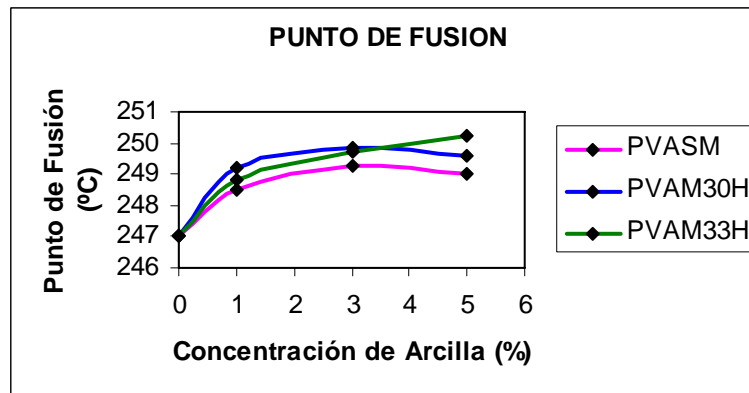
Curva de descomposición de materiales compuestos de PET virgen y arcilla modificada al 33%

ANEXO H

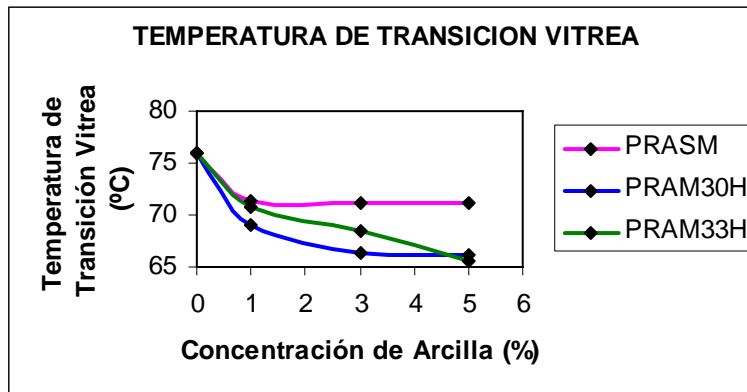
GRAFICOS COMPARATIVOS DE DSC PARA MATERIALES COMPUESTOS



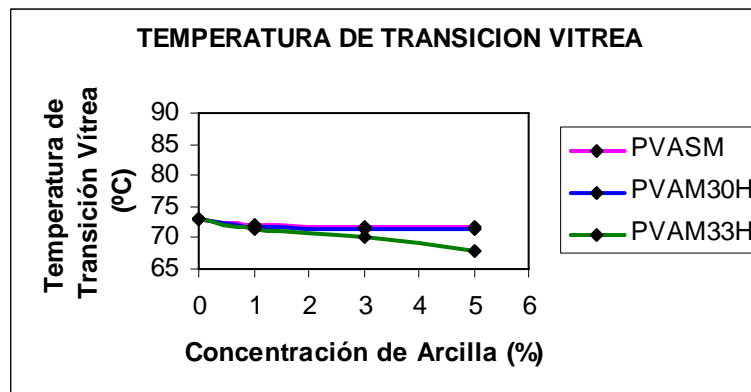
Punto de fusión para compuestos de PET reciclado



Punto de fusión para compuestos de PET virgen

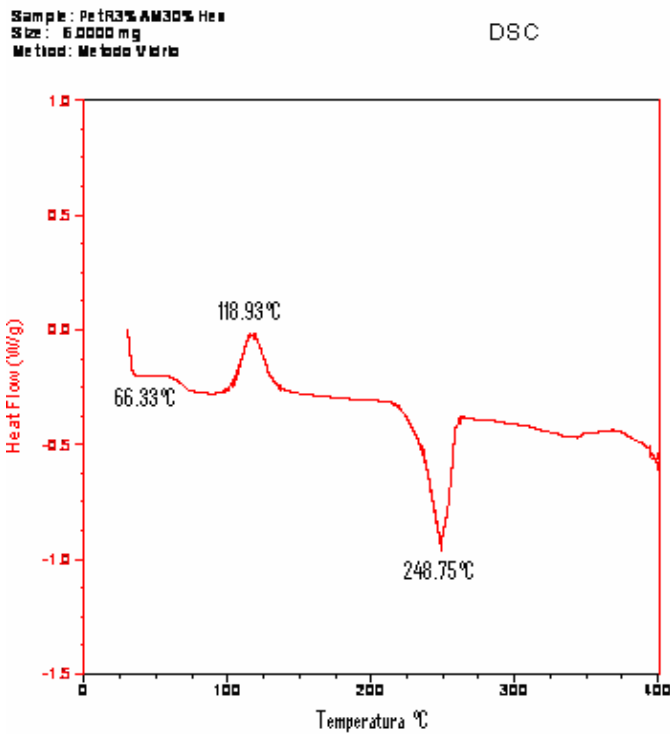


Temperatura de Transición Vítrea para compuestos de PET reciclado



Temperatura de transición vítrea para compuestos de PET virgen

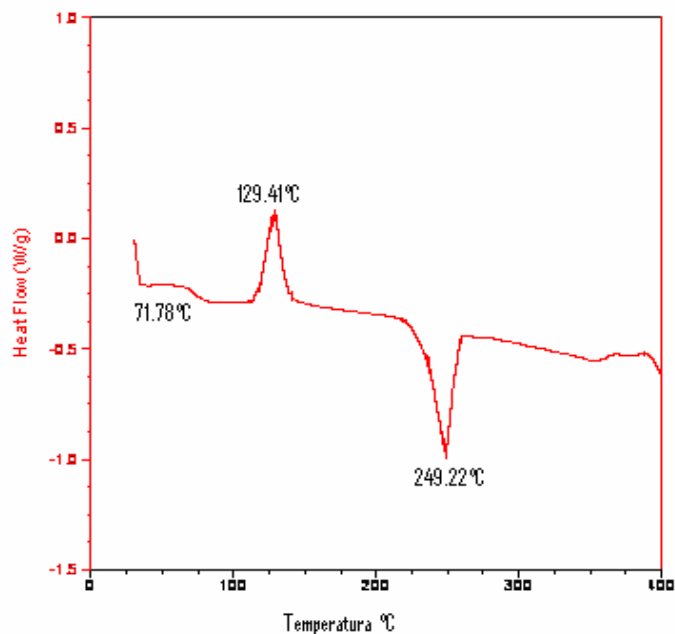
ANEXO I
ANALISIS DSC DE ALGUNOS COMPUESTOS



DSC compuestos PET reciclado y 3% arcilla modificada al 30%

Sample: PET V 1% AM30% HEX
Size: 5.0000 mg
Method: Metodo Virto
Comment: Muestra de pet

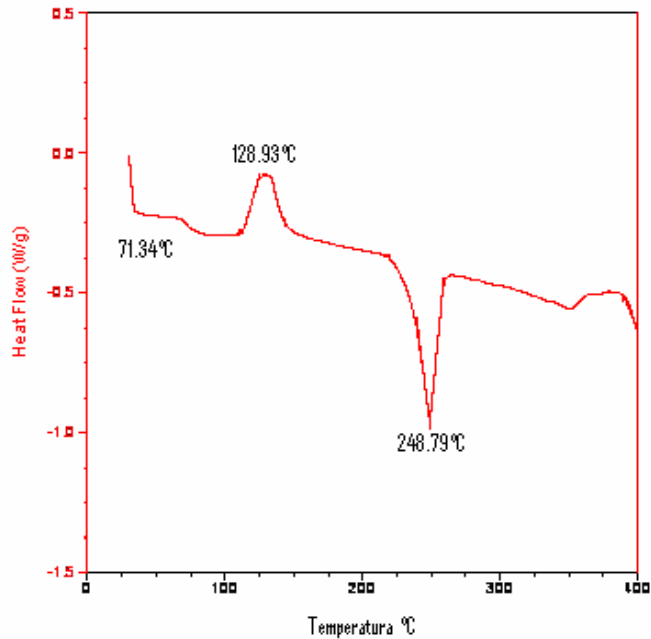
DSC



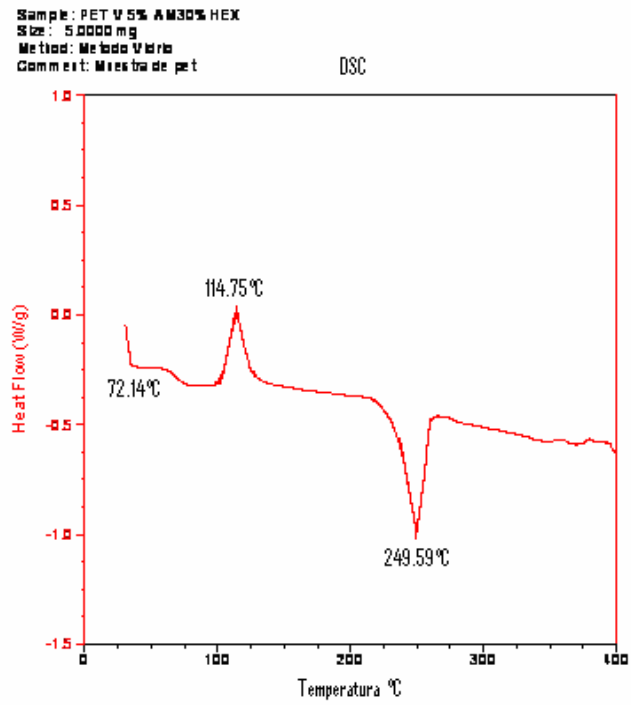
DSC compuestos PET Virgen con 1% de arcilla modificada al 30%

Sample: PETV1%AM33%HEX
Size: 5.0000 mg
Method: Metodo Virto
Comment: Muestra de pet

DSC



DSC compuestos PET Virgen con 1% de arcilla modificada al 33%



DSC compuestos PET Virgen con 5% de arcilla modificada al 30%