

**EFFECTO DEL MÉTODO DE PREPARACIÓN EN LAS PROPIEDADES
TÉRMICAS, FISICOQUÍMICAS Y FISICOMECAÑICAS DE REDES
POLIMÉRICAS INTERPENETRADAS (IPNs)**

JULIANA MERCEDES CELY BÁEZ

DIEGO EDUARDO BARBOSA RUEDA

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2006

**EFFECTO DEL MÉTODO DE PREPARACIÓN EN LAS PROPIEDADES
TÉRMICAS, FISICOQUÍMICAS Y FISICOMECAÑICAS DE REDES
POLIMÉRICAS INTERPENETRADAS (IPNs)**

JULIANA MERCEDES CELY BÁEZ

DIEGO EDUARDO BARBOSA RUEDA

Trabajo presentado como requisito para
optar al título de Ingeniero Químico

Director

ÁLVARO RAMÍREZ GARCÍA

Ingeniero Químico PhD

Codirector

JORGE ENRIQUE PULIDO FLÓREZ

Ingeniero Químico M.Sc.

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2006

A mi familia, la de antes y la de ahora.

A Juan Diego por su paciencia.

JULIANA

A mi familia, en especial, a mi madre.

*A Juliana y Juan Diego,
mi nueva vida*

DIEGO EDUARDO

AGRADECIMIENTOS

Profesores Alvaro García Ramírez y Jorge Enrique Pulido, directores de este proyecto y del Grupo de Polímeros UIS.

Luis Eduardo Carreño y Wilson Eduardo Carreño, técnicos del laboratorio de operaciones unitarias de Ingeniería Química.

A quienes nos antecedieron en el Grupo de Polímeros UIS.

.

A la Universidad Industrial de Santander, a la Escuela de Ingeniería Química, a Colciencias y a todos aquellos que de una u otra forma colaboraron o hicieron parte de este proyecto.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Comparar las propiedades térmicas, fisicoquímicas y fisicomecánicas de las redes poliméricas interpenetradas poliuretano/poliestireno preparadas por vía0073 secuencial, simultánea e intermedias a partir de polioles de aceite de higuera modificados y suspensiones almidón – aceite.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Proponer vías alternas para síntesis de IPNs a partir de métodos intermedios entre el secuencial y simultáneo.
2. Obtener tendencias del cambio en las propiedades térmicas, fisicoquímicas y fisicomecánicas de los IPNs, según el método de preparación.
3. Comparar relativamente las propiedades de los polímeros obtenidos por los métodos propuestos.

CONTENIDO

		Pág.
	INTRODUCCIÓN	1
1	CONCEPTOS TEÓRICOS	3
1.1	ACEITE DE HIGUERILLA	3
1.2	REACCIÓN DE TRANSESTERIFICACIÓN	4
1.3	ALMIDÓN	5
1.4	POLIURETANOS	6
1.5	POLIESTIRENO	6
1.6	REDES INTERPENETRADAS DE POLÍMERO (IPNs)	7
1.6.1	Generalidades	7
1.6.2	Vías de polimerización de IPNs	7
1.6.3	Aplicaciones de los IPNs	9
1.7	ANÁLISIS Y ENSAYOS DE POLÍMEROS	9
1.8	ANTECEDENTES	10
2	DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	12
2.1	METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	12
2.2	REACTIVOS Y EQUIPOS	13
2.3	DESCRIPCIÓN DE LA METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	13
2.3.1	Pruebas preliminares de polimerización de IPNs SEQ	13
2.3.2	Síntesis de IPNs por vías semi-secuenciales	15
2.3.3	Medición de las propiedades físico-químicas, mecánicas y térmicas de los SEQ	17
3	RESULTADOS Y ANÁLISIS	18
3.1	Resultados de las pruebas preliminares para la obtención de los IPNs SEQ	18
3.1.1	Hinchamiento de láminas de poliuretano	18

3.1.2	Preparación de prepolímero de poliestireno	18
3.1.3	Preparación de prepolímero de poliuretano	18
3.2	Resultado de la síntesis de IPNs por vías semi-secuenciales	18
3.2.1	IPNs por vía semi-secuencial 1, SEQ1	18
3.3	Comparación de los métodos semi-secuenciales	26
3.3.1	Dureza	26
3.3.2	Resistencia al ataque químico	26
3.3.3	Resistencia a la tensión	27
3.3.4	Análisis termogravimétrico (TGA)	29
3.3.5	Microscopía óptica	30
3.4	COMPARACIÓN DEL MÉTODO SEQ3 Y SIN	31
3.4.1	Dureza	32
3.4.2	Resistencia a la tensión	32
3.4.3	Extracción Soxhlet con tolueno	33
	CONCLUSIONES	34
	RECOMENDACIONES	35
	BIBLIOGRAFÍA	36
	ANEXOS	38

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Composición del aceite de higuera	3
Tabla 2. Nomenclatura utilizada en la síntesis de los IPNs de acuerdo al modificante y a las relaciones PU/PS y NCO/OH	16
Tabla 3. Resultados del análisis termogravimétrico para IPNs obtenidos por los tres métodos de preparación estudiados	19

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Molécula del triglicérido del ácido ricinoleico	3
Figura 2. Reacción general de transesterificación	4
Figura 3. Estructuras de algunos modificadores del aceite de higuera	5
Figura 4. Estructura de la amilosa	5
Figura 5. Estructura de la amilopectina	6
Figura 6. Reacción de polimerización del poliuretano	6
Figura 7. Estructura general del poliestireno	7
Figura 8. Obtención de IPNs por vía secuencial y vía simultánea	8
Figura 9. Curvas de tensión-deformación para varios tipos de materiales poliméricos	10
Figura 10. Diagrama de la metodología experimental	12
Figura 11. Variación de la dureza de los IPN SEQ1 (NCO/OH = 0.85)	19
Figura 12. Variación de la dureza de los IPN SEQ 1 (PU/PS=90/10)	19
Figura 13. Variación de la dureza de los IPN SEQ 1 según su modificante	20
Figura 14. Variación de peso de los IPNs sometidos al ataque químico	21
Figura 15. Variación de peso de los IPNs sometidos a extracción con tolueno	21
Figura 16. Curvas tensión deformación IPNs, relación NCO/OH=0.85 variando la relación PU/PS	22
Figura 17. Curvas tensión deformación IPNs con relación PU/PS=90/10 variando la relación NCO/OH	23
Figura 18. Curvas tensión deformación IPNs variando la cantidad de modificante	

Figura 19.	Variación de la dureza de los IPNs según su método de preparación	25
Figura 20.	Variación de peso de los IPNs sometidos al ataque químico, relación NCO/OH=0.85	26
Figura 21.	Curvas tensión deformación IPNs variando el método de preparación, relación PU/PS=80/20 y relación NCO/OH=0.85	27 28
Figura 22.	Microscopía óptica de los IPN a partir de su método de preparación, PU/PS=70/30, NCO/OH=0.85	31
Figura 23.	Variación de la dureza de los IPNs según su método de preparación	32
Figura 24.	Curvas tensión deformación IPNs variando el método de preparación, relación PU/PS=80/20 y relación NCO/OH=0.85	

LISTA DE ANEXOS

		Pág.
ANEXO A	LISTADO DE REACTIVOS Y EQUIPOS	39
ANEXO B	MODIFICACIÓN DEL ACEITE DE HIGUERILLA CON PENTAERITRITOL Y ALMIDÓN DE YUCA	42
ANEXO C	CÁLCULO DEL ÍNDICE DE HIDROXILO Y CÁLCULO DE LA RELACIÓN NCO/OH	46
ANEXO D	COMPOSICIÓN E ÍNDICE DE HIDROXILO DE LOS POLIOLES Y SUSPENSIONES UTILIZADOS	49
ANEXO E	PROCEDIMIENTO DE REMOCIÓN DEL INHIBIDOR	51
ANEXO F	LISTA DE IPNS SINTETIZADOS POR CADA MÉTODO	53
ANEXO G	CANTIDAD DE REACTIVOS UTILIZADOS PARA LA OBTENCIÓN DE LOS IPNS	55
ANEXO H	EXTRACCIÓN SOXHLET	57
ANEXO I	RESISTENCIA DE LOS IPNs AL ATAQUE QUÍMICO	59
ANEXO J	DUREZA DE LOS IPNs	63
ANEXO K	RESULTADOS PRUEBAS DE TENSIÓN A IPNs	66
ANEXO L	ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO DE LOS IPNs	69

RESUMEN

TÍTULO

EFFECTO DEL MÉTODO DE PREPARACIÓN EN LAS PROPIEDADES TÉRMICAS, FÍSICOQUÍMICAS Y FÍSICOMECAÑICAS DE REDES POLIMÉRICAS INTERPENETRADAS (IPNs)

AUTORES

JULIANA MERCEDES CELY BÁEZ
DIEGO EDUARDO BARBOSA RUEDA **

PALABRAS CLAVES

Aceite de higuera, polioli, suspensión, elastómero de poliuretano, IPNs, SEQ 1, SEQ 2, SEQ 3, SIN, prepolímero.

CONTENIDO

Se sintetizaron IPNs poliuretano - poliestireno a partir de aceite de higuera modificado por tres métodos denominados SEQ 1, SEQ 2 y SEQ 3; se utilizó metilén difenil diisocianato (MDI), divinil benceno (DVB), dibutilamina, peróxido de benzoilo y estireno. En el SEQ 1 se utilizó prepolímero de poliestireno, en el SEQ 2 se utilizó prepolímero de poliuretano y en el SEQ 3 se utilizaron los dos prepolímeros. El tiempo y temperatura de curado fueron de 18h a temperatura ambiente y 24h a 90°C. Se trabajó variando las relaciones de NCO/OH (0.85, 1), PU/PS (90/10, 80/20, 70/30, 60/40), el modificador (pentaeritrol, almidón de yuca) y su cantidad (PO, P1, P2, S5, S7).

Estos materiales fueron caracterizados (resistencia a la tensión, dureza Shore A, ataque químico, TGA, microscopía óptica y extracción Soxhlet) para ser comparados entre sí y con SIN obtenidos bajo las mismas condiciones en trabajos anteriores.

Se observó que los IPNs SEQ provenientes de aceite modificado, presentaron aumento en sus propiedades, en comparación con los sintetizados a partir de aceite sin modificar. Esta tendencia de comportamiento resulta similar a la obtenida con los IPNs SIN.

Se encontró que entre los métodos propuestos en este trabajo, el SEQ3, logra los resultados más altos en sus propiedades fisicoquímicas, mecánicas, térmicas y morfológicas. Sin embargo, estos materiales presentan menor resistencia a la ruptura que los SIN, debido a la presencia de una mayor separación de fases, aunque el módulo de elasticidad de los SEQ resulta un poco mayor que para los SIN.

* Proyecto de grado

** Facultad de Ingenierías Físico-Químicas, Ingeniería Química, Ing. Químico M.Sc. Jorge E. Pulido F.

ABSTRACT

TITLE

EFFECT OF THE PREPARATION METHOD ON THERMAL, PHYSICAL-CHEMICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF INTERPENETRATING POLYMER NETWORKS (IPN).

AUTHORS

JULIANA MERCEDES CELY BÁEZ
DIEGO EDUARDO BARBOSA RUEDA**

KEYWORDS

Castor oil, polyol, suspension, polyurethane elastomers, IPNs, SEQ 1, SEQ 2, SEQ 3, SIN, prepolymer.

CONTENT

Polyurethane - polystyrene IPNs based on modified castor oil polyurethanes were synthesized by three different methods named: SEQ 1, SEQ 2, SEQ 3; methylene diisocyanate (MDI), divinyl benzene (DVB), dibutylamine, benzoyl peroxide and styrene were used. For IPNs synthesis, the use of polyurethane and polystyrene prepolymers was performed. The materials were prepared with two NCO/OH ratios (0.85, 1), various PU/PS ratios (90/10, 80/20, 70/30, 60/40) and different quantities of castor oil modifiers (P0, P1, P2, S5, S7). Materials were cured for 18h at room temperature and for 24h at 90°C.

Characteristics of IPNs were determined (tensile modulus and elongation at break (%), Shore A hardness, resistance to chemical reagents, thermal behaviour (TGA), optical microscopy and Soxhlet extraction) in order to be compared with SIN IPNs obtained in previous works.

An increase on modified castor oil-based SEQ IPNs properties was observed, compared to non-modified castor oil IPNs. This trend is similar to the one obtained from SIN IPNs.

From IPNs preparation methods proposed in this work, the called SEQ 3 reaches the highest values of physical-chemical, mechanical, thermal and morphologic properties. However, these materials performed lower tensile strength than SIN IPNs because of the presence of a high phase separation.

* Degree project

** Faculty of Physical-chemical Engineerings, Chemical Engineering. Jorge Enrique Pulido Florez.
(Chemical Engineer, M.Sc.)

INTRODUCCIÓN

La obtención de nuevos materiales poliméricos tipo IPNs a partir de recursos naturales renovables se ha desarrollado como una nueva alternativa ambiental para el empleo de materias primas de tipo agroindustrial, siendo el aceite de higuera uno de las sustancias más utilizadas para la producción de elastómeros de poliuretano y redes interpenetradas de polímero (IPNs). ^(1,3,9,11-16)

En cuanto a la síntesis de IPNs, se han propuesto los métodos secuencial y simultáneo para su preparación, que presentan diferencias en las características morfológicas y variación en las propiedades del material.

En el Grupo de Investigación en Polímeros de la Universidad Industrial de Santander existen trabajos recientes en los que se utiliza aceite de higuera modificado por dos vías diferentes^(4,5,8): la reacción de transesterificación con pentaeritritol y la incorporación de almidón de yuca, a partir de los cuales, fueron sintetizados elastómeros e IPNs, utilizando, para estos últimos, el método simultáneo de preparación.

La novedad de este proyecto consiste en profundizar en la síntesis de IPNs por vía secuencial, a partir de aceite de higuera modificado, con el fin de lograr información que permita su comparación con los resultados obtenidos anteriormente a partir del método simultáneo, y proponer vías alternas de producción de IPNs que tengan en cuenta las ventajas de cada uno de los métodos tradicionales, para la obtención de materiales con propiedades mejoradas. Además, se estudiará el efecto que tiene el método de preparación sobre las propiedades físico-mecánicas, térmicas y fisicoquímicas de los productos obtenidos.

Este documento comienza aclarando algunos conceptos teóricos fundamentales en el desarrollo de la investigación, referentes a los materiales usados en la síntesis, los materiales poliméricos obtenidos, así como a los ensayos a que están sujetos. Posteriormente, se describe el procedimiento experimental utilizado en la investigación, tanto en el desarrollo de las diferentes vías de preparación de los IPNs, como en su caracterización.

Se presentan también los resultados obtenidos en la caracterización de los IPNs, con su correspondiente análisis. Finalmente, se plantean las conclusiones arrojadas por el trabajo. En los anexos puede encontrarse información detallada sobre las materias primas utilizadas en el proyecto, protocolos de síntesis y caracterización de los productos, y datos completos de las diferentes pruebas realizadas.

Este proyecto hace parte de la propuesta de investigación aprobada por Colciencias: “Preparación y evaluación de nuevos materiales poliméricos tipo IPN, a partir de aceite de higuera modificada, estireno y almidón de yuca” en el cual trabaja el Grupo de Investigación en Polímeros de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander.

1. CONCEPTOS TEÓRICOS

1.1 ACEITE DE HIGUERILLA^(1,3,8)

Es un aceite vegetal extraído de la semilla de la planta *Ricinus Communis* que se encuentra en regiones tropicales. Es un líquido viscoso con un olor desagradable característico, una alta gravedad específica que lo distingue de otros aceites, soluble en solventes orgánicos y menos soluble en hidrocarburos alifáticos.

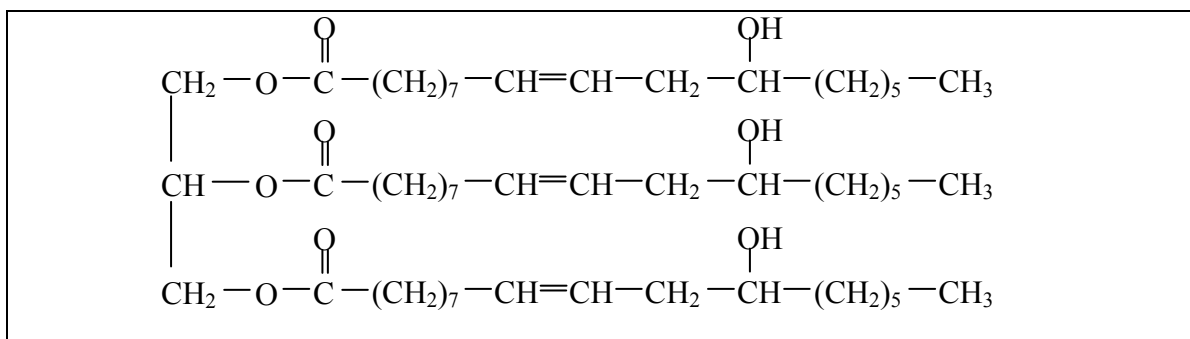
La composición de este aceite corresponde a ácidos grasos y ésteres de glicerol, de los cuales, el ácido ricinoleico constituye su principal componente.

Tabla 1. Composición del aceite de higuera.⁽⁸⁾

Ácido	Porcentaje
Ricinoleico	89.5
Linoleico	4.2
Oleico	3.0
Palmítico	1.0
Estearico	1.0
9,10-Dihidroxiestearico	0.7
Eicosanoico	0.3
Linoleico	0.3

Este ácido, que se encuentra asociado dentro del aceite en forma de triglicérido, se caracteriza por una estructura que contiene tres grupos hidroxilos en el carbono doce.

Figura 1. Molécula del triglicérido del ácido ricinoleico.⁽⁸⁾



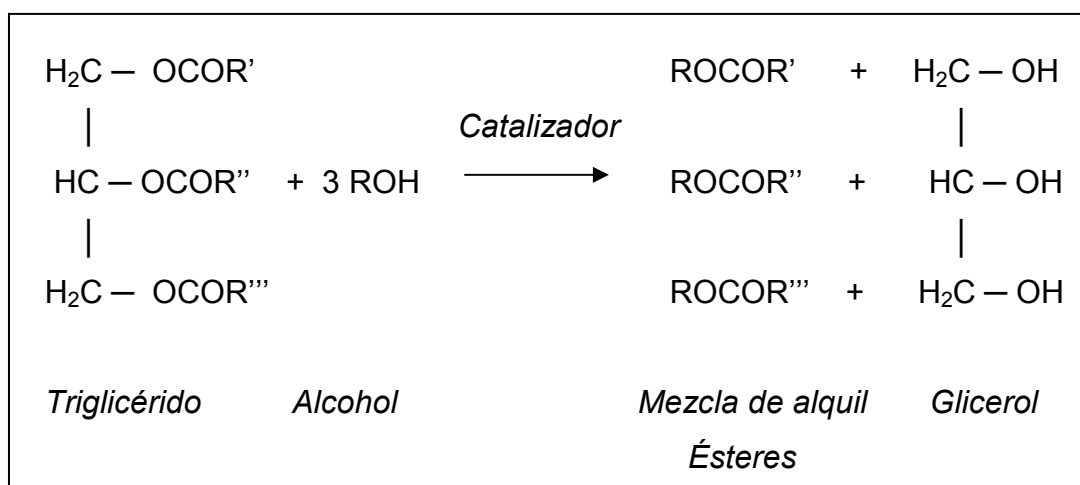
Su estructura trihidroxílica permite la producción de sistemas de uretano altamente entrecruzados.

1.2 REACCIÓN DE TRANSESTERIFICACIÓN ^(4,8,9)

El término de transesterificación es utilizado para describir las reacciones orgánicas donde un éster es transformado en otro a través del intercambio del grupo alcoxi. Es una reacción de equilibrio que ocurre por simple mezcla de los reactivos, un éster y un alcohol, aunque la presencia de un catalizador, típicamente un ácido o una base fuerte, acelera considerablemente el alcance del equilibrio.

En la transesterificación de aceites vegetales, un triglicérido reacciona con un alcohol en la presencia de un ácido o base fuerte produciendo una mezcla de ésteres alquílicos de ácidos grasos y glicerol. Para alcanzar una alta producción del éster, el alcohol debe ser usado en exceso.

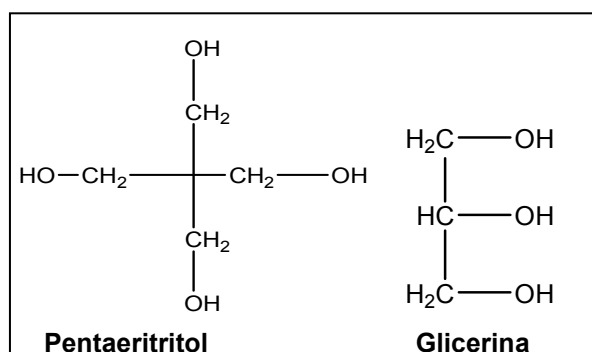
Figura 2. Reacción general de transesterificación.⁽⁸⁾



La transesterificación mantiene inmodificable la composición de los ácidos grasos y solo altera la distribución de los triglicéridos de estos ácidos.

En el caso del aceite de higuera, puede llegar a ser modificado mediante una reacción de transesterificación con sustancias que presenten grupos OH como pentaeritritol, glicerina o por la incorporación de almidón de yuca, compuesto esencialmente por amilosa y amilopectina.

Figura 3. Estructuras de algunos modificadores del aceite de higuera.⁽⁴⁾



1.3 ALMIDÓN⁽⁴⁾

Este carbohidrato ampliamente usado en el sector alimenticio ha venido incursionando como agente entrecruzante en la producción de materiales poliméricos de mayor degradabilidad y en IPNs, dada la presencia en su estructura de una elevada concentración de grupos hidroxilo (-OH).

A nivel comercial, el almidón extraído de la yuca está constituido principalmente por amilosa y amilopectina, carbohidratos formados por unidades repetitivas de D-glucopiranosil unidas entre sí por enlaces glucosídicos $\alpha(1,4)$ y $\alpha(1,6)$ respectivamente, que le dan propiedades funcionales.

Figura 4. Estructura de la amilosa.⁽⁴⁾

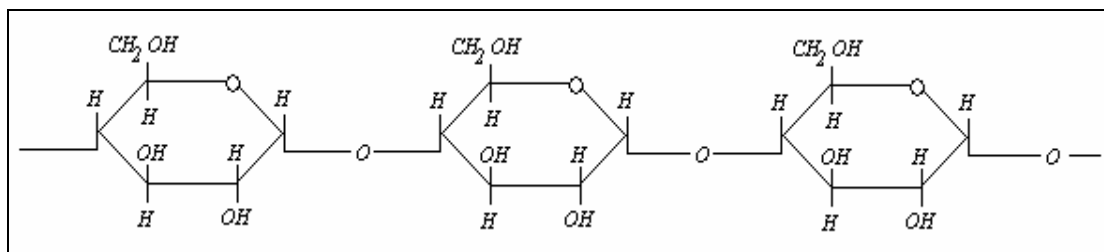
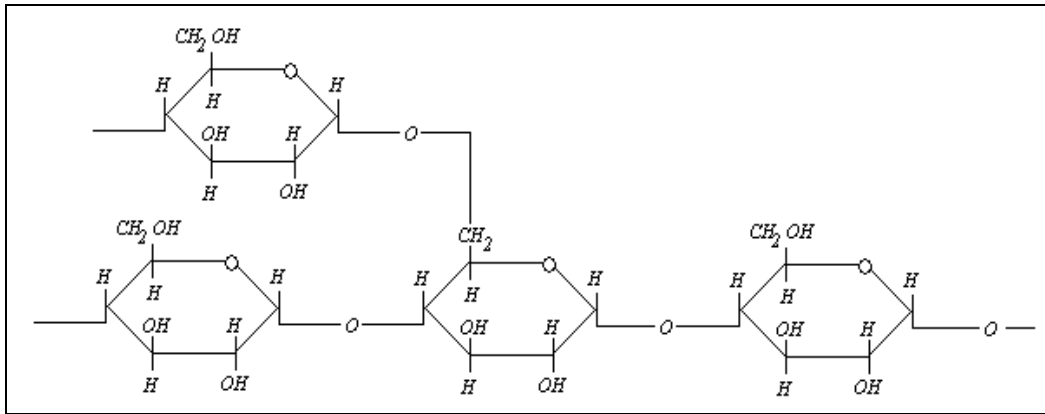


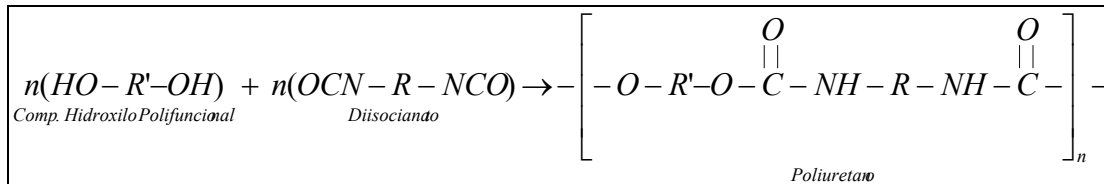
Figura 5. Estructura de la amilopectina.⁽⁴⁾



1.4 POLIURETANOS^(4,10)

Los poliuretanos son polímeros formados por reacciones de poliadición por etapas de no condensación, entre poliisocianatos y compuestos polihidroxílicos como poliéteres, glicoles ó polioles.

Figura 6. Reacción de polimerización del poliuretano



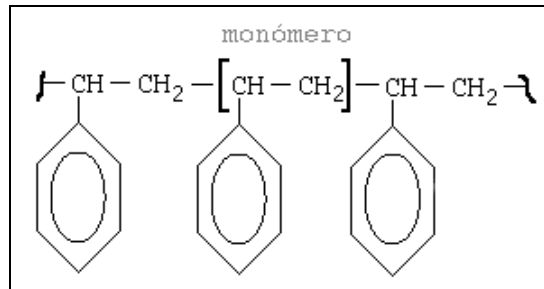
Esta reacción y el producto obtenido están influenciados por diferentes factores como la estructura y funcionalidad de sus componentes, ubicación de sustituyentes, tipo de solvente y catalizador (en caso de ser utilizado), presencia de impurezas y temperatura.

1.5 POLIESTIRENO^(3,8)

El poliestireno es una resina termoplástica sintética, de peso molecular variable que depende del grado de polimerización. Es un sólido vítreo por debajo de 100°C; por encima de esta temperatura es procesable y puede dársele múltiples

formas. El monómero utilizado como base en la obtención del poliestireno es el estireno.

Figura 7. Estructura general del poliestireno⁽⁸⁾



La polimerización del estireno requiere la presencia de una pequeña cantidad de un iniciador, entre los que se encuentran los peróxidos, que operan rompiéndose para generar un radical libre. Este se une a una molécula de monómero, formando así otro radical libre más grande, que, a su vez, se une a otra molécula de monómero y así sucesivamente. Finalmente, se termina la cadena por reacciones tales como la unión de dos radicales, las cuales consumen pero no generan radicales.

1.6 REDES INTERPENETRADAS DE POLÍMERO (IPNs)^(3,15)

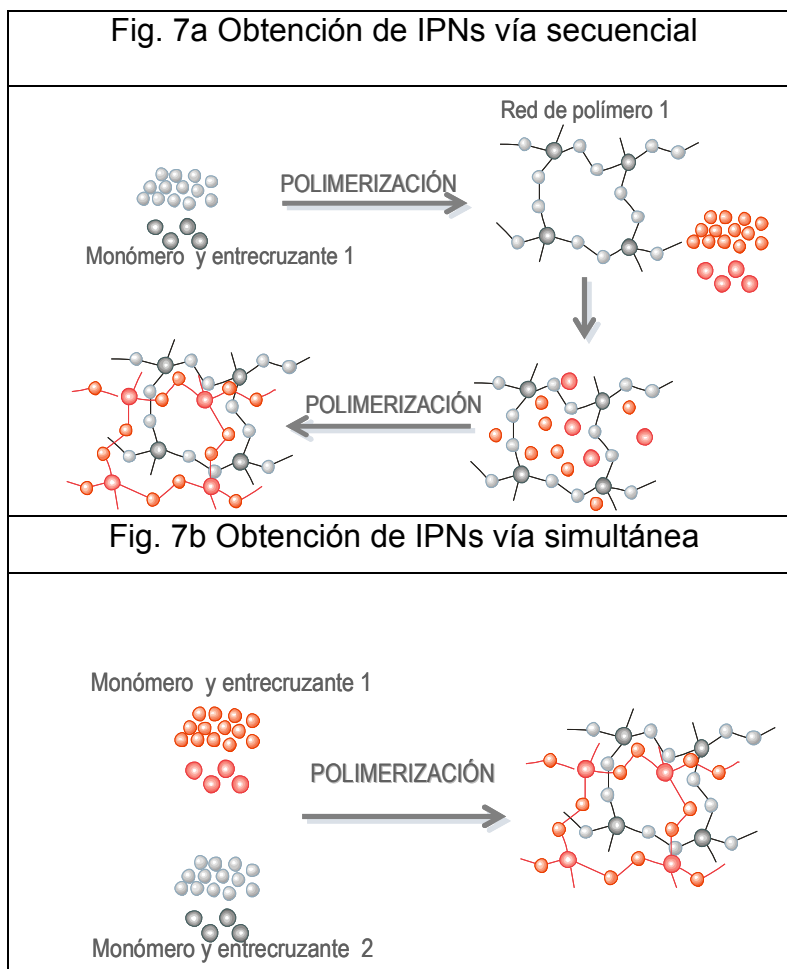
1.6.1 Generalidades⁽³⁾. Las redes interpenetradas de polímeros, IPNs, son una combinación de dos o más polímeros que se entrelazan, por lo menos parcialmente, a escala molecular, en la que al menos uno es polimerizado y/o reticulado en presencia del otro(s).

1.6.2 Vías de polimerización de IPNs⁽¹⁵⁾

- **IPN Secuencial.** Corresponde al IPN que se forma al polimerizar el primer monómero, agente entrecruzante e iniciador para formar una red. La red se hincha con la segunda combinación de monómero y agente entrecruzante y se polimeriza para formar el IPN.

- **Red Interpenetrada simultáneamente formada. (SIN).** Los monómeros, más entrecruzantes y activadores de ambas redes son mezclados, seguido por las polimerizaciones simultáneas.

Figura 8. Obtención de IPNs por vía secuencial y vía simultánea.



1.6.3 Aplicaciones de los IPNs⁽¹⁵⁾. Los IPNs tienen propiedades termoestables, flexibilidad y alta capacidad de absorción de energía. Así, estos materiales poseen aplicaciones en numerosos campos, entre los cuales se destacan partes automotrices, medicina (piel artificial en heridas causadas por quemaduras), piezas dentales (con resistencia al hinchamiento por triglicéridos comestibles y materiales relacionados), láminas para moldeo de componentes, resinas de intercambio iónico, secadores, aislamiento para tuberías, guarniciones, líneas, alambres y cables.

1.7 ANÁLISIS Y ENSAYOS DE POLÍMEROS^(4,8)

- **SOLUBILIDAD:** La disolución de un polímero es un proceso lento que acontece en dos fases. En la primera, las moléculas de disolvente se difunden lentamente dentro del polímero produciendo un gel hinchado. En la segunda, el gel se desintegra gradualmente en una verdadera disolución.

Los polímeros reticulados no se disuelven, únicamente se hinchan, debido a las grandes fuerzas intermoleculares polímero-polímero.

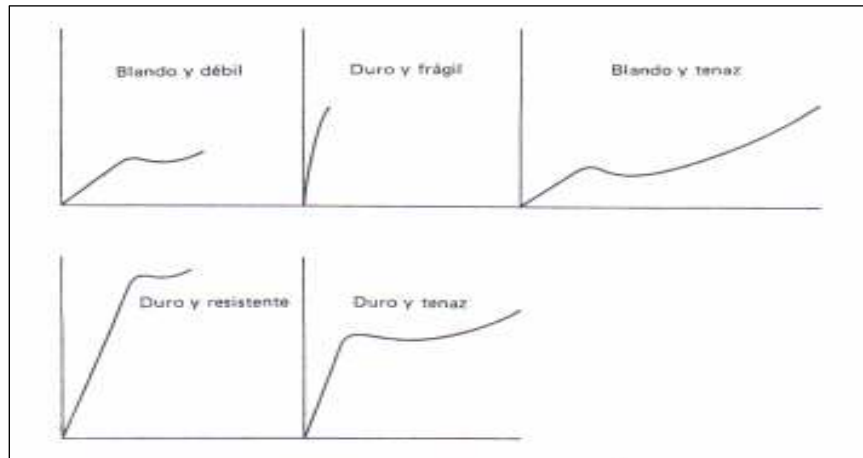
- **ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO:** En el análisis termogravimétrico (TGA) se utiliza una balanza sensible que sigue el cambio de peso de la muestra en función de la temperatura. Aplicaciones características incluyen la evaluación de la estabilidad térmica y temperatura de descomposición.

- **DEFORMACIÓN EN TENSIÓN:** Una de las experiencias mecánicas que suministran más información con cualquier tipo de material es la determinación de la curva tensión-deformación. Esta se realiza normalmente por medida continuada de la fuerza que se desarrolla a medida que la muestra es alargada a velocidad constante de tensión.

La curva generalizada de tensión-deformación para plásticos sirve para definir algunas magnitudes útiles, tales como, módulos o rigidez (Pendiente de la curva),

tensión límite, resistencia y alargamiento en ruptura. En la figura 9 se muestran curvas típicas de tensión-deformación, con su respectiva interpretación.

Figura 9. Curvas de tensión-deformación para varios tipos de materiales poliméricos.⁽⁴⁾



- **DUREZA:** La dureza es una propiedad compuesta que combina los conceptos de resistencia a la penetración, rayado, daño superficial, etc. 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.

1.8 ANTECEDENTES

Los IPNs han sido ampliamente estudiados debido a su habilidad para producir materiales versátiles con la combinación requerida de propiedades. Yenwo, fue el primero en preparar IPNs del aceite de higuera mediante la vía secuencial por medio de la reacción del aceite con TDI (toluendifenil Diisocianato) para formar la red de poliuretano y estireno y DVB (divinilbenceno) utilizando peróxido de benzoilo como iniciador. Devia, Patel y Xie ampliaron estas investigaciones sintetizando IPN's a partir del aceite de higuera y diversos monómeros acrílicos y/o vinílicos vía simultánea.^(1,16)

Trabajos realizados conjuntamente entre la UIS y el grupo del Profesor L.H. Sperling en Lehigh University^(3,13,14) en donde se utilizó el aceite de higuera para obtener la red de poliuretano por reacción con di-isocianato de tolueno (TDI) y con hexametileno di-isocianato (HDI) y posteriormente formar el IPN secuencial con la red de poliestireno, mostraron como resultado un amplio espectro de productos que van desde elastómeros reforzados hasta plásticos de alta resistencia al impacto y a la fatiga, cuya composición y morfología de fases se encuentran reguladas por la densidad de reticulación de la red de poliuretano.

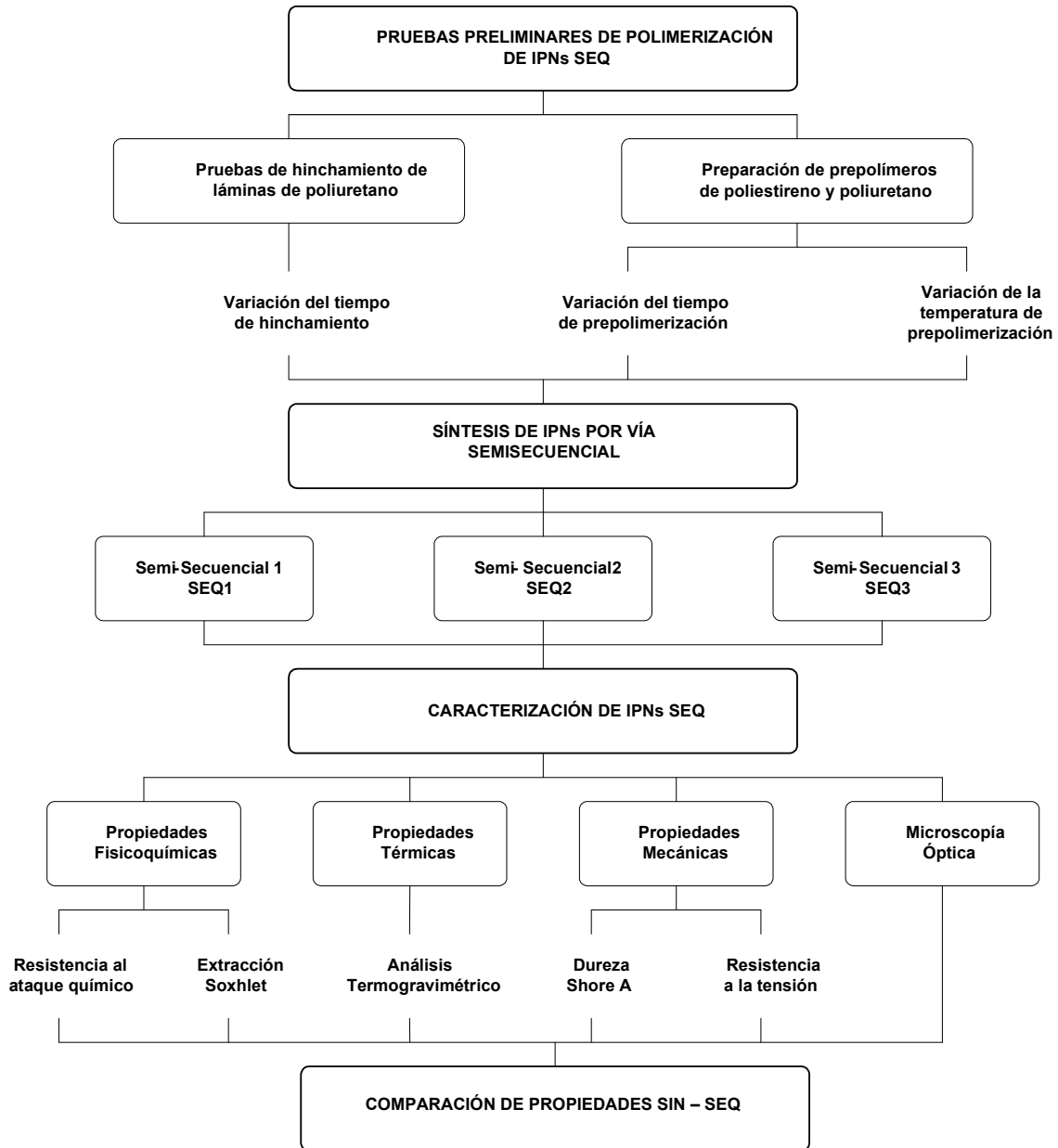
El Grupo en Investigación en Polímeros de la Universidad Industrial de Santander realizó modificaciones al aceite de higuera por dos diferentes vías: transesterificación con pentaeritritol y con glicerina, e incorporación de almidón de yuca; se sintetizaron elastómeros de poliuretanos e IPNs poliuretano/ poliestireno por el método simultáneo a partir del aceite modificado. Las modificaciones del aceite aumentaron el índice de hidroxilo del mismo, así como la resistencia final a la tensión y el módulo de los materiales producidos.^(4,5,8)

Kayaman, al trabajar con redes de poli acrilamida y poli (ácido itacónico) encontró que los IPNs obtenidos por vía secuencial y simultánea, tienen morfologías totalmente diferentes. Bauer estudió la morfología de redes Epoxi/SiO₂ y observó una mayor separación de fases en los IPNs secuenciales que en los simultáneos. Qiao-ling y Zheng-ping estudiaron IPNs poliuretano/epoxi; los resultados mostraron que los IPNs simultáneos tienen mejores características mecánicas y un grado más amplio de interpenetración en comparación con los IPNs secuenciales. J. E. Mark y Y.-P. Ning concluyeron que los IPNs secuenciales tienen valores altos de módulo de deformación, mientras que los IPNs simultáneos, tienen elongaciones inusualmente grandes.^(2,6,7)

2. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Figura 10. Diagrama de la metodología experimental.



2.2 REACTIVOS Y EQUIPOS

Los listados de los reactivos y equipos utilizados se presentan en el anexo A.

2.3 DESCRIPCIÓN DE LA METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Modificación del aceite de higuera con Pentaeritritol y Almidón de yuca^(4,5).

La modificación del aceite se llevó a cabo por dos vías: reacción de transesterificación e incorporación de almidón de yuca. Los productos de la reacción de transesterificación entre el aceite y el pentaeritritol fueron llamados “Polioles” y los productos de la incorporación del almidón al aceite “Suspensiones”.

La preparación de los polioles se basó en el trabajo titulado OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ELASTÓMEROS DE POLIURETANO A PARTIR DE ACEITE DE HIGUERA MODIFICADO⁽⁴⁾; la preparación de las suspensiones se basó en el trabajo titulado SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE ELASTÓMEROS DE POLIURETANO A PARTIR DE METILEN DIFENIL DIISOCIANATO (MDI) Y ACEITE DE HIGUERA MODIFICADO CON ALMIDÓN DE YUCA⁽⁵⁾ realizados dentro del Grupo de Investigación en Polímeros de la UIS. Estos procedimientos se encuentran descritos en los anexos B y C. La composición e índice de hidroxilo de los polioles y suspensiones usados en este trabajo, se muestran en el anexo D.

Lavado del estireno para remover el inhibidor.^(14,16) El estireno es una sustancia que al ser expuesta a la luz o a un incremento de temperatura se polimeriza fácilmente. Es por esto que se inhibe con terbutilcatecol o algún tipo de quinona para facilitar su almacenamiento y debe, por tanto, eliminarse su inhibidor antes de utilizarlo en la polimerización de IPNs. La remoción del inhibidor se describe en el anexo E.

2.3.1 Pruebas preliminares de polimerización de IPNs SEQ.

Hinchamiento de láminas de poliuretano. Se realizaron pruebas preliminares para observar la variación en las propiedades, ante diferentes tiempos de

inmersión de láminas de poliuretano en estireno, que había sido previamente mezclado con un agente entrecruzante y un iniciador de la reacción.

A partir del estudio de trabajos realizados por autores reconocidos en el tema de IPNs, se utilizó Divinil benceno (DVB) como agente entrecruzante, peróxido de benzoílo como iniciador de la reacción de polimerización del estireno y anilina, que mejora la actividad del peróxido durante la polimerización en porcentajes de 1.4%, 2% y 0.7% en peso respectivamente, con base en la masa de estireno^(3,8,15).

El curado se llevó a cabo a 90°C. Esta temperatura de curado se seleccionó teniendo en cuenta la temperatura de descomposición del iniciador (peróxido de benzoílo) igual a 80°C.

Preparación de prepolímeros. En la síntesis de IPNs es deseable que las velocidades de formación de los polímeros que conforman la red sean similares, para obtener una mejor dispersión de fases. Con este fin, se busca adelantar la polimerización del estireno, que es más lenta, y así, reducir la diferencia con la del poliuretano. Para esto, se preparó prepolímero de poliestireno a diferentes tiempos y temperaturas, tal como se indica a continuación:

1. En un balón de tres bocas esmeriladas, se agregan el estireno, el DVB, peróxido de benzoílo y dibutilamina en las cantidades indicadas en la sección anterior. En las bocas del balón se acondicionan termómetro, condensador total y un tapón con entrada y salida de nitrógeno para lograr una atmósfera inerte.
2. La mezcla se lleva a temperatura constante utilizando un agitador magnético durante diferentes tiempos de prepolimerización.
3. Se deja enfriar la mezcla y se mantiene refrigerado.

Una ventaja adicional que se logra es la reducción de pérdidas por evaporación debido a que se alcanza un avance en la reacción de polimerización.

La prepolimerización del uretano, que se lleva a cabo para desarrollar un método que se aproxime al secuencial puro, se realizó de la siguiente manera:

1. En un reactor de 250 mL calentar el aceite de higuera previamente rotoevaporado.
2. Agregar por goteo la cantidad necesaria de MDI fundido durante un tiempo determinado con agitación constante.
3. Utilizar el prepolímero inmediatamente.

2.3.2 Síntesis de IPNs por vías semi-secuenciales.

Semi-secuencial 1 (SEQ1). Con prepolímero de poliestireno. Inicialmente se prepara el prepolímero de estireno según el tiempo y la temperatura que sean consideradas como óptimas en las pruebas preliminares. A continuación, se inicia con la síntesis del poliuretano en un reactor de 250mL tal como se indica a continuación:

1. Se agita el polioli, suspensión o aceite puro, según el IPN a realizar, para lograr su homogeneización y se rotoevapora a una temperatura de 70°C y una presión 70 mbar con el fin de eliminar la humedad presente. Esta evaporación ha de hacerse durante 1h.
2. Se funde el MDI en un vaso de precipitados a una temperatura de 60 °C.
3. Se adiciona el MDI, el prepolímero de estireno y Dibutil Estaño Dilaureato (catalizador) al aceite, mientras se agita mecánicamente a 400 rpm durante 10 segundos
4. Se eliminan las burbujas de la mezcla mediante aplicación de vacío y se lleva a un baño de agua a temperatura ambiente para disminuir la velocidad de reacción de polimerización.
5. Cuando la mezcla ha aumentado considerablemente su viscosidad, se vierte en un molde que se ha preparado anteriormente con un agente desmoldante (RESIANT) que no interfiere con el producto y no se descompone a alta temperatura. Se somete a curado a temperatura ambiente durante 18h, tiempo necesario para la polimerización de la red uretano.
6. Finalmente, se somete a curado durante 24h, a 90°C.

La tabla 2 relaciona la nomenclatura utilizada.

Tabla 2. Nomenclatura utilizada en la síntesis de los IPNs de acuerdo al modificante y a las relaciones PU/PS y NCO/OH.

MODIFICANTE			
P	P0 ó P1		S5 ó S7
Aceite Puro	Poliol 0 ó 1		Suspensión 5% ó 7%
RELACIÓN PU/PS			
P0	P1	P2	P3
90/10	80/20	70/30	60/40
RELACIÓN NCO/OH			
A		B	
1		0,85	

Semi-secuencial 2 (SEQ2). *Con prepolímero de poliuretano.* Se comienza con la prepolimerización del poliuretano en un reactor de 250mL:

1. Se prepara el poliol, suspensión o aceite puro según el numeral 1 de la sección anterior.
2. Hacer el prepolímero de poliuretano según el tiempo y la temperatura que sean consideradas como óptimas en las pruebas preliminares.
3. Agregar el estireno que ha sido previamente mezclado con el DVB, peróxido de benzoilo y anilina. Añadir también el catalizador continuando con la agitación.
4. Repetir los pasos 4, 5 y 6 del método semi-secuencial 1 (SEQ 1).

Semi-secuencial 3 (SEQ3). *Con prepolímero de poliuretano y prepolímero de poliestireno.*

1. Preparar el prepolímero de poliestireno.
2. Preparar el prepolímero de poliuretano.
3. Mezclar, agregar el Dibutil Estaño Dilaureato y agitar mecánicamente a 400rpm durante 10 segundos.
4. Repetir los pasos 4, 5 y 6 del método semi-secuencial 1 (SEQ 1).

En el anexo F se muestran la lista de IPNs sintetizados por cada método y en el anexo G se describen las cantidades de reactivos utilizadas en la preparación de cada una de las láminas moldeadas.

2.3.3 Medición de las propiedades físico-químicas, mecánicas y térmicas de los SEQ.

Propiedades físico-químicas

- Resistencia al ataque químico: Según Norma ASTM D543-87. Las muestras tomadas fueron circunferencias de 1.6 cm de diámetro. Los reactivos usados para tal fin fueron tolueno, gasolina y tetracloruro de carbono.
- Extracción Soxhlet: Realizada a algunas muestras de SEQ tomando probetas rectangulares de 4x2 cm, sometidas a extracción con tolueno por un periodo de 24 horas, y luego sometidas a una temperatura de 90°C durante 24 horas.

Propiedades mecánicas

- Dureza Shore A: Según la Norma ASTM D785. Medida con un durómetro calibrado para tal fin.
- Resistencia a la tensión: Según la norma ASTM D638. Esfuerzo y Porcentaje de Elongación. Pruebas realizadas en el Laboratorio de Resistencia de Materiales de la Escuela de Ingeniería Civil de la UIS con una máquina INSTRON. La velocidad de elongación fue 2.5cm/min a una temperatura aproximada de 19°C. El módulo de elasticidad fue determinado para todos los casos en un porcentaje de elongación del 25%. La energía de ruptura se determinó calculando el área bajo la curva esfuerzo-deformación.

Propiedades térmicas

- Análisis Termogravimétrico. Llevado a cabo en una balanza termogravimétrica TA 2050. La velocidad de prueba fue de 10°C/min en un rango de temperatura de 25-700°C, bajo una atmósfera de nitrógeno.

Microscopía óptica

Microscopía óptica. Llevado a cabo en un microscopio Nikon Labophot – 2.

Máximo aumento del lente 100E, objetivo 10X; con una escala de 1 cm: 10 µm.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1 Resultados de las pruebas preliminares para la obtención de los IPNs SEQ.

3.1.1 Hinchamiento de láminas de poliuretano. Se observó que las láminas que fueron sometidas a la inmersión en estireno no resistieron el hinchamiento y se tornaron quebradizas. Además, cuando se hizo el curado a 90°C, la mayor parte del estireno se volatilizó, y se lograron IPNs con relaciones PU/PS superiores a 90/10 por lo que se decidió no insistir con este método.

3.1.2 Preparación de prepolímero de poliestireno. Se decidió preparar el prepolímero calentando durante 2,5 horas a una temperatura de 50°C, ya que a tiempos y temperaturas mayores a éstas, la polimerización se hallaba en un estado muy avanzado dificultando su manipulación. Así mismo, en tiempos y temperaturas menores, no se observaron cambios significativos en el prepolímero.

3.1.3 Preparación de prepolímero de poliuretano. Los parámetros de preparación del prepolímero de poliuretano son los siguientes: mantener en 40°C la temperatura del aceite de híguerilla, agregar el MDI durante un espacio de 20 minutos con agitación mecánica de 400 rpm.

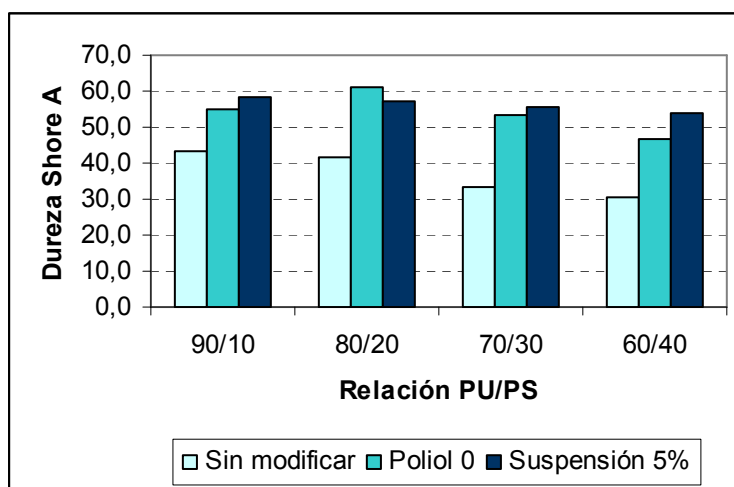
3.2 Resultado de la síntesis de IPNs por vías semi-secuenciales.

La síntesis de los IPNs se llevaron a cabo utilizando las técnicas descritas en el anterior capítulo. A continuación se discuten los resultados obtenidos de la caracterización físico-química, mecánica, térmica y morfológica realizada a estos materiales.

3.2.1 IPNs por vía semi-secuencial 1, SEQ1.

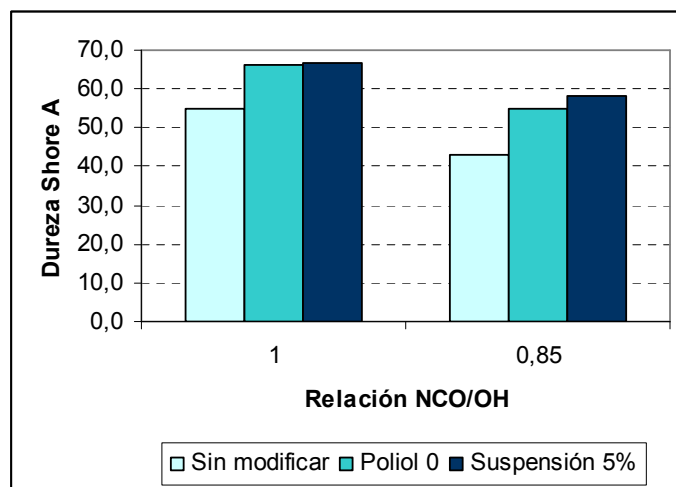
Dureza. En la figura 11 se muestran los resultados obtenidos para los IPNs SEQ1 a partir de aceite de híguerilla sin modificar, poliol 0 y suspensión 5%, para diferentes relaciones PU/PS. Allí se observa que la dureza disminuye en la medida en que la cantidad de poliestireno aumenta.

Figura 11. Variación de la dureza de los IPN SEQ1 (NCO/OH = 0.85).



En la figura 12 se observa que la dureza aumenta cuando la relación NCO/OH es mayor, evidenciando el efecto del mayor entrecruzamiento de las redes para la relación de NCO/OH= 1.

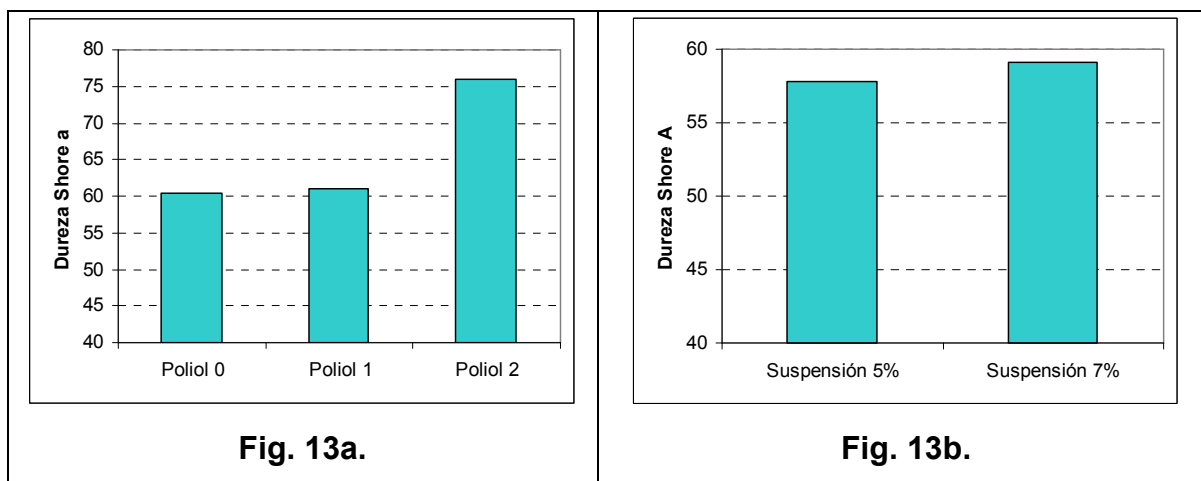
Figura 12. Variación de la dureza de los IPN SEQ1 (PU/PS=90/10).



En la figura 13a se observa un aumento considerable en la dureza del material al utilizar polioliol con mayor cantidad de pentaeritritol, debido al incremento del número de grupos hidroxilo y a su vez, la densidad de entrecruzamiento. Un resultado

similar se observa en la figura 12b al aumentar el contenido de almidón en las suspensiones.

Figura 13. Variación de la dureza de los IPN SEQ1 según su modificante. a) A partir de polioles. b) A partir de suspensiones. (PU/PS=90/10, NCO/OH=0.85).



Resistencia al ataque químico. Como lo indica la figura 14, las muestras presentan un grado de hinchamiento (% de ganancia en peso) progresivo en gasolina, tolueno y CCl_4 . Se nota también que, en la medida en que se utiliza un aceite con mayor cantidad de modificante (véase S5POB y S7POB), el hinchamiento disminuye, reflejando un aumento en la densidad de entrecruzamiento del material obtenido. La figura 14 también describe un comportamiento similar en el caso del incremento de la relación NCO/OH (POA y POB) y el aumento de la relación PU/PS (POP1B Y POP2B).

Extracción Soxhlet con tolueno. Por medio de la extracción con tolueno, se pudo estimar el porcentaje de poliestireno lineal que contenían los IPNs sintetizados. Este porcentaje osciló entre 2.5 y 10.5% en peso, correspondiendo este último valor al IPN obtenido de aceite sin modificar. En la figura 15 se puede observar la variación para algunas muestras arbitrarias y cómo, para un mismo poliol en la medida en que el IPN tiene una relación PU/PS menor, el poliestireno lineal presente aumenta, al igual que para relaciones bajas de NCO/OH. El porcentaje restante, entre un 90 – 97% en peso, corresponde al poliestireno ramificado, el cual es de nuestro interés.

Figura 14. Variación de peso de los IPNs sometidos al ataque químico.

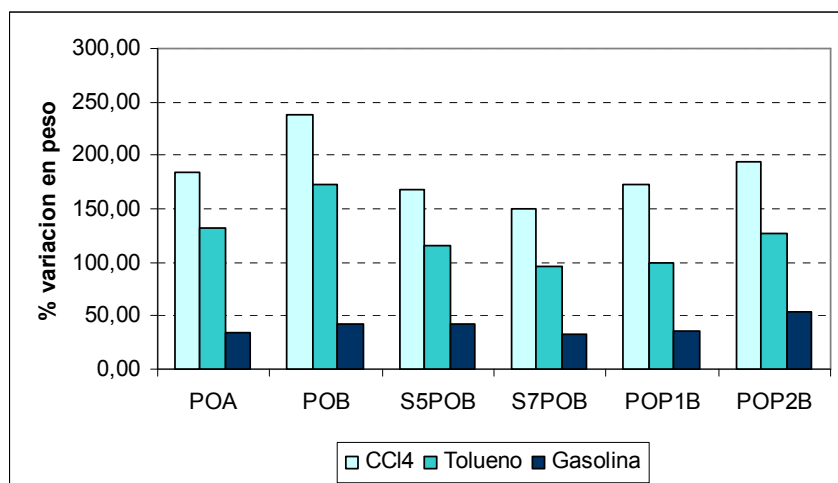
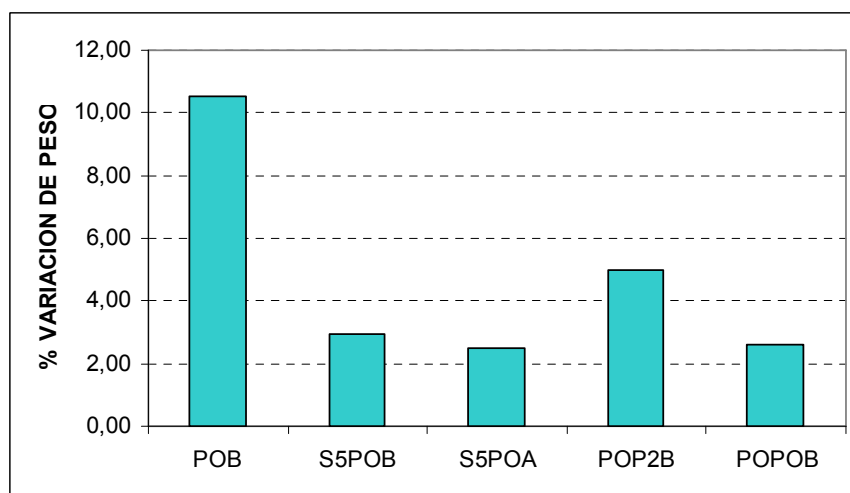


Figura 15. Variación de peso de los IPNs sometidos a extracción con tolueno.



Resultados de las pruebas de resistencia a la tensión. En la figura 16a. se aprecian las curvas esfuerzo-deformación para los IPNs a partir de aceite sin modificar y estireno para las diferentes relaciones PU/PS. Para estos materiales, a medida que la relación PU/PS se incrementa, el módulo de Young aumenta tomando valores entre 1.05-7.58 kPa, comportamiento que siguen los esfuerzos de ruptura, con valores entre 385-926 kPa y la energía de ruptura con un incremento de 37500 a 84000 kJ/m³. En cuanto al porcentaje de elongación de

ruptura, aumenta sus valores de 172 a 225% a medida que el porcentaje de poliestireno en el IPN se incrementa.

Las figuras 16b y 16c que corresponden a las curvas de tensión deformación para IPNs a partir de polioli 0 y suspensión 5% respectivamente, muestran nuevamente un aumento en la elongación al disminuir la relación PU/PS y un aumento en la resistencia a la tensión al incrementar la relación PU/PS. Este efecto evidencia el carácter dominante de la fase de poliuretano en las propiedades tensiles del IPN.

Figura 16. Curvas tensión deformación IPNs, relación NCO/OH=0.85 variando la relación PU/PS. a) A partir de aceite sin modificar. b) A partir de polioli 0. c) A partir de suspensión 5%.

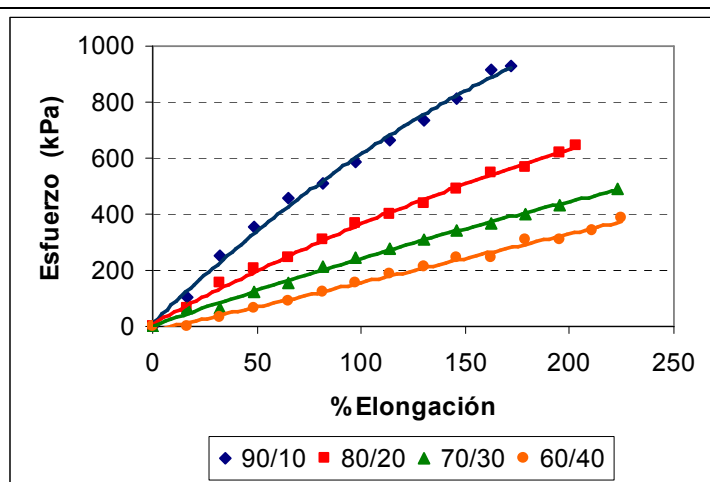


Fig 16a

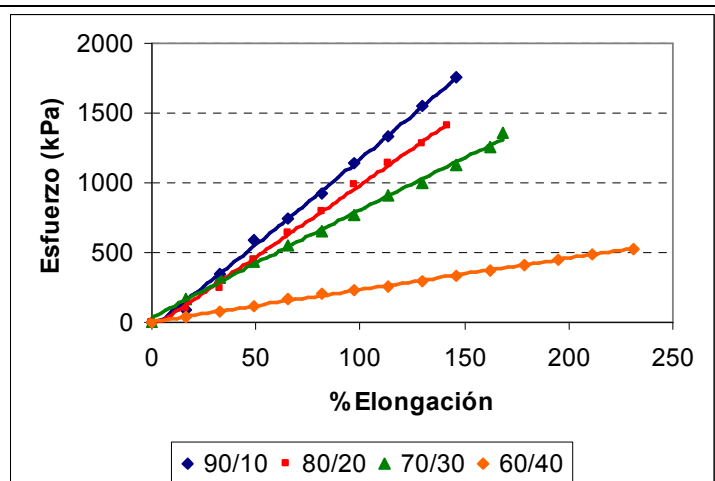


Fig. 16b

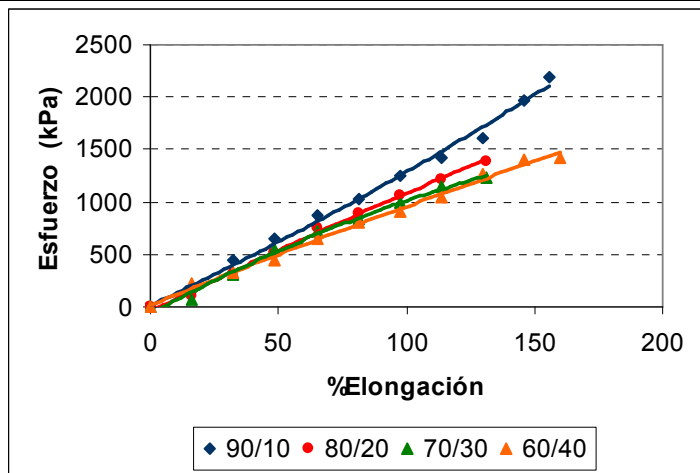


Fig. 16c

Las figuras 17 comparan la relaciones NCO/OH. Se observa que los materiales con relación NCO/OH = 0.85, presentan pendientes inferiores y por consiguiente esfuerzos de ruptura menores. Los mayores módulos y porcentajes de elongación se alcanzan para las muestras con una relación NCO/OH = 1, cuando es mayor el grado de reticulación de la fase dominante de poliuretano.

Figura 17. Curvas tensión deformación IPNs con relación PU/PS=90/10 variando la relación NCO/OH. a) A partir de aceite sin modificar. b) A partir de polioli 0. c) A partir de suspensión 5%.

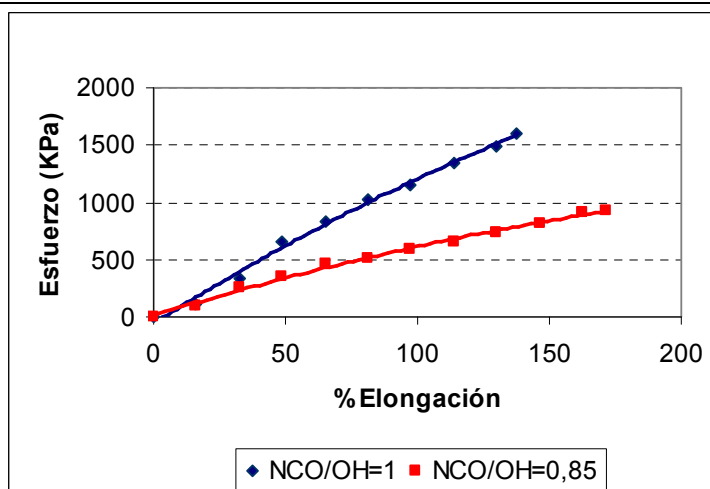


Fig. 17a

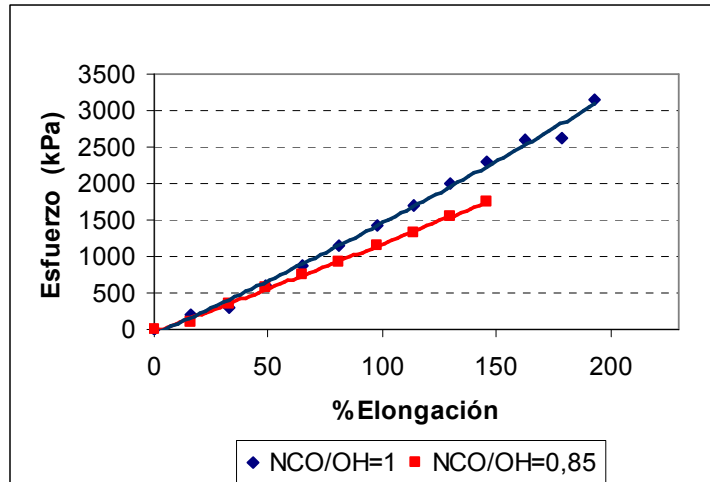


Fig. 17b

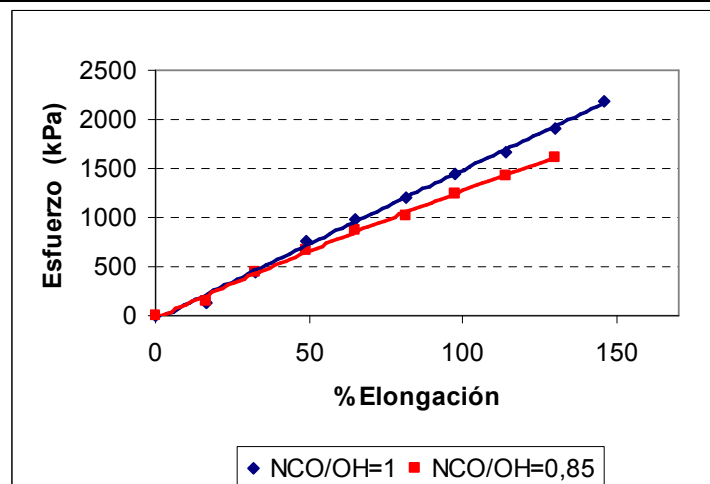


Fig. 17c

En la figura 18 se describe el comportamiento de la cantidad de modificador incorporado al aceite utilizado en la formación de la red de poliuretano en los IPN.

En la figura 18a se observa el aumento del módulo al incrementar el porcentaje de pentaeritritol incorporado, llevando a un aumento en el esfuerzo de ruptura de estos materiales. Lo anterior implica un crecimiento del área bajo la curva, siendo estos materiales mucho más resistentes, compactos y duros. En la figura 18b se observa un comportamiento similar para la suspensión con mayor cantidad de almidón.

Figura 18. Curvas tensión deformación IPNs variando la cantidad de modificante. a) Con polioles, relación PU/PS=80/20 y relación NCO/OH=0.85. b) Con suspensiones, relación PU/PS=90/10y relación NCO/OH=0.85.

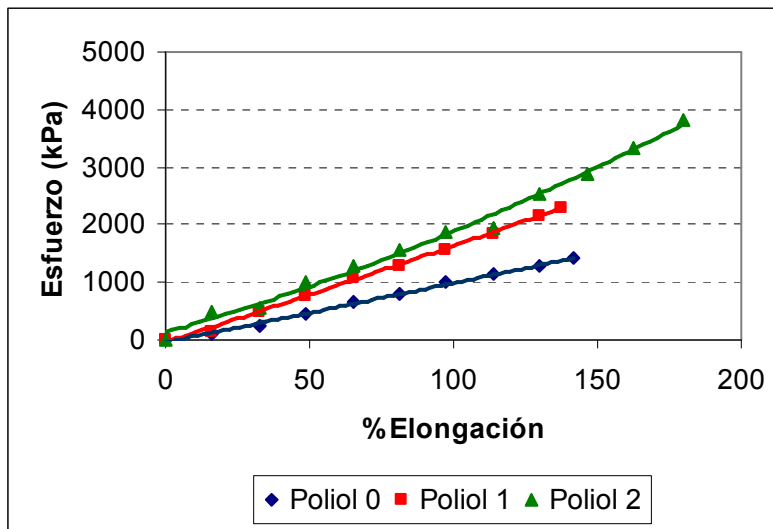


Fig. 18a

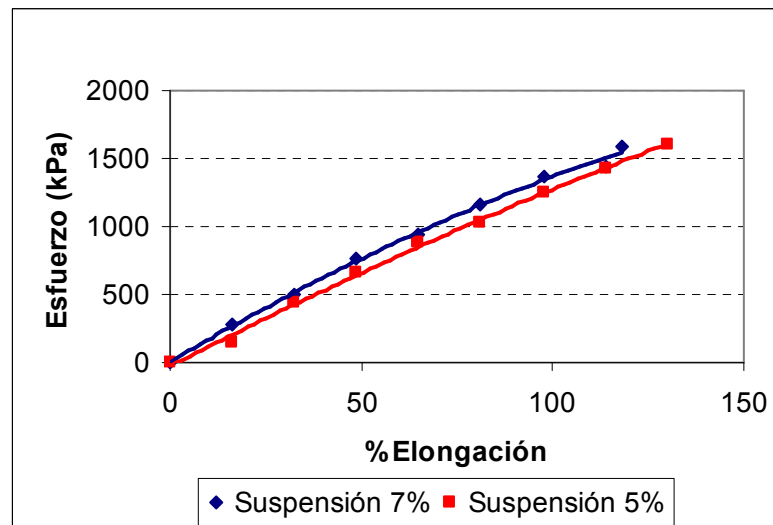


Fig. 18b

Para los IPNs sintetizados a partir de los métodos semi-secuencial 2 y semi-secuencial 3, se observaron tendencias similares a las registradas para el método semi-secuencial 1, tal como se puede apreciar en los anexos del H al K. En cuanto a la diversidad de IPNs logrados, con el método SEQ1, se obtuvo una mayor variedad de láminas, al poder trabajar con más relaciones PU/PS y

NCO/OH que con los otros métodos, que presentaron más limitaciones en su síntesis.

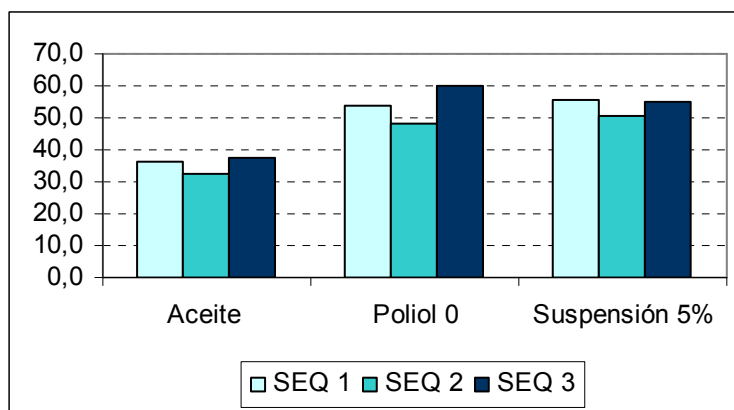
3.3 Comparación de los métodos semi-secuenciales

Se compararon los materiales obtenidos en este trabajo a partir de diferentes vías de preparación de IPNs.

3.3.1 Dureza.

La dureza de los materiales obtenidos a partir del método semi-secuencial 3 es mayor que la de los obtenidos por las otras dos vías, seguido del método semi-secuencial 1.

Figura 19. Variación de la dureza de los IPNs según su método de preparación. (PU/PS=90/10, NCO/OH=0.85).



3.3.2 Resistencia al ataque químico

La figura 20 muestra que el hinchamiento (% de ganancia en peso) de los IPNs es menor para el método semi-secuencial 1, seguido del semi-secuencial 3 y finalmente el semi-secuencial 2.

Figura 20. Variación de peso de los IPNs sometidos al ataque químico, relación NCO/OH=0.85. a) A partir de aceite sin modificar, PU/PS=90/10. b) A partir de poliol 0, PU/PS=70/30. c) A partir de suspensión 5%, PU/PS=90/10.

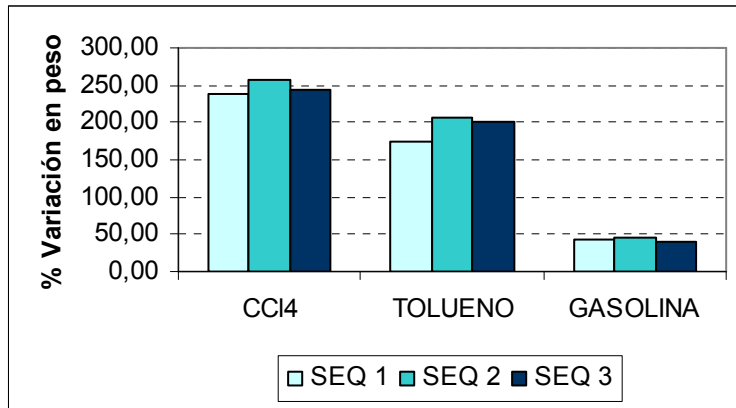


Fig. 20a

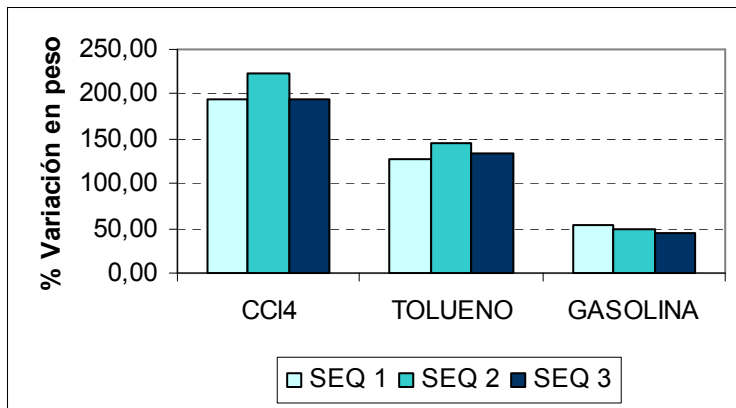


Fig. 20b

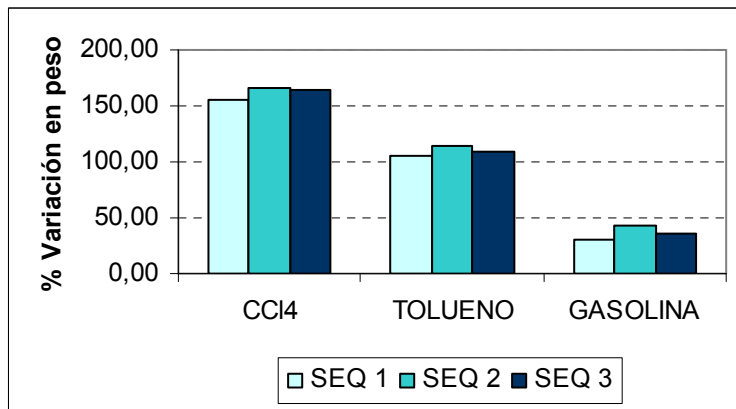


Fig. 20c

3.3.3 Resistencia a la tensión

En la figura 21 se observa que con el método semi-secuencial 3 se obtienen esfuerzos de ruptura mayores, seguido del método semi-secuencial 1 y finalmente el semi-secuencial 2. Sin embargo, es necesario notar que los resultados de los SEQ1 y SEQ2 son bastante parecidos. Los porcentajes de elongación de ruptura permanecen cercanos para los tres métodos.

Figura 21. Curvas tensión deformación IPNs variando el método de preparación, relación PU/PS=80/20 y relación NCO/OH=0.85. a) a partir de aceite sin modificar. b) A partir de polioliol 0. c) A partir de suspensión 5%.

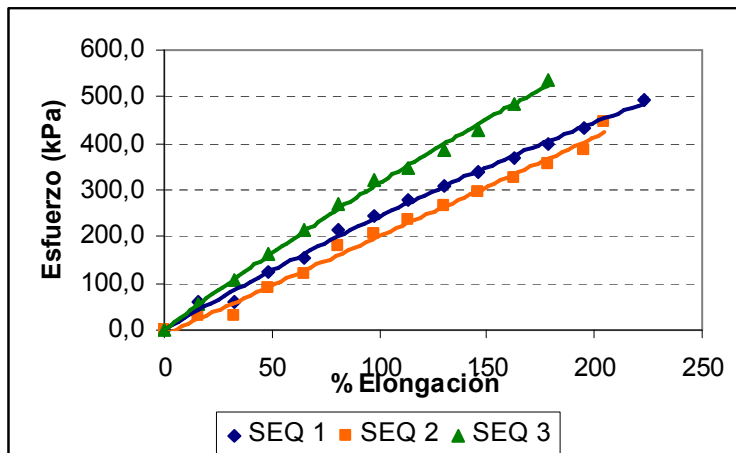


Fig. 21a

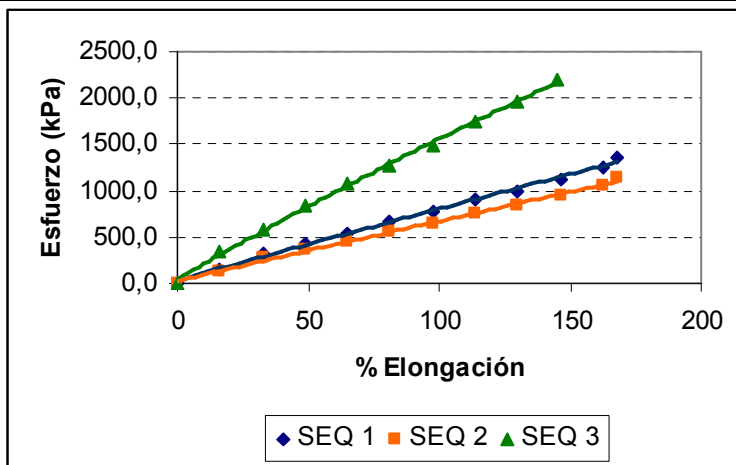


Fig. 21b

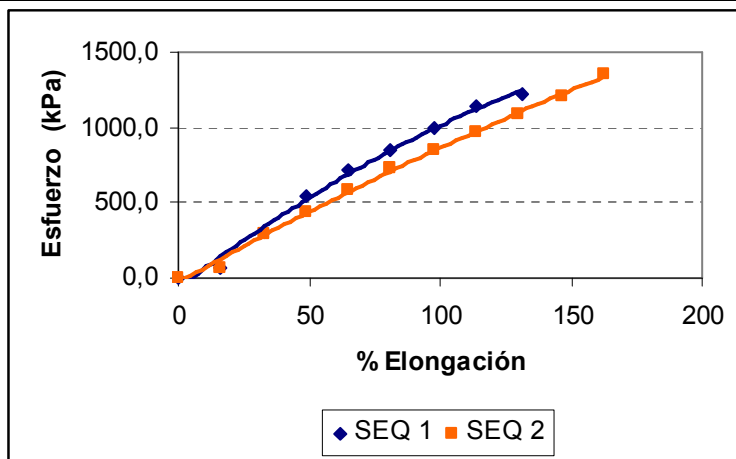


Fig. 21c

3.3.4 Análisis termogravimétrico (TGA)

Los termogramas obtenidos durante el TGA realizado a los IPNs fueron analizados partiendo de las temperaturas que representaban cambios significativos de descomposición. La estabilidad térmica de los IPNs fue evaluada por comparación de temperaturas de descomposición en las diferentes etapas y por los valores de sus porcentajes de residuos.

De estos termogramas, las temperaturas T_i y T_f corresponden a la temperatura inicial y temperatura final de descomposición del material y las temperaturas T_1 , T_2 Y T_3 corresponden a las temperaturas de las etapas de descomposición por las que pasa el material.

Del análisis se observa que estos IPNs son estables por debajo de 270°C y completamente degradados alrededor de los 485°C .

Tabla 3. Resultados del análisis termogravimétrico para IPNs obtenidos por los tres métodos de preparación estudiados.

	Muestra	T_i	T_f	% residual
Aceite modificado con pentaeritritol	SEQ1-P0P3B	271.04	483.68	3.505
	SEQ2-P0P3B	271.09	485.04	3.916
	SEQ3-P0P3B	273.43	484.58	3.366
Aceite modificado con almidón	SEQ1-S5P3B	293.82	488.94	2.692
	SEQ2-S5P3B	293.94	486.21	3.635
	SEQ3-S5P3B	297.23	482.40	3.733

Las curvas de TGA de los IPNs muestran tres significativas degradaciones térmicas:

- Primer rango de degradación: Entre $294-327^\circ\text{C}$. Las pérdidas en esta etapa pueden ser atribuidas a la pérdida de humedad, hidrocarburos alifático lineales del aceite de higuera sin modificar y modificado y oligómeros. . Se encontró que la pérdida para todos los IPNs obtenidos de P0 era aproximadamente el 13% y para los IPNs obtenidos de S5 era el 23%. La

diferencia entre los valores se debe a que en el caso de los S5 se suma la pérdida de almidón.

- Segundo rango de descomposición: Entre 344-356°C con un intervalo de pérdida de peso de 42-54%; se atribuye a la degradación del poliestireno lineal y/o a los pseudo IPNs.
- Tercer rango de descomposición: Entre 378-480, en el que se da la completa descomposición de los IPNs reticulados.

El análisis permitió observar que todos los IPNs presentaban un comportamiento similar durante su proceso de degradación, como se puede ver en los termogramas del anexo L. En la tabla 10 se observa un leve aumento de T_i para los materiales obtenidos por la ruta SEQ3, tanto para los IPNs obtenidos de polioles como de suspensiones. Esto podría deberse al mayor grado de entrecruzamiento que se logra con esta ruta, que proporciona al material mayor estabilidad térmica.

3.3.5 Microscopía óptica

La microscopía óptica es utilizada en el estudio de la morfología de materiales permitiendo hacer un análisis general de la topología del material. A simple vista, las láminas de IPNs muestran una adecuada distribución de fases, ya que todos los materiales obtenidos son translúcidos; este es un criterio utilizado en el análisis de la distribución de fases en IPNs.

En la figura 22 se comparan las microfotografías de los tres métodos semi-secuenciales, para láminas obtenidas a partir de aceite sin modificar (primera columna), poliol 0 (segunda columna) y suspensión 5% (última columna). En esta figura se evidencia el incremento de los dominios de fase dispersa para el aceite modificado, siendo mayor para la suspensión debido a la presencia adicional de la fase almidón. De igual forma, se observa que se obtuvieron láminas más homogéneas para el SEQ3, seguido del SEQ1 y finalmente el SEQ2. Es posible que los dominios observados no se encuentren formados por poliestireno puro,

sino simplemente dominios de una fase rica en poliestireno que contiene en menor proporción poliuretano.

Figura 22. Microscopía óptica de los IPN a partir de su método de preparación, PU/PS=70/30, NCO/OH=0.85. Escala de 1cm: 10 μ m.



Tomando en cuenta los resultados de las diferentes pruebas reportadas en esta sección, se decidió tomar el SEQ3 como el método de mejores resultados, debido a la mayor resistencia a la tensión de sus materiales, al igual que dureza y estabilidad térmica. Con este método se obtiene una mejor dispersión de fases y una posible mayor interpenetración de las dos redes poliméricas.

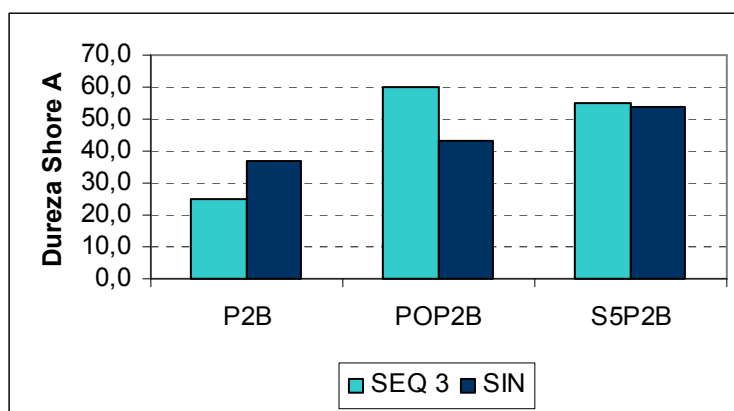
3.4 COMPARACIÓN DEL MÉTODO SEQ3 Y SIN.

Se compararon los materiales obtenidos a partir del método SEQ3 y los SIN reportados en el trabajo titulado SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE REDES INTERPENETRADAS DE POLÍMETRO SIMULTÁNEAMENTE FORMADAS (SIN)

A PARTIR DE ACEITE DE HIGUERILLA MODIFICADO Y ESTIRENO⁽¹³⁾ realizados dentro del Grupo de Investigación en Polímeros de la UIS.

3.4.1 Dureza. La dureza de los materiales obtenidos a partir del método SEQ3 es mayor que la de los obtenidos por la vía simultánea, lo que demuestra una mayor compactación del material. Esto es apreciable especialmente para los IPNs derivados del aceite modificado por transesterificación, tal como se observa en la figura 23.

Figura 23. Variación de la dureza de los IPNs según su método de preparación. (PU/PS=70/30, NCO/OH=0.85).



3.4.2 Resistencia a la tensión. En la figura 24 se observa que los IPNs del método SIN presentan mayor resistencia tensil que los del SEQ3. La figura 24 también indica que, aunque para los SEQ3 hay un incremento en el módulo de Young, se presenta una disminución en el porcentaje de elongación de ruptura debido a una posible inferior distribución de fases que en los SIN. En los métodos de preparación simultánea se alcanza una mejor intercalación de las dos redes, pues se parte de una mezcla de monómeros que facilita la dispersión debido a las más bajas viscosidades iniciales con las que arranca el mezclado.

Figura 24. Curvas tensión deformación IPNs variando el método de preparación, relación PU/PS=80/20 y relación NCO/OH=0.85. a) a partir de aceite sin modificar. b) A partir de polioli 0. c) A partir de suspensión 5%.

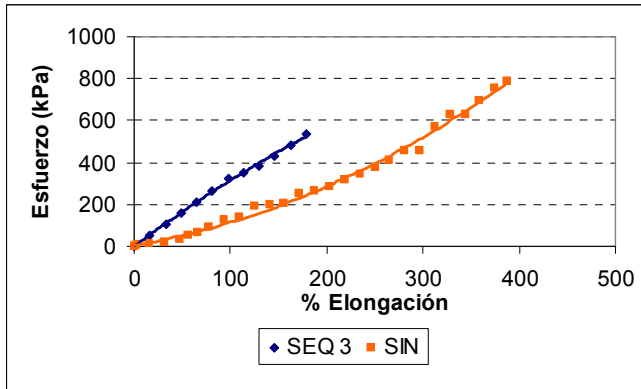


Fig. 24a

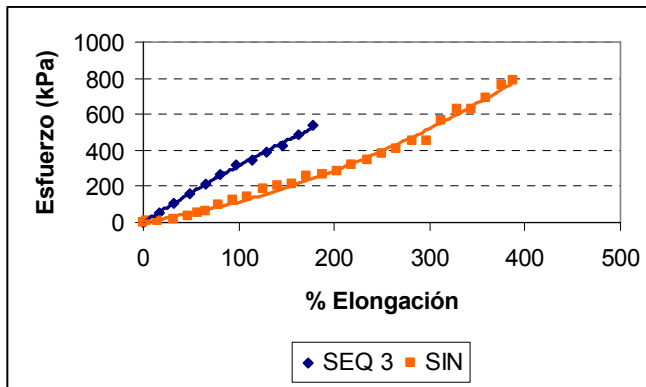


Fig. 24b

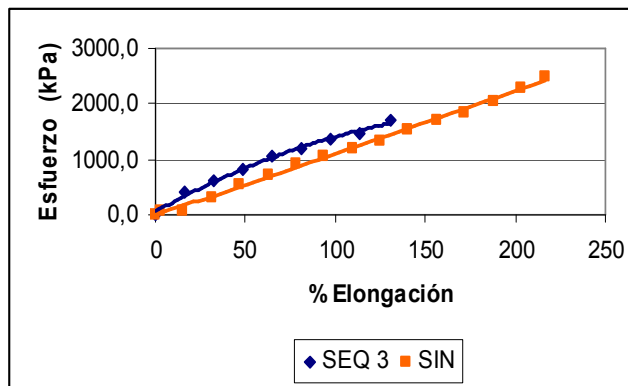


Fig. 24c

3.4.3 Extracción Soxhlet con tolueno. El porcentaje de PS lineal presente en las muestras de SEQ3 osciló entre 3.4 y 17.8% en peso, correspondiendo este último al IPN de aceite sin modificar. Para los SIN se obtuvieron porcentajes que variaron entre 4.19 y 5.83%. Estos resultados indican una mayor presencia de PS lineal dentro de los SEQ3, lo cual implica materiales que tienen una menor reticulación en la fase de poliestireno y por lo tanto, presentan una resistencia tensil mas baja.

CONCLUSIONES

- Los IPNs preparados por vías semi-secuenciales, provenientes de aceite modificado, presentaron aumentos en su resistencia al ataque por solventes, así como un incremento en la dureza y en los valores de carga máxima en las pruebas de resistencia a la tensión, en la medida en que se aumentan las relaciones NCO/OH, PU/PS y la cantidad de modificante, en comparación con los sintetizados a partir de aceite sin modificar. Esta tendencia de comportamiento resulta similar a la obtenida con los IPNs preparados por la vía simultánea.
- Entre los métodos semi-secuenciales propuestos en este trabajo, el llamado SEQ3, correspondiente al que utiliza prepolímero de poliestireno y prepolímero de poliuretano para su síntesis, logra los resultados más altos en sus propiedades fisicoquímicas, mecánicas, térmicas y morfológicas.
- Los materiales sintetizados a partir de métodos semi-secuenciales presentan menor resistencia a la ruptura que los materiales obtenidos a partir del método simultáneo, debido a la presencia de una mayor separación de fases. Sin embargo, el módulo de elasticidad de los semi-secuenciales resulta un poco mayor que para los simultáneos.

RECOMENDACIONES

- Se recomienda ampliar la investigación de las redes poliméricas interpenetradas vía secuencial, cambiando las condiciones de polimerización del estireno; utilizando un iniciador con temperatura de descomposición mas baja que la del peróxido de benzoílo, y así evitar las pérdidas de estireno por volatilización durante el curado. También usar un iniciador de carácter fotoquímico y no térmico como el utilizado en este trabajo.
- Complementar este trabajo utilizando las técnicas propuestas para sintetizar IPNs con mayor contenido de estireno que los estudiados, con el fin de obtener una gama más amplia de materiales y por tanto, de propiedades físicas, químicas, mecánicas y térmicas.

BIBLIOGRAFÍA

1. ACHAYA, K.T. Chemical derivatives of castor oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, Vol. 48, 758-763, Nov. 1971.
2. BAUER, B.J. LIU, D. JACKSON, C.L. BARNES, J.D. Epoxy/SiO₂ interpenetrating polymer networks. *Polymers for Advanced Technologies*, Vol. 7, 333-339, 1996.
3. DEVIA, N. MANSON, J.A. SPERLING, H. CONDE, A. Simultaneous interpenetrating networks based on castor oil elastomers and polystyrene. V. Behavioral trends and analysis. *Journal of Applied Polymer Science*, Vol.24, 559-582, 1979.
4. DUARTE, Diana y VALDIVIESO, María. Obtención y caracterización de elastómeros de poliuretano a partir de aceite de higuera modificado. Bucaramanga, 2004, Trabajo de Grado, Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química.
5. DUARTE, Susana y SOCARRAS, Jorge. Síntesis y caracterización de elastómeros de poliuretano a partir de metileno difenil diisocianato (MDI) y aceite de higuera modificado con almidón de yuca. Bucaramanga, 2005, Trabajo de Grado, Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química.
6. KAYAMAN, N. HAMURCU, E.E. UYANIK, N. BAYSAL, B.M. Interpenetrating hydrogel networks based on polyacrylamide and poly(itaconic acid): synthesis and characterization. *Macromolecular Chemistry and Physics*, Vol. 200, 231-238, 1999.
7. MARK, J.E. NING, Y.-P. Interpenetrating bimodal networks. *Polymer Engineering and Science*, Vol. 25, 824-827, 1985.
8. MARTÍNEZ, María. RAMÍREZ, H Patricia. Síntesis y caracterización de redes interpenetradas de polímetro simultáneamente formadas (SIN) a partir de aceite

de higuera modificado y estireno. Bucaramanga, 2005, Trabajo de Grado, Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química.

9. PRASHANTHA, K. VASANTH KUMAR PAI, K. SHERIGARA, B.S. PRASANNAKUMAR, S. Interpenetrating polymer networks based on polyol modified castor oil polyurethane and poly (2- hydroxyethylmethacrylate) Synthesis, chemical, mechanical and thermal properties. *Polymer*, Vol. 40, 3153-3163, 1999.

10. SAUNDERS, J. FRISCH, K. Polyurethanes. Chemistry and Technology. Parte I, Volumen XVI, p. 49-53, 1964.

11. SIDDARAMAIAH. Characterization of castor oil-based interpenetrating polymer networks of PU/PS. *J. Appl. Polym. Sci.*, Vol 68, 1739-1743, 1998.

12. SIDDARAMAIAH. Interpenetrating polymer Networks from castor Oil-based polyurethane and polystyrene. *Polymer*, Vol. 63, 305-309, 1999.

13. SPERLING L.H. Interpenetrating polymer networks and related materials. Plenum Press, New York, 1981.

14. SPERLING L.H., MANSON J.A., YENWO G.M, DEVIA N., PULIDO J., CONDE A. Novel Plastics and Elastomers from Castor Oil Based IPN's: A Review of an International Program. *Polymer Alloys*, D. Klemperer and K.C. Frisch, eds., Plenum Press, New York, 1977.

15. SPERLING L. H y MISHRA V. The current status of interpenetrating polymer networks. *Polymers for Advanced Technologies*, Vol. 7, 197-208, 1998.

16. YENWO, G.M. MANSON, J.A. PULIDO, J. SPERLING, L.H. CONDE, A. DEVIA, N. Castor oil based interpenetrating polymer networks: Synthesis and characterization. *J. Appl. Polym. Sci.* 21(6), 1531, 1977.

ANEXOS

ANEXO A

LISTADO DE REACTIVOS Y EQUIPOS

A1. Reactivos.

- Aceite de Higuera grado USP: Distribuido por Laboratorios León, Bucaramanga.
- Pentaeritrol: Marca Fisher. Distribuido por Produquímica de Colombia S.A., Bogotá.
- Óxido de plomo: Marca Merck. Distribuido por Produquímica de Colombia S.A., Bogotá.
- MDI (Metileno difenil diisocianato): Marca Aldrich. Distribuido por Arquilab Ltda., Bucaramanga.
- Estireno monómero grado reactivo analítico: Marca Merck. Distribuido por Arquilab Ltda., Bucaramanga.
- DVB (Divinil benceno): Marca Merck. Distribuido por Arquilab Ltda., Bucaramanga.
- Dibutilamina: Marca Merck. Distribuido por Arquilab Ltda., Bucaramanga.
- Peróxido de benzoílo: Marca Merck. Distribuido por Arquilab Ltda. Bucaramanga.
- Dibutil Dilaureato de Estaño: Marca Merck. Distribuido por Arquilab Ltda., Bucaramanga.
- Anhídrido acético: Marca Merck. Distribuido por Prolar Ltda., Bucaramanga.
- Piridina: Marca Merck. Distribuido por Produquímica de Colombia S.A., Bogotá.
- Alcohol n-butílico: Marca Mallinckrodt. Distribuido por Prolar. Ltda., Bucaramanga.
- Etanol grado reactivo analítico: Marca Carlo Erba. Distribuido por Prolar Ltda., Bucaramanga
- Hidróxido de Potasio grado reactivo analítico: Marca Carlo Erba. Distribuido por Prolar Ltda., Bucaramanga
- Tolueno. Marca Mallinckrodt. Distribuido por Arquilab Ltda., Bucaramanga.
- Sulfato de sodio anhidro: Marca Carlo Erba. Distribuido por Arquilab Ltda., Bucaramanga

A2. Equipos.

- Manta de Calentamiento. Marca Vilab.
- Agitador mecánico: Marca IKA.
- Bomba de vacío: Marca Büchi.
- Horno.
- Placa de calentamiento. Marca Thermolyne, MLW y marca IKA.
- Balanza digital. Marca OHAUS.
- Moldes.
- Rotoevaporador

ANEXO B

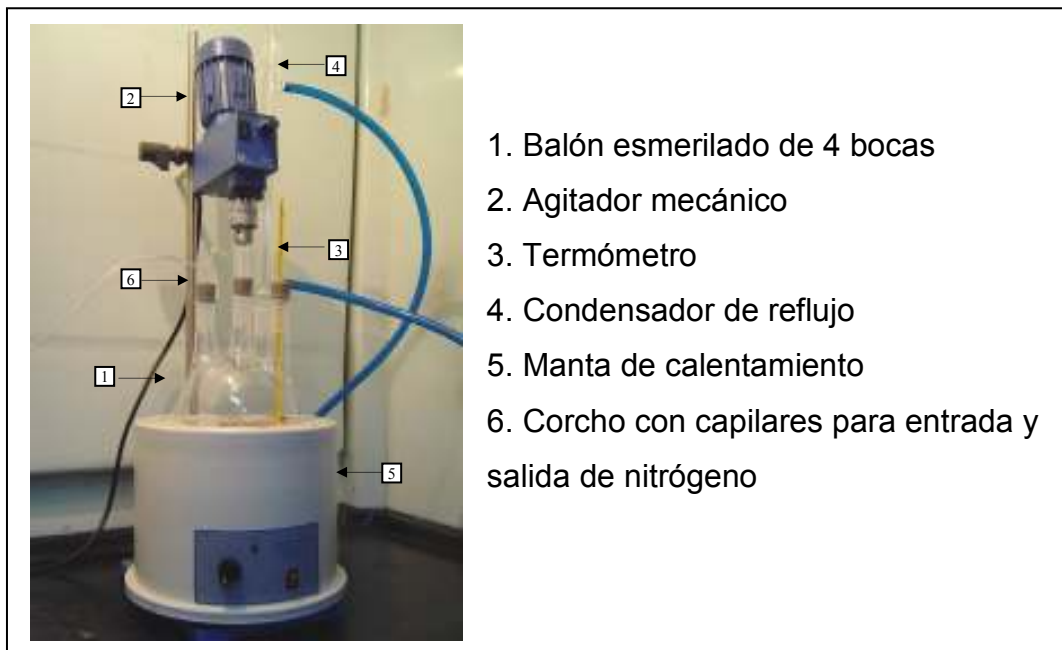
**MODIFICACIÓN DEL ACEITE DE HIGUERILLA CON PENTAERITRITOL Y
ALMIDÓN DE YUCA**

La modificación del aceite se llevó a cabo por dos vías: reacción de transesterificación e incorporación de almidón de yuca. Los productos de la reacción de transesterificación entre el aceite de higuera y el pentaeritritol fueron llamados “Poliolos” y los productos de la incorporación del almidón al aceite de higuera “Suspensiones”.

La preparación de los poliols se basó en el trabajo titulado OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ELASTÓMEROS DE POLIURETANO A PARTIR DE ACEITE DE HIGUERILLA MODIFICADO realizados dentro del grupo de investigación en polímeros de la UIS⁽⁴⁾.

La reacción entre el aceite y el pentaeritritol se llevó a cabo en un balón de cuatro bocas, en las cuales se ubicó: termómetro, agitador mecánico de vidrio, condensador de reflujo total para evitar el escape de los reactivos y los productos de reacción al ambiente y capilares para entrada y salida de nitrógeno para mantener una atmósfera inerte.

Figura B1. Montaje para llevar a cabo la modificación del aceite de higuera



El proceso de reacción se inicia con el calentamiento del aceite sin utilizar el condensador hasta 140°C con el fin de liberar la humedad del mismo. En este punto se agrega el pentaeritritol y el catalizador (PbO 0.05%), se pone en marcha el condensador y se lleva hasta una temperatura de 210°C la cual se mantiene por 2 h. Las cantidades necesarias para cada polioliol preparado se resumen en la siguiente tabla.

Tabla B1. Cantidades de reactivos y condiciones para la preparación de los polioliol.

POLIOL	Peso aceite (g)	Peso modificador	Peso catalizador	Tiempo reacción	Temperatura reacción
Poliol 0	400	5.29	0.2	2 h	210 °C
Poliol 1	400	10.57	0.2	2 h	210 °C
Poliol 2	400	21.13	0.2	2 h	210 °C

Las modificaciones del aceite de higuera con almidón de yuca se realizaron en un montaje similar al anterior; se llevaron a cabo en un balón de tres bocas, en el que se omitió el condensador de reflujo total. El aceite y el almidón se mezclaron y se sometieron a agitación y calentamiento continuo hasta alcanzar 130°C de temperatura. El sistema se mantuvo en estas condiciones durante 1.5 horas. Las concentraciones escogidas de almidón en las suspensiones preparadas fueron de 5 y 7 % peso / volumen, representativas dentro del rango de trabajo del proyecto SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE ELASTÓMEROS DE POLIURETANO A PARTIR DE METILEN DIFENIL DIISOCIANATO (MDI) Y ACEITE DE HIGUERA MODIFICADO CON ALMIDÓN DE YUCA⁽⁵⁾ realizado anteriormente en el grupo de investigación.

Se realizaron los cálculos para preparar 450 mL de suspensión. Las cantidades se describen en la tabla siguiente.

Tabla B2. Cantidades de reactivos y condiciones para la preparación de las suspensiones.

SUSPENSIÓN %p/v	Peso aceite (g)	Peso modificador (g)	Tiempo reacción (horas)	Temperatura reacción (°C)
Suspensión 5%	420.25	22.5	1.50	130
Suspensión 7%	415.99	31.5	1.50	130

- Densidad almidón: 2.02 g/mL, densidad del aceite: 0.9576 g/mL a una temperatura de 27°C.

ANEXO C

CÁLCULO DEL ÍNDICE DE HIDROXILO Y DE LA RELACIÓN NCO/OH

C1. CÁLCULO ÍNDICE DE HIDROXILO (Según norma ASTM D1957-86)

$$\text{Valor hidroxilo} = \frac{B + (SA/C) - V}{S} N * 56.1 \quad [\text{mg KOH} / \text{g muestra}]$$

A = Solución de KOH requerida para la titulación del valor ácido (mL)

B = Solución de KOH requerida para la titulación del blanco (mL)

C = Muestra usada para el valor ácido (g)

V = Solución de KOH requerida para la titulación de la muestra acetilada (mL)

S = Muestra usada para la acetilación (g)

C2. CÁLCULO RELACIÓN NCO/OH

$$\text{Relación NCO/OH} = \frac{\# \text{ moles NCO}}{\# \text{ moles OH}}$$

C2-1. Cálculo moles de hidroxilo Para realizar el cálculo del número de moles de hidroxilo presentes en un gramo de muestra se debe tener en cuenta que en la medición ocurre una reacción de acetilación, donde 1 mol de hidroxilo reacciona con 1 mol de anhídrido acético obteniéndose 1 mol de ácido acético y 1 mol de acetato. Finalmente el ácido acético se titula con solución 0.5 N de KOH.

$$\# \text{ eq} - \text{g KOH} / \text{g muestra} = \frac{\# \text{ mg KOH} / \text{g muestra}}{1000 * 56.1}$$

En la titulación:

$$\# \text{ eq} - \text{g KOH} / \text{g muestra} = \# \text{ eq} - \text{g CH}_3\text{COOH} / \text{g muestra}$$

$$\# \text{ eq} - \text{g CH}_3\text{COOH} / \text{g muestra} = \# \text{ moles CH}_3\text{COOH} / \text{g muestra}$$

Según la relación estequiométrica:

$$\# \text{ moles CH}_3\text{COOH} / \text{g muestra} = \# \text{ moles} - \text{OH} / \text{g muestra}$$

C2-2. Cálculo moles de isocianato.

Para el cálculo del número de moles de isocianatos se tiene

$$\# \text{ moles } NCO = \frac{g \text{ MDI } \times 2}{250 \text{ g/mol}}$$

Donde el 2 corresponde al número de grupos isocianato (NCO) presentes en el MDI.

ANEXO D

COMPOSICIÓN E ÍNDICE DE HIDROXILO DE LOS POLIOLES Y SUSPENSIONES UTILIZADOS LA SÍNTESIS DE IPNS SEQ

Tabla D1. Composición e Índice de hidroxilo de polioles y suspensiones.

		Peso modificador g	Peso aceite g	Índice de hidroxilo
Aceite de higuerilla	Sin modificación			160
Poliol 0	Aceite de higuerilla	5,29	400	191,23
Poliol 1	modificado con pentaeritritol	10,57	400	236,28
Suspensión 5%P/V	Aceite de higuerilla	22,5	420,25	179,3
Suspensión 7%P/V	modificado con almidón de yuca	31,5	415,99	181,45

ANEXO E

PROCEDIMIENTO DE REMOCIÓN DEL INHIBIDOR (TERBUTIL CATECOL) DEL ESTIRENO

Lavado del estireno para remover el inhibidor.^(14,16) El estireno es una sustancia que al ser expuesta a la luz o a un incremento de temperatura se polimeriza fácilmente. Es por esto que se inhibe con terbutilcatecol o algún tipo de quinona para facilitar su almacenamiento y debe, por tanto, eliminarse su inhibidor antes de utilizarlo en la polimerización de IPNs.

La remoción del inhibidor se consigue mediante un lavado con solución de hidróxido de sodio al 10% en peso hasta obtener una fase pesada básica. Esta condición se alcanza con aproximadamente el doble del peso de solución de NaOH, respecto al peso del estireno. Una vez se ha hecho una separación por decantación, la fase liviana, que corresponde al estireno, se lava con agua destilada para terminar de eliminar el hidróxido de sodio hasta obtener un estireno neutro. El agua presente en el estireno se separa, inicialmente, por decantación y, luego, el agua remanente, se elimina mediante rotoevaporación al vacío. Finalmente, el estireno se deja en presencia de sulfato de sodio anhidro para eliminar las últimas trazas de agua.

ANEXO F

LISTA DE IPNS SINTETIZADOS POR CADA MÉTODO

Tabla F1. IPNs sintetizados por SEQ1.

IPNs sintetizados por SEQ1			
A partir de aceite sin modificar	A partir de Polioliol 0	A partir de suspensión 5%	A partir de polioliol 1, polioliol 2 y suspensión 7%
P0A	P0P0A	S5P0A	P1P1B
P0B	P0P0B	S5P0B	P2P1B
P1B	P0P1A	S5P1B	S7P0B
P2B	P0P1B	S5P2B	
P3B	P0P2B	S5P3B	
	P0P3B		

Tabla F2. IPNs sintetizados por SEQ2.

IPNs sintetizados por SEQ2		
A partir de aceite sin modificar	A partir de Polioliol 0	A partir de suspensión 5%
P0B	P0P2B	S5P0B
P1B	P0P3B	S5P1B
P2B		S5P2B
P3B		S5P3B

Tabla F3. IPNs sintetizados por SEQ3.

IPNs sintetizados por SEQ3		
A partir de aceite sin modificar	A partir de Polioliol 0	A partir de suspensión 5%
P0B	P0P2B	S5P1B
P2B	P0P3B	S5P2B
P3B		S5P3B

ANEXO G

**CANTIDAD DE REACTIVOS UTILIZADOS PARA
LA OBTENCIÓN DE LOS IPNS**

Tabla G1. Cantidad de reactivos

LÁMINA	ACEITE	MDI g	ESTIRENO g	PERÓXIDO DE BENZOILO g (2%)	DVB g (1,4%)	ANILINA g (0,7%)
P0A	25	8,93	2,78	0,056	0,04	0,02
P0B	25	7,59	2,78	0,056	0,04	0,02
P1B	20	6,07	5	0,1	0,07	0,035
P2B	20	6,07	8,57	0,17	0,12	0,06
P3B	20	6,07	13,33	0,27	0,19	0,09
P0P0A	25	10,65	2,78	0,056	0,04	0,02
P0P0B	25	9,05	2,78	0,056	0,04	0,02
P0P1A	25	10,65	6,25	1,12	0,088	0,044
P0P1B	20	7,24	5	0,1	0,07	0,035
P0P2B	20	7,24	8,57	0,17	0,12	0,06
P0P3B	20	7,24	13,33	0,27	0,19	0,09
S5P0A	25	9,99	2,78	0,056	0,04	0,02
S5P0B	25	8,49	2,78	0,056	0,04	0,02
S5P1B	20	6,8	5	0,1	0,07	0,035
S5P2B	20	6,8	8,57	0,17	0,12	0,06
S5P3B	20	6,8	13,33	0,27	0,19	0,09
P1P1B	20	8,95	5	0,1	0,07	0,035
P2P1B	20	9,48	5	0,1	0,07	0,035
S7P0B	25	8,59	2,78	0,056	0,04	0,02

ANEXO H

EXTRACCIÓN SOXHLET

Tabla H1. Extracción Soxhlet con tolueno de IPNs.

	NCO/OH	PU/PS	Peso inicial g	Peso final g	Variación en peso %
SEQ 1					
POB	0,85	90/10	0,95	0,85	10,53
S5POB	0,85	90/10	0,68	0,66	2,94
S5POA	1	90/10	0,80	0,78	2,50
POP2B	0,85	70/30	0,80	0,76	5,00
POPOB	0,85	90/10	0,77	0,75	2,60
SEQ 2					
POB	0,85	90/10	0,78	0,61	21,79
POP2B	0,85	70/30	0,59	0,53	10,17
S5P3B	0,85	60/40	0,73	0,69	5,48
SEQ 3					
POB	0,85	90/10	0,45	0,37	17,78
POP2B	0,85	70/30	0,52	0,5	3,85
S5P3B	0,85	60/40	0,59	0,57	3,39

ANEXO I

RESISTENCIA DE LOS IPNs AL ATAQUE QUÍMICO

Tabla I1. Variación peso con CCl₄

	NCO/OH	PU/PS	Peso inicial g	Peso final g	Variación en peso %
SEQ 1					
POA	1,00	90/10	0,20	0,57	185,00
POB	0,85	90/10	0,13	0,44	238,46
S5POB	0,85	90/10	0,20	0,51	155,00
S7POB	0,85	90/10	0,20	0,50	150,00
POP1B	0,85	80/20	0,15	0,41	173,33
POP2B	0,85	70/30	0,16	0,47	193,75
SEQ 2					
POB	0,85	90/10	0,14	0,50	257,14
POP2B	0,85	70/30	0,18	0,58	222,22
S5POB	0,85	90/10	0,21	0,56	166,67
SEQ 3					
POB	0,85	90/10	0,18	0,62	244,44
POP2B	0,85	70/30	0,18	0,53	194,44
S5POB	0,85	90/10	0,22	0,58	163,64

Tabla I2. Variación peso con tolueno

	NCO/OH	PU/PS	Peso inicial g	Peso final g	Variación en peso %
SEQ 1					
POA	1,00	90/10	0,19	0,44	131,58
POB	0,85	90/10	0,15	0,41	173,33
S5POB	0,85	90/10	0,20	0,41	105,00

S7POB	0,85	90/10	0,23	0,45	95,65
POP1B	0,85	80/20	0,14	0,28	100,00
POP2B	0,85	70/30	0,18	0,41	127,78
SEQ 2					
POB	0,85	90/10	0,16	0,49	206,25
POP2B	0,85	70/30	0,18	0,44	144,44
S5POB	0,85	90/10	0,21	0,45	114,29
SEQ3					
POB	0,85	90/10	0,13	0,39	200,00
POP2B	0,85	70/30	0,18	0,42	133,33
S5POB	0,85	90/10	0,21	0,44	109,52

Tabla I3. Variación peso con gasolina

	NCO/OH	PU/PS	Peso inicial g	Peso final g	Variación en peso %
SEQ 1					
POA	1,00	90/10	0,20	0,27	35,00
POB	0,85	90/10	0,12	0,17	41,67
S5POB	0,85	90/10	0,20	0,26	30,00
S7POB	0,85	90/10	0,21	0,28	33,33
POP1B	0,85	80/20	0,17	0,23	35,29
POP2B	0,85	70/30	0,15	0,23	53,33
SEQ 2					
POB	0,85	90/10	0,13	0,19	46,15
POP2B	0,85	70/30	0,18	0,27	50,00
S5POB	0,85	90/10	0,23	0,33	43,48
SEQ3					
POB	0,85	90/10	0,15	0,21	40,00

POP2B	0,85	70/30	0,18	0,26	44,44
S5POB	0,85	90/10	0,20	0,27	35,00

ANEXO J

DUREZA DE LOS IPNs

Tabla J1. Dureza Shore A para IPNs.

SEC1			
	NCO/OH	PU/PS	Dureza Shore A
POA	1	90/10	55
POB	0,85	90/10	43
P1B	0,85	80/20	42
P2B	0,85	70/30	36
P3B	0,85	60/40	31
POPOA	1	90/10	66
POPOB	0,85	90/10	55
POP1A	1	80/20	66
POPOB	0,85	90/10	55
POP1B	0,85	80/20	61
POP2B	0,85	70/30	54
POP3B	0,85	60/40	47
S5POA	1	90/10	67
S5POB	0,85	90/10	58
S5P1B	0,85	80/20	57
S5P2B	0,85	70/30	55
S5P3B	0,85	60/40	54
P1P1B	0,85	80/20	61
P2P1B	0,85	80/20	76
S7POB	0,85	90/10	58
SEQ 2			
POB	0,85	90/10	34
P1B	0,85	80/20	45
P2B	0,85	70/30	32
P3B	0,85	60/40	31

POP2B	0,85	70/30	48
POP3B	0,85	60/40	36
S5POB	0,85	90/10	58
S5P1B	0,85	80/20	56
S5P2B	0,85	70/30	51
S5P3B	0,85	60/40	50
SEQ 3			
POB	0,85	90/10	34
P1B	0,85	80/20	30
P2B	0,85	70/30	38
P3B	0,85	60/40	39
POP2B	0,85	70/30	60
POP3B	0,85	60/40	54
S5POB	0,85	90/10	59
S5P1B	0,85	80/20	59
S5P2B	0,85	70/30	55
S5P3B	0,85	60/40	50

ANEXO K

RESULTADOS PRUEBAS DE TENSIÓN A IPNs

Tabla K1. Pruebas de tensión para IPNs.

	NCO/OH	PU/PS	Módulo elástico kPa	% Elongación	Esfuerzo de ruptura kPa	Energía de ruptura KJ/m³
SEQ 1						
POA	1	90/10	11,141	137,5	1599,3	106522
POB	0,85	90/10	7,158	171,8	926,1	83829
P1B	0,85	80/20	4,195	202,8	646,8	68571
P2B	0,85	70/30	2,781	223,4	492,8	51611
P3B	0,85		1,051	225,2	385,0	37573
POPOA	1	90/10	11,756	193,4	3145,6	258413
POP1A	1	80/20	16,088	144,8	2900,3	181601
POPOB	0,85	90/10	9,751	175,3	2040,4	140256
POP1B	0,85	80/20	8,227	141,7	1410,6	89947
POP2B	0,85	70/30	9,365	168,2	1356,6	110462
POP3B	0,85	60/40	2,443	230,8	531,6	57067
S5POA	1	90/10	13,140	145,6	2186,3	140460
S5POB	0,85	90/10	11,950	155,7	2195,7	137242
S5P1B	0,85	80/20	9,551	131,0	1394,9	72896
S5P2B	0,85	70/30	9,163	131,1	1224,4	76013
S5P3B	0,85	60/40	10,875	160,1	1424,3	113259
P1P1B	0,85	80/20	14,095	137,3	2290,6	144937
P2P1B	0,85	80/20	21,274	179,9	3814,5	289792
S7POB	0,85	90/10	16,239	118,0	1595,3	95101
SEQ 2						
POB	0,85	90/10	3,794	176,0	563,8	50598
P1B	0,85	80/20	3,259	195,0	690,1	63242
P2B	0,85	70/30	3,805	204,6	563,6	40094

P3B	0,85	60/40	3,203	218,7	523,7	56261
POP2B	0,85	70/30	7,757	168,2	1133,3	92275
POP3B	0,85	60/40	2,623	230,8	573,8	61600
S5POB	0,85	90/10	11,911	126,9	1736,6	88483
S5P1B	0,85	80/20	7,562	140,1	1506,9	92946
S5P2B	0,85	70/30	7,894	199,1	1641,4	111611
S5P3B	0,85	60/40	8,089	166,2	1043,9	91868
SEQ3						
POB	0,85	90/10	6,068	172,7	831,4	71432
P2B	0,85	70/30	3,379	178,1	536,4	45139
P3B	0,85	60/40	1,702	243,8	434,1	46067
POP2B	0,85	70/30	18,211	145,0	2191,5	150685
POP3B	0,85	60/40	14,208	136,2	1646,4	110854
S5P1B	0,85	80/20	2,640	87,5	231,0	13534

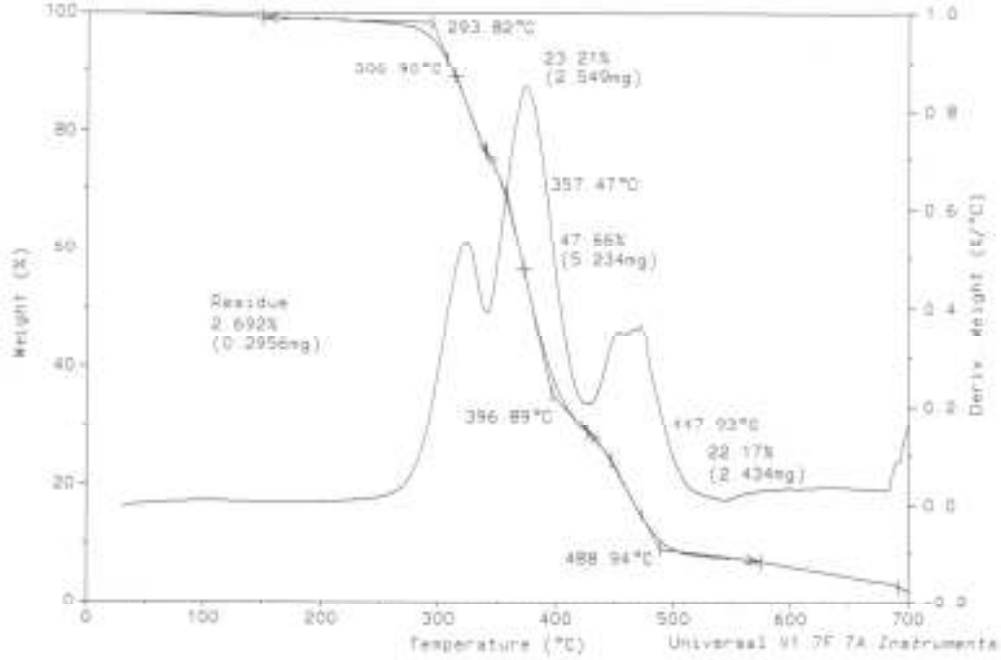
ANEXO L

ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO DE LOS IPNs

Sample: S1-55P3B
 Size: 10.9620 mg
 Method: LINA
 Comment: EN PRESENCIA DE NITROGENO

TGA

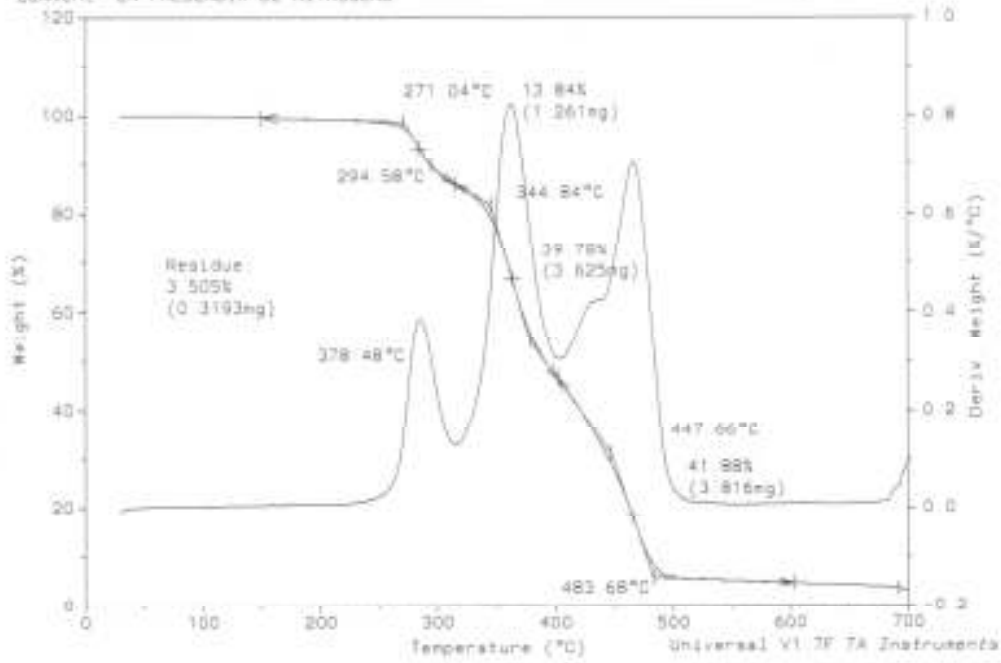
File: D:\TA\DATA 581
 Operator: GAM
 Run Date: 30-Aug-05 10:10



Sample: S1-POP3B
 Size: 9.1120 mg
 Method: TMA
 Comment: EN PRESENCIA DE NITROGENO

TGA

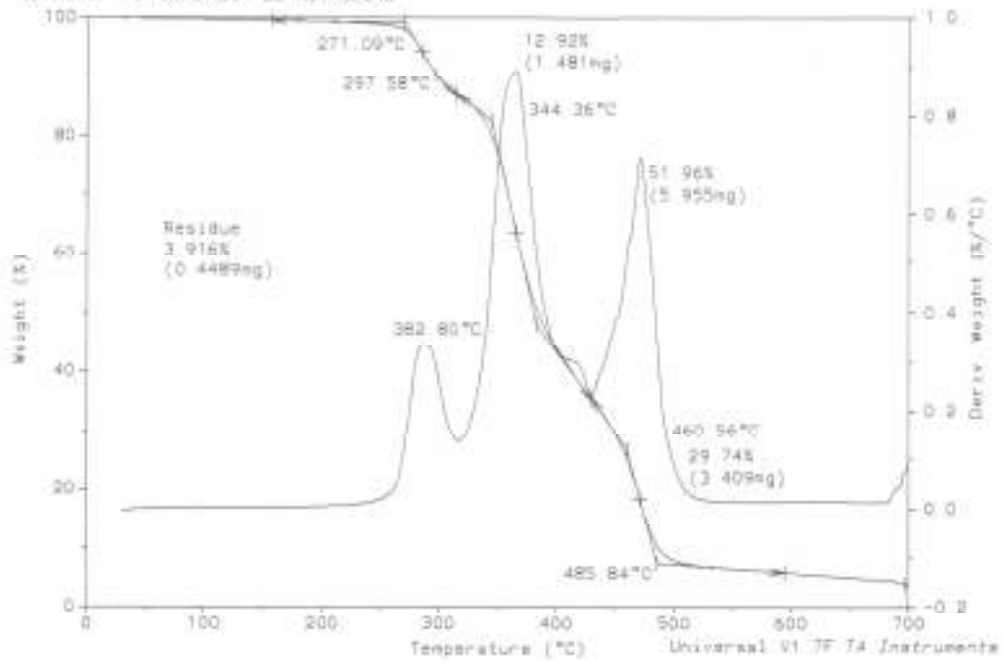
File: D:\TA\DATA 579
 Operator: GAM
 Run Date: 25-Aug-05 11:54



Sample: S2-POP3B
 Size: 11.4620 mg
 Method: TGA
 Comment: EN PRESENCIA DE NITROGENO

TGA

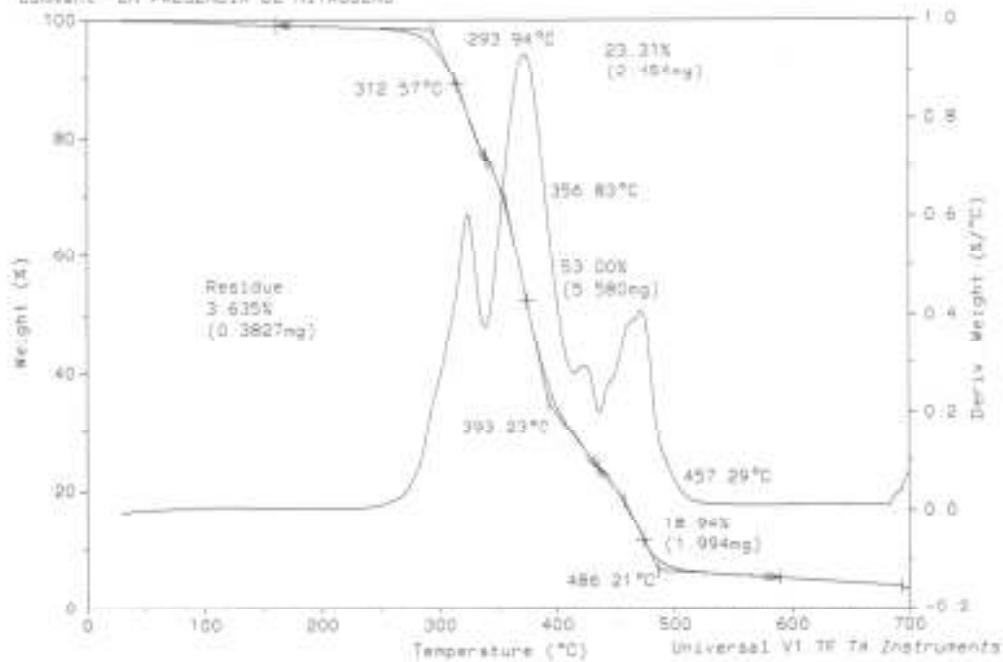
File: D:\TA\DATA 583
 Operator: DAM
 Run Date: 31-Aug-05 09:15



Sample: S2-55P3B
 Size: 10.5280 mg
 Method: TGA
 Comment: EN PRESENCIA DE NITROGENO

TGA

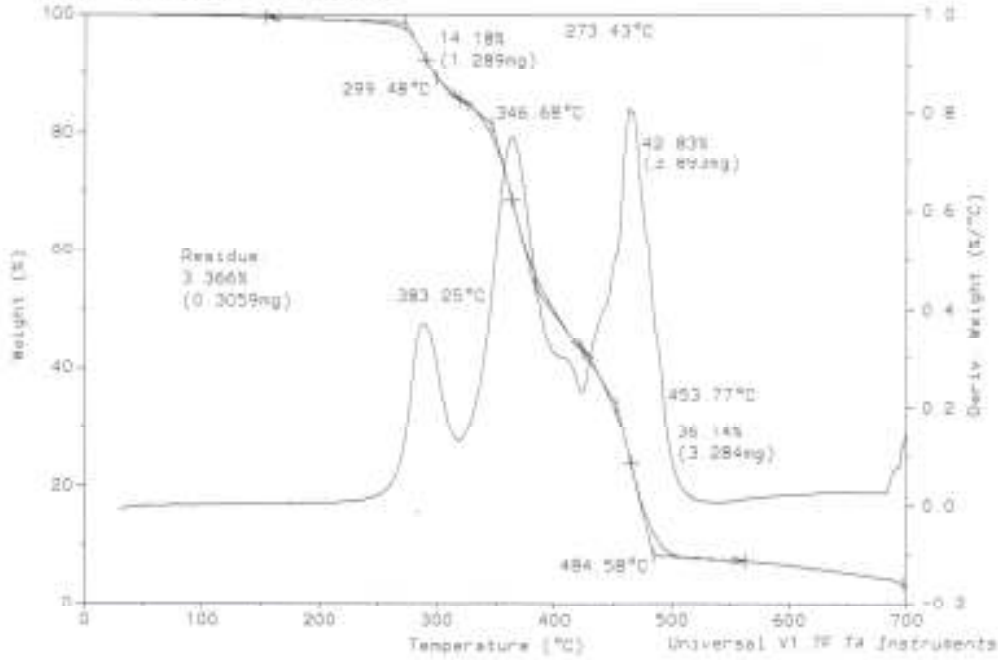
File: D:\TA\DATA 582
 Operator: DAM
 Run Date: 30-Aug-05 14:20



Sample: 83-POP3B
Size: 9.0890 mg
Method: LINA
Comment: EN PRESENCIA DE NITROGENO

TGA

File: D:\TA\DATA 578
Operator: GAM
Run Date: 25-Aug-05 08:22



Sample: 83-SP3B
Size: 8.0290 mg
Method: LINA
Comment: EN PRESENCIA DE NITROGENO

TGA

File: D:\TA\DATA 580
Operator: GAM
Run Date: 25-Aug-05 15:57

