

CARACTERIZACION DE MATERIALES COMPUESTOS PREPARADOS CON RESINA POLIESTER Y MONTMORILLONITA

Rivera Rosado C., Vargas Coronado R., Andrade Canto S., Cauich-Rodríguez J.V.¹., Quintana Owen P.²

⁽¹⁾ Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C. A.P. 87, Mérida, Yucatán, México.

⁽²⁾ Centro de Investigación y Estudios Avanzados del I.P.N., Unidad Mérida,
A.P. 73 Cordemex, Mérida, Yucatán, México

E-mail: jvcr@cicy.mx

INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos elaborados con matrices poliméricas y rellenos de dimensiones nanométricas están siendo utilizados día con día en sustitución de nuevos materiales sintéticos. Los nanocompuestos combinan propiedades de los materiales poliméricos como resistencia y moldeabilidad con la rigidez de las nanopartículas inorgánicas y conducen a materiales con alta resistencia, alto módulo, alta temperatura de distorsión y baja permeabilidad a los gases cuando son empleados aun en concentraciones menores al 10%. Estos materiales compuestos son comúnmente elaborados mediante el mezclado directo de la nanopartícula con una resina polimérica y un problema inherente a esta técnica, es su pobre dispersión debido a su alta energía superficial. Con este fin se han intentado varias técnicas que incluyen polimerización por intercalación, auto ensamblaje supermolecular y polimerización *in situ* iniciada por vía térmica, radiación ionizante y por métodos químicos [1,2].

En este trabajo se presentan los resultados preliminares de materiales compuestos elaborados con resina poliéster y montmorillonita. Esta resina fue seleccionada como matriz polimérica ya que es comúnmente empleada en la elaboración de exoprótesis para pacientes que han perdido alguna extremidad. Estas prótesis emplean en su formulación diversos textiles de nylon, algodón, y recientemente fibras de carbono. La montmorillonita fue seleccionada como posible sustituto de estos textiles o tejidos convencionales empleados en altas fracciones volumétricas.

MATERIALES Y MÉTODOS

Obtención de Materiales Compuestos

Los materiales compuestos fueron preparados con una resina poliéster comercial y 2, 4, 6, 8 y 10% de montmorillonita (Cloisite 30B, Southern Clay Products). La montmorillonita fue dispersada de manera manual en la resina y posteriormente el catalizador fue añadido y mezclado durante 2 min adicionales. Esta mezcla, aun fluida fue vaciada en un molde apropiado para la determinación de sus propiedades

Determinación de exotermas de polimerización

Los exotermas de reacción fueron medidos a 30°C mediante dos técnicas. En el primer caso (Método A), 40 g del material compuesto se colocaron en un molde de teflón colocado en un baño de temperatura controlada. En el segundo caso (Método B), 40 g de la mezcla resina-montmorillonita fueron polimerizados en un sistema abierto. El cambio de temperatura se registró durante 90 min., utilizando un termopar, midiendo la temperatura máxima alcanzada (T_{max}) y el tiempo al pico de la reacción (t_p).

Análisis Termogravimétrico

Se calentaron 40 mg de material compuesto desde 60 hasta 700°C a una velocidad de 10°C/min. Estos experimentos se llevaron a cabo en un analizador termogravimétrico TGA 7 de Perkin-Elmer bajo atmósfera de nitrógeno.

Difracción de Rayos X

Los nanocompuestos fueron estudiados mediante difracción de rayos X, por el método de polvos (modelo Siemens D 5000) con radiación de CuK_α ($\lambda=1.5416 \text{ \AA}$). La velocidad de barrido fue con un paso de 0.02° y con un tiempo de paso de 3s, en un intervalo de 2 a $70 (2\theta)$.

Determinación de propiedades de impacto

Las propiedades de impacto fueron determinadas 1 semana después de la obtención de los materiales compuestos. En estos ensayos se utilizaron probetas sin muescas de $12.7 \times 6.34 \times 63.5 \text{ mm}$ de acuerdo a la norma ISO 180. Para estos ensayos se empleó un péndulo de impacto Resil 25 marca CEAST modelo 6545 con un martillo de 1 Joule y una velocidad de impacto de 3.46 m/s.

Determinación de microestructura por Microscopía Electrónica de Barrido

La superficie de fractura de los materiales compuestos ensayados en impacto se observó en un microscopio JEOL 6360LV.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El Cloisite 30B es una montmorillonita funcionalizada con bis-hidroxi etil metil y triglicéridos. Se ha reportado, que tiene un contenido orgánico del 31.5%, un espaciamento d_{001} de 17.9 \AA y una densidad de $1.9\text{-}2.1 \text{ g/cm}^3$ [3]. El análisis termogravimétrico del Cloisite (ver Figura 1) reveló 2 transiciones: 294.0 y 428.9°C mientras que en los materiales compuestos solo se detectó 1 transición: 454.1 , 457.6 y 446.3°C para 0, 4 y 6% de Cloisite. El porcentaje del componente orgánico en el Cloisite 30B, después de la transición detectada a 428.9 , fue de 20.3% a diferencia con el 31.5% reportado por otros autores [3].

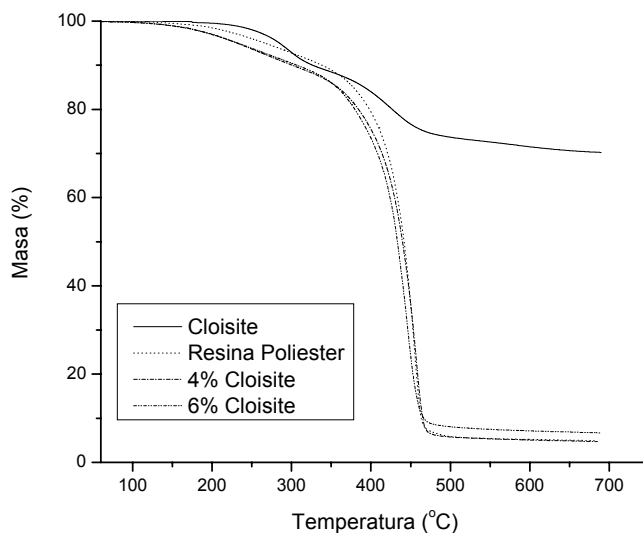


Figura 1 Termogramas de materiales compuestos preparados con resina poliéster y Cloisite 30B

Los difractogramas obtenidos en los materiales compuestos y la montmorillonita se muestran en la Figura 2. El espaciamento d_{001} obtenido fue igual para todas las mezclas, de 17.8 \AA . En general, los picos principales de la montmorillonita mostraron una cristalinidad pobre ya que fueron enmascarados por el material compuesto (resina

mas Cloisite) aun a concentraciones del 10%. Por otro lado, se observó un ligero desplazamiento en las reflexiones probablemente debido a la incorporación de la resina en la montmorillonita.

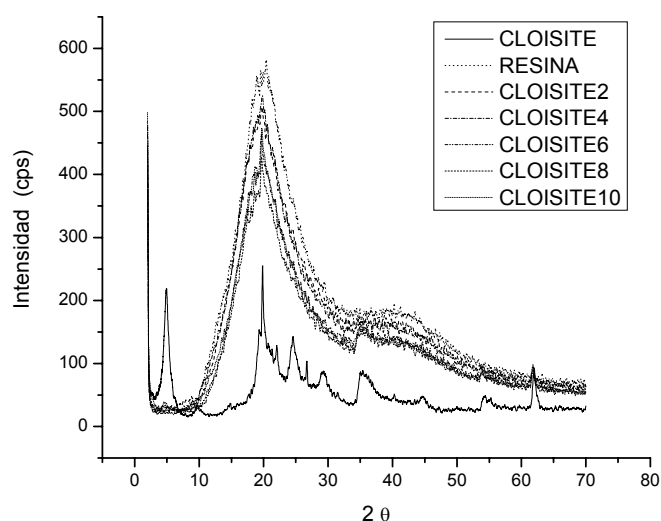


Figura 2 Difractogramas de materiales compuestos preparados con resina poliéster y Cloisite 30B

Los resultados de las propiedades térmicas de estos materiales compuestos se muestran en la Tabla I. Aquí se puede observar una notoria diferencia en las temperaturas máximas alcanzadas en ambos sistemas no solo para la resina pura sino también para los materiales compuestos. En general, mayores temperaturas y tiempos al pico de reacción fueron observados con el método B. La diferencia en temperatura es de hasta 90°C mientras que la diferencia en el tiempo al pico de reacción es de hasta 10 min. En ambos métodos, cuando la concentración de montmorillonita fue incrementada la temperatura máxima disminuyó mientras que el tiempo al pico de reacción se incrementó. Por lo tanto, la montmorillonita tiene un efecto retardante sobre el tiempo al pico de reacción de la resina poliéster y reduce la cantidad de calor liberado durante la reacción de polimerización. Contrario a estos resultados, un efecto autoacelerante ha sido observado en la polimerización de metacrilato de metilo en presencia de montmorillonita aunque también se incluye la concentración del iniciador como una variable [2].

Tabla I Propiedades térmicas de materiales compuestos de resina poliéster y Cloisite 30B

Muestra	Método A		Método B	
	T_{max} (°C)	t_p (min)	T_{max} (°C)	t_p (min)
Resina Poliester	68.6±12.7	34.0±0	154.7±7.8	23.2±3.3
2% Cloisite	66.0±6.7	56.0±7.3	149.5±3.0	44.0±13.1
4% Cloisite	53.0±4.6	78.0±8.5	131.9±4.7	41.0±10.1
6% Cloisite	38.3±3.2	88.6±2.3	138.4±5.7	57.0±6.4
8% Cloisite	42.1±4.1	83.3±5.0	137.1±6.3	62.5±11
10% Cloisite	38.2±1.3	81.3±13.3	132.3±4.6	67.6±8.5

Los resultados de los ensayos de impacto mostraron que la adición de la montmorillonita a la resina poliéster no afectó su resistencia al impacto (ver Tabla II). Sin embargo, en estudios preeliminares se observó que la resistencia al impacto de materiales compuestos con 6 y 8% de Cloisite fue de alrededor de 2.5 kJ/m². Esta diferencia puede ser atribuida a una polimerización más completa ya que los ensayos previos se llevaron a cabo 1 mes después del curado de las muestras. La resistencia al

impacto de estos nuevos composites es muy inferior a la obtenida en materiales compuestos reforzados con textiles empleados en la elaboración de prótesis [4].

Tabla II Resistencia al impacto de materiales compuestos de montmorillonita y resina poliéster.

% de Cloisite en la resina poliéster	Resistencia al impacto	
	kJ/m^2	J/m
0	6.67 ± 0.54	77.95 ± 5.55
2	6.77 ± 1.07	78.59 ± 10.12
4	6.39 ± 0.80	75.57 ± 10.87
10	7.15 ± 0.46	85.23 ± 6.32

Mediante MEB se observó que la montmorillonita se encuentra pobremente distribuida en la matriz polimérica formando agregados de tamaños variable, de dimensiones mucho mayores a la escala nanométrica esperada. Sin embargo, la presencia de zonas ricas en montmorillonita no afectó su resistencia al impacto. La Figura 3, muestra la sección transversal de un material compuesto obtenido con 8% de montmorillonita.

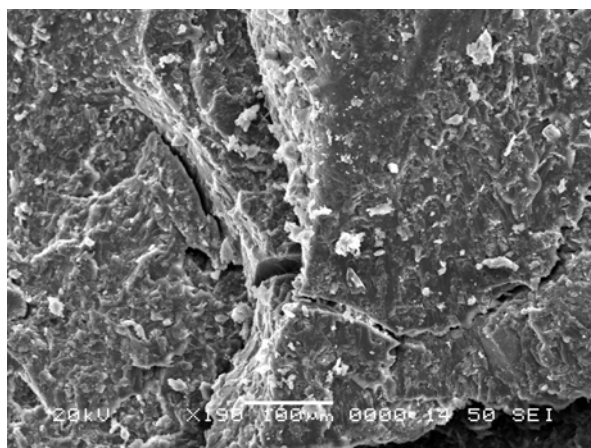


Figura 3 Superficie de fractura de materiales compuestos ensayados en impacto

CONCLUSIONES

La adición de una montmorillonita modificada comercial, Cloisite 30B, a una resina poliéster tuvo un efecto variable en sus propiedades. En general, la adición de este relleno disminuyó la exoterma de reacción e incrementó el tiempo al pico de reacción de la misma. Estos materiales exhibieron una resistencia al impacto similar a la de la resina pura y mucho menor a materiales que utilizan textiles como refuerzos.

BIBLIOGRAFÍA

1. Cai Xu et al., *J. Appl. Polym. Sci.* (2003) **90**:837-840.
2. Guo-Don Liu, Liu-Cheng Zhang, Xiong-Wei Qu, Bo-Tao Wang, Yan Zhang, *J. Appl. Polym. Sci.* (2003) **90**:3690-3695.
3. Fornes T.D., Yoon P.J., Paul D.R., *Polymer* (2003) **44**:7545-7556.
4. C. Ley Leal, R.F. Vargas Coronado, J.V. Cauich Rodríguez, Caracterización mecánica de un material compuesto para su uso en prótesis por debajo de la rodilla, II International Conference on Science and Technology of Composite Materials, COMAT'2003 & XVI National Meeting of the Mexican Polymer Society (Noviembre 4-7 de 2003, Mérida, Yucatán, México) pp. 23-24.