

EVALUACIÓN PARA LA OBTENCIÓN DE RESINA EPÓXICA A PARTIR DE
ACEITE DE RICINO A NIVEL DE LABORATORIO

MALLERLY ROJAS MORALES
DAVID ALEXANDER TORRES GOMEZ

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERÍAS
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BOGOTÁ D.C
2016

EVALUACIÓN PARA LA OBTENCIÓN DE RESINA EPOXICA PARTIR DE
ACEITE DE RICINO A NIVEL DE LABORATORIO

MALLERLY ROJAS MORALES
DAVID ALEXANDER TORRES GOMEZ

Proyecto integral de grado para optar al título de
INGENIERO QUÍMICO

Director
Paula Catalina Mazo González
Ingeniera Química

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERÍAS
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BOGOTÁ D.C
2016

NOTA DE ACEPTACIÓN

Ing. Elizabeth Torres Gámez
Presidente del jurado

Ing. Sandra Liliana Mesa
Jurado

Bogotá D.C. Noviembre de 2016.

DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro

Dr. Jaime Posada Díaz

Vicerrector de Desarrollo y Recursos Humanos

Dr. Luis Jaime Posada García – Peña

Vicerrectora Académica y de Posgrados

Dra. Ana Josefa Herrera Vargas

Secretario General

Dr. Juan Carlos Posada García – Peña

Decano General de la Facultad de Ingeniería

Ing. Julio Cesar Fuentes Arismendi

Director Programa de Ingeniería Química

Ing. Leonardo de Jesús Herrera Gutiérrez

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

DEDICATORIA

A:

Mis padres Jairo Rojas e Irene Morales por su apoyo incondicional, su esfuerzo, su confianza y su sabiduría para guiarme en el desarrollo de mi vida personal y profesional.

Mis hermanos Arnoy Rojas y Manuel Rojas por ayudarme y apoyarme en todos mis proyectos de vida.

Mi abuelo Virgilio Rojas que, aunque ya no esta este logro también es suyo.

Mis amigos Andrey Gómez y David Torres por darme la oportunidad de forjar un lazo de amistad tan fuerte, por tantos momentos compartidos, por tantas traspasadas, angustias, tristezas, risas y alegrías. Ellos que estuvieron presentes desde el primer momento y que poco a poco fueron convirtiéndose en hermanos para apoyarme y ayudarme en los buenos y malos momentos, no solo de la carrera sino también de mi vida personal.

Mallerly Rojas

DEDICATORIA

Dedico este triunfo profesional en primer lugar a mi familia, en especial a mi tía Elvira Gómez quien desde niño me ha brindado su apoyo y su amor condicional; sin ella el culminar mi carrera no habría sido posible.

A mi prima Diana Gómez, por haber estado cada vez que la he necesitado, porque su amistad me ha llevado a culminar mis metas y a creer en cada paso que doy.

A Laura, mi hermana, quien, además de ser mi compañera de vida, me ha acompañado en este camino y siempre ha compartido mis triunfos, alegrías y tristezas.

A la familia Rojas Morales por el inmenso soporte que me han brindado.

A Lady López por sus palabras, consejos y el apoyo que me brindó a lo largo del pregrado.

A Mallerly Rojas, mi compañera de pregrado y tesis, quien se ha convertido en una amiga incondicional, y con quien hemos superado paso a paso cada uno de los obstáculos presentados a lo largo de nuestra carrera; gracias a su apoyo académico y personal he logrado cumplir más de una meta.

David Alexander Torres Gómez

AGRADECIMIENTOS

A la ingeniera Paula Mazo, no solo por su apoyo incondicional en el desarrollo de este proyecto, si no por su paciencia, sus consejos y enseñanzas.

Al equipo de laboratorio de SIKA por su guía y colaboración a lo largo de este proyecto de investigación.

A la ingeniera Elizabeth Torres por su asesoría y colaboración.

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	21
OBJETIVOS	23
1. GENERALIDADES	24
1.1 RESINAS EPÓXICAS	24
1.2 AGENTES DE CURADO	25
2. METODOLOGÍA	28
2.1 SELECCIÓN DE MATERIAS PRIMAS	28
2.1.1 Aceite de ricino	28
2.1.2 Dietilentriamina (DETA)	28
2.1.3 Modificación del aceite de ricino	28
2.1.4 Resina Epóxica	29
2.1.5 Solvente	29
2.1.6 Aditivos	29
2.2 EQUIPOS	30
2.3 MÉTODOS	34
2.4 CARACTERIZACIÓN DE LOS ENDURECEDORES AMÍNICOS	35
2.4.1 Determinación del porcentaje de conversión	36
2.4.2 Determinación del valor amínico	36
2.4.3 Cálculo de la cantidad de amina	36
2.4.4 Determinación de la viscosidad	37
2.4.5 Selección del solvente	37
2.4.6 Validación de la relación Epoxi:Poliamidoamina	38
2.5 MÉTODOS DE ENSAYO PARA EL CONTROL DE CALIDAD	38
2.5.1 Determinación del brillo	38
2.5.2 Determinación de la abrasión	38
2.5.3 Determinación de la flexibilidad	39
2.5.4 Determinación de la resistencia al impacto	39
2.5.5 Determinación de la resistencia química	40
2.5.6 Determinación de la resistencia a la luz UV	40
2.5.7 Determinación de la resistencia mecánica	40

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL Y ANÁLISIS DE RESULTADOS	41
3.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS ENDURECEDORES AMÍNICOS	41
3.1.1 Determinación del porcentaje de conversión	41
3.1.1.1 Análisis de varianza y ecuación polinomio para el porcentaje de conversión en la obtención de poliamidoamina	42
3.1.1.2 Análisis de gráficos de efectos para la obtención de la poliamidoamina	44
3.1.1.3 Optimización del modelo para la obtención de poliamidoamina	45
3.1.2 Determinación del valor amínico	46
3.1.3 Cálculo de la cantidad de amina	47
3.1.4 Determinación de la viscosidad	49
3.2 SELECCIÓN DEL SOLVENTE	50
3.3 VALIDACION DE LA RELACIÓN EPOXI:POLIAMIDOAMINA	52
3.4 METODOS DE ENSAYO PARA EL CONROL DE CALIDAD	55
3.4.1 Determinación de brillo	55
3.4.2 Determinación de abrasión	57
3.4.3 Determinación de flexibilidad	58
3.4.4 Prueba de resistencia al impacto	59
3.4.5 Determinación de resistencia química	61
3.4.6 Determinación de resistencia a la luz UV	64
3.4.7 Pruebas mecánicas	64
4. ANÁLISIS DE COSTOS	68
5. CONCLUSIONES	69
6. RECOMENDACIONES	70
BIBLIOGRAFÍA	71
ANEXOS	73

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Temperaturas y relaciones seleccionadas	41
Tabla 2. Variables y niveles empleados para la obtención de la poliamida CO-DETA	42
Tabla 3. Diseño factorial 3^2 y respuesta para la obtención de la poliamina CO-DETA	42
Tabla 4. Análisis de varianza para el porcentaje de conversión (ANOVA)	44
Tabla 5. Optimización del modelo polinomial para la obtención de CO-DETA	45
Tabla 6. Resultados de valor amínico	46
Tabla 7. Resultados del equivalente hidrógeno activo	48
Tabla 8. Resultados de la cantidad de amina	48
Tabla 9. Resultados de viscosidad	49
Tabla 10. Resultados de determinación de brillo	55
Tabla 11. Resultados de índice de desgaste y peso perdido	57
Tabla 12. Costos de materias primas	68
Tabla 13. Costo de 4,07 kg de resina a partir de aceite de ricino	68

LISTA DE CUADROS

	pág.
Cuadro 1. Equipos	30
Cuadro 2. Pruebas de solvente	51
Cuadro 3. Relación de concentración DETA:Epoxy	52
Cuadro 4. Porcentaje de concentración del aditivo	54

LISTA DE ECUACIONES

	pág.
Ecuación 1. Cálculo del porcentaje de conversión	36
Ecuación 2. Cálculo del equivalente hidrógeno activo	36
Ecuación 3. Cálculo de la cantidad de KOH en un gramo de muestra	36
Ecuación 4. Cálculo de la cantidad de amina	37
Ecuación 5. Cálculo del índice de desgaste	39
Ecuación 6. Cálculo del peso perdido	39
Ecuación 7. Cálculo del esfuerzo	40
Ecuación 8. Cálculo del porcentaje de elongación	40
Ecuación 9. Cálculo del porcentaje de conversión con todas las interacciones	43
Ecuación 10. Cálculo del porcentaje de conversión simplificada	43
Ecuación 11. Determinación de la cantidad de KOH por gramo de muestra	47
Ecuación 12. Obtención del equivalente de hidrógeno activo	47

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Estructura del grupo oxirano	24
Figura 2. Proceso de obtención de resina epóxica a partir de epicloridrin y bisfenol A	25
Figura 3. Prueba de aditivo	54
Figura 4. Prueba de flexibilidad. Experimento 2	59
Figura 5. Prueba de flexibilidad muestra comercial	59
Figura 6. Resultados de impacto	60
Figura 7. Resultados de impacto, muestra comercial	61
Figura 8. Lamina preparada para realizar la prueba de resistencia química	62
Figura 9. Resistencia química muestra siete	63
Figura 10. resistencia química muestra comercial bajo el recubrimiento	63
Figura 11. Resistencia química muestra comercial sobre vidrio	63
Figura 12. Resistencia Química muestra dos sobre vidrio	63
Figura 13. Resistencia a la luz UV	64

LISTA DE DIAGRAMAS

	pág.
Diagrama 1. Diagrama del proceso	35
Diagrama 2. Proceso para la determinación de la viscosidad	37

LISTA DE GRÁFICAS

	pág.
Gráfica 1. Pareto del efecto de las interacciones	44
Gráfica 2. Efectos para la obtención de CO-DETA	45
Gráfica 3. Contorno para el porcentaje de conversión de CO-DETA.	46
Gráfica 4. Valor amínico Vs cantidad de DETA	47
Gráfica 5. Resultados de la cantidad de amina	49
Gráfica 6. Viscosidad Vs Cantidad de poliamidoamina	50
Gráfica 7. Resultados de brillo	56
Gráfica 8. Resultados de peso perdido por abrasión	58
Gráfica 9. Resistencia a la tensión y elongación a 65 °C	65
Gráfica 10. Resistencia a la tensión y elongación a 75 °C	65
Gráfica 11. Resistencia a la tensión y elongación a 85 °C	66
Gráfica 12. Resistencia a la tensión y elongación muestra comercial	66
Gráfica 13. Comparación de las concentraciones 150g DETA vs Comercial	67

LISTA DE ANEXOS

	pág.
Anexo A. Gráficas de análisis de espectroscopía IR	74

GLOSARIO

ABRASIÓN: efecto de rozamiento y desgaste que provoca la erosión de un material.

ADITIVO: sustancia que se añade a un producto con el fin de mejorar sus propiedades físicas y/o químicas.

AMARILLAMIENTO: decoloración amarilla que se hace evidente en el recubrimiento debido a su reactividad ya sea química o física debido al deterioro por exposición a rayos ultravioleta.

ASTM: American Society for Testing and Material (Sociedad Americana de Pruebas y Materiales)

BRILLO: habilidad de una superficie de reflejar rayos de luz. Se mide determinando el porcentaje de luz reflejada a tres ángulos diferentes.

CORROSIÓN: deterioro de un material debido a un ataque químico producto del ambiente al que se encuentra expuesto.

DILUIR: usar un solvente con el fin de disminuir la viscosidad del producto, generalmente para facilitar su aplicación.

MASA EQUIVALENTE DE HIDRÓGENO ACTIVO: es la cantidad de agente de curado que contiene un átomo de reactivo frente al oxirano

MASA EQUIVALENTE EPOXI: cantidad de resina epoxi que contiene un grupo oxirano

POLÍMERO: macromolécula formada por unidades generalmente orgánicas llamadas monómeros, los cuales se unen mediante enlaces covalentes

RECUBRIMIENTO: material depositado sobre una superficie con el fin de proteger o mejorar algunas de sus propiedades en particular, como aspecto, adhesión o resistencia química.

RESINA EPÓXICA: polímero utilizado industrialmente como recubrimiento ya sea en pinturas, adhesivos, encapsulado para protección y aplicaciones náuticas

RICINO: Arbusto del cual se obtiene el aceite de ricino también llamado aceite de castor por su traducción al inglés (castor oil) o aceite de higuera. Su aplicación industrial se basa en la presencia de ácido ricinoléico de entre el 85% y el 95%.

VALOR AMÍNICO: cantidad de nitrógenos que existen en un gramo de agente de curado

RESUMEN

La presente investigación tuvo como objetivo evaluar el desempeño del aceite de ricino como materia prima para la obtención de resina epóxica. Para esto se empleó un proceso de transamidación del aceite de ricino mediante dietilentriamina (DETA) y el producto final fue empleado como endurecedor amínico en la obtención de resinas epóxicas. Para tal fin se utilizó un reactor de vidrio de 250 mL.

Para este trabajo de grado se realizó el procedimiento ya mencionado a tres condiciones de temperatura (65°C, 75°C y 85°C) y tres relaciones de aceite de ricino Vs DETA (1:1 1:2 1:3). Después de haber obtenido el endurecedor amínico se midió el porcentaje de conversión según los procesos que convencionalmente realiza la empresa y se trabajó con las pruebas que dieron como resultado una conversión superior al 90% y se hizo una caracterización de viscosidad.

La resina obtenida fue aplicada con brocha en láminas metálicas debidamente lijadas y limpiadas, para determinar propiedades fisicoquímicas como brillo, abrasión, flexibilidad, resistencia al impacto y resistencia química, también fue aplicada en láminas de vidrio para determinar propiedades químicas y por último en láminas de PVC para determinar propiedades mecánicas. Los recubrimientos tuvieron un tiempo de secado de 72 horas.

Las pruebas se realizaron comparativamente con el producto comercial y de portafolio de Sika para demostrar que se obtuvo un producto competitivo en cuanto a características, propiedades y costos.

INTRODUCCIÓN

Actualmente las resinas epóxicas preparadas desde bisfenol A y epicloridina son consideradas la más importante clase de polímeros termofijos y son muy usados por sus excelentes propiedades de resistencia química, alta rigidez y fuerza, resistencia a la fluencia y buena adhesión a muchos sustratos. Sin embargo, presenta algunas desventajas como: ser muy frágil, con pobre resistencia al impacto y baja tenacidad. Para mejorar estas debilidades se pueden emplear endurecedores amínicos de tipo poliamidas y poliamidoaminas en vez de aminas alifáticas, sin embargo, puede disminuir la resistencia térmica y la fuerza a la tensión debido a la disminución en la densidad de entrecruzamiento.

Una de las áreas de investigación de Sika es la innovación de productos a partir de fuentes naturales. Los procesos de producción convencionales para la elaboración de diferentes resinas son costosos además de ser contaminantes, es por eso que se busca una alternativa a partir del uso de aceites vegetales como materia prima que permita obtener rendimientos similares sin afectar la calidad del producto final que permitan a la empresa llegar al manejo de tecnologías más verdes, disminuyendo así el impacto ambiental y promoviendo la imagen de la empresa hacia una visión ecológica.

Anteriormente se han llevado a cabo estudios en los que se modifican diferentes aceites de tipo vegetal, como la obtención de poliesteramidas a partir de aceite de linaza para recubrimientos protectores¹, o la obtención de recubrimientos a partir de aceite de ricino, linaza, soya, entre otros². Estos estudios han sentado las bases para tener en cuenta los aceites vegetales como fuente natural para la producción de recubrimientos dando a entender que hay muchas posibilidades de ser modificados, lo cual da la posibilidad de adelantar en investigaciones que permitan obtener productos ecológicos de primera calidad.

El objetivo de este trabajo de grado es la modificación del aceite de ricino mediante una reacción de transamidación usando una diamina trifuncional como es DETA y así poderlo usar como endurecedor amínico en la obtención de resinas epóxicas, y comparar sus propiedades fisicoquímicas y mecánicas con el producto comercial de Sika con el fin de dar pie al estudio del uso del aceite de ricino en la obtención del componente amínico apto para curar resinas epóxicas.

¹ GAST, L. E; SCHNEIDER, W; COWAN, J. C. Polyesteramides from Linseed oil for protective coatings Low Acid-Value polymers. En: THE JOURNAL OF THE AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY. Vol. 45. 1968. p.534-536

² SHARMIN, E; ZAFAR, F; AKRAM, D; ALAM, M; AHMAD, S. Recent advances in vegetal oil based environment friendly coatings: A Review. En: INDUSTRIAL CROPS AND PRODUCTS. Vol 76. 2015. p. 215-229

Este trabajo se divide en cuatro capítulos, en los que el primero y el segundo hablan del sustento teórico, así como los materiales y equipos con los que se desarrolla el proyecto; el tercero trata el desarrollo experimental y los resultados obtenidos mientras que en el cuarto se realiza un análisis de costos comparando el costo de producción en laboratorio frente al costo comercial de la resina epóxica producida por Sika. Al final del trabajo se describen las conclusiones y la bibliografía en la que este está basada.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Evaluar la obtención de un polímero utilizando como materia prima el aceite de ricino en la producción de resina epóxica.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

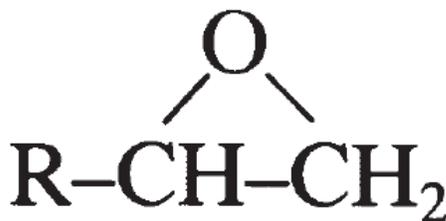
- Determinar los parámetros para la modificación del aceite de ricino
- Obtener un polímero apto para la producción de resina epóxica con los parámetros establecidos por medio de un desarrollo experimental.
- Determinar las características de la resina epóxica producida con el polímero obtenido.
- Realizar un análisis económico de los costos de producción de resinas epóxicas

1. GENERALIDADES

1.1 RESINAS EPÓXICAS

El término “resina epóxica” es aplicado tanto al prepolímero, también conocido como “prepolímero epoxi”, como a las resinas ya curadas³. El prepolímero está constituido de grupos reactivos tipo epoxy con estructura oxirano, es decir, un oxígeno unido a dos átomos de carbono adyacentes de forma cíclica (RCH-O-CH₂). Estos éteres reaccionan fácilmente con grupos amino, oxhidrilo, y carboxilo, por lo que al reaccionar pasan a llamarse “endurecedores” y son la estructura más utilizada en el curado de epoxi con el fin de otorgar características de las que el epoxi carece por sí solo.

Figura 1. Estructura del grupo oxirano

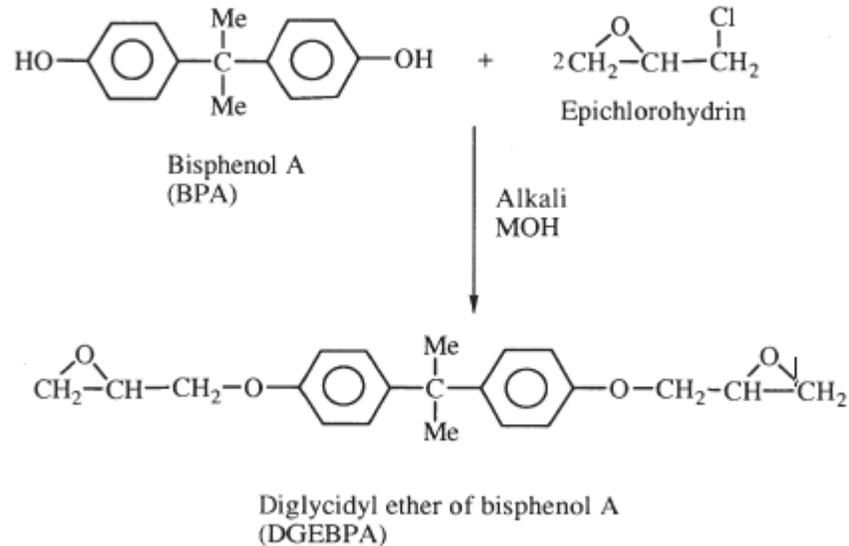


Fuente: ELLYS, B. Chemistry and Technology of Epoxy Resins. Springer, 1993, p. 1

El epoxy es un compuesto preparado a partir de Epiclorohidrín o por epoxidación directa de olefinas con perácidos. El intermediario más importante es el diglicidil éter de Bisfenol A (conocido como DGEBA), el cual es sintetizado de acuerdo a la reacción mostrada en la figura 2:

³ BRIAN, E. Chemistry and technology of epoxy resins. 1st ed. Springer, 1993.

Figura 2. Proceso de obtención de resina epóxica a partir de epícloridrin y bisfenol A



Fuente: ELLYS, B. Chemistry and Technology of Epoxy Resins. Springer, 1993, p. 3

El epoxy comercial se prepara a diferentes relaciones de epícloridrin y de bisfenol A, con el fin de obtener diferentes pesos moleculares destinados a tener varias características de acuerdo a los requerimientos del producto.

1.2 AGENTES DE CURADO

El curado de resinas epóxicas consiste en el entrecruzamiento de redes por la reacción con un endurecedor determinado, los cuales usualmente poseen más de dos grupos funcionales. Mientras el curado se lleva a cabo, se van dando cambios en las propiedades del epoxy. Inicialmente la mezcla epoxy-endurecedor es fluida, sin embargo, finalmente se torna sólida y elástica.

La temperatura vítrea de transición de una resina epóxica curada es dependiente de la estructura de la red durante el curado, y esta va a cambiar mientras la temperatura de curado varía, es decir, un sistema curado a baja temperatura va a tener una temperatura vítrea más baja que el mismo sistema curado a una temperatura más alta. Sin embargo, es importante recordar que la estructura molecular y otras características del producto curado son igualmente dependientes de la resina base, al agente curante y los aditivos empleados en la formulación⁴.

⁴ BOYLE, M. A. et al. Epoxy resins. En: CONSTITUENT MATERIALS. p. 2

Dentro de los agentes de curado las poliamidas son particularmente importantes para la formulación de recubrimientos. Cualquier tipo de polietilenaminas pueden ser utilizadas en la preparación de poliamidas, tales como dietilentriamina (DETA), trietilentetramina (TETA), o pentilhexamina (PEHA), aunque comercialmente en la actualidad el más usado TETA.

Las poliamidoaminas son otro grupo importante de agentes de curado. Comercialmente las poliamidas se encuentran con viscosidades entre los 10 000 y los 500 000 cP, mientras que las poliamidoaminas poseen viscosidades usualmente entre los 100 y los 700 cP. Esto representa una ventaja sobre las poliamidas cuando se tiene intención de formular un recubrimiento con una mínima cantidad de solvente. ⁵

Hay una tendencia de muchos agentes de curado epóxico en cuanto al retorno hacia la superficie durante el curado. Esto puede dejar una película grasosa en la superficie del recubrimiento conocida como *exudado* la cual trae inconvenientes en la apariencia. En aplicaciones adversas como en ambientes de alta humedad, una alta concentración de aminas en la superficie puede resultar en la formación de precipitados blancuzcos los cuales sean probablemente bicarbonato, un problema más comúnmente conocido en la industria como *blush*⁶.

Por otra parte, las poliamidoaminas generalmente ofrecen niveles mucho más altos de blush y exudación, e inclusive después de muchas horas de inducción, pueden aún mostrar estos problemas. Este tipo de polímeros también presentan tendencia a separarse del sustrato y sus películas generalmente tienen mal aspecto⁷.

Debido a que el aceite de castor es aproximadamente 90% ácido ricinoléico, es posible utilizarlo directamente en la síntesis de poliamidoaminas. Los aceites vegetales son triglicéridos que participan en una reacción de sustitución acil nucleofílica con poliaminas tales como TETA y DETA a temperatura ambiente, y esta reacción se acelera a temperaturas elevadas. El producto obtenido es una mezcla de poliamidoamina y glicerina. Anteriormente se han realizado

⁵ Ibid., p. 2.

⁶ STARNER, W. (2001). Polyamidoamine curing agents based on mixtures of fatty and aromatic carboxylic acids. US 6,258,920 B1. p. 2.

⁷ Ibid. p.2.

modificaciones de este aceite a 75 °C con 12 horas como tiempo de reacción logrando realizarlas exitosamente.⁸

⁸ ABBASI, E; VATANKHAH, M; HOSSEINI, Y; ARIANA, M. A y AYZI, M. Synthesis, Structure, and mechanical properties of castor oil-based polyamidoaminas toughened Epoxy Coatings. En: JOURNAL OF APPLIED POLYMER SCIENCE. 2012. p. 3

2. METODOLOGÍA

La obtención de resinas epóxicas curadas con endurecedores amínicos es un proceso en el cual hay que establecer con claridad las materias primas utilizadas y la metodología a seguir, debido a que las diferentes condiciones a la que se opere establecerá la calidad del producto final.

2.1 SELECCIÓN DE MATERIAS PRIMAS

Para la selección de las materias primas se van a tener en cuenta los principales componentes, de igual forma es importante aclarar que la limitación de materia prima disponible y el costo de cada una son esenciales sin afectar la calidad del producto.

2.1.1 Aceite de ricino. El aceite de ricino (también llamado aceite de castor o de higuera) es usado para la obtención del endurecedor amínico es de tipo comercial, el cual contiene hasta 95% ácido ricinoléico. Su densidad varía entre 0.955 y 0.968 g/cm³, y tiene una viscosidad de 95 cP. Es insoluble en agua.

2.1.2 Dietilentriamina (DETA). La dietilentriamina utilizada en la modificación del aceite de ricino es producida por Quimipal S.A.S. Esta presenta una densidad de 0.95g/cm³ a 20 °C y es soluble en agua. La preferencia de uso de esta amina con respecto a la trietilentetramina (TETA) es debido a los costos pues SIKA ya utiliza DETA en otras líneas de proceso, con productos diferentes.

2.1.3 Modificación del aceite de ricino. El endurecedor amínico que se obtiene es una poliamidoamina a partir de ricino, para lo cual se adiciona el aceite de ricino con la dietilentriamina (DETA) en un reactor de vidrio con capacidad para 250 ml; se establecen varias temperaturas de reacción teniendo en cuenta la utilizada en el artículo Synthesis, Structure, And Mechanical Properties Of Castor Oil-Based Polyamidoamines Toughened Epoxy Coatings. Para este proceso se decide que la muestra será útil para la experimentación si la conversión del aceite de ricino a poliamidoamina es superior al 90%.

Inicialmente se dejaría reaccionar por 12 horas, de acuerdo al artículo nombrado anteriormente en el que se usó TETA. Sin embargo, se dejó reaccionar por un periodo de 6 horas, esto debido a que al realizar la primera modificación con este tiempo se hizo un análisis de espectroscopía IR y dio una conversión superior al

90%, por lo que se utilizó el mismo periodo de tiempo para los demás experimentos obteniendo resultados satisfactorios.

2.1.4 Resina epóxica. La resina epóxica sin curar utilizada durante el proceso fue en base Bisfenol A de tipo comercial, teniendo cargas al 75%. Esta resina es un líquido viscoso de color transparente con una viscosidad de 600 cP, y un equivalente epóxico igual a 430 g/eq.

2.1.5 Solvente. Los solventes son indispensables a la hora de aplicar la pintura, pues dependiendo de su viscosidad, esta se va a diluir en un solvente para permitir su aplicación, debe haber una total afinidad entre el solvente y la pintura para poder formar una buena película y poder realizar su aplicación de tal forma que no se separen en dos fases, para el desarrollo de este trabajo se hacen pruebas con colma, acetato de n-propilo y xilol.

2.1.6 Aditivos. Los aditivos juegan un papel importante en la formulación de cualquier pintura ya que pueden actuar como agentes de nivelación, antiespumantes y humectantes, sin embargo, se debe tener claridad en la cantidad precisa que se va a aplicar pues si se agregan en cantidades inferiores no va a ser de utilidad, si por el contrario se agregan en exceso se pueden presentar mayores problemas de nivelación, espuma y humectación de acuerdo a lo observado durante el desarrollo del proyecto. En el caso de la obtención de resina epóxica curada, se utiliza un humectante M140810, producido por SIKA para sus líneas de proceso de acuerdo a los requerimientos del producto.

2.2 EQUIPOS

Cuadro 1. Equipos

Nombre	Foto	Descripción
Reactor		Reactor construido en vidrio con volumen de 250 ml
Brookfield viscometer DV-II+Pro		Mide viscosidades entre 1 cP y 6×10^6 cP, con velocidades entre 0.01 y 200 RPM. Precisión de $\pm 1.0\%$
Titulador automático DL50 Mettler Toledo		Puede medir punto de equivalencia y de regulación del pH, el potencial y la temperatura de disoluciones, la alcalinidad y acidez

Cuadro 1. (Continuación)

Nombre	Foto	Descripción
Balanza analítica		Exactitud de 5 cifras decimales
Taber 5130 abraser		Programable hasta 99.999 ciclos Carga de 250 g a 1000 g
Brillómetro Novo-Gloss trio		Áreas de medición: 20°: 10.5 mm ² 60°: 10 x 20mm (elipse) 85°: 10 x 54 mm (elipse) Rango de medición: 20°: 0 – 2000 GU 60°: 0 – 1000 GU 85°: 0 – 150 GU GU: Gloss Units (unidad de brillo)

Cuadro 1. (Continuación)

Nombre	Foto	Descripción
Moldes para ensayo Pruebas mecánicas		4 milímetros de espesor
Prensa hidráulica		Prensa manual utilizada para sacar los moldes de las pruebas mecánicas
MARK-10 ESM301		<p>Capacidad de carga: 300 lbF [1,5 kN] Rango de velocidad estándar: 0,5 - 13 pulgadas/min [13 - 330 mm/min] Desplazamiento máximo: 11,5 pulgadas [292 mm] Exactitud de desplazamiento: $\pm 0,002$ pulgadas [0,05 mm]</p>

Cuadro 1. (Continuación)

Nombre	Foto	Descripción
Mandril Cónico		<p>Diámetro variable del mandril cónico 3,2 mm a 38,1 mm Doblado de láminas 180°</p>
impact tester 304		<p>Rango de 0 a 80 lb/f</p>
Espectrofotómetro		<p>medida de pico a pico: 2.100 cm^{-1} resolución máxima: 0,5 cm^{-1} relación señal/ruido: 30.000:1</p>

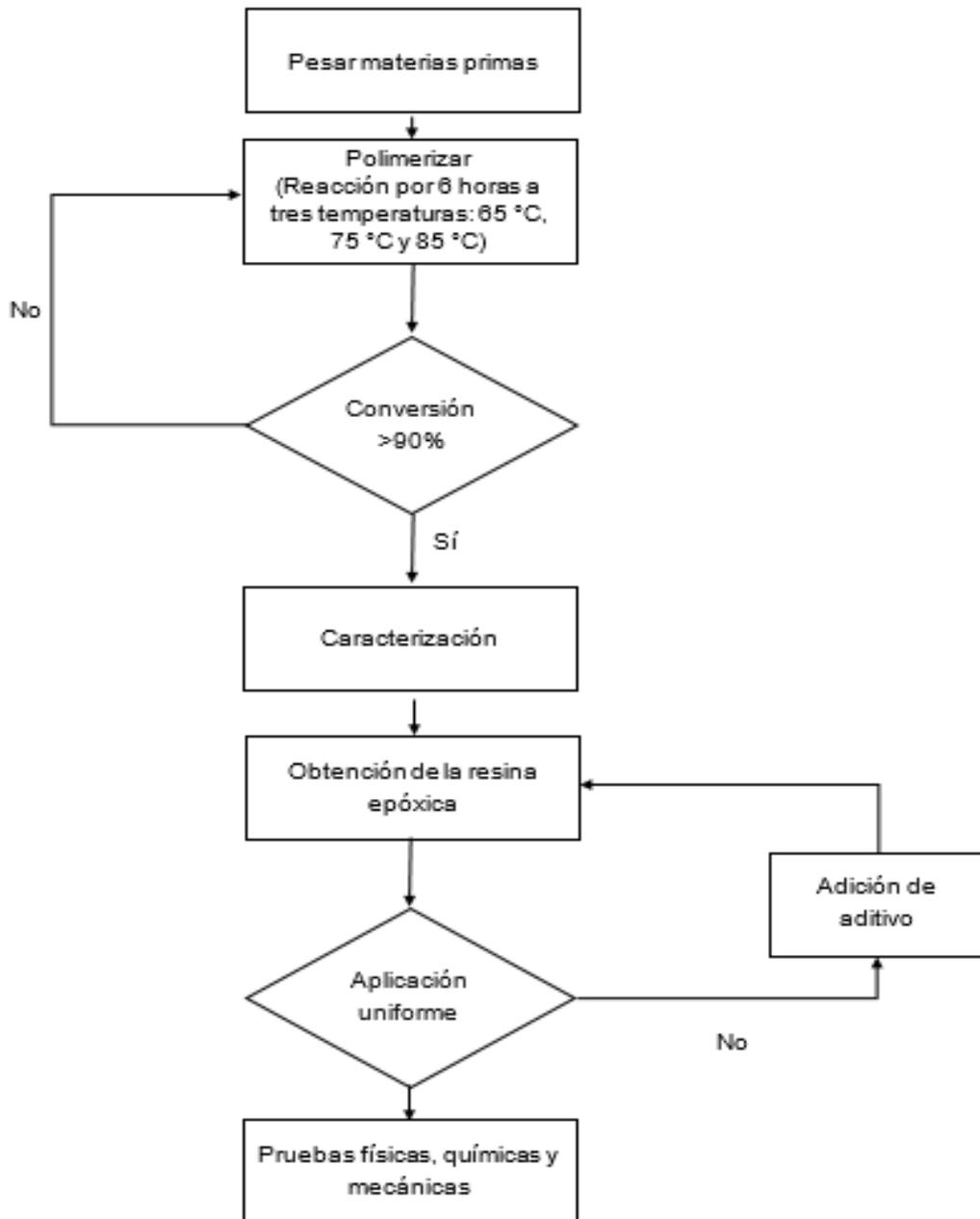
2.3 MÉTODOS

Para la selección de las materias primas se tuvo en cuenta el material disponible en la empresa y los costos, luego se empezó a desarrollar el procedimiento para modificar y polimerizar el aceite de ricino, posteriormente se leyó la disminución de la señal del carbonilo del triglicérido (1740 cm^{-1}) y la aparición de la señal de la amida (1652 cm^{-1}) mediante espectroscopia IR, se hizo de esta manera ya que es el método que usa la empresa para todos sus procesos, con esos datos se calculó el porcentaje de conversión y posteriormente se midió la viscosidad, y valor amínico.

Después de caracterizar el aceite modificado se empezó a hacer la formulación para la elaboración de la resina epóxica curada para lo cual se tuvieron en cuenta parámetros como relación aceite modificado: epoxi, selección del solvente y aditivos.

Finalmente se prepararon las láminas, se lijaron, y se limpiaron cuidadosamente para quitar impurezas de la superficie que pudieran afectar la formación de la película. Una vez listas las láminas se realizó la aplicación de la resina y pasadas 72 horas del tiempo de secado se realizaron pruebas de brillo, abrasión, resistencia química, flexibilidad, resistencia al impacto y resistencia mecánica para compararlas con la resina comercial y de portafolio de Sika.

Diagrama 1. Diagrama del proceso



2.4 CARACTERIZACIÓN DE LOS ENDURECEDORES AMINICOS

A la poliamidoamina obtenida a partir del aceite de ricino se le mide el valor amínico, viscosidad, y el porcentaje de conversión leyendo la disminución de la señal del carbonilo del triglicérido (1740 cm^{-1}) así como la aparición de la señal de la amida (1652 cm^{-1}) medidas mediante espectroscopia IR, los experimentos seleccionados son lo que tengan porcentaje de conversión superior al 90%.

2.4.1 Determinación del porcentaje de conversión. La espectroscopia infrarroja es un método basado en la absorción de radiación infrarroja por parte de las moléculas vibrantes, y dependiendo de la energía suministrada la molécula comenzará a vibrar de una determinada manera. Este método otorga valores de áreas de un compuesto específico para determinar qué tan presente está en una muestra.

El porcentaje de conversión se determinó mediante un análisis de espectroscopia infrarroja, en el cual se tomó una muestra inicial como blanco de la reacción en tiempo cero, y una muestra de cada una de las poliamidas obtenidas con el fin de leer las áreas de triglicérido presentes antes y después de la reacción. El porcentaje de conversión es calculado de la siguiente forma:

Ecuación 1. Cálculo del porcentaje de conversión

$$\% \text{ de conversión} = \left(1 - \frac{\text{Área de triglicérido final}}{\text{Área de triglicérido inicial}}\right) * 100$$

2.4.2 Determinación del valor amínico. Para la determinar este valor se utiliza el Titulador automático DL50 Mettler Toledo, primero es necesario seleccionar el electrodo (DG113 debido a la alta sensibilidad) con el que se va a trabajar, se debe lavar y limpiar muy bien el equipo y elegir el componente químico que se va a usar para titular la muestra.

2.4.3 Cálculo de la cantidad de amina. A fin de obtener un buen desempeño se deben utilizar proporciones estequiométricas. Esto requiere en primer lugar la determinación del equivalente hidrógeno activo del agente de curado y el equivalente epóxico de la resina. El cálculo del equivalente hidrógeno activo se calcula de la siguiente forma:

$$EHA = \frac{mg \text{ KOH}}{VA}$$

Ecuación 2. Cálculo del equivalente hidrógeno activo

donde los mg KOH se calculan de la siguiente forma:

$$\frac{1 \text{ mol } NH_2}{g \text{ de muestra}} * \frac{1 \text{ mol } KOH}{1 \text{ mol } NH_2} * \frac{\text{peso molecular } KOH}{1 \text{ mol } KOH} * \frac{1000 \text{ g } KOH}{1 \text{ g } KOH} = \frac{mg \text{ KOH}}{g \text{ de muestra}}$$

Ecuación 3. Cálculo de la cantidad de KOH en un gramo de muestra

donde:

EHA Es la masa equivalente de hidrógenos activos

E.epx Es la masa equivalente epóxico serie 33 componente A

$$\text{Cantidad de amina (g)} = \frac{EHA * \text{cantidad de epoxi}}{E.epx}$$

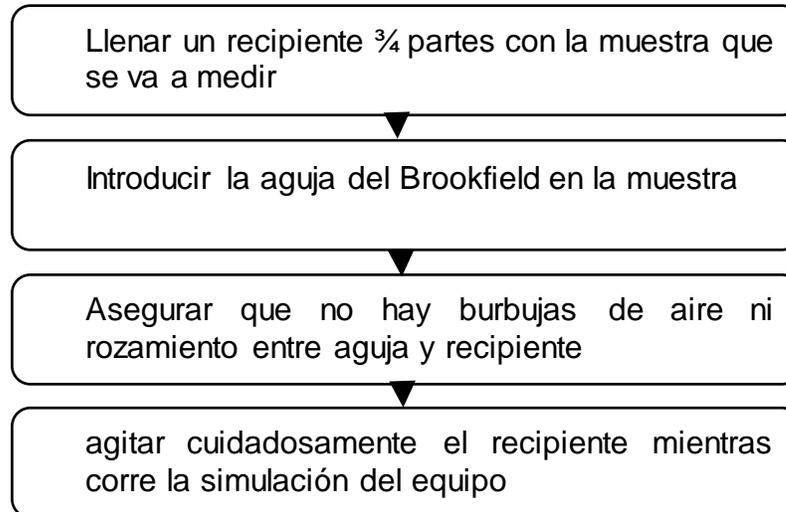
Ecuación 4. Cálculo de la cantidad de amina

Luego de determinar la cantidad de amina necesaria de cada muestra, dicha cantidad se colocó en un recipiente plástico y se agita vigorosamente para que reaccione.

2.4.4 Determinación de la viscosidad

Se mide utilizando el viscosímetro brookfield viscometer DV-II+Pro. una parte de la muestra se coloca en un recipiente luego se introduce la aguja en la muestra y de esta forma se obtiene el valor de viscosidad en centipoises, el procedimiento se repite para cada experimento.

Diagrama 2. Proceso para la determinación de la viscosidad



2.4.5 Selección del solvente. Para esta parte se hacen pruebas con tres solventes diferentes los cuales son Xilol, Colma y acetato de N-propilo, se agrega una determinada cantidad en un recipiente y luego se agrega DETA para observar la afinidad.

2.4.6 Validación de la relación Epoxi:Poliamidoamina. Para comprobar la relación teórica de epoxi-poliamidoamina obtenida teóricamente se prepara la resina epóxica a tres relaciones diferentes y se aplica en láminas debidamente preparada y se observa su comportamiento.

2.5 MÉTODOS DE ENSAYO PARA CONTROL DE CALIDAD

Las pruebas de control de calidad miden las propiedades físicas, químicas y mecánicas que poseen las muestras de resina epóxica curada con el componente amínico de poliamidoamina obtenida a partir de aceite de ricino, y se comparan con las propiedades medidas de la resina epóxica comercial.

2.5.1 Determinación del brillo. El procedimiento se realiza según lo describe la norma ASTM D523 para lo cual se debe aplicar la película de forma uniforme sobre las láminas, habiendo preparado la superficie de estas previamente. La muestra se deja secar por un periodo de 36 horas a temperatura ambiente en un cuarto cerrado. Para la medición de brillo se utiliza el Brillómetro Novo-Gloss trio. Este se coloca sobre la lámina negra con el fin de equilibrar el equipo y luego se procede a examinar la muestra indicando el cero de la escala. Este equipo emite un rayo de luz sobre la superficie el cual al incidir sobre la muestra se refleja y es captado por un lente. También posee un borde oscuro el cual restringe la entrada de luz de otras fuentes. Así, se realiza la medición a tres ángulos diferente (20°, 60° y 85°) y se promedian los resultados con el fin de obtener la reflexión especular. De acuerdo a la norma ASTM D523-08, los resultados para la prueba con ángulos de reflexión de 20° y 85° se usan para los casos en los que los resultados de la prueba a 65° dan menos a 10 y mayor a 70 respectivamente. Los resultados pueden clasificarse en alto brillo, brillante semibrillante, semimate, y mate, sin exigir un brillo determinado.

2.5.2 Determinación de la abrasión. Esta prueba se realiza utilizando el Taber 5130 abraser, el cual consta de dos discos verticales sujetos a una carga. el equipo se programa a una determinada cantidad de ciclos dependiendo de la pérdida el desgaste del producto.

Según la norma ASTM D4060-10 los resultados obtenidos se clasifican en dos índices: índice de desgaste y peso perdido. El índice de desgaste se obtiene según la ecuación 6:

$$I = \frac{(A - B) * 1000}{C}$$

Ecuación 5. Cálculo del índice de desgaste

Donde A es el peso inicial, B el peso final y C el número de ciclos a los que fue sometida la prueba.

El peso perdido es la diferencia de peso que presentó la muestra antes y después de la prueba de abrasión, calculándose según la ecuación 6.

$$L = (A - B)$$

Ecuación 6. Cálculo del peso perdido

Donde A es el peso inicial y B el peso final de la muestra.

2.5.3 Determinación de la flexibilidad. La prueba de flexibilidad señala la resistencia a la fractura o deterioro de los recubrimientos. Se mide con un mandril cónico con el fin de evaluar si alguna muestra presenta algún tipo de deterioro al ser sometida a tensión. Se lleva a cabo colocando la lámina entre el cono y la barra de doblado con el recubrimiento curado hacia el exterior, luego se asegura para que quede firme y no se mueva, se baja la barra de doblado con una palanca manual, se retira la lámina y se observa si existe desprendimiento o ruptura.

2.5.4 Determinación de la resistencia al impacto. Una propiedad importante en las resinas epóxicas es la abrasión pues esta garantiza la durabilidad del producto. Depende en gran manera del tiempo de secado y la cantidad correcta de componente amínico con el que se haya curado la resina epóxica.

Los recubrimientos son frecuentemente sometidos a impactos que pueden deformar el material base, demostrar estrés en la adherencia y la cohesión de la película.

Esta prueba se realiza con el Impact Tester 304 el cual es utilizado para las pruebas de impacto de acuerdo a la norma ASTM D 2794 la cual establece que el modelo 304 tiene una barra que golpeará la muestra con un peso determinado y uno de sus lados con cabeza semi circular, desde diferentes alturas. Se realizan dos tipos de prueba: la primera con la bola que impacto por el lado del recubrimiento para una deformación cóncava o de intrusión y la otra por el otro lado para una deformación convexa y de extrusión. Se golpea la lámina en diferentes puntos y por cada punto se aumenta la fuerza en con el fin de observar si en algún punto el recubrimiento se daña.

2.5.5 Determinación de la resistencia química. La prueba de resistencia química se realiza en láminas de vidrio y de metal, y se somete al ataque de diversas sustancias químicas, ya sean bases, ácidos o sales. Estos compuestos se dejan reaccionar 24 horas sobre el recubrimiento y luego se observa el comportamiento ante cada sustancia.

2.5.6 Determinación de la resistencia a la luz UV. Para determinar la resistencia a la radiación ultravioleta la resina se aplica sobre láminas las cuales se colocan en la cámara UV. Dichas láminas se supervisan cada 24 horas y se retiran al completar 7 días.

2.5.7 Determinación de la resistencia mecánica. Esta prueba se lleva a cabo con el equipo MARK-10 ESM301 para medir tensión y elongación. En primer lugar, se utiliza la película que es aplicada sobre la lámina de PVC, se levanta con cuidado y se lleva a una prensa hidráulica en la cual se sacan moldes con medidas definidas (4mm de ancho y aproximadamente 5mm de espesor), luego con el equipo MARK-10 se sujeta cada extremo del recubrimiento curado, este comienza a tensionar la muestra hasta la ruptura, el ensayo se hace para cada muestra. Y se emplean las siguientes ecuaciones.

$$\sigma = \frac{\textit{Tensión}}{\textit{Área}}$$

Ecuación 7. Cálculo del esfuerzo

$$\% \varepsilon = \frac{\textit{Elongación del equipo}}{10} \times 100$$

Ecuación 8. Cálculo del porcentaje de elongación

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

En este capítulo se habla del método seleccionado para la modificación del aceite de ricino con DETA (sección 2.1.3) para obtener la poliamidoamina necesaria para producir la resina epóxica curada, luego se describe el procedimiento para la caracterización de los endurecedores amínicos y formulación de la resina epóxica terminada y finalmente los métodos de ensayo para el control de calidad (sección 2.5). Cabe aclarar que se llevaron a cabo nueve experimentos a tres condiciones de temperatura y tres relaciones de concentración, (diagrama 1).

Como se menciona anteriormente, basados en el artículo Synthesis, Structure, And Mechanical Properties Of Castor Oil-Based Polyamidoamines Toughened Epoxy Coatings se seleccionan tres temperaturas de reacción y tres relaciones de concentración DETA:Aceite de ricino. Para facilitar la parte experimental se codificaron las temperaturas y las relaciones de concentración como se ve en la tabla 1 de tal forma que el experimento se realiza en nueve pruebas y a las seis horas de reacción se lee la disminución de la señal del carbonilo del triglicérido (1740 cm^{-1}) y la aparición de la señal de la amida (1652 cm^{-1}) mediante espectroscopia IR. La muestra es útil si la conversión es superior al 90%

Tabla 1. Temperaturas y relaciones seleccionadas

codificación	Temperaturas °C	Relaciones de concentración DETA:Aceite
-1	65	1:1
0	75	1:2
1	85	1:3

3.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS ENDURECEDORES AMÍNICOS

Para la caracterización de los endurecedores amínicos se toma una muestra de cada experimento y se le mide viscosidad, y valor amínico según el procedimiento descrito en la sección 2.4.

3.1.1 Determinación del porcentaje de conversión. Para calcular el porcentaje de conversión se hace uso de las gráficas generadas en el ensayo de espectroscopia IR, se lee la disminución de la señal del carbonilo del triglicérido (1740 cm^{-1}) y la aparición de la señal de la amida (1652 cm^{-1}) (anexo XX: gráficas de áreas y porcentajes de conversión) y se emplea la ecuación 1. (Anexo A: Gráficas de análisis de espectroscopía IR)

Para entender el comportamiento de la conversión y evaluar la incidencia de la temperatura de reacción y la relación entre concentración de DETA y la concentración de aceite de ricino en la obtención de la poliamidoamina se estudiaron las variables y niveles que se muestran en la Tabla 2. Los resultados del diseño de experimentos factorial 3^2 se muestran en la Tabla 3.

Tabla 2. Variables y niveles empleados para la obtención de la poliamida CO-DETA.

Variables	Niveles		
	-1	0	1
A: Temperatura (°C)	65	75	85
B: Relación amina: aceite castor, relación DETA: Aceite de ricino (g/g)	1:1	2:1	3:1

Tabla 3. Diseño factorial 3^2 y respuesta para la obtención de la poliamina CO-DETA

Numero de experimento	Temperatura (°C)	Relación amina: aceite de ricino (g:g)	% de conversión
	A	B	
1	1	1	99,83
2	0	1	99,13
3	-1	1	98,26
4	0	-1	97,63
5	1	0	99,61
6	-1	-1	90,54
7	0	0	98,47
8	-1	0	94,65
9	1	-1	99,66

3.1.1.1 Análisis de varianza y ecuación polinomial para el porcentaje de conversión en la obtención de poliamidoamina. El análisis estadístico ANOVA para la superficie de respuesta del porcentaje de conversión para la obtención de la poliamida CO-DETA se muestra en la Tabla 4, donde puede observarse que:

- El valor-F del modelo (37191.95) implica que es significativo.
- Todos los términos son significativos (AB, AB, A^2 , B^2 , A^2B , AB^2) ya que los valores de "Prob>F" fueron menores que 0.05 excepto B^2 (0.1032) no hay

necesidad de modificar el modelo pues no son muchos modelos insignificantes (mayores a 0.05).

- La ecuación polinomial con el mejor ajuste encontrado para el porcentaje de conversión es:

$$\%Conversion = 98.46 + 2.48A + 0.75B - 1.89AB - 1.32 A^2 - 0.073 B^2 + 1.22 A^2B + 0.19AB^2$$

Ecuación 9. Cálculo del porcentaje de conversión con todas las interacciones

Con el fin de simplificar la ecuación, se realiza un diagrama de Pareto (gráfica 1) en términos de la diferencia P-F y así establecer cuáles son las interacciones más insignificantes, es decir cuyos valores sean mayores a 0,05. De acuerdo a esto, las interacciones que tienen menor efecto sobre el cálculo de la conversión son B² y AB², los cuales presentan diferencias de 0,1032 y 0,0490 respectivamente (AB² está muy cercano al límite), por lo que omitir dichas interacciones en el cálculo del porcentaje de conversión simplifica la ecuación sin afectar en gran medida el resultado, de esta forma:

$$\% Conversion = 98.46 + 2.48A + 0.75B - 1.89AB - 1.32 A^2 + 1.22 A^2B$$

Ecuación 10. Cálculo del porcentaje de conversión simplificada

El valor de R² fue de 1.0000, el valor de "R² pred" de 0.9993 está razonablemente de acuerdo con el "R² Adj" de 1.0000. El valor de "Adeq Precisión" 579.167 indica una señal adecuada, ya que el valor es mayor que 4. La desviación estándar (0.017) y el coeficiente de variación (0.017%), son bajos indicando buena homogeneidad en los datos.

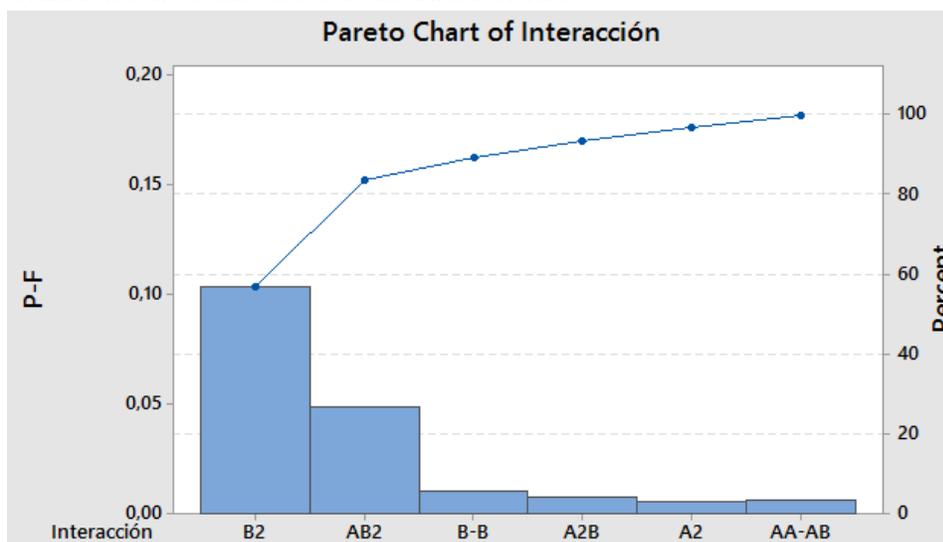
Tabla 4. Análisis de varianza para el porcentaje de conversión (ANOVA)

ANOVA for Response Surface Reduced Cubic Model

Analysis of variance table [Partial sum of squares - Type III]

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value Prob > F	
Model	75.28	7	10.75	37191.95	0.0040	significant
A-A	12.31	1	12.31	42569.03	0.0031	
B-B	1.12	1	1.12	3866.04	0.0102	
AB	14.27	1	14.27	49363.96	0.0029	
A ²	3.48	1	3.48	12030.27	0.0058	
B ²	0.011	1	0.011	37.36	0.1032	
A ² B	2.00	1	2.00	6901.21	0.0077	
AB ²	0.049	1	0.049	167.84	0.0490	
Residual	2.892E-004	1	2.892E-004			
Cor Total	75.29	8				

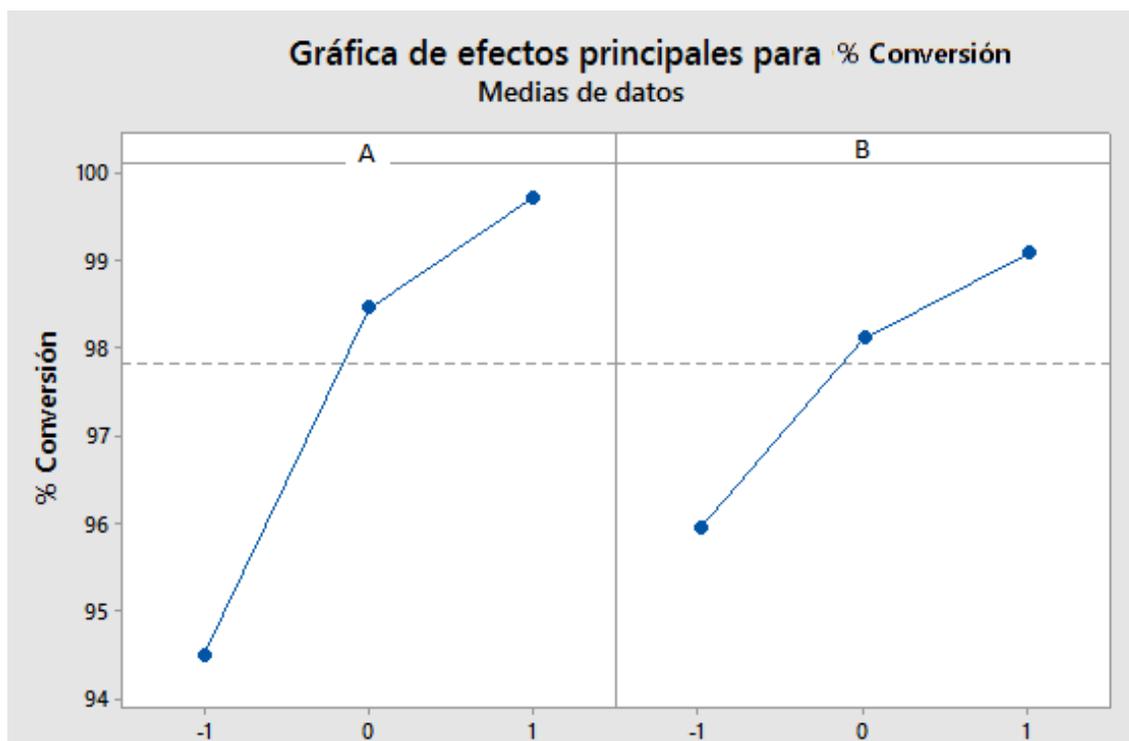
Gráfica 1. Pareto del efecto de las interacciones



3.1.1.2 Análisis de gráficos de efectos para la obtención de la poliamidoamina

Tanto la temperatura como la concentración son factores que afectan el porcentaje de conversión. Este aumenta a medida que la temperatura y la concentración son mayores, sin embargo, hay una mayor variación entre 65 y 75°C. La conversión aumenta a mayores temperaturas y mayor cantidad de amina, porque se disminuye la energía de activación de la reacción.

Gráfica 2. Efectos para la obtención de CO-DETA



3.1.1.3 Optimización del modelo para la obtención de poliamidoamina

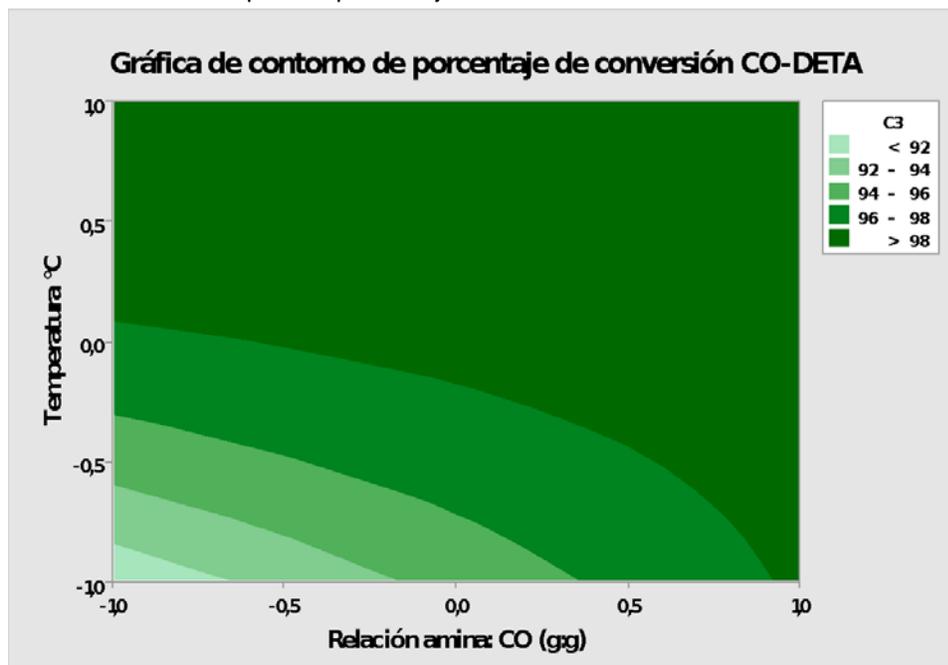
El mejor experimento es aquel que permita obtener el mayor porcentaje de conversión. La optimización se realizó utilizando el software Design Expert 7.0 versión prueba el cual se muestra en la Tabla 5.

Tabla 5. Optimización del modelo polinomial para la obtención de CO-DETA

	Temperatura (°C)	Relación amina: CO (g:g)		% conversión	Deseabilidad
	A	B			
Codificadas	1	1		99,819	0,999
Reales	85	3:1			

Explorando la gráfica 2 de contorno realizado con el software Minitab17 versión gratuita, mostrado a continuación, vemos que para obtener un porcentaje por encima del 98% podríamos utilizar temperaturas entre 76 a 85°C y relaciones amina:CO > 2.9:1.

Gráfica 3. Contorno para el porcentaje de conversión de CO-DETA.



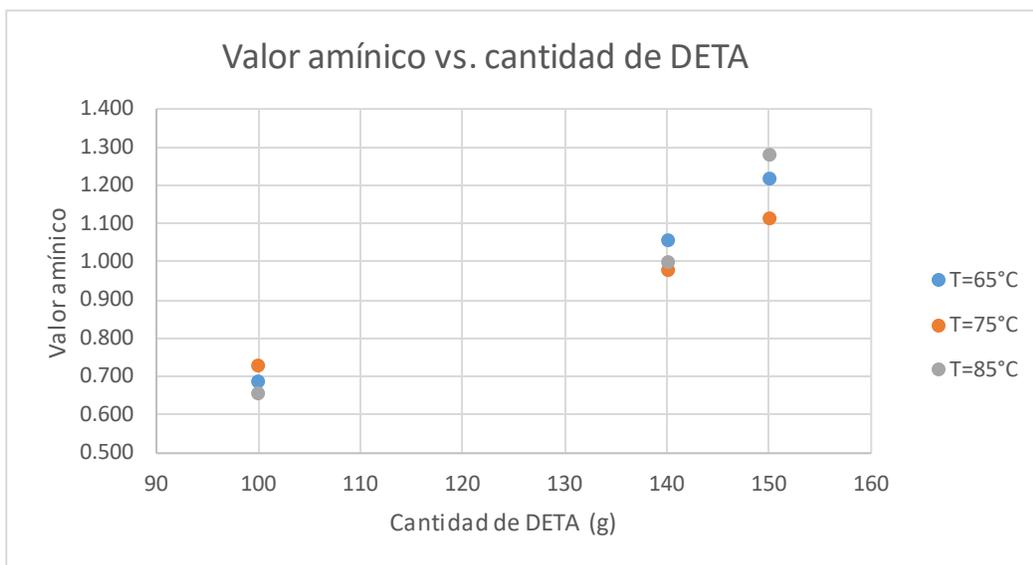
3.1.2 Determinación del valor amínico

Se determina con el Titulador automático, en primer lugar, se selecciona el electrodo DG113 debido a la alta sensibilidad, luego se lava con agua desionizada el agitador y el electrodo y posteriormente se secan. En este caso se utiliza KOH en una bureta de 10 ml y se pesan aproximadamente 0.03 g de muestra los cuales son disueltos en 40 ml de ácido acético en un recipiente plástico en el que se coloca el agitador y el electrodo.

Tabla 6. Resultados de valor amínico

Experimento (Numeración nueva)	Temperatura (°C)	Cantidad de DETA (g)	Valor Amínico
1	65	100	686
2	65	140	1.059,32
3	65	150	1.220,28
4	75	100	730,000
5	75	140	980,000
6	75	150	1.112,67
7	85	100	656
8	85	140	1.000,44
9	85	150	1.282,62

Gráfica 4. Valor amínico vs cantidad de DETA



Como se ve en la gráfica 3, el mayor valor amínico obtenido se da a 85°C y relación 3:1 DETA:Aceite de ricino. Se observa que para esta relación el valor amínico incrementa únicamente a más de 140g de DETA por lo que la relación debe ser de más de 2.9:1 para obtener una alta cantidad de aminos en la muestra por lo tanto es acertado trabajar con temperatura de 65°C pues el valor amínico es casi el mismo y se ahorraría el costo energético por la diferencia de temperaturas.

3.1.3 Cálculo de la cantidad de amina. Para la formulación se utiliza una base de cálculo de 100g de epoxi y una vez obtenido el valor amínico de las poliamidoaminas se calcula la cantidad en gramos de las mismas que se usan en la formulación. El primer valor a obtener es la cantidad en mg de KOH por gramo de muestra empleando la ecuación 3 y luego se usa este valor en la ecuación 2 para determinar el equivalente hidrógeno activo:

$$\frac{1 \text{ mol } NH_2}{g \text{ de muestra}} * \frac{1 \text{ mol } KOH}{1 \text{ mol } NH_2} * \frac{56.1g}{1 \text{ mol } KOH} * \frac{1000 \text{ g } KOH}{1 \text{ g } KOH} = \frac{56100 \text{ mg } KOH}{g \text{ de muestra}}$$

Ecuación 11. Determinación de la cantidad de KOH por gramo de muestra

$$EHA = \frac{56100 \text{ mg } KOH/g \text{ de muestra}}{VA}$$

Ecuación 12. Obtención del equivalente de hidrógeno activo

Para cada valor muestra se calcula el equivalente hidrógeno activo, se obtienen los siguientes resultados:

Tabla 7. Resultados del equivalente hidrógeno activo

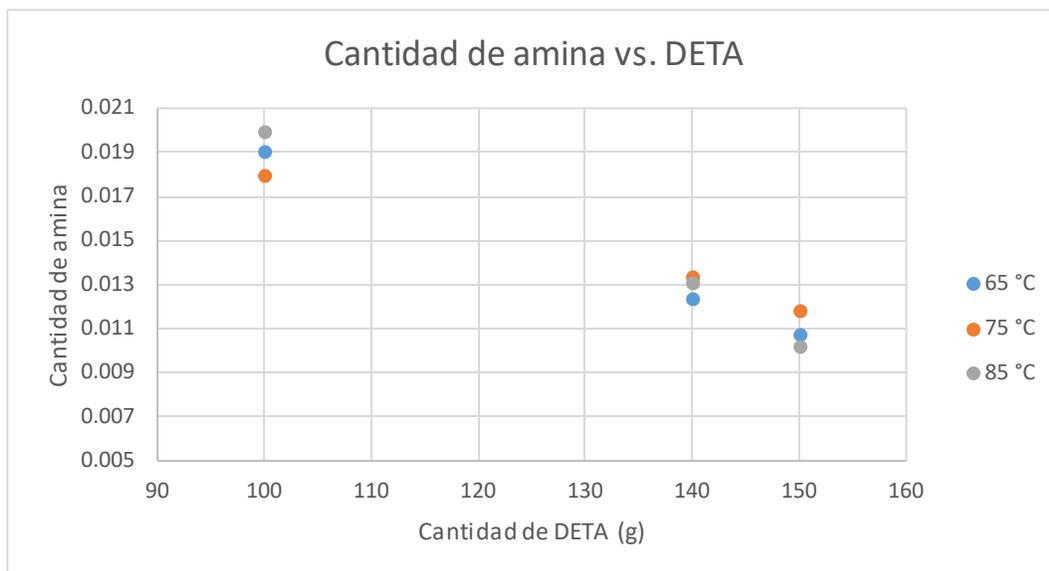
Experimento (Numeración nueva)	Temperatura (°C)	Cantidad de DETA (g)	EHA
1	65	100	43,74
2	65	140	50,42
3	65	150	45,97
4	75	100	76,85
5	75	140	56,08
6	75	150	81,78
7	85	100	57,24
8	85	140	52,96
9	85	150	85,52

Una vez obtenido el EHA para cada muestra, se emplea la ecuación 4 para calcular la cantidad estequiométrica de amina necesaria. El equivalente epóxico de la resina que se utiliza es de 430 g/eq, este valor es proporcionado por el distribuidor. Las cantidades obtenidas por cada muestra son:

Tabla 8. Resultados de la cantidad de amina

Experimento (Numeración nueva)	Temperatura (°C)	Cantidad de DETA (g)	Cantidad de amina (g)
1	65	100	19,018
2	65	140	12,316
3	65	150	10,691
4	75	100	17,872
5	75	140	13,313
6	75	150	11,725
7	85	100	19,888
8	85	140	13,041
9	85	150	10,172

Gráfica 5. Resultados de la cantidad de amina



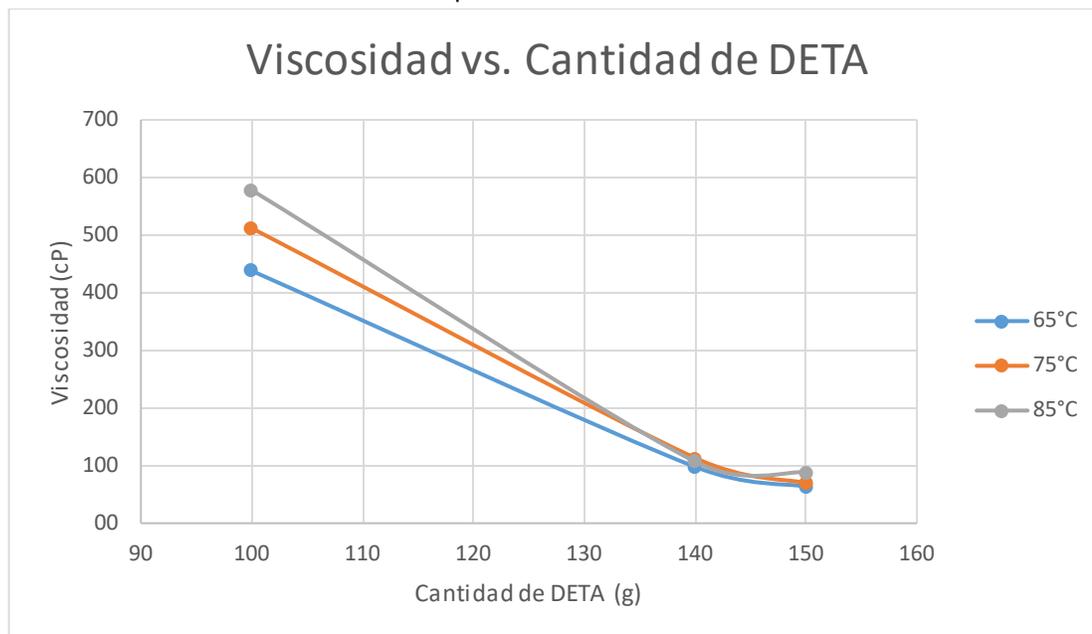
En la gráfica 4 es evidente que a medida que aumenta la relación DETA:Aceite de ricino se disminuye la cantidad estequiométrica de amina necesaria para cada muestra. Aun así, los peores resultados continúan presentándose a 75°C, mientras que para 65°C y 85°C son muy semejantes por lo que sigue siendo acertado trabajar a 65°C para disminuir costos de energía.

3.1.4 Determinación de la viscosidad. Para la prueba de viscosidad se obtienen resultados cercanos a los esperados pues, aunque la literatura establece que las poliamidoaminas tienen viscosidades entre 100 y 700 cP, las muestras varían entre los 60 y los 600 cP. Esto es considerado una ventaja pues facilita el proceso de agitación. La viscosidad de cada muestra se presenta en la tabla 9.

Tabla 9. Resultados de viscosidad

Experimento (Numeración nueva)	Temperatura (°C)	Cantidad de DETA (g)	Viscosidad (cP)
1	65	100	438
2	65	140	97,8
3	65	150	63,7
4	75	100	512
5	75	140	113,2
6	75	150	69,8
7	85	100	578
8	85	140	106,8
9	85	150	88,6

Gráfica 6. Viscosidad Vs Cantidad de poliamidoamina

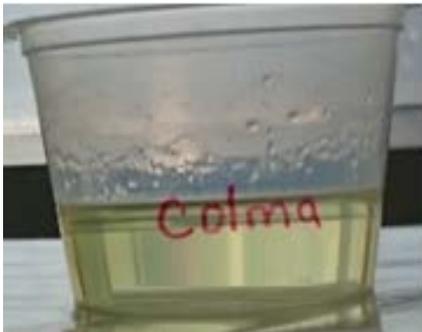
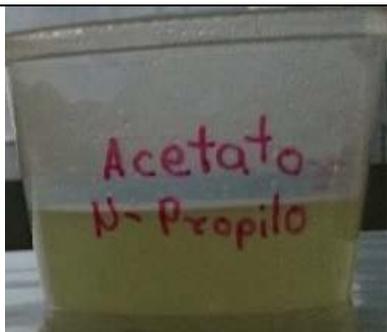


En la gráfica 5 se ve cómo las concentraciones más altas de DETA tienen las viscosidades más bajas, en este caso para la relación de concentración 3:1 DETA:Aceite de ricino la viscosidad más alta la presenta la muestra que se reaccionó a 85 °C, mientras que la más baja pertenece a la muestra que se preparó a 65°C. Para esta prueba el experimento número tres es el que mejor resultados ofrece, siendo deseable la viscosidad más baja.

3.2 SELECCIÓN DEL SOLVENTE

La prueba se hace con tres solventes Xilol, colma epoxi y acetato de n-propilo. En tres recipientes plásticos se colocan 10 ml de cada solvente respectivamente y se agregan 5 ml de DETA, luego se agita y se observa al comportamiento.

Cuadro 2. Pruebas de solvente

Solvente	Observación
Xilol	
	<p>Con un pipeteador de vidrio se colocan 10 ml de Xilol en un recipiente plástico y luego se agregan 5 ml de aceite modificado.</p> <p>El Xilol se ve un poco turbio sin embargo no presenta separación de fases.</p>
colma	
	<p>Con un pipeteador de vidrio se colocan 10 ml de colma en un recipiente plástico y luego se agregan 5 ml de aceite modificado.</p> <p>En el caso del colma se observa muy puro y translucido</p>
Solvente	Observación
Acetato de N-Propilo	
	<p>Con un pipeteador de vidrio se colocan 10 ml de Acetato de N-propilo en un recipiente plástico y luego se agregan 5 ml de aceite modificado.</p> <p>Con el acetato de N-propilo se observa una gran turbidez y separación de fases</p>

El solvente seleccionado es el colma, pues como se ve en el cuadro 2 no presentó turbidez ni separación de fases, por lo tanto, es el que presentó mayor afinidad.

3.3 VALIDACIÓN DE LA RELACIÓN EPOXI:POLIAMIDOAMINA

Para comprobar la relación se prepara la resina epóxica a tres relaciones diferentes y se aplica en láminas debidamente preparadas.

Se aclara que se toma una base fija de epoxi de 100g y se varía la relación de poliamodoamina en 1, 0,5 y 0,25 para saber cuál es el mejor comportamiento, y asegurar que el cálculo estequiométrico de la cantidad de amina es correcto.

Cuadro 3. Relación de concentración DETA:epoxi

Relación de concentración	Observación
<p data-bbox="464 604 639 636">Relación 1:1</p> 	<p data-bbox="776 646 1409 846">Para este caso se mezcla la cantidad de DETA en gramos indicados en la tabla 8 y 100 gramos de Epoxi, se agita vigorosamente y se deja reaccionar durante 30 minutos.</p> <p data-bbox="776 898 1409 1056">Se observa que se forma una película con pocos problemas de nivelación, pero presenta fallas de tensión superficial y espuma.</p>
<p data-bbox="451 1192 656 1224">Relación 1:0.5</p> 	<p data-bbox="776 1192 1409 1392">Para la relación 1:0.5 se mezcla la cantidad de DETA en gramos indicados en la tabla 8 dividido en dos y 100 gramos de Epoxi, se agita vigorosamente y se deja reaccionar durante 30 minutos.</p> <p data-bbox="776 1444 1409 1766">Esta formulación forma una película con más problemas que la muestra con relación 1:1. Tiene tendencia a formar agujeros más grandes (aumento de tensión superficial), y aumenta el desnivel, es decir, tiende a acumularse en unos puntos más que en otros. También aumenta la cantidad de espuma en el interior de la película.</p>

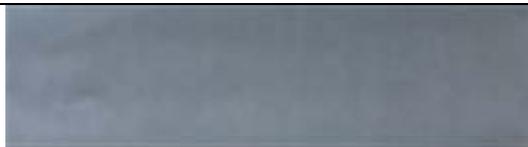
Cuadro 3. (Continuación)

Relación de concentración	Observación
Relación 1:0.25	<p data-bbox="776 373 1409 575">Se mezcla la cantidad de DETA en gramos indicados en la tabla 8 dividido en cuatro y 100 gramos de Epoxi, se agita vigorosamente y se deja reaccionar durante 30 minutos.</p> <p data-bbox="776 625 1409 785">Esta relación forma una película con más problemas de nivelación que las dos anteriores, y hay mayor tensión superficial y espuma que en los dos casos anteriores</p>
	

La relación seleccionada es la 1:1, como se ve en el cuadro 3 es la que menos problemas presenta de nivelación, espuma y tensión superficial, sin embargo, el inconveniente de aplicación no se soluciona completamente por lo que es necesario utilizar un aditivo para mejorar el aspecto en la película.

Para solucionar por completo el problema que presenta la película se decide agregar a la formulación el aditivo M140810, un aditivo tipo humectante desarrollado por Sika, para lo cual se tiene en cuenta que estos se aplican en porcentajes muy bajos (entre el 0,2% y 1%) y se realiza el ensayo a diferentes porcentajes de relación para observar cuál es la cantidad que mejores propiedades le otorga a la película aplicada. Los resultados se presentan en el cuadro 4 a continuación.

Cuadro 4. Porcentaje de concentración del aditivo

Porcentaje de concentración	observación
Concentración al 0.2%	 <p>Al aplicar el aditivo M140810 al 0.2% se observa que la película permanece lisa, sin desnivelarse o presentar problemas de tensión superficial. También se libera de la presencia de burbujas.</p>
Concentración al 0.4%	
Concentración al 0.6%	 <p>Con la concentración del 0.6 % se hacen más evidentes los espacios en la película producto de la tensión superficial, aumentando de diámetro de estas marcas, sin alcanzar a abrirse hasta la superficie metálica</p>
Concentración al 0.8%	
Concentración al 1%	 <p>la concentración del 1% es la que más problemas presenta de tensión superficial, pues las marcas que genera tienen diámetros mayores a los 5mm en la superficie de la película y de aproximadamente 3mm en la superficie de la lámina.</p>

Con los resultados obtenidos en el cuadro 4 se decide trabajar con la mínima concentración, es decir la del 0.2 % ya que es el mejor resultado y la película queda totalmente nivelada y sin espuma, el resultado es más evidente en la figura 3 que se presenta a continuación.

Figura 3. Prueba de aditivo

Antes del aditivo

Después del aditivo



Debido a estos resultados, la cantidad de aditivo humectante M140810 para todas las muestras se hizo con la misma relación de 0.2% de aditivo.

3.4 MÉTODOS DE ENSAYO PARA EL CONTROL DE CALIDAD

A continuación, se describen los resultados obtenidos en cada una de las pruebas llevadas a cabo para realizar el control de calidad de las muestras obtenidas

3.4.1 Determinación de brillo. La prueba de brillo se determina de acuerdo a los valores estándar para cada ángulo como se mencionan en la metodología (2.5.1). La tabla 10 muestra los resultados obtenidos para muestra, en los tres ángulos de medida. Debido a que para 60° los resultados están entre 10% y 10% de luz reflejada se tendrá únicamente en cuenta este ángulo para evaluar la capacidad de cada experimento de emitir brillo.

Tabla 10. Resultados de determinación de brillo

T (°C)	DETA (g)	Brillo (% de luz reflejada)					
		20°		60°		85°	
		Limpio	Sin Limpiar	Limpio	Sin Limpiar	Limpio	Sin Limpiar
65	100	2,5	6,2	9,7	19,00	33,6	32,7
65	140	5,6	12,2	17,9	33,7	72,9	74,7
65	150	4,8	10,6	16,1	26,3	79,2	68,8
75	100	4,00	5,7	15,16	15,9	66,3	57,2
75	140	4,00	9,2	12,4	21,7	56,4	49,7
75	150	3,2	3,6	17,5	17,00	26,5	25,7
85	100	3,00	5,00	15,4	24,3	17,3	22,5
85	140	5,1	8,1	22,9	24,00	64,9	60,3
85	150	10,30	19,8	42,3	43,5	77,7	73,2
Comercial	Comercial	38,6	56,4	53,7	77,5	87,5	75,9

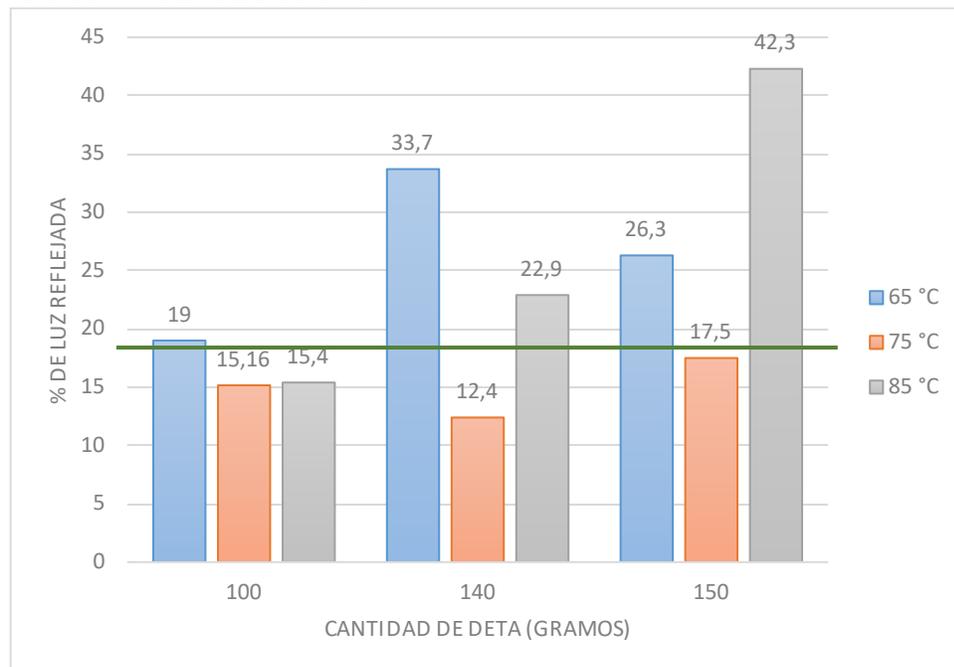
Como se mencionó anteriormente en la sección 1.2, la patente Polyamidoamine curing agents based on mixtures of fatty and aromatic carboxylic acids que describe el fenómeno más común en los polímeros tipo poliamidoamina, el resultado obtenido en las láminas de recubrimiento con cada una de las muestras mostró un exudado consistente en una superficie grasa del componente amínico obtenido. Este exudado causa que la lámina se vea afectada en su estética. Además de esto

presentan manchas conocidas como *blush*, las cuales se dan debido al precipitado en la superficie de componentes propios del componente amínico.

Debido a que todas las muestras de resina epóxica curada con el componente amínico derivado del aceite de ricino dieron valores entre 20 y 70 para 65°, el análisis estará basado en las pruebas con este ángulo de reflexión, así como las muestras sin limpiar pues son los resultados naturales de estas.

En los resultados es evidente que es mayor el brillo en las muestras sin limpiar, es decir, con el exudado presente. Sin embargo, cuando se limpian, algunas tienen tendencia a perder mucho más brillo que otras, siendo los casos más extremos la muestra 6 (T=75°C; DETA=150g) con una diferencia de 0.5%, y la muestra 2 (T=65°C; DETA=140g) con una diferencia de 15.8% de luz reflejada. Aun así, la muestra que mayor brillo presenta sin limpiar es la muestra 9 (T=85°C; DETA=150g) reflejando el 43.5% de luz, y la que menos brillo ofrece es la muestra 4 (T=75°C; DETA=100g) reflejando el 15.9% de luz; luego de ser removido el exudado, la muestra que mayor brillo presenta continúa siendo la muestra 9 reflejando 42.3% de luz, mientras que la que menos brillo ofrece es la 1 (T=65°C; DETA=100g) reflejando el 11.3% de luz. Así, la muestra con mejores resultados es la 9 obteniendo mayor brillo tanto con exudado como sin él.

Gráfica 7. Resultados de brillo



Como se ve en la gráfica 6. Todas las muestras tienen poca capacidad para reflejar luz con respecto al 77.5% reflejado por la muestra comercial, sin embargo, de acuerdo a la tendencia de todas las muestras de resina epóxica curada con la poliamidoamina obtenida a partir de aceite de ricino, se establecen como buenos resultados las muestras que reflejan más del 20% de luz, siendo estas la muestra 2 (T=65°C; DETA=140g) reflejando el 33.7%, la muestra 3 (T=65°C; DETA=150g) reflejando el 22.9%, la muestra 8 (T=85°C; DETA=140g) reflejando el 22.9%, y la muestra 9 (T=85°C; DETA=150g) reflejando el 42.3%.

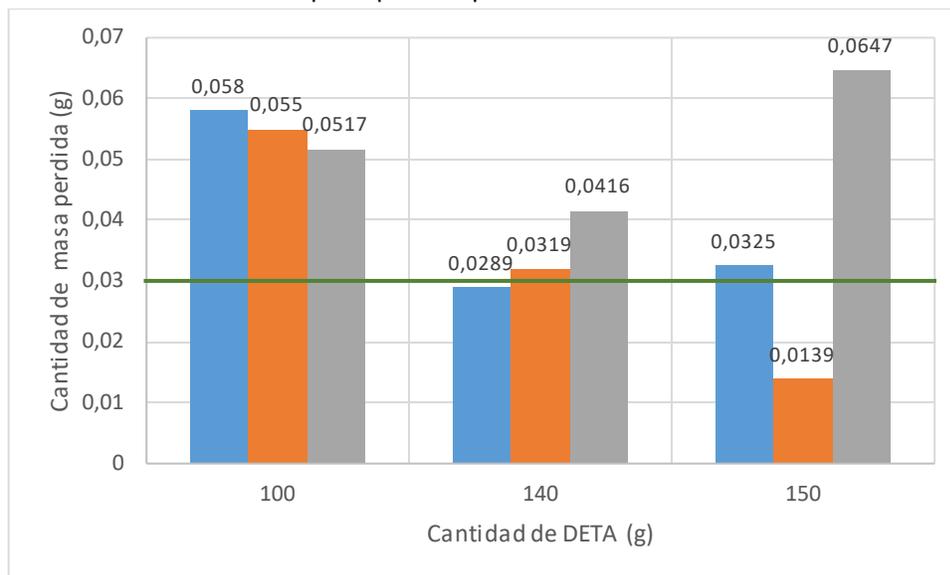
3.4.2 Determinación de abrasión. Las láminas curadas se colocan sobre un plato giratorio y se someten a la acción giratoria de dos discos posicionados verticalmente a cada lado de la lámina sujetos cada uno por un brazo con una carga de 250g, los discos giran uno hacia el interior y otro hacia el exterior. El brazo del centro cumple la función de aspirar los residuos que son producto de cada ciclo, al final se calcula la cantidad de material perdido de cada muestra.

En el caso de la resina epóxica curada con el componente amínico obtenido a partir de aceite de ricino se usaron mil ciclos pues al hacer las primeras pruebas se notó que tenía una alta resistencia a la abrasión por lo que se estandarizaron las pruebas con una alta cantidad de ciclos para que los resultados fueran más evidentes. Esta cantidad de ciclos también permite que los resultados del índice de desgaste y el peso perdido sean los mismos. Estos resultados se presentan en la tabla 11 a continuación:

Tabla 11. Resultados de índice de desgaste y peso perdido

Experimento (Numeración nueva)	Temperatura (°C)	Cantidad de DETA (g)	Índice de desgaste / Peso perdido (g)
1	65	100	0,058
2	65	140	0,0289
3	65	150	0,0325
4	75	100	0,055
5	75	140	0,0319
6	75	150	0,0139
7	85	100	0,0517
8	85	140	0,0416
9	85	150	0,0647
Comercial			0,0437

Gráfica 8. Resultados de peso perdido por abrasión



La prueba que perdió menos peso, por lo tanto, la que muestra mayor resistencia a la abrasión fue la muestra 6 ($T=75^{\circ}\text{C}$; $\text{DETA}=150\text{g}$) habiendo perdido $0,0139\text{g}$, mientras que la muestra más vulnerable a la prueba abrasiva fue la muestra 9 ($T=85^{\circ}\text{C}$; $\text{DETA}=150\text{g}$) pues perdió $0,0647\text{g}$. La muestra 6 presenta una gran mejoría con respecto a la muestra comercial pues esta perdió $0,0437\text{g}$, por lo que hay una diferencia de $0,0298\text{g}$. Debido a la tendencia de las muestras, se establecen como buenos resultados las muestras que pierden menos de 0.03 g de peso, siendo estas la muestra 2 ($T=65^{\circ}\text{C}$; $\text{DETA}=140\text{g}$) con una pérdida de $0,0289\text{ g}$, la muestra 6 anteriormente mencionada como la que presenta la mayor resistencia.

3.4.3 Determinación de flexibilidad. Ninguna de las nueve muestras presentó algún tipo de daño o deterioro en la prueba de flexibilidad, así como tampoco lo hizo la muestra comercial. En las figuras 4 y 5 mostradas a continuación

Figura 4. Prueba de flexibilidad. Experimento 2



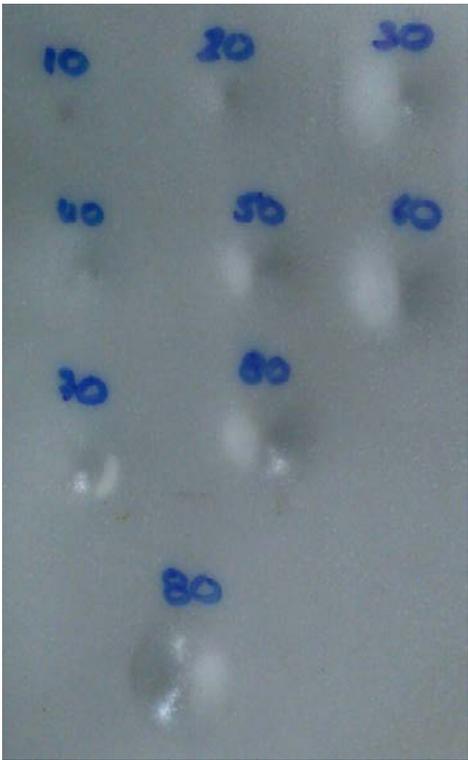
Figura 5. Prueba de flexibilidad muestra comercial



3.4.4 Prueba de resistencia al impacto. Se realizan impactos directos sobre el recubrimiento para una deformación cóncava o por el revés de la lámina para una deformación convexa. Este método ofrece resultados exclusivamente cualitativos.

En general, las muestras presentaron una buena resistencia al impacto, aunque algunas muestras presentaron rupturas o levantamiento del recubrimiento evidenciando problemas de adherencia. Inconvenientes como el del levantamiento pueden ser causa no solo del impacto en la prueba sino también de una inadecuada limpieza de la superficie metálica antes de aplicar el recubrimiento pues esta fue netamente manual.

Figura 6. Resultados de impacto
Experimento 6 T°C 75 DETA 150



Experimento 8 T°C 85 DETA 140

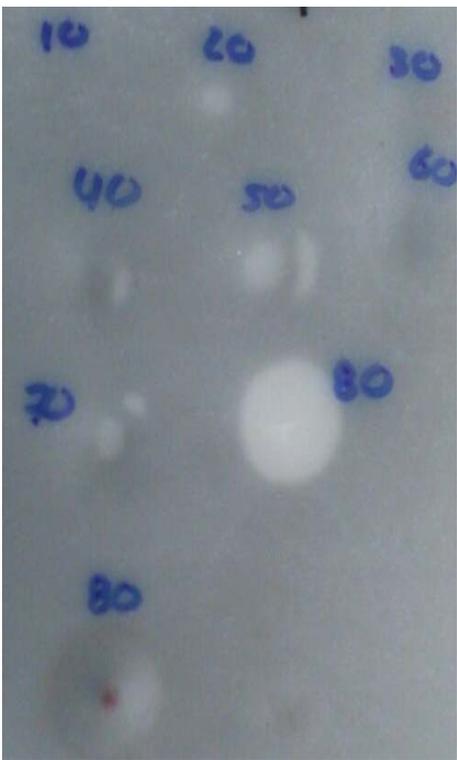
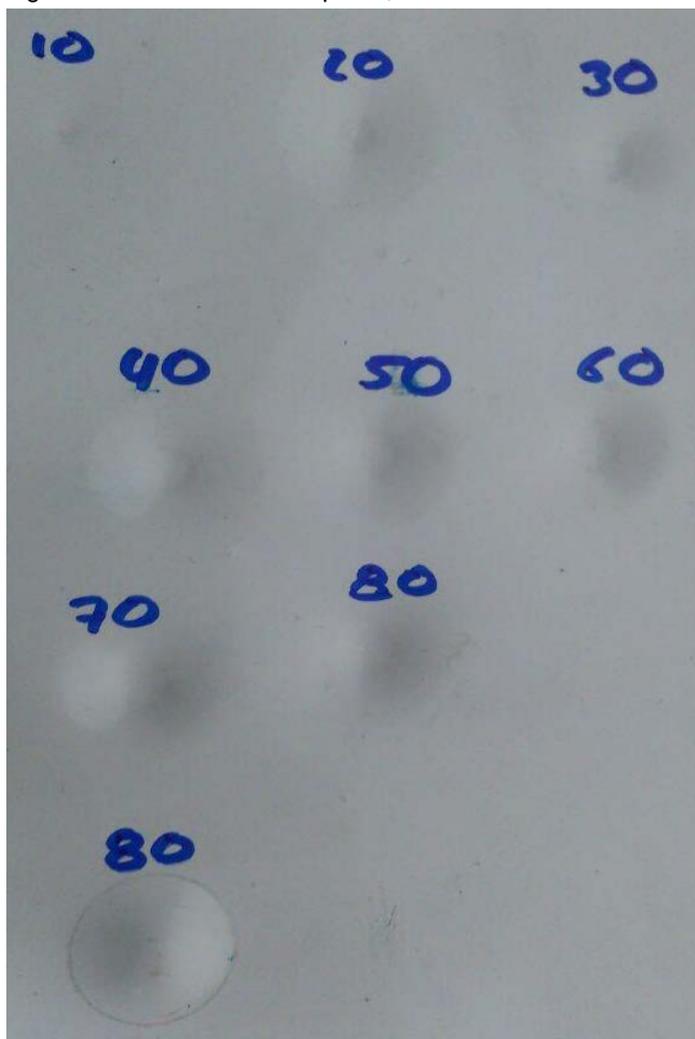
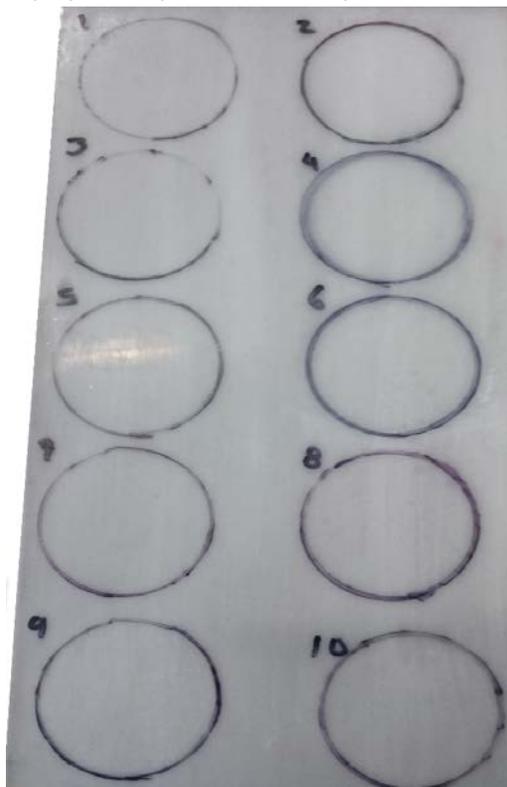


Figura 7. Resultados de impacto, muestra comercial



3.4.5 Determinación de resistencia química. Para determinar la resistencia química tanto en vidrio como en metal se hicieron diez círculos de aproximadamente tres centímetros de diámetro como se ve en la figura 8. Dentro de cada círculo se aplicaron 3 gotas de diferentes sustancias, entre ellas ácidos y bases a diferentes concentraciones volumen/volumen, dichas sustancias fueron soda cáustica al 10%, soda cáustica al 50%, agua, hidróxido de amonio al 20%, Tolueno, detergente al 10%, ácido sulfúrico al 30%, ácido sulfúrico 50%, ácido clorhídrico 10%, y ácido nítrico 10%, numeradas del uno al diez respectivamente.

Figura 8. Lamina preparada para realizar la prueba de resistencia química



Los resultados obtenidos en la resina epóxica curada con el componente amínico obtenido a partir del aceite de ricino son mejores que los que los obtenidos en la resina epóxica comercial, pues de todas las muestras, tan solo la muestra 7 ($T=85^{\circ}\text{C}$, DETA=100g) presenta sensibilidad a la corrosión para el ácido sulfúrico al 30%, ácido sulfúrico al 50% y ácido clorhídrico al 10%, viéndose ampollamiento en el recubrimiento, mientras que la muestra comercial presentó alta sensibilidad a los ácidos utilizados (ácido sulfúrico al 30%, ácido sulfúrico al 50%, ácido clorhídrico al 10% y ácido nítrico al 10%), presentando ampollamiento en ácido sulfúrico y ácido clorhídrico, y ampollamiento con amarillamiento en el ácido nítrico. Bajo el recubrimiento comercial hay alta presencia de corrosión en la lámina metálica sobre la cual se aplicó.

Figura 9. Resistencia química muestra siete

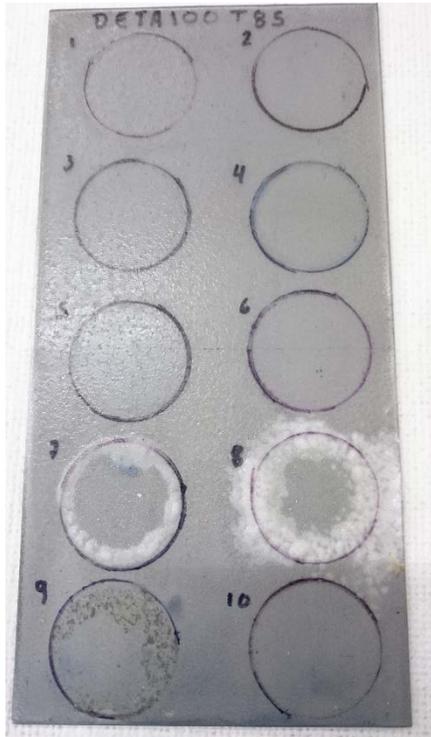


Figura 10. Resistencia química muestra comercial bajo el recubrimiento



Figura 11. Resistencia química muestra comercial

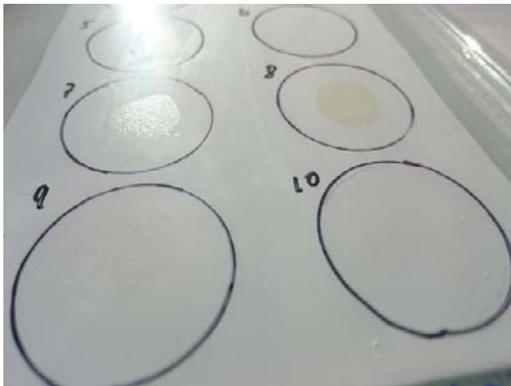
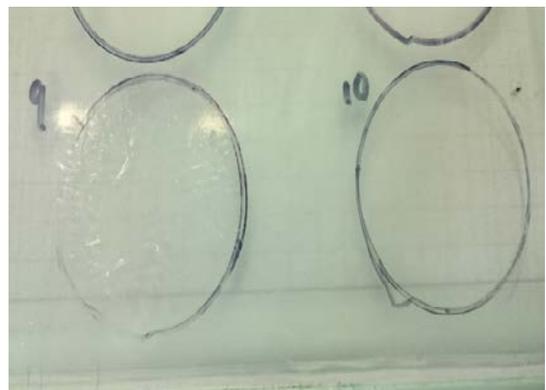


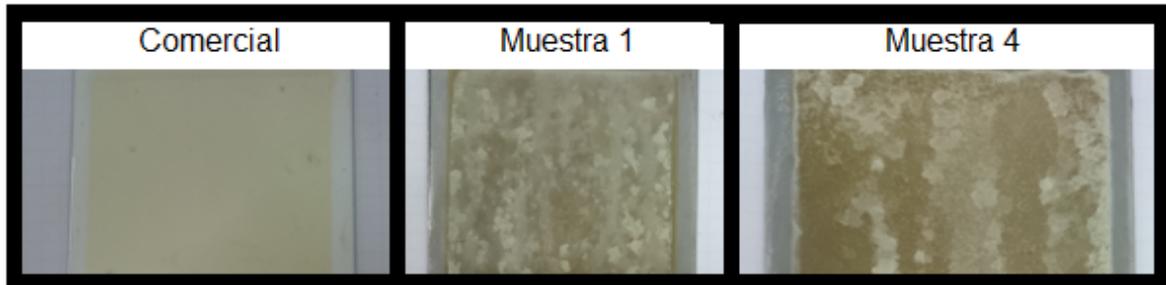
Figura 12. Resistencia Química muestra dos sobre vidrio



En cuanto a las pruebas químicas sobre vidrio, la muestra comercial presenta ampollamiento para ácido sulfúrico al 30%, ácido clorhídrico al 10% y ácido nítrico al 10%, y ampollamiento con amarillamiento para el ácido sulfúrico al 50%; mientras que la muestra 2 ($T=65^{\circ}\text{C}$, $\text{DETA}=140\text{g}$) la prueba con ácido sulfúrico al 50% debilitó el recubrimiento causando que se salvante y rompa con facilidad.

3.4.6 Determinación de resistencia a la luz UV. Se realiza la prueba de resistencia a la luz ultravioleta exponiendo las muestras durante 161 horas debido a que es el tiempo estimado por la empresa y, según lo esperado, a este tiempo se observó un amarillamiento significativo. Todas las muestras, incluyendo la comercial, muestran un amarillamiento muy marcado, lo que denota que los componentes amínicos tienen poca resistencia a este tipo de pruebas. Aun así, hay muestras que se deterioraron más que otras, como las muestras número 1 ($T=65^{\circ}\text{C}$; DETA=100g), y número 4 ($T=75^{\circ}\text{C}$; DETA=100g), que presentan manchas marrones.

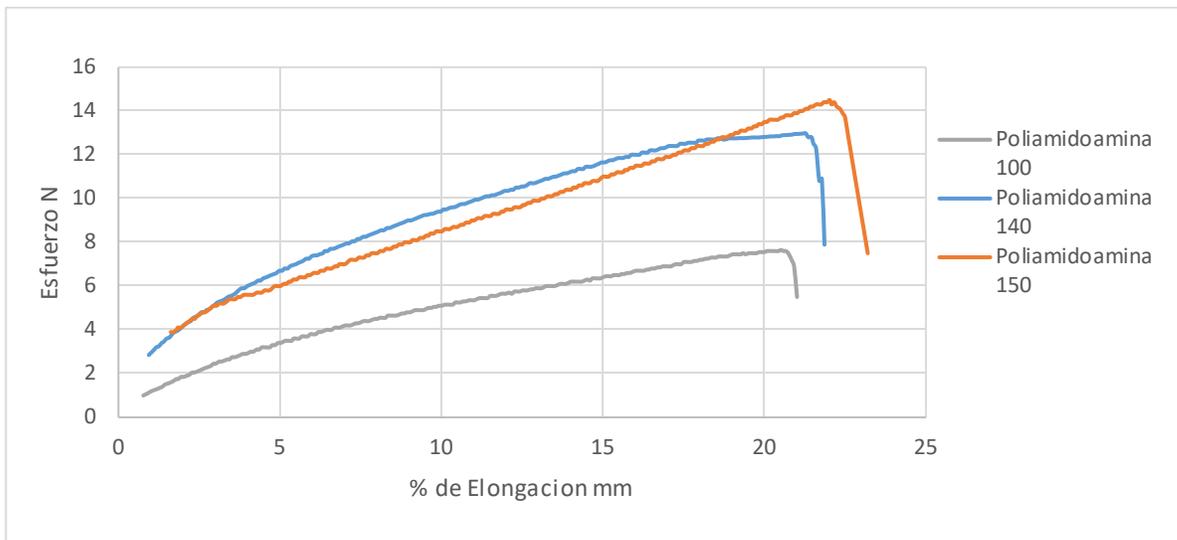
Figura 13. Resistencia a la luz UV



3.4.7 Pruebas mecánicas. A partir de la ecuación 8 y la ecuación 9 se calcula el esfuerzo y el porcentaje de elongación como se menciona anteriormente en la metodología, esto se hace para cada una de las muestras.

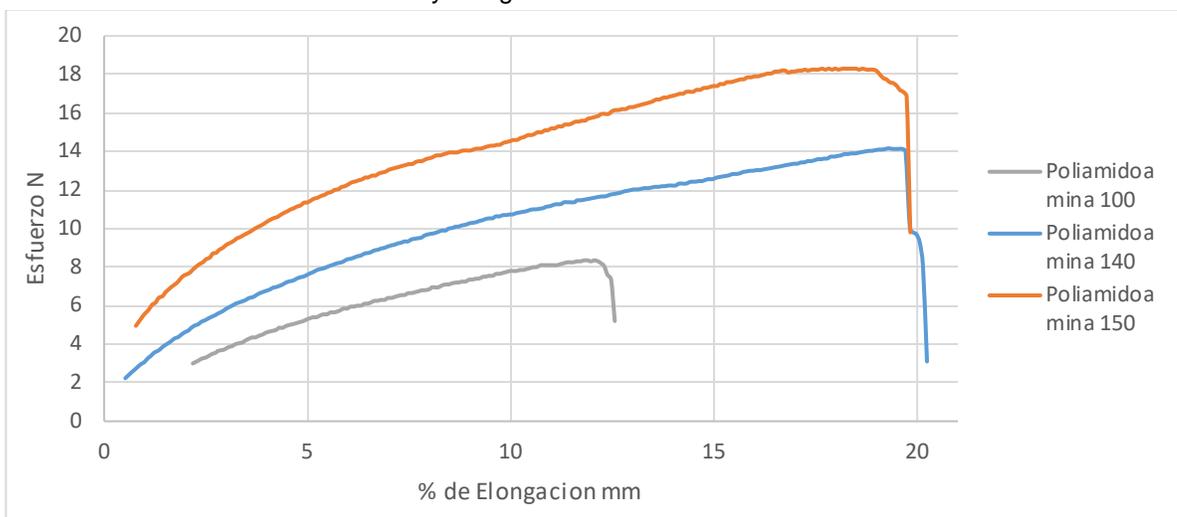
Para hacer el análisis se agrupan las pruebas por temperatura 65°C , 75°C y 85°C de tal forma que se presentan 3 gráficas, una por cada temperatura y en cada gráfica se ve la representación de las 3 concentraciones de poliamidoamina correspondientes a cada temperatura que se usaron a lo largo del desarrollo de este proyecto (100g, 140g y 150g). a continuación, se presenta una tabla con los máximos valores de elongación y esfuerzo de la prueba y posteriormente las respectivas gráficas.

Gráfica 9. Resistencia a la tensión y elongación a 65°C



En la gráfica 8 se puede observar que la muestra que presenta una cantidad de 150g de poliamidoamina es la que tiene mayor resistencia a la elongación alcanzando un valor de 23,56 mm de igual forma el esfuerzo alcanzando un valor de 14,34 N. también se observa que la muestra que presenta una cantidad de poliamidoamina de 140 tiene resistencias similares tanto elongación como en esfuerzo. Sin embargo, la muestra que tiene 100g de poliamidoamina presenta los bajos resultados obteniendo valores de 20,8 mm y 7,2 N de elongación y tención respectivamente.

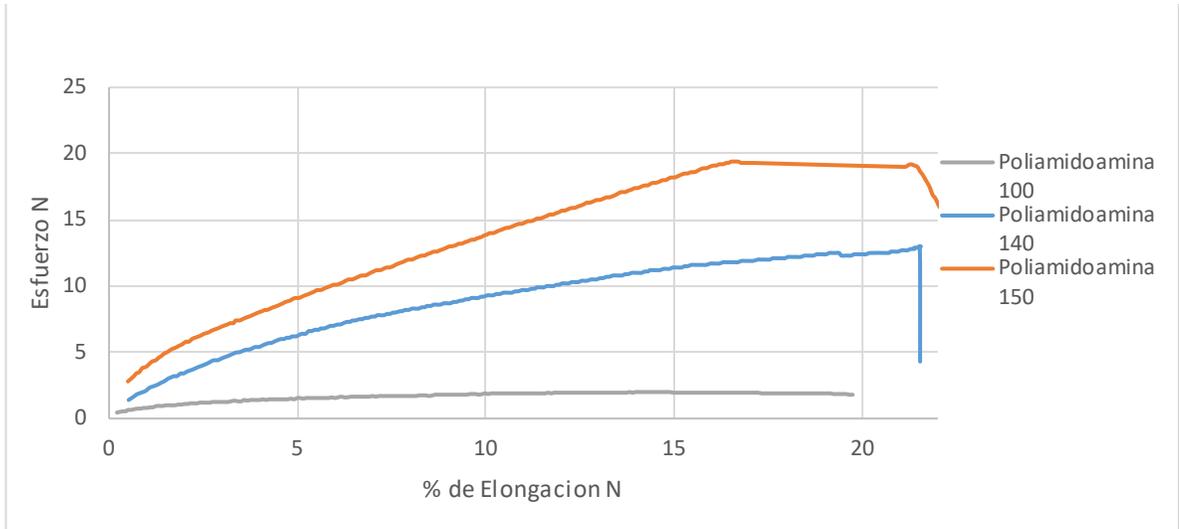
Gráfica 10. Resistencia a la tensión y elongación a 75 °C



Respecto a la temperatura de 75°C se observa un comportamiento similar a la temperatura de 65°C pues el mejor resultado es el que contiene mayor cantidad de

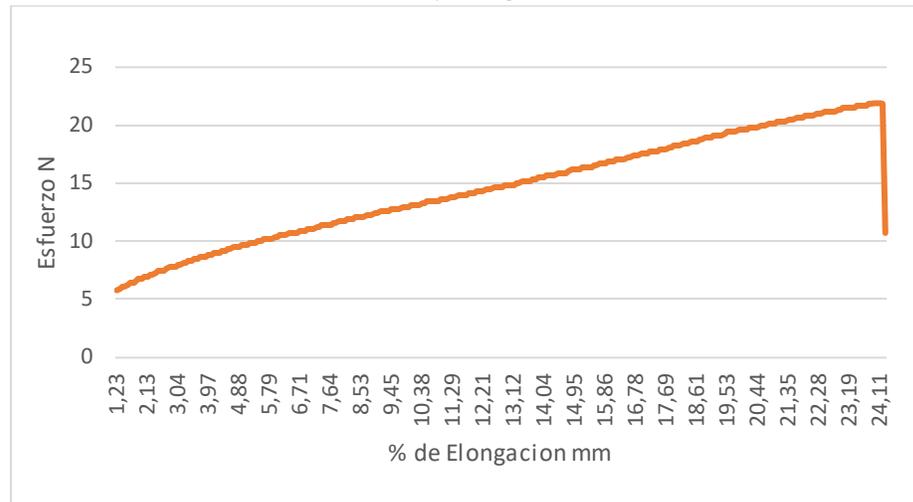
poliamidoamina y el resultado más bajo nuevamente es el que presenta menor cantidad de poliamidoamina

Gráfica 11. Resistencia a la tensión y elongación a 85 °C



Los resultados de esta temperatura tienen un comportamiento visco-elástico dada la cohesión molecular, la fuerza que se ejerce sobre estas pruebas no es la necesaria para alcanzar la ruptura.

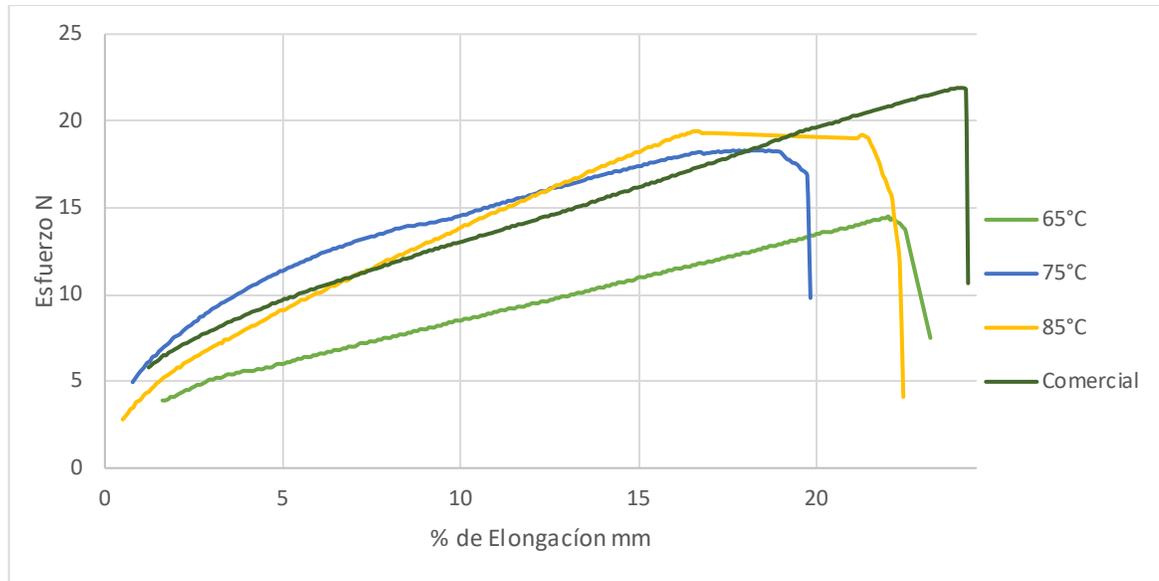
Gráfica 12. Resistencia a la tensión y elongación muestra comercial



El comportamiento de la muestra comercial y de portafolio de Sika es similar al comportamiento de las pruebas realizadas una concentración de 150g de DETA.

A continuación, se muestra la comparación de los mejores resultados de las pruebas realizadas que fueron las de mayor concentración de DETA a las tres temperaturas trabajadas es decir DETA 150g T 65°C, DETA 150g T 75°C y DETA 150g T 85°C estas pruebas mostraron los mejores resultados tanto en porcentaje de elongación como en esfuerzo.

Gráfica 13. Comparación de las concentraciones 150g DETA vs Comercial



La muestra con resultados más similares en cuanto a esfuerzo a la muestra comercial es la que está a 85°C y concentración de DETA 150g y la muestra que presenta resultados más similares en cuanto al porcentaje de elongación es la que está a la menor temperatura, es decir a 65 °C y concentración de 150g de DETA.

4. ANÁLISIS DE COSTOS

Con el fin de disminuir el impacto ambiental en sus procesos de producción y reducir costos, SIKA invierte en el área de investigación y desarrollo para encontrar alternativas sostenibles y así ampliar su portafolio de productos e incrementar su competitividad en el mercado. SIKA adquiere algunas de las materias primas mediante terceros para realizar pruebas a nivel laboratorio para la elaboración de la resina epóxica. Como el desarrollo del proyecto fue a nivel laboratorio para el análisis de este capítulo solo se tendrá en cuenta el costo de las materias primas, tal como se muestra a continuación en la tabla 12.

Tabla 12. Costos de materias primas

Materiales	Peso (Kg)	Costo (COP)
aceite	0,961	7.000
DETA	0,955	11.000
Epoxi	1,2	57.000
colma	0,79	8.700

La ficha técnica de la resina epóxica de Sika establece que esta tiene una densidad de 4,07 kg/gal, lo que equivale a que cada galón contiene 4,07 kg de resina epóxica. Por esto se realiza el análisis con base a la cantidad en peso de cada materia prima utilizada, con el fin de establecer el costo para la misma cantidad en peso de la resina epóxica obtenida a partir de aceite de ricino, lo cual se muestra en la tabla 13.

Tabla 13. Costo de 4,07 kg de resina a partir de aceite de ricino

	Peso (g)	Costo (COP)
aceite	0,254	1.853
DETA	0,763	8.790
Epoxi	1,018	48.331
colma	2,035	22.411
Total		81.385

4,07 Kg de la resina comercial y de portafolio de Sika tienen un costo de 111.450 COP incluyendo costos de producción, mientras que la resina epóxica elaborada a partir de aceite de ricino tiene un costo de 81.385 COP sin incluir los costos de producción.

5. CONCLUSIONES

- Se establecieron las condiciones de modificación de una serie de muestras a tres temperaturas diferentes y tres concentraciones diferentes de dietilentriamina, siendo estas 65 °C, 75 °C y 85 °C y relaciones 1:1, 1:2 y 1:3 para aceite de ricino:dietilentriamina debido a estudios previos en los que se trabajó con trielentetramina a 75 °C obteniendo resultados positivos.
- Se obtuvo un polímero tipo poliamidoamina apto para curar una resina epóxica de forma satisfactoria, estableciendo que la mayor conversión se da al reaccionar por seis horas a 85 °C en relación 1:3 para aceite de ricino:dietilentriamina, siendo una conversión del 99,8261%. El mejor resultado obtenido fue el de la prueba número tres, obtenida a 65°C y relación 1:3 ricino:dietilentriamina pues, aunque los resultados son mayores para la temperatura de 85°C, no varían mucho con respecto a la temperatura más baja trabajada por lo que se disminuyen costos energéticos al trabajar con esta formulación.
- Se realizaron diferentes pruebas químicas, físicas y mecánicas a las diferentes muestras obtenidas en comparativa con la resina epóxica curada producida por Sika, obteniendo en algunos casos mejores resultados en la producción de componente amínico a partir de aceite de ricino. Cabe resaltar que en los casos en que las pruebas obtenidas con el uso de aceite de ricino fueron menores a la comercial, el uso de aditivos puede contribuir a la mejoría en las pruebas de calidad debido a que los resultados no distan en sobremanera de la muestra comercial en la gran mayoría de las pruebas, excepto en resistencia química en los que sí hay una notable mejoría con respecto a la resina epóxica comercializada por Sika.
- De acuerdo a la diferencia de costos obtenida en el desarrollo del proyecto se puede decir que resulta viable la producción de la resina epóxica obtenida a partir de aceite de ricino puesto que las materias primas para producir un galón tienen un costo de 81,385 COP, mientras que la comercial tiene un costo de 111,450 COP incluyendo los costos de producción, generando una diferencia de 30,065 COP por cada galón.

6. RECOMENDACIONES

- Probar otras relaciones de resina-aceite de ricino y evaluar sus propiedades
- Proponer un diseño de equipos para la producción de resina epóxica a partir de aceite de ricino a escala industrial
- Realizar estudios con diferentes aditivos con el fin de mejorar el desempeño de la resina epóxica curada en este trabajo.

BIBLIOGRAFÍA

ABBASI, E; VATANKHAH, M; HOSSEINI, Y; ARIANA, M. A y AYAZI, M. Synthesis, Structure, and mechanical properties of castor oil-based polyamidoaminas toughened Epoxy Coatings. En: JOURNAL OF APPLIED POLYMER SCIENCE. 2012.

APPLEWHITE, T. H; NELSON, J. S y GOLDBLATT, L. A. Castor-based derivatives: synthesis of some amides. En: THE JOURNAL OF AMERICAN OIL CHEMIST SOCIETY. vol. 40. p. 101-104.

BOYLE, M. A. et al. Epoxy resins. En: CONSTITUENT MATERIALS. p. 78-89.

BRIAN, E. Chemistry and technology of epoxy resins. 1st ed. Springer, 1993.

GONZALEZ, F; MATUSALÉM, F; LEYVA, M. E y QUEIROZ, A. Determinação da massa equivalente de hidrogênio amina em endurecedores do tipo amina alifática por titulação potenciométrica. En: REVISTA MATÉRIA. vol. 15. n. 1. p. 70-75

JARAMILLO, I; MORALES, C; BETANCUR, A; CRUZ, J; y GAÑÁN, P. Estudio del curado de resinas epóxicas empleando espectroscopía infrarroja. En: DYNA. vol. 143, p. 67-80

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Documentación. Presentación de tesis, trabajos de grados y otros trabajos. Investigación. NTC 1486. Sexta actualización. Bogotá: en instituto, 2008

- - - - - Referencias bibliográficas, contenido, forma y estructura. NTC 5613. Bogotá: el instituto, 2008, p. 12.

- - - - - . - - - - - Referencias documentales para fuentes de informaciones electrónicas. NTC 4490. Bogotá: el instituto, 1998, p. 12.

LEVITA, G; MARCHETTI, A y BUTTA, E. Influence of the temperature of cure on the mechanical properties of ATBN/epoxy blends. En: INTERNACIONAL JOURNAL OF BIOLOGICAL MACROMOLECULES: STRUCTURE, FUNCTION AND INTERACTIONS. vol. 26. p 110-1116

RICHMOND, J. M. Cationic surfactants: organic chemistry. En: SURFACTANT SCIENCE SERIES. vol. 34. p. 1-304

SALEH, B. TOUGHENING OF EPOXY RESIN WITH MODIFIED LIQUID NATURAL RUBBERS AND ACRYLONITRILE BUTADIENE LIQUID RUBBERS. 2005.

SOMANI, K; PATEL, N; KANSARA, S y RAKSHIT, A. K. Polyol from castor oil and epoxy resins for PU Coatings. En: EUROPEAN COATINGS JOURNAL. 11/2003. p. 35-46

STARNER, W. (2001). Polyamidoamine curing agents based on mixtures of fatty and aromatic carboxylic acids. US 6,258,920 B1.

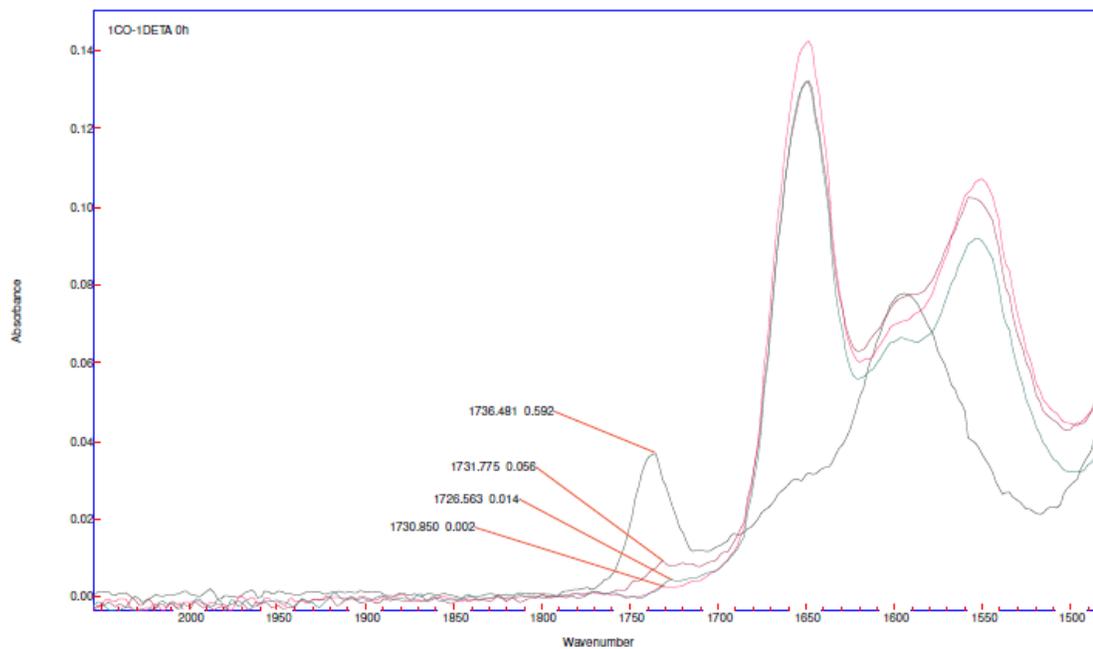
YANG, J. Part II: Modifications of epoxy resins with functional hyperbranched poly(arylene ester)s. 1998.

ANEXOS

ANEXO A.

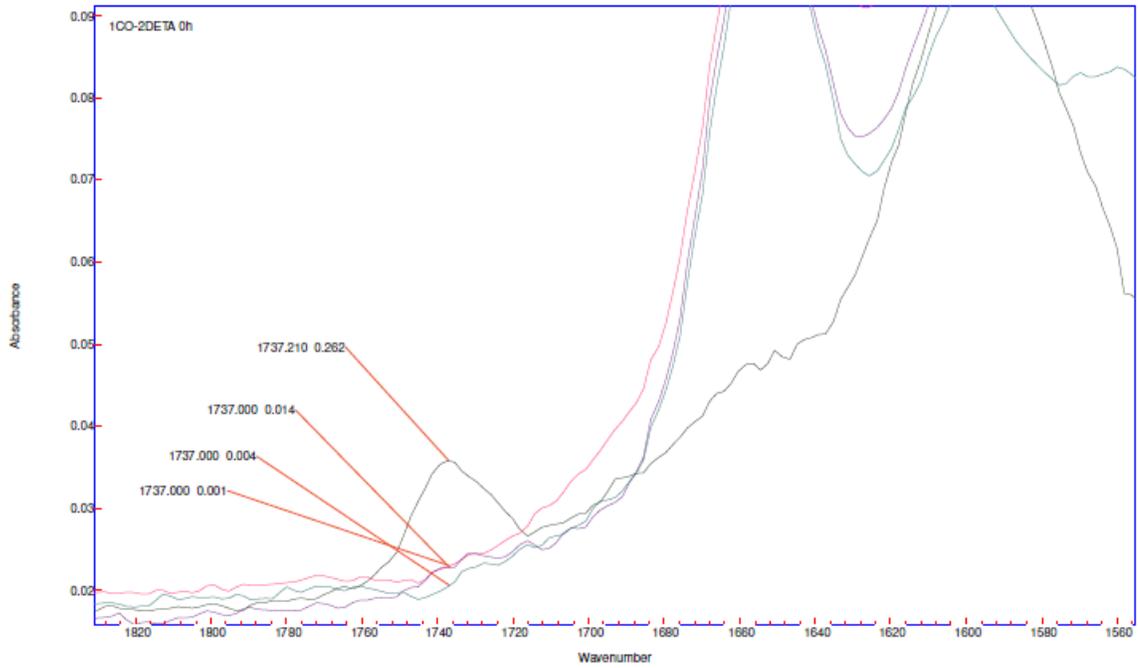
GRÁFICAS DE ANÁLISIS DE ESPECTROSCOPÍA IR

1. RELACIÓN 1:1 ACEITE DE RICINO:DETA



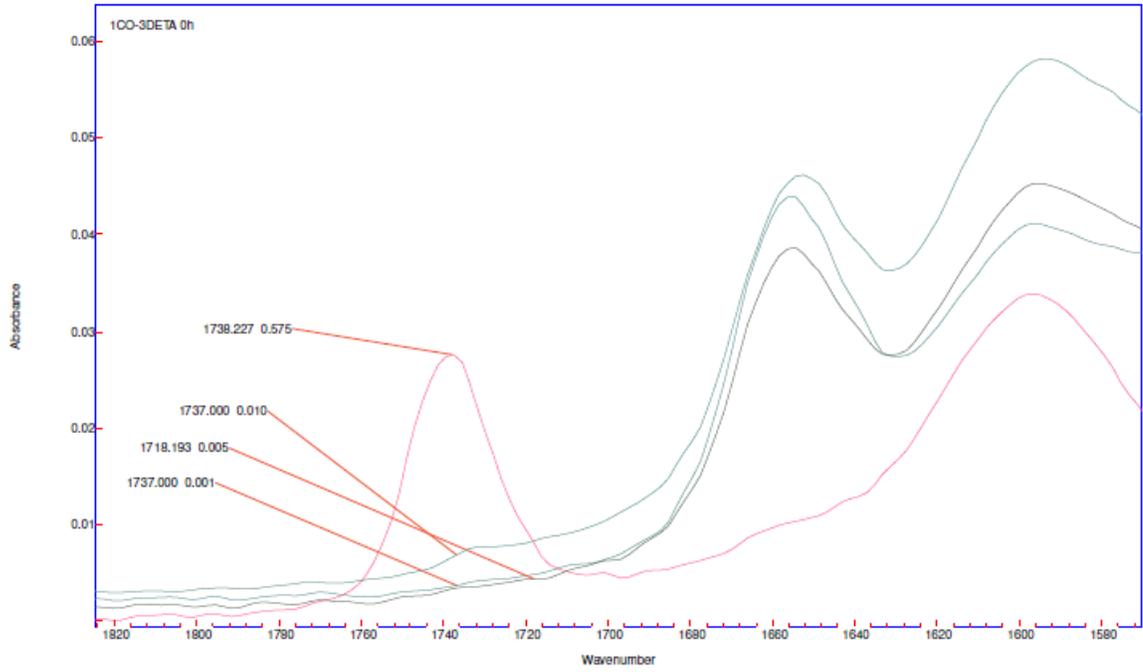
Name
1CO-1DETA 65°C 6h
1CO-1DETA 75°C 6h
1CO-1DETA 0h
1CO-1DETA 85°C 6h

2. RELACIÓN 1:2 ACEITE DE RICINO:DETA



Name
1CO-2DETA 65°C 6h
1CO-2DETA 75°C 6h
1CO-2DETA 0h
1CO-2DETA 85°C 6h

3. RELACIÓN 1:3 ACEITE DE RICINO:DETA



Name	Color
1CO-3DETA 65°C 6h	Blue
1CO-3DETA 0h	Red
1CO-3DETA 75°C 6h	Green
1CO-3DETA 85°C 6h	Black

 Fundación Universidad de América	FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA	Código:
	PROCESO: GESTIÓN DE BIBLIOTECA	Versión 0
	Autorización para Publicación en el Repositorio Digital Institucional – Lumieres	Julio - 2016

AUTORIZACIÓN PARA PUBLICACIÓN EN EL REPOSITORIO DIGITAL INSTITUCIONAL LUMIERES

Nosotros **Mallerly Rojas Morales** y **David Alexander Torres Gómez** en calidad de titulares de la obra **Evaluación para la obtención de resina epóxica a partir de aceite de ricino a nivel laboratorio**, elaborada en el año 2015, autorizamos al **Sistema de Bibliotecas de la Fundación Universidad América** para que incluya una copia, indexe y divulgue en el Repositorio Digital Institucional – Lumieres, la obra mencionada con el fin de facilitar los procesos de visibilidad e impacto de la misma, conforme a los derechos patrimoniales que nos corresponden y que incluyen: la reproducción, comunicación pública, distribución al público, transformación, en conformidad con la normatividad vigente sobre derechos de autor y derechos conexos (Ley 23 de 1982, Ley 44 de 1993, Decisión Andina 351 de 1993, entre otras).

Al respecto como Autores manifestamos conocer que:

- La autorización es de carácter no exclusiva y limitada, esto implica que la licencia tiene una vigencia, que no es perpetua y que el autor puede publicar o difundir su obra en cualquier otro medio, así como llevar a cabo cualquier tipo de acción sobre el documento.
- La autorización tendrá una vigencia de cinco años a partir del momento de la inclusión de la obra en el repositorio, prorrogable indefinidamente por el tiempo de duración de los derechos patrimoniales del autor y podrá darse por terminada una vez el autor lo manifieste por escrito a la institución, con la salvedad de que la obra es difundida globalmente y cosechada por diferentes buscadores y/o repositorios en Internet, lo que no garantiza que la obra pueda ser retirada de manera inmediata de otros sistemas de información en los que se haya indexado, diferentes al Repositorio Digital Institucional – Lumieres de la Fundación Universidad América.
- La autorización de publicación comprende el formato original de la obra y todos los demás que se requiera, para su publicación en el repositorio. Igualmente, la autorización permite a la institución el cambio de soporte de la obra con fines de preservación (impreso, electrónico, digital, Internet, intranet, o cualquier otro formato conocido o por conocer).
- La autorización es gratuita y se renuncia a recibir cualquier remuneración por los usos de la obra, de acuerdo con la licencia establecida en esta autorización.
- Al firmar esta autorización, se manifiesta que la obra es original y no existe en ella ninguna violación a los derechos de autor de terceros. En caso de que el trabajo haya sido financiado por terceros, el o los autores asumen la responsabilidad del cumplimiento de los acuerdos establecidos sobre los derechos patrimoniales de la obra.
- Frente a cualquier reclamación por terceros, el o los autores serán los responsables. En ningún caso la responsabilidad será asumida por la Fundación Universidad de América.

	FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA	Código:
	PROCESO: GESTIÓN DE BIBLIOTECA	Versión 0
	Autorización para Publicación en el Repositorio Digital Institucional – Lumieres	Julio - 2016

- Con la autorización, la Universidad puede difundir la obra en índices, buscadores y otros sistemas de información que favorezcan su visibilidad.

Conforme a las condiciones anteriormente expuestas, como autores establecemos las siguientes condiciones de uso de nuestra obra de acuerdo con la *licencia Creative Commons* que se señala a continuación:


Atribución- no comercial- sin derivar: permite distribuir, sin fines comerciales, sin obras derivadas, con reconocimiento del autor.


Atribución – no comercial: permite distribuir, crear obras derivadas, sin fines comerciales con reconocimiento del autor.


Atribución – no comercial – compartir igual: permite distribuir, modificar, crear obras derivadas, sin fines económicos, siempre y cuando las obras derivadas estén licenciadas de la misma forma.

Licencias completas: http://co.creativecommons.org/?page_id=13

Siempre y cuando se haga alusión de alguna parte o nota del trabajo, se debe tener en cuenta la correspondiente citación bibliográfica para darle crédito al trabajo y a sus autores.

Para constancia se firma el presente documento en Bogotá, a los 8 días del mes de Noviembre del año 2016.

LOS AUTORES:

Autor 1

Nombres	Apellidos
Mallerly	Rojas Morales
Documento de identificación No	Firma
1020778537	

Autor 2

Nombres	Apellidos
David Alexander	Torres Gómez
Documento de identificación No	Firma
1022363309	