# ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES TÉRMICAS Y MECÁNICAS DE NANOCOMPUESTOS CON POTENCIAL USO EN LA ELABORACIÓN DE PRÓTESIS

Cinthia Rivera Rosado, Rossana Vargas Coronado y Juan Valerio Cauich Ba

#### RESUMEN

Materiales compuestos elaborados con resina poliéster y cantidades variables de Cloisite 30B fueron preparados y estudiados térmica y mecánicamente como posibles candidatos para la elaboración de prótesis. Los principales resultados mostraron que la temperatura máxima disminuyó con la adición de cantidades crecientes de esta nanoarcilla y de igual modo, se observó que el tiempo de curado se incrementó cuando la concentración de la nanoarcilla se elevó del 2 al 10%. En términos mecánicos se observó que la adición del Cloisite 30B a la resina poliéster mejoró su resistencia a la tensión y a la flexión solo cuando se empleó en una concentración del 2% mientras que su resistencia al impacto no fue modificada. Las propiedades de tensión y flexión exhibidas por estos nanocompuestos fueron superiores a las exhibidas por materiales compuestos elaborados con resina poliéster y textiles comerciales que actualmente se emplean en la elaboración de prótesis. Por lo tanto, estos materiales tienen un gran potencial para la elaboración de prótesis para pacientes que han perdido alguna extremidad.

Palabras clave: Nanocompuestos, resina poliéster, Cloisite.

Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C. Calle 43 No. 130, Chuburná de Hidalgo, C.P. 97200, Apdo. Postal 87. Mérida, Yucatán, México. Juan Valerio Cauich Rodríguez (jvcr@cicy.mx)

#### Introducción

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 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 (Cai-Xu et al, 2003; Guo-Don et al, 2003). En la Figura 1, se muestran varias posibilidades en la formación de estos nanocompuestos. En esta figura puede observarse que la adición de una nanoarcilla conduce a la formación de una microdispersión de la arcilla, de un material intercalado o de un material exfoliado. En el caso de un material intercalado, el componente orgánico se inserta entre las capas de la arcilla de tal modo que el espaciamiento de la capa intermediaria aumenta, pero donde las capas todavía llevan una relación espacial bien definida el uno del otro.

Actualmente las perspectivas de la nanotecnología sugieren aplicaciones en una amplia variedad de campos científicos y tecnológicos entre ellos la elaboración de prótesis. Las prótesis convencionales emplean en su formulación resina poliéster y diversos textiles de nylon, algodón, y recientemente fibras de carbono. En este estudio proponemos el uso de Cloisite como posible substituto de estos textiles o tejidos convencionales empleados en altas fracciones volumétricas.

La importancia de la investigación en este campo se justifica ya que el Estado de Yucatán se encuentra entre los primeros lugares a nivel nacional en número de personas con discapacidad por enfermedad y edad avanzada. Una de las causas importantes para este tipo de discapacidad lo constituyen las amputaciones de las extremidades inferiores ocasionadas por la *Diabetes* 

Mellitus ya que alrededor del 8.2% de la población entre 20 y 69 años la padece y cerca del 30% de los individuos, desconoce que la tiene (SM, 2004).

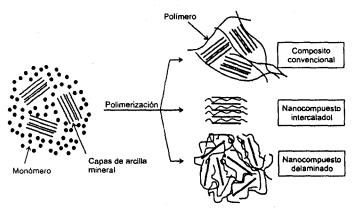


Figura 1. Estructuras probables en la formación de nanocompuestos.

#### 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 Cloisite 30B (Southern Clay Products). El Cloisite fue dispersado 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.

#### Análisis Termogravimétrico

Se calentaron 10 mg de material compuesto desde 60°C 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.

### Determinación de Tiempos de Curado y 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-

Cloisite 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  $(t_n)$ .

#### Determinación de Propiedades Mecánicas

Todos los ensayos se realizaron una semana después de la preparación de la placa de resina poliéster con 2, 4, 6, 8 y 10 % de Cloisite. Los ensayos de tensión se hicieron de acuerdo a la norma ASTM D638-02a y las dimensiones de las probetas fueron de acuerdo al Tipo I de dicha norma. Los ensayos de flexión se realizaron de acuerdo a la norma ASTM D790-81 y las dimensiones de las probetas fueron de 80x25 mm con 3.2 mm de espesor. Los ensayos de impacto se realizaron de acuerdo a la norma ASTM 256 (ISO 180) y las dimensiones de las probetas fueron 12.7x6.34x63.5 mm (sin muesca). 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.

#### Resultados y Discusión

#### Estabilidad Térmica

El Cloisite 30B es una montmorilonita funcionalizada con bis-hidroxi etil metil y triglicéridos. Se ha reportado, que tiene un contenido orgánico del 31.5%, un espaciamiento d<sub>001</sub> de 17.9 Å y una densidad de 1.9-2.1 g/cm³ (Fornes *et al*, 2003). El análisis termogravimétrico del Cloisite reveló 2 transiciones, la primera a 294.0°C y la segunda a 428.9°C, mientras que en los materiales compuestos solo se detectó 1 transición entre 449°C y 454°C.

#### Exotermas de Reacción

Los resultados de las propiedades térmicas de estos materiales compuestos se muestran en el Cuadro 1. En general, mayores temperaturas y tiempos al pico de reacción fueron observados con el método B. La diferencia en temperatura fue de hasta 90°C mientras que la diferencia en el tiempo al pico de reacción fue de hasta

10 min. En ambos métodos, cuando la concentración de Cloisite 30B fue incrementada la temperatura máxima disminuyó mientras que el tiempo al pico de reacción se incrementó. Por lo tanto, se puede decir que el Cloisite 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 incluyó la concentración del iniciador como una varia ble en dicho estudio (Guo-Don et al, 2003).

Cuadro 1. Propiedades térmicas de materiales compuestos de resina poliéster y Cloisite 30B.

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

#### Propiedades Mecánicas

El Cuadro 2 muestra un resumen de las propiedades mecánicas exhibidas por los nanocompuestos preparados con resina poliéster y Cloisite 30B. En general, se observó que la adición de Cloisite 30B tuvo un efecto benéfico en los materiales compuestos solo a bajas concentraciones (2%) ya que sus módulos de tensión y de flexión (E, y E,) fueron mayores que los de la resina pura. Sin embargo, la

resistencia al impacto ( $\sigma_l$ ), a bajas concentraciones, no varió con la adición del Cloisite. La resistencia a la tensión y a la flexión ( $\sigma_T$  y  $\sigma_p$ ) de los nanocompuestos desarrollados en este trabajo fue mayor que la obtenida en materiales compuestos elaborados con resina poliéster y textiles de nylon y algodón usados convencionalmente en la elaboración de prótesis (Ley et al, 2003). Sin embargo, la resistencia al impacto de estos nuevos composites fue inferior a los 50 kJ/m² exhibidos por materiales compuestos reforzados con textiles empleados en la elaboración de prótesis convencionales (Ley et al, 2003).

Cuadro 2. Propiedades mecánicas de nanocompuestos preparados con resina poliéster y Cloisite 30B.

Muestra	σ <sub>τ</sub> (MPa)	E <sub>1</sub> (GPa)	σ <sub>r</sub> . (MPa)	E <sub>r</sub> (MPa)	σ <sub>ι</sub> (kJ/m²)
Resina poliester	45.42 <u>+</u> 8.52	0.861 <u>+</u> 0.054	78.56 <u>+</u> 7.07	2086.17 <u>±</u> 195.7	6.67 <u>+</u> 0.54
2% Closite	44.90 <u>+</u> 4.58	1.039 <u>+</u> 0.041	81.98 <u>+</u> 7.69	2251.19 <u>+</u> 310.85	6.77 <u>+</u> 1.07
4% Cloisite	42.49 <u>+</u> 2.0	0.776 <u>±</u> 0.19	74.47 <u>+</u> 10.0-	2385.52 <u>+</u> 154.62	6.39 <u>+</u> 0.80
6% Cloisite	40.54 <u>+</u> 2.04	0.961 <u>+</u> 0.106	68.34 <u>+</u> 5.76	1866.83 <u>+</u> 223.30	5.03 <u>+</u> 0.33
8% Cloisite	38.09 <u>+</u> 2.40	0.851 <u>+</u> 0.076	55.19 <u>+</u> 9.50	1709.94 <u>+</u> 403.98	5.88 <u>+</u> 1.04
10% Cloisic	32.33 <u>+</u> 3.64	0.891 <u>+</u> 0.076	57.52 <u>+</u> 4.77	1374.99 <u>+</u> 269.45	7.15 <u>+</u> 0.46

#### **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. Sin embargo, sus propiedades de tensión y de flexión se incrementaron ligeramente cuando el material compuesto contenía 2% de Cloisite.

#### Literatura Citada

Cai-Xu G, Ai-Yuan L. Li De Z., Guo-Sheng W. Xiao-You Y., Ting X., (2003). Synthesis and characterization of silica nanocomposites in situ photopolymerization. *J. Appl. Polym. Sci.* 90: 837-840.

Guo-Don L., Liu-Cheng Z., Xiong-Wei Q., Bo-Tao W., Yan Z., (2003). Tentative study on kinetic of bulk polymerization of methyl methacrylate in presence of montmorillonite. *J. Appl. Polym. Sci.* 90: 3690-3695.

Fornes T.D., Yoon P.J., Paul D.R., (2003). Polymer matrix degradation and color formation in melt processed nylon 6/clay nanocomposites. *Polymer* 44: 7545-7556.

Ley Leal C., Vargas Coronado R.F., Cauich Rodríguez J.V., (2003). 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) 23-24.

Salud México 2003. Información para la rendición de cuentas, (2004). Segunda edición, Dirección General de Evaluación del Desempeño, Secretaria de Salud: 46-47.



## Revista de la Facultad de Ingeniería Química

C-858

