

## ANÁLISIS DE ALGUNAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE UN SISTEMA EPOXI MODIFICADO

A. Torres<sup>1</sup>, I. López de Ullibarri<sup>1</sup>, L. Barral<sup>2</sup>, J. Cano<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Departamento de Matemáticas  
Universidad de A Coruña

<sup>2</sup>Departamento de Física  
Universidad de A Coruña

### RESUMEN

Mediante ANOVA y el método de Tukey se analiza la influencia que sobre distintas propiedades mecánicas tienen las modificaciones efectuadas en el sistema epoxi DGEBA-1,3BAC modificado con ABS y sometido a dos procesos de curado. El estudio sugiere que tanto el ABS como las condiciones de curado tienen un efecto significativo sobre las propiedades evaluadas.

**Palabras y frases clave:** ANOVA, epoxy resins, ABS, mechanical properties, tensile tests.

### 1. INTRODUCCIÓN

Las resinas epoxi son los polímeros termoestables más ampliamente utilizados para aplicaciones de altas prestaciones, ya sea como matrices de compuestos de fibra reforzada o como adhesivos. Tienen excelentes características para dichas aplicaciones, pero su mayor defecto es su fragilidad. En consecuencia, la mejora de la tenacidad de estos materiales, es el objetivo de muchos trabajos de investigación llevados a cabo en este campo<sup>1</sup>.

Frecuentemente las resinas han sido modificadas con la incorporación de cauchos, sin embargo esta adición suele provocar un significativo descenso en el módulo elástico. En los últimos años se están utilizando materiales termoplásticos dado su alto módulo y temperatura de transición vítrea.<sup>2</sup>

En este trabajo se recoge el estudio realizado sobre distintas propiedades mecánicas del sistema compuesto por la resina epoxi diglicidil éter de bisfenol A (DGEBA), curada con la diamina cicloalifática 1,3-bisaminometilciclohexano (1,3-BAC) y modificada con el terpolímero acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) con dos procesos de curado.

Mediante los métodos estadísticos de análisis de la varianza (ANOVA) y de comparación múltiple (Método de Tukey), se analiza la influencia de los distintos porcentajes de termoplástico y de los distintos procesos de curado sobre dichas propiedades.

### 2. EXPERIMENTAL

#### Materiales y Preparación de las muestras

El sistema estudiado se obtiene por reacción de la resina epoxi diglicidil éter de bisfenol A (DGEBA) suministrada por Ciba-Geigy con nombre comercial Araldite GY 260, curada con la diamina cicloalifática 1,3 BAC (1,3-Bisaminometilciclohexano) suministrada por Aldrich Chemical. Como aditivo fue utilizado el termoplástico amorfo obtenido por polimerización de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) y con nombre comercial Polidux Qi-300. Se usaron productos comerciales sin purificar. Por estudios previos se conoce la miscibilidad y compatibilidad de la resina con el termoplástico.<sup>3</sup>

La reacción DGEBA /1,3-BAC es estequiométrica: 100g de resina por 17g de endurecedor y el proceso seguido para la preparación de las muestras fue el siguiente:

Se disuelve la cantidad correspondiente de ABS en diclorometano. Una vez disuelto se añade el DGEBA a temperatura ambiente en la proporción correspondiente a cada una de las mezclas. Previamente a añadir el endurecedor se elimina el disolvente manteniendo la mezcla resina - termoplástico en un baño térmico a 80° C removiendo periódicamente. Cuando la proporción de disolvente es menor al 1% se añade el 1,3 BAC. La mezcla se vierte en un molde vertical rectangular que facilita la eliminación de las burbujas introducidas en el proceso de mezclado y garantiza un espesor uniforme de la lámina de 4.0 mm

Una vez en el molde las láminas se sometieron a dos procesos de curado:

De ciclo corto: 2 h a temperatura ambiente seguidas de 5 h a 40° C y 8 h a 60° C.

De ciclo largo: 2 h a temperatura ambiente seguidas de 5 h a 40° C, 8 h a 60° C y un poscurado de 24h a 150° C.

La modificación del sistema con el termoplástico se realizó añadiendo 5, 10 y 15 partes en peso de ABS por 100 de resina y los resultados se compararon con los obtenidos para el sistema epoxi sin modificar.

Con posterioridad las planchas fueron mecanizadas de forma manual para obtener las probetas con las dimensiones fijadas por la norma.

#### Técnicas

##### Ensayos de Tensión-Deformación

Los ensayos se realizaron con la Máquina universal de ensayos Instron 5566, de acuerdo a la norma ASTM D638M(Métrica)<sup>4</sup>. Las probetas utilizadas fueron del tipo M-II según especifica la norma. Los ensayos se realizaron a velocidad de desplazamiento constante de 1mm/min y a temperatura ambiente. Para el cálculo de los valores promedio de los distintos parámetros se analizaron al menos cinco probetas.

##### Análisis Estadístico

El efecto de la concentración de ABS en las propiedades mecánicas del sistema se estudió utilizando un experimento de diseño completamente aleatorizado.

Los resultados se analizaron mediante un Análisis de la Varianza (ANOVA) de un solo factor y de efectos fijos. Previamente se comprobó la hipótesis de homoscedasticidad mediante el contraste de Levene<sup>5</sup>. Cuando el contraste es estadísticamente significativo se realiza una transformación de los datos. La homoscedasticidad y la normalidad de los datos se analizó gráficamente mediante el análisis de los residuos del modelo ANOVA ajustado.

En los casos en que el F-test del método ANOVA resultó significativo se realizaron comparaciones múltiples entre todos los pares de tratamientos construyendo intervalos de confianza simultáneos mediante el método de Tukey<sup>6</sup>.

En todo el trabajo se considera que p-valores inferiores al 0.05 son estadísticamente significativos para abandonar la hipótesis nula.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### Ensayos de Tensión-Deformación. Material con curado de ciclo corto

A partir de los resultados obtenidos para las cuatro propiedades mecánicas evaluadas: deformación porcentual en el punto de rotura, tensión máxima, módulo y tenacidad, en función de los distintos porcentajes de ABS, realizamos previamente un análisis exploratorio de los datos mediante diagramas de caja [figura 1]

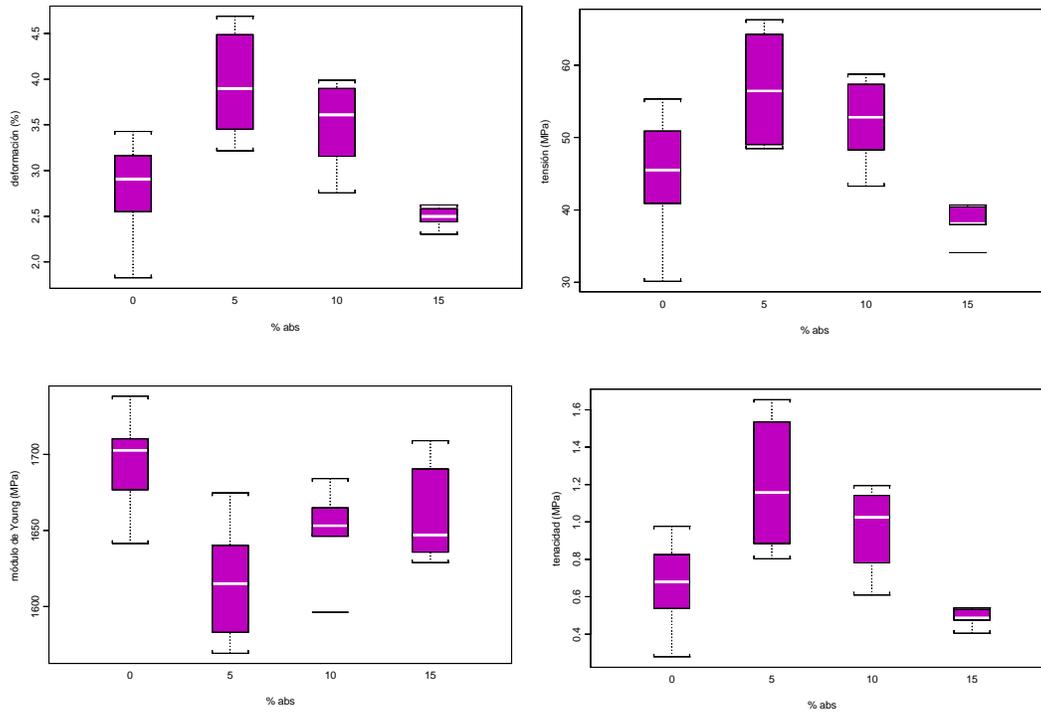


Figura 1. Diagramas de caja para las variables deformación, tensión, módulo y tenacidad

La tabla 1 muestra el resultado del contraste de Levene para la homogeneidad de la varianza:

Variable	$F_1$	gl1	gl2	p-valor
Deformación	3.396	3	19	0.039
Tensión	2.205	3	19	0.121
Módulo	0.405	3	19	0.751
Tenacidad	6.227	3	19	0.004

Tabla 1. Contraste de Levene para la deformación, tensión, módulo y tenacidad.

No hay evidencia suficiente de heteroscedasticidad para las variables tensión, deformación y módulo. No se puede aceptar la hipótesis de homogeneidad de las varianzas para la tenacidad. La transformación logarítmica es efectiva estabilizando la varianza [tabla 2]

Variable	$F_1$	gl1	gl2	p-valor
Log(Tenacidad)	1.906	3	19	0.163

Tabla 2. Contraste de Levene correspondiente al logaritmo de la tenacidad.

En las tablas 3-6 se muestra el análisis de la varianza para cada una de las cuatro variables. Nótese que los datos presentan un ligero desequilibrio debido a un valor faltante.

Fuente	Grados de libertad	Cuadrados medios	F <sub>0</sub>	p-valor
% ABS	3	2.4448	9.9704	0.0004
Error	19	0.2452		

Tabla 3. ANOVA para la deformación.

Fuente	Grados de libertad	Cuadrados medios	F <sub>0</sub>	p-valor
% ABS	3	6431.28	5.5111	0.0068
Error	19	1166.97		

Tabla 4. ANOVA para el módulo.

Fuente	Grados de libertad	Cuadrados medios	F <sub>0</sub>	p-valor
% ABS	3	370.011	0.8445	0.0004
Error	19	46.870		

Tabla 5. ANOVA para la tensión.

Fuente	Grados de libertad	Cuadrados medios	F <sub>0</sub>	p-valor
% ABS	3	0.8511	8.7646	0.0007
Error	19	0.0971		

Tabla 6. ANOVA para log. tenacidad.

Del análisis de las tablas 3-6 se concluye que el efecto de la concentración de ABS es muy significativo sobre las 4 propiedades estudiadas.

En la figura 2 se representan los intervalos de confianza al nivel del 95% para la diferencia de medias de todos los pares de tratamientos, obtenidos mediante el método de Tukey.

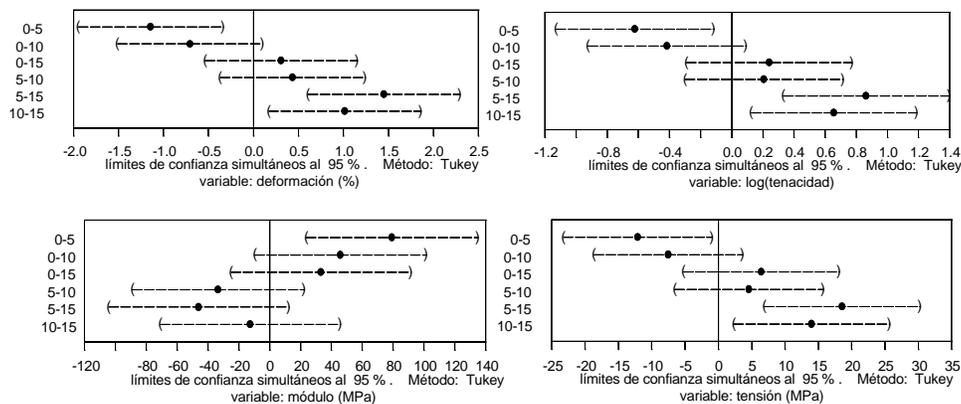


Figura 2. Comparación múltiple de medias. Método de Tukey

Estos resultados revelan que el sistema neto y el modificado con el 5% de ABS presentan un comportamiento significativamente distinto para las cuatro propiedades. Y excepto para el módulo también se observan diferencias entre la media con el 15% de ABS y las del 5% y 10%.

Ensayos de Tensión-Deformación. Material con curado de ciclo largo

Como en el apartado anterior realizamos previamente un análisis exploratorio de los datos mediante diagramas de caja [figura 3].

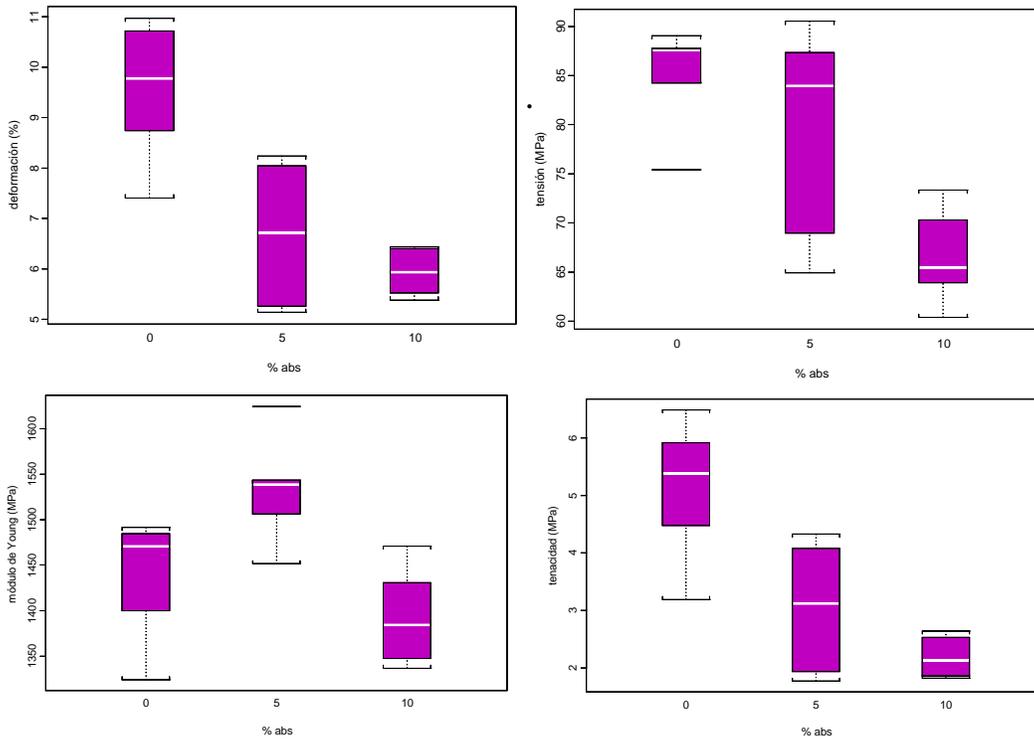


Figura 3. Diagramas de caja para las variables deformación, tensión, módulo y tenacidad. Contrastamos y admitimos la homogeneidad de la varianza con el contraste de Levene. [tabla 7].

Variable	F <sub>1</sub>	gl1	gl2	p-valor
Deformación	2.339	2	15	0.131
Tensión	4.070	2	15	0.039
Módulo	0.360	2	15	0.703
Tenacidad	2.214	2	15	0.144

Tabla 7. Contraste de Levene para la deformación, tensión, módulo y tenacidad.

En las tablas 8-11 se muestra el análisis de la varianza para cada una de las cuatro variables. Se observa que el porcentaje de ABS tiene un efecto significativo sobre todas las propiedades estudiadas.

Fuente	Grados de libertad	Cuadrados Medios	F <sub>0</sub>	p-valor
% ABS	2	22.0317	17.6891	0.0001
Error	15	1.2455		

Tabla 8. ANOVA para la deformación.

Fuente	Grados de libertad	Cuadrados Medios	F <sub>0</sub>	p-valor
% ABS	2	31046.07	9.1947	0.0025
Error	15	3376.53		

Tabla 9. ANOVA para el módulo.

Fuente	Grados de libertad	Cuadrados Medios	F <sub>0</sub>	p-valor
% ABS	2	13.8010	15.9338	0.0002
Error	15	0.8667		

Tabla 10. ANOVA para la tenacidad.

Fuente	Grados de libertad	Cuadrados Medios	F <sub>0</sub>	p-valor
% ABS	2	563.012	10.6542	0.0013
Error	15	52.844		

Tabla 11. ANOVA para la tensión.

En la figura 4 se representan los intervalos de confianza al nivel del 95% para la diferencia de medias de todos los pares de tratamientos, obtenidos mediante el método de Tukey. Se observa que el material modificado presenta diferencias significativas en tres de las propiedades evaluadas.

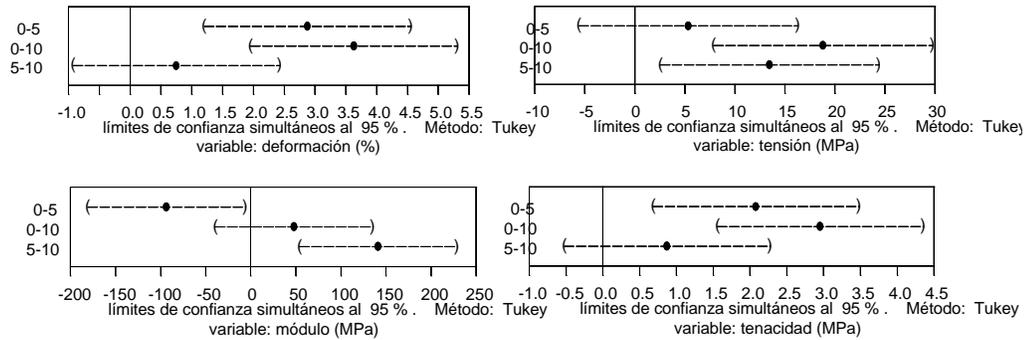


Figura 4. Comparación múltiple de medias. Método de Tukey

#### 4. CONCLUSIONES

Se realizó el estudio del efecto del ABS sobre algunas propiedades mecánicas del sistema epoxi DGEBA/1,3 BAC sometido a dos procesos de curado. Los datos obtenidos en los ensayos de tensión así como el análisis estadístico realizado muestran que las modificaciones efectuadas en el sistema tienen un efecto significativo sobre las propiedades evaluadas.

En el material sometido al curado de ciclo corto se obtiene una mejora en las propiedades evaluadas para la modificación correspondiente al 5% de ABS.

Con respecto al material con curado de ciclo largo, los valores de todos los parámetros medidos en los ensayos de tensión-deformación son superiores a los del curado más corto. Obteniéndose para cada porcentaje de termoplástico una mejora en las propiedades analizadas.

#### 5. REFERENCIAS

1. A. F. Yee, J. Du y M. D. Thouless, (2000) *Polymer Blends. Volumen 2: Performance*, D. R. Paul and C. B. Bucknall, John Wiley and Sons.
2. R. A. Pearson. (1993). *Advances in Chemistry Series* 233,17, 405-425.
3. L. Barral., J. Cano, J. López J, I. López - Bueno, P. Nogueira, M. J. Abad y C. Ramírez. (2000). *J.Polym. Sci. Part B: Polym. Phys.* 38, 351 -361.
4. ASTM D638M. (1993). Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics.
5. G. A. F. Seber (1997). *Lineal Regression Analysis*. John Wiley & Sons.
6. Hochberg, Y.; Tamhane, A.C. (1987). *Múltiple comparison procedures*. Wiley.