

Memorias del Congreso Internacional de Investigación Academia Journals Oaxaca 2020

El libro con ISSN online 1946-5351
Volumen 12, No. 3, 2020

Oaxaca de Juárez, Oaxaca, México
17 al 19 de junio de 2020

www.AcademiaJournals.com

ACADEMIA JOURNALS



OPUS PRO SCIENTIA ET STUDIUM

Memorias del Congreso Internacional de Investigación Academia Journals Oaxaca 2020

El libro con ISSN online 1946-5351, Vol. 12, No. 3, 2020

www.AcademiaJournals.com

TOMO 01	1 - 77
TOMO 02	78 - 172
TOMO 03	173 - 257
TOMO 04	258 - 345
TOMO 05	346 - 434
TOMO 06	435 - 520
TOMO 07	521 - 595
TOMO 08	596 +



	Título	Autores	Primer Autor	Página
OX073	Trabajo en equipo comunitario en la elaboración del tamal de frijol en El Barrio de Analco, San Ildefonso Villa Alta, Oaxaca	Dr. Ricardo Alarcón Alcántara Dra. Rosa María Velásquez Sánchez Dra. Sandra Beatriz Zavaleta Herrera M.F. Nancy Elma García Bustamante	Alarcón Alcántara	1
OX162	Estudio del efecto del uso de nanocargas de grafeno en las propiedades mecánicas de polipropileno	Ing. Alan Denys Aldrete Meza Dr. Manuel Gutiérrez Nava	Aldrete Meza	6
OX061	Reconceptualización de la evaluación del desempeño docente y el aseguramiento de la calidad para la Educación 4.0 en la UAdeC	M.Ed. Evaristo Alférez Rodríguez Ph. D. Erika Patricia Carrizales Ruiz M.C. Genaro Demuner Molina	Alférez Rodríguez	12
OX149	Presentaciones digitales bajo los formatos Pechakucha e Ignite para el apoyo del aprendizaje remoto	Mtro Carlos Angulo Alvarez Dr Marco Antonio Marín Alvarez Dr Lorenzo Miguel Angel Herrera Batista	Angulo Alvarez	596
OX068	Aportación nutricional del fruto de tunillo [Stenocereus stellatus (Pfeiffer) Riccobono] en comunidades de Valles Centrales de Oaxaca, México	Nelly Arellanes Juárez, M. en C. L.G. Evelyn Itzel Lázaro Juárez Dr. Pedro Benito Bautista Dr. Marco Antonio Sánchez Medina M. en A. Amado Poblano Vásquez Dra. María de los Remedios Aguilar Santelises	Arellanes Juárez	17
OX128	Evaluación de betalainas obtenidas del fruto de Stenocereus stellatus (Pfeiffer) Riccobono	Nelly Arellanes Juárez M. en C. Ing. Vanessa Jarquín Antonio Dr. Pedro Benito Bautista L. G. Evelyn Itzel Lázaro Juárez M. en A. Amado Poblano Vásquez M. en G. Ariadna Pérez Saucedo	Arellanes Juárez	21

ESTUDIO DEL EFECTO DEL USO DE NANOCARGAS DE GRAFENO EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE POLIPROPILENO

Alan Aldrete-Meza¹, Manuel Gutierrez-Nava²

Resumen — El grafeno, una hoja bidimensional de átomos entrelazados de carbono en forma de panal de abeja, ha llamado mucha atención e interés debido a sus extraordinarias propiedades mecánicas, por ejemplo, su Módulo de Young de 1TPa. El grafeno puro es uno de los materiales más resistentes que se han descubierto, esto sugiere que su uso e incorporación como cargas en matrices poliméricas puede ayudar a mejorar las propiedades mecánicas de los polímeros. Este artículo plantea una metodología para la integración de grafeno como nano refuerzo para mejorar las propiedades mecánicas del polipropileno (PP). Se evaluaron diferentes tipos y porcentajes de grafeno, en PP virgen y PP con una carga de caucho sintético. Se demuestra con este estudio que la integración de grafeno en PP virgen con porcentajes de carga de 0.1 wt% incrementa 10.8% en promedio sus propiedades mecánicas: Módulo de Flexión (8.7%) y Esfuerzo de Cedencia (12.9%).

Palabras clave — Grafeno, Nanocargas, Polipropileno, Propiedades, Mecánicas.

Introducción

El descubrimiento de nuevos materiales trae consigo una serie de retos que enriquecen el quehacer científico y tecnológico, y dan la pauta al surgimiento de nuevas áreas de investigación que pretenden entender su comportamiento, beneficios y aplicaciones entre otras. Así mismo permiten explorar viejos problemas que ahora vislumbran nuevas posibilidades para abordar y resolver. El reciente descubrimiento del Grafeno, que es atómicamente una capa muy delgada (0.1 – 0.3 nm) de Grafito, mineral ampliamente usado, representa uno de esos retos [1].

El grafeno es una hoja bidimensional de átomos de carbono con hibridación sp^2 con una longitud de unión carbono-carbono de 0.142 nm [2], que, desde su descubrimiento en el 2004, ha llamado mucha atención e interés de los investigadores debido a sus extraordinarias propiedades mecánicas, eléctricas, y térmicas, gracias a un arreglo cerrado y entrelazado de átomos de carbono en forma de “panal de abeja” [1].

Investigaciones recientes han demostrado que el grafeno tiene propiedades mecánicas superiores con un Módulo de Young de 1TPa [2-4]. Dichas propiedades lo hacen muy atractivo en diferentes ramos de la ciencia y aplicaciones en la ingeniería por lo que ha sido objeto a una numerosa cantidad de publicaciones [5]. Una de las aplicaciones que ha llamado la atención en años recientes es la de utilizarlo como una nano-carga o nano-refuerzo en matrices poliméricas para mejorar sus propiedades mecánicas [2].

Agregar polímeros flexibles como el caucho y elastómeros es considerada la estrategia más efectiva para incrementar la tenacidad de los materiales poliméricos. El problema que esto conlleva es que, al necesitar grandes cantidades de estos polímeros flexibles para un incremento efectivo de la tenacidad, inevitablemente reduce la resistencia mecánica de los materiales poliméricos debido al bajo módulo y resistencia de los polímeros flexibles. Por otro lado, también se ha estudiado ampliamente el uso de materiales inorgánicos, como el carbonato de calcio, fibras de vidrio o fibras de carbono sin obtener buenos resultados, típicamente menores que con los polímeros flexibles [6].

Esto sugiere que la incorporación de grafeno en las matrices poliméricas puede ayudar a una mejora significativa de sus propiedades mecánicas. Investigaciones recientes indican que hay mejoras del 37 al 75% en el Módulo de Young en poliolefinas con nano-cargas de 0.5% hasta 5 wt% de peso de grafeno [7]. Mientras que Huanmin Li et al. [8] reportaron un incremento del 28.7% y 130% en el esfuerzo a la fractura y deformación a la fractura respectivamente en poliolefinas con nano-cargas de tan solo 0.2 wt% de peso de grafeno. Por otra parte, Siti R. Ahmad [9] reportó un incremento de 57 a 67% en el Módulo de Young en poliolefinas con una carga de 5 wt% de grafeno, y Patchanee Chammingkwan et al. [10] reportaron un incremento de 20% en el Módulo de Young con nano-carga de 1 wt% de peso de grafeno.

El objetivo principal de este trabajo es mejorar las propiedades mecánicas de un compuesto polimérico poliolefinico usando polipropileno (PP) reforzado con nanopartículas de óxido de grafeno reducido (rGO). La

¹ Alumno del Posgrado en Maestría en Manufactura Avanzada CIATEQ A.C. (autor corresponsal) email:

alan.aldreteameza@gmail.com

² Gerente de Síntesis y Formulación de Polímeros. CIATEQ, A.C, Circuito de la Industrial Poniente Lote 11 Mza. 3 no. 11, Parque Industrial Ex Hacienda Doña Rosa, CP 52004, Lerma de Villada, Estado de México. MÉXICO.

manuel.gutierrez@ciateq.mx

incorporación del rGO a la matriz polimérica no debe alterar ninguno de los procesos productivos y de manufactura actuales.

Descripción del Método

Oxido de grafeno reducido

Se produce oxido de grafeno (GO) mediante la oxidación de grafito utilizando el método de Staudenmaier y Hummers [1], sometiénolo a un proceso de exfoliación y reducción a 200°C en cámara térmica al vacío durante 24hrs para obtener oxido de grafeno reducido (rGO).

Se obtuvieron dos morfologías de rGO con diferente tamaño de hojuela: rGO de lámina corta NG y rGO de lámina larga GL (véase Figura 1). Utilizaremos la palabra grafeno haciendo referencia a rGO en los subsecuente de este artículo.

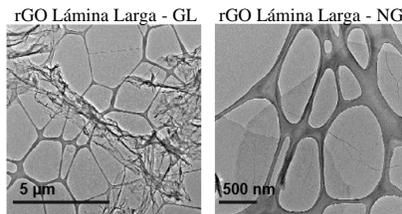


Figura 1: Morfología del rGO. Imagen de microscopía de transmisión de alta resolución (HRTEM).
Reproducción con permiso de [23]

Preparación de las mezclas

Se utilizan tres tipos de polipropileno comercial de dos diferentes proveedores: Proveedor A (PP-CA) y Proveedor B (PP-CB), ambos como una mezcla de polipropileno con EPDM (caucho sintético de monómero de etileno propileno dieno, por sus siglas en inglés) al 13 wt%, y polipropileno virgen (PP-VB). La selección de estas resinas se hizo con base en aplicaciones actuales en componentes plásticos de cabina interior de vehículos automotrices.

Preparación de las muestras

Se prepararon muestras de ensayo con cada uno de los materiales especificados utilizando los dos tipos de morfologías de grafeno obtenidos con tres diferentes cantidades de grafeno, 1%, 0.1% y 0.01% de peso respecto de la cantidad de polipropileno. A estas combinaciones se les denomina “formulaciones”.

Las muestras de ensayo se prepararon de acuerdo a lo especificado en las normas ISO 3167 [11], ISO 527-1 [12] e ISO 527-2 [13].

Metodología

La impregnación superficial del grafeno (GL y NG), se llevó a cabo mediante un mezclado mecánico, hasta lograr una dispersión homogénea. El mezclado mecánico se realizó en una mezcladora de aspas rotativas de alta velocidad, marca MIT-MISCHTECHNIK modelo M, agregando primero los pellets de la resina PP virgen en cantidades de 500g, e inmediatamente después 5g de grafeno, y mezclando el conjunto durante 10 minutos. Este procedimiento se repitió hasta obtener 5 kg de material impregnado. Para llevar a cabo la integración final del grafeno en la matriz polimérica se realizó un mezclado fundido utilizando una extrusora. A este producto se le denomina “concentrado”. El concentrado se utilizó para la preparación de las muestras de ensayo por mezcla por fusión.

La Tabla 1 muestra las propiedades estudiadas de las resinas seleccionadas y los estándares de prueba a los que los especímenes de ensayo fueron evaluados.

Prueba	PP-VB	PP-CA	PP-CB	Estándar
Densidad (g/cm ³)	0.89	1.00	0.90	ISO 1183, Método A [14]
Índice de Fluidez (g/10min)	34.89	32.02	34.43	ISO 1133 [15]
Módulo de Flexión (MPa)	1182.6	1719.6	1021.4	ISO 178, 2 mm/minuto [16] velocidad de prueba
Esfuerzo de Cedencia (MPa)	27.22	18.95	20.97	ISO 527-1 ISO 527-2 [12-13] espécimen 1A, 50 mm/minuto

Tabla 1: Pruebas y estándares de caracterización

Mediciones

Los valores reportados son el promedio de los resultados de las tres muestras evaluadas. Las pruebas de ensayo se realizaron en un equipo marca Instron modelo 3400 con capacidad de 10 KN.

Análisis de datos

Se realizó un análisis estadístico de cada parámetro de prueba: Índice de Fluidez, Módulo de Flexión y Esfuerzo de Cedencia. Además, se hizo una prueba de hipótesis para validar la significancia estadística de dichos parámetros de prueba con un Nivel de Significancia de $\alpha = 0.05$, aplicando un análisis de varianza (ANOVA) y comparación de medias por el método Tukey con un intervalo de confianza del 95%.

Planteamiento estadístico de prueba de hipótesis:

$$H_0: \mu_{1j} = \mu_{2j} = \mu_{3j} = \mu_{ij}$$

$$H_1: \mu_{1j} \neq \mu_{2j} \neq \mu_{3j} \neq \mu_{ij}$$

Hipótesis nula H_0 : no hay diferencia estadística significativa en las medias del tratamiento i para la propiedad mecánica j . Hipótesis alternativa H_1 : Alguna de las medias del tratamiento i para la propiedad mecánica j es significativamente diferente.

Resultados y Discusión

Grafeno

En la Figura 2 se reporta la morfología del grafeno. Se observan hojas de grafeno exfoliadas (hojuelas), las hojuelas semejan una superficie lisa y suave, mostrando un aspecto traslucido cuya morfología luce sin defectos. Esto se puede confirmar además con el análisis de su composición química donde se reporta una pureza superior al 96% (véase Figura 3).

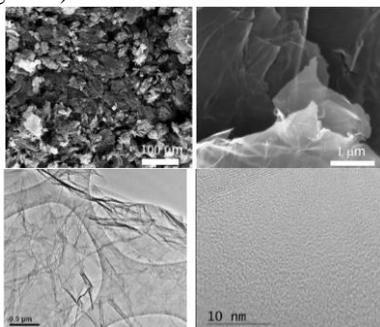


Figura 2: Morfología del grafeno por microscopia electrónica de transmisión de alta resolución (HRTEM). Reproducción con permiso de [23]

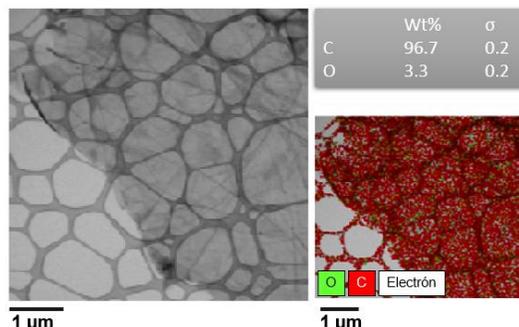


Figura 3: Análisis elemental (composición química) por energía de dispersión de rayos X (EDX) Reproducción con permiso de [23]

El grafito y el grafeno fueron analizados mediante Difracción de Rayos X (XRD) 30kv Cu, equipo para polvos. Los patrones de difracción obtenidos se reportan en la Figura 4. Se observa un difractograma típico de grafito y grafeno consistente con estudios anteriores [17-18]. El grafito muestra un pico muy intenso que corresponde a la reflexión (002) alrededor de los 26.5° con la distancia entre capas de 0.34 nm de acuerdo a la ley de Bragg, $2d \sin \theta = n \lambda$ donde d es la distancia interplanar, θ es el ángulo de difracción, n es el orden de difracción y $n = 1$, λ es la longitud de onda de los rayos X y $\lambda = 0.15406 \text{ nm}$. La presencia de un pico de difracción intenso en el grafito confirma la estructura ordenada y altamente empaquetada de plaquetas de grafeno. En el grafeno, sin embargo, desaparece el pico intenso y se atribuye al proceso de exfoliación, lo que indica una exfoliación total de las plaquetas de grafeno durante el proceso de expansión térmica [19]. El grafeno muestra un pico ensanchado alrededor de los 26° con la distancia entre capas de 0.35 nm, el incremento en la distancia entre capas sugiere la presencia de grupos funcionales remanentes de oxígeno debido al proceso de reducción.

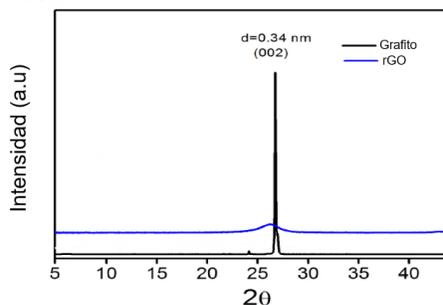


Figura 4: Estructura cristalina por difracción de rayos X (XRD). Reproducción con permiso de [23]

Efectos del tipo de material

En la Figura 5a se reporta el porcentaje de cambio debido al tipo de material, PP-CA, PP-CB y PP-VB. Se observa un incremento en el porcentaje de cambio para la formulación PP-VB que se demuestra ser estadísticamente significativa. No siendo así para las formulaciones PP-CA y PP-CB (véase Figura 5b).

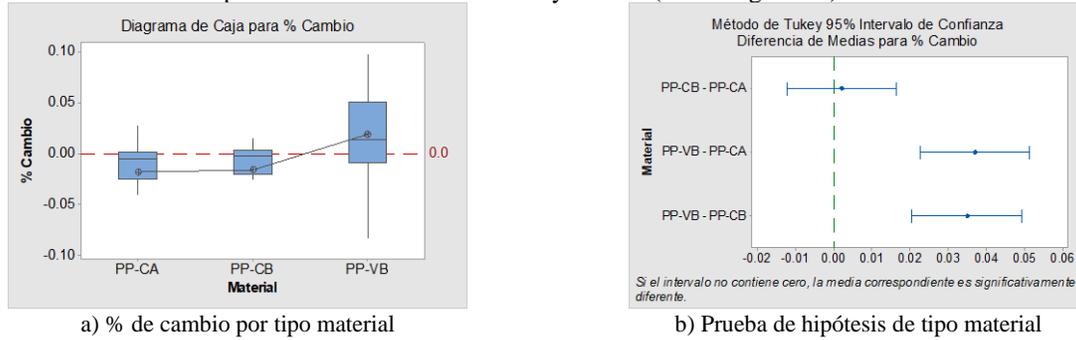


Figura 5: Porcentaje de cambio y prueba de hipótesis para tipo de material

La formulación PP-VB muestra una buena integración de grafeno a la matriz polimérica resultando en un incremento del Esfuerzo de Cedencia y Módulo de Flexión. Esto indica que la integración de EPDM al polipropileno puede ser un factor de influencia para la integración del grafeno, afectando su dispersión en la matriz polimérica. La dispersión del grafeno de forma uniforme dentro de la matriz polimérica se hipotetiza como el factor predominante para la buena integración y por ende de la mejora en las propiedades mecánicas. Se observa una mejor dispersión de grafeno en el PP virgen (véase Figura 6a) comparada con la dispersión en PP con EPDM (véase Figura 6b), observándose en este último, puntos de aglomeración de grafeno.

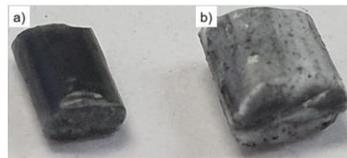


Figura 6: Distribución de grafeno. Resina a) sin EPDM y resina b) con EPDM, fotografía 10X pellets.

Efectos del porcentaje de carga y tipo de grafeno en la formulación PP-VB

En la Figura 7a se reportan los efectos del porcentaje de carga y tipo de grafeno para la formulación PP-VB. El tipo de grafeno GL y NG muestran un comportamiento similar: no hay efecto significativo para las cargas de grafeno de 0.01%, una tendencia de incremento en el porcentaje de cambio para la carga de 0.01% y una tendencia de reducción en el porcentaje de cambio para la carga de 1%.

La formulación PP-VA con grafeno tipo NG y porcentaje de carga de 0.1% presenta el mayor incremento en el porcentaje de cambio siendo este incremento estadísticamente significativo (véase Figura 7b).

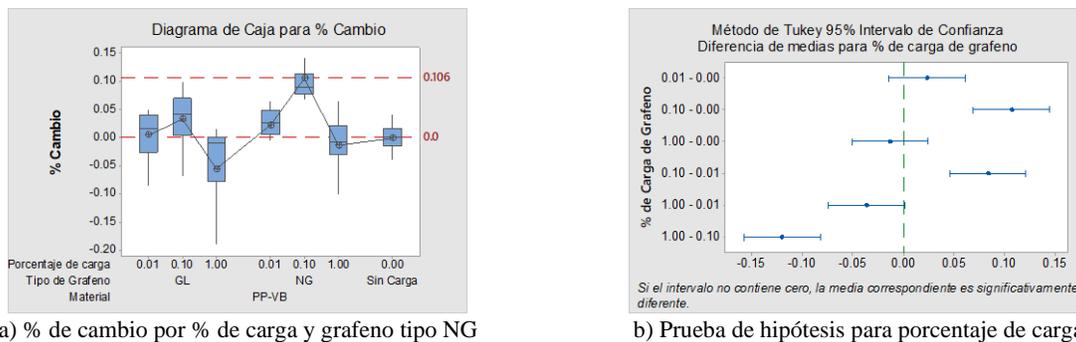


Figura 7: Porcentaje de cambio para la formulación PP-VB por tipo de grafeno y porcentaje de carga

En la Tabla 2 se reporta el porcentaje de cambio para esta formulación.

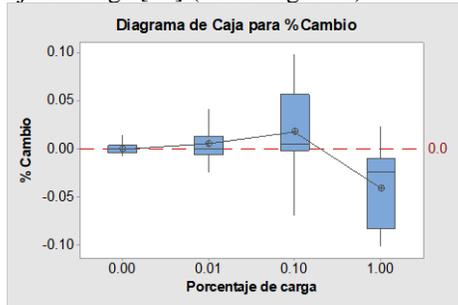
Propiedad	PP-VB Base	PP-VB NG@0.1	% Cambio
Índice de Fluidez - (g/10min)	34.89	40.8	14.5%

Módulo de Flexión - (MPa)	1182.6	1285.5	8.7%
Esfuerzo de Cedencia - (MPa)	27.22	30.74	12.9%

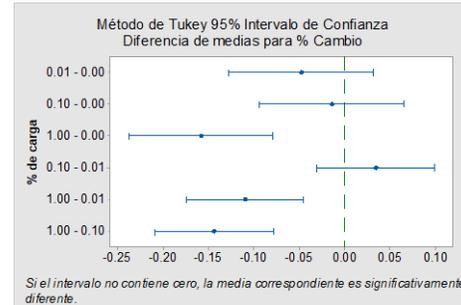
Tabla 2: % Cambio en las propiedades para PP-VB

Efectos del porcentaje de carga en lo general

Con respecto al porcentaje de carga del grafeno se observa una clara tendencia de reducción, estadísticamente significativa, de las propiedades mecánicas para la concentración de 1% en peso. Esta tendencia se observa en ambos tipos de grafeno GL y NG, lo que es un indicativo de que existe un límite de percolación alrededor de este nivel de porcentaje de carga [20] (véase Figura 8).



a) % de cambio por porcentaje de carga



b) Prueba de hipótesis de porcentaje de carga

Figura 8: Porcentaje de cambio y prueba de hipótesis para porcentaje de carga

Efecto en la curva de esfuerzo vs. deformación

En la Figura 9 se reporta la curva de esfuerzo vs. deformación comparando la formulación de PP-VB con grafeno y PP-VB virgen observándose el incremento reportado tanto en el esfuerzo de cedencia como en el módulo de flexión (véase Figura 10). Nótese una reducción de la plasticidad del material que se puede apreciar con un decremento del esfuerzo último de fractura del PP-VB con carga de grafeno con respecto al PP-VB virgen, consistente con estudios anteriores [21].

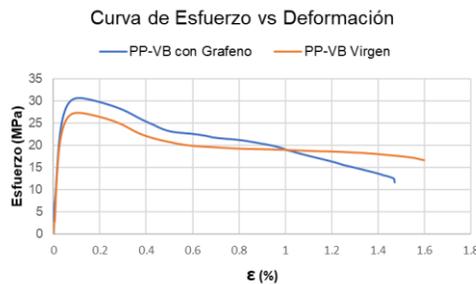


Figura 9: Comparativa de Esfuerzo vs Deformación, PP-VB + Grafeno vs PP-VB Virgen

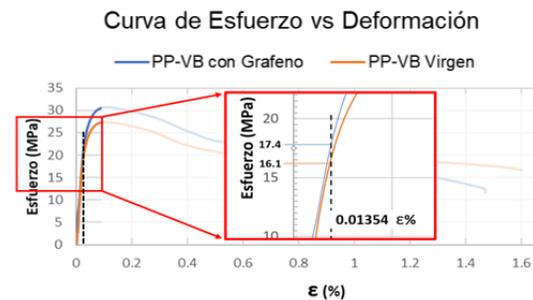


Figura 10: Cambio en el módulo de elasticidad formulación PP-VB con grafeno y PP-VB virgen

Efecto en el índice de fluidez

Se reporta un incremento en el Índice de Fluidez de 14.5% (véase Tabla 2), elemento que puede pasar desapercibido, pero que es importante en los procesos de manufactura de componentes plásticos por moldeo por inyección. Un alto Índice de Fluidez permite la manufactura de componentes plásticos de geometrías complejas o procesos de manufactura más eficientes [22], por ejemplo, menores presiones en las prensas de inyección o tiempos ciclo de inyección de plástico más cortos.

Conclusiones y comentarios finales

La incorporación de grafeno en el polipropileno resultó favorable para las propiedades estudiadas. La incorporación de grafeno Tipo NG, en concentraciones de 0.1% de peso incrementa el Índice de Fluidez en 14.5% y las propiedades mecánicas de Esfuerzo de Cedencia en 12.9% y Módulo de Flexión en 8.7%.

Este estudio reveló que concentraciones de grafeno de 1% de peso propician el límite de percolación del compuesto, resultado en un decremento del Esfuerzo de Cedencia y Módulo de Flexión en un promedio de 5%.

Los resultados y análisis de datos presentados en este trabajo indican una diferencia estadísticamente significativa entre las resinas con EPDM y la resina sin EPDM. En las resinas con EPDM no se observa un incremento en el Esfuerzo de Cedencia ni en el Módulo de Flexión en contraste con la resina de polipropileno sin EPDM donde si se

observó un incremento. Se observa una diferencia en la dispersión del grafeno entre ambas formulaciones. Se plantea la hipótesis de los efectos del EPDM como factor en la apropiada distribución e integración de grafeno para la mejora de las propiedades mecánicas como propuesta para un estudio subsecuente.

Si bien existen ya muchos trabajos reportados en donde se hace el estudio de grafeno como nanorefuerzo de matrices poliméricas, la gran mayoría de estos estudios se llevaron a cabo bajo condiciones controladas de laboratorios con procesos y técnicas no factibles para su escalada industrial. No se había hecho hasta el momento un análisis estadístico de la influencia del grafeno en las propiedades de matrices poliméricas que normalmente son utilizadas por la industria automotriz en la fabricación de piezas para automóviles, lo que abre la puerta a un sin número de aplicaciones de este tipo de nanocompuestos en el sector automotriz.

Referencias

- [1] Balandin Alexander A., Tiwari, Atul Tiwari. Innovative Graphene Technologies: Evaluation and Applications. Volume 2. United Kingdom, Smithers Information Limited, 2013.
- [2] Virendra Singh, et al. Graphene based materials: Past, present and future. Progress in Materials Science, Volume 56, Issue 8, (2011), pp. 1178–1271
- [3] K.S. Novoselov, et al. Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films. Science 306, (2004), pp. 666.
- [4] Yun, Y. S., et al. Reinforcing effects of adding alkylated graphene oxide to polypropylene. Carbon, 49(11), (2011), pp. 3553-3559.
- [5] Wypych, George. Graphene: Important Results and Applications. United States, Elsevier Science, 2019.
- [6] Jianfeng Wang et al. Graphene and graphene derivatives toughening polymers: Toward high toughness and strength. Chemical Engineering Journal, Volume 370 (2019), pp. 831–854
- [7] Sandeep N. Tripathi et al. Polyolefin/graphene nanocomposites: a review. RSC Adv 7(38), (2017), pp. 23615–23632.
- [8] Huanmin Li, Xu-Ming Xi. Polyolefin-functionalized graphene oxide and its GO/HDPE nanocomposite with excellent mechanical properties. Chinese Chemical Letters, Volume 29, Issue 1, (2018), pp. 161-165.
- [9] Siti R. Ahmad et al. Raman Spectra and Mechanical Properties of Graphene/Polypropylene Nanocomposites. International Journal of Chemical Engineering and Applications, Vol. 6, No. 1, (2015), pp. 1-5.
- [10] Chammingkwan, P., et al. Enhancement in Mechanical and Electrical Properties of Polypropylene Using Graphene Oxide Grafted with End-Functionalized Polypropylene. Materials, (2016), pp. 240.
- [11] The International Organization for Standardization. ISO 3167:2014 Plastics — Multipurpose test specimens, 2014-08.
- [12] The International Organization for Standardization. ISO 527-1:2019 Plastics — Determination of tensile properties — Part 1: General principles, 2019-07.
- [13] The International Organization for Standardization. ISO 527-2:2012 Plastics — Determination of tensile properties — Part 2: Test conditions.
- [14] The International Organization for Standardization. ISO 1183:2019 Plastics — Methods for determining the density of non-cellular plastics.
- [15] The International Organization for Standardization. ISO 1133:2011 Plastics - Determination of The Melt Mass-Flow Rate (MFR) And Melt Volume-Flow Rate (MVR) Of Thermoplastics.
- [16] The International Organization for Standardization. ISO 178:2019 Plastics — Determination of flexural properties.
- [17] Johra, FT., et al. Facile and safe graphene preparation on solution-based platform. Journal of Industrial and Engineering Chemistry 20(5), (2014), pp. 2883–2887.
- [18] Zhang, K., et al. Enhancing thermoelectric properties of organic composites through hierarchical nanostructures. Sci Rep 3, (2013), pp. 3448
- [19] An, J. E., et al. Preparation and properties of polypropylene nanocomposites reinforced with exfoliated graphene. Fibers and Polymers, 13(4), (2012), pp. 507-514.
- [20] Song, P., et al. Fabrication of exfoliated graphene based polypropylene nanocomposites with enhanced mechanical and thermal properties. Polymer, 52(18), (2011), pp. 4001-4010.
- [21] Liang, J. Z., et al. Tensile properties of graphene nanoplatelets reinforced polypropylene composites. Composites Part B: Engineering, 95, (2016), pp. 166-171.
- [22] D.S. Rosa, et al. An interlaboratory comparison of the melt flow index: Relevant aspects for the participant laboratories. Polymer Testing 26, (2007), pp. 576–586
- [23] ID-NANO, Investigación y desarrollo de nanomateriales, S.A. de C.V. <https://www.id-nano.com.mx/>

Agradecimientos

El trabajo descrito en este artículo se soportó con colaboración y ayuda de Investigación y Desarrollo de Nanomateriales (ID-NANO), <https://www.id-nano.com.mx>.