

Manufacturing process improvement of aliphatic amine adducts or cicloaliphatic with epoxy resins used in the construction and industrial maintenance

Ahmed Osmán Cabrera*, Swann Rodríguez, Carlos Alvarado Almarza

Laboratorio de Biotecnología Industrial (LABIOT), Centro de Investigaciones Químicas de la Universidad de Carabobo (CIQ-UC), Facultad de Ingeniería, Universidad de Carabobo, Valencia, Venezuela.

Abstract.-

The main objective of this research was to improve the manufacturing process of aliphatic amine adducts or cicloaliphatic with epoxy resins used in the construction and industrial maintenance. Using a method of manufacturing process at the laboratory, performing different treatments through a factorial design of three factors with two levels each, followed by a statistical analysis of the variables influential in the process. The process improvement allowed to get viscosity equals to (6033 ± 1) cP needle number 3, 10rpm, a temperature equal to (29.2 ± 0.1) °C for the aliphatic amine adduct and (2638 ± 1) cP needle number 3, 20rpm, at a temperature equal to (28.8 ± 0.1) °C for the cicloaliphatic amine adduct. The selected operational conditions for the manufacturing process of amine adduct were: a reaction temperature control system, dosing control of the resin above the amine and a initial temperature control of the reactor.

Keywords: adduct; amine; viscosity; design; conditions.

Mejoramiento del proceso de fabricación de aductos de aminas alifáticas o cicloalifáticas con resinas epóxicas utilizados en el área de la construcción y mantenimiento industrial

Resumen.-

El objetivo general de esta investigación fue mejorar el proceso de fabricación de aductos de amina alifática o cicloalifática con resinas epóxicas utilizados en el área de la construcción y mantenimiento industrial. Se empleó un método de fabricación del proceso a escala de laboratorio, realizándose diferentes tratamientos mediante un diseño factorial de tres factores con dos niveles cada uno, seguido de un análisis estadístico de las variables influyentes en el proceso. El mejoramiento del proceso permitió obtener viscosidades iguales a (6033 ± 1) cP con aguja número 3, 10rpm, a una temperatura igual a $(29,2 \pm 0,1)$ °C para el aducto de amina alifática y (2638 ± 1) cP con aguja número 3, 20rpm, a una temperatura igual a $(28,8 \pm 0,1)$ °C para el aducto de amina cicloalifática. Las condiciones de operación seleccionadas para la fabricación de aductos de amina fueron: presencia de un sistema de control de temperatura de la reacción, dosificación controlada de la resina sobre la amina y control de temperatura inicial del reactor.

Palabras clave: aducto; amina; viscosidad; diseño; condiciones.

Recibido: enero 2017

Aceptado: agosto 2017

*Autor para correspondencia

Correo-e: a.osman885@gmail.com (Ahmed Osmán Cabrera)

1. Introducción

Hoy en día los productos a base de resinas epóxicas son ampliamente utilizados tanto en la industria como el campo doméstico. Esto despierta el interés de las industrias creadoras de estos productos en el tema de mejorar la fabricación de los mismos, así como también involucrar nuevas tecnologías y nuevas opciones en el mercado de modo de satisfacer una gran cantidad de clientes. Uno de los tantos productos a base de resinas epóxicas son las llamadas pinturas para pisos industriales, las cuales son usadas ampliamente por las empresas ya que poseen una alta resistencia química, resistencia a temperaturas altas y resistentes al tráfico pesado entre otros. De la misma manera, existen pinturas a base de resinas epóxicas utilizadas para la prevención de corrosión extrema, protección a la humedad, y en ambientes donde se requiere alto nivel de higiene como lo son los hospitales [1, 2, 3].

Todos estos productos son bicomponentes, formados por una parte epóxica propiamente dicha y una parte que actúa como un agente curante. Las aminas son utilizadas como agentes curantes para estos productos, ocurriendo una reacción de polimerización durante la aplicación del mismo, realizada por el usuario [3, 4]. La reacción de polimerización con amina pura sucede de manera muy violenta provocando resultados con características desviadas a lo establecido para un producto de alta calidad. Para ello se hace uso de un compuesto menos reactivo con características similares a la amina pura, esto es, el aducto de amina. Este último proporciona resultados satisfactorios con una calidad elevada dentro sus usos [5].

Los aductos de amina deben presentar entre otras características, viscosidades bajas por lo que se debe tener sumo cuidado durante la fabricación de los mismos. Las características apropiadas del producto final dependen, en su mayoría de las viscosidades de los aductos, esto es debido a que a viscosidades altas se dificulta la homogenización de los reactivos para la aplicación, obstaculizando la liberación de burbujas de aire que se presentan durante la homogenización de los mismos. Esto

hace que el producto final una vez polimerizado pierda entre otras, resistencia mecánica debido a la presencia de aire en su interior [1].

Es por esto que a nivel industrial las empresas fabricantes de dichos productos tienen la necesidad de poseer un método de fabricación donde los resultados estén dentro de las especificaciones que conlleven a productos de alta calidad, y a su vez éstas sean constantes lote a lote de producción.

Dicha necesidad trajo como consecuencia la realización de esta investigación cuyo objetivo general fue mejorar el proceso de fabricación de aductos de amina alifática o cicloalifáticas con resinas epóxicas utilizados en el área de la construcción y mantenimiento industrial.

2. Desarrollo de la investigación

Se realizaron una serie de ensayos preliminares, en relación a la preparación del aducto y a las condiciones de reacción de los procesos industriales existentes. Los ensayos preliminares consistieron en preparar los aductos de aminas cicloalifáticas o alifáticas con resinas epóxicas manteniendo su características tales como curado adecuado, brillo y dureza. Con ello se logró describir a nivel de laboratorio la variación de la temperatura durante la reacción, las cargas de resinas a añadir sobre la amina, y sus propiedades físicas finales del aducto como lo son viscosidad, densidad y porcentaje de sólidos no volátiles.

El propósito de la investigación fue encontrar aquellas condiciones de fabricación, las cuales proporcionen las menores viscosidades en el producto final, e igualmente que éstas sean constantes por cada lote producido. Es por esto, que para cada aducto fabricado se analizaban sus características y propiedades físicas mencionadas anteriormente, resultando estos un papel importante dentro de la ejecución de los ensayos posteriores.

Las viscosidades fueron determinadas por tres métodos diferentes, Brookfield, Copa Zahn y Gardner; mientras que el porcentaje de sólidos no volátiles fue determinado por desecador infrarrojo y secado en estufa. Según la American Society for Testing and Materials [6] para la determinación de viscosidad primeramente se utilizó el método

de copa Zahn, las mediciones fueron realizadas sumergiendo la copa completamente en el aducto y se determinó el tiempo por el cual el material fluyó por un hueco en la base de la copa; a partir del tiempo de flujo se calculó la viscosidad cinemática según las constantes apropiadas para el tipo de copa utilizada. Una vez obtenida la viscosidad cinemática se determina la viscosidad dinámica a partir de la densidad del aducto.

A partir de los ensayos preliminares, se identificaron las variables más influyentes para la fabricación de los aductos, en base a los resultados obtenidos y libertad de modificación, siendo estas la temperatura inicial del reactor, sistema de enfriamiento para el control de la temperatura de reacción y la velocidad de dosificación.

Con el objetivo de realizar un diseño experimental para estudiar las variables antes mencionadas, previamente se analizaron diferentes arreglos en la preparación de los aductos. Dichos arreglos fueron: toda la resina sobre la amina, toda la amina sobre la resina, cargas parciales de resina sobre la amina y cargas parciales de amina sobre resina; generando reacciones que impactan directamente en la viscosidad del producto final, buscando obtener aquella en donde su viscosidad sea la menor posible. La reacción de polimerización entre la amina y la resina se muestra en la Figura 1.

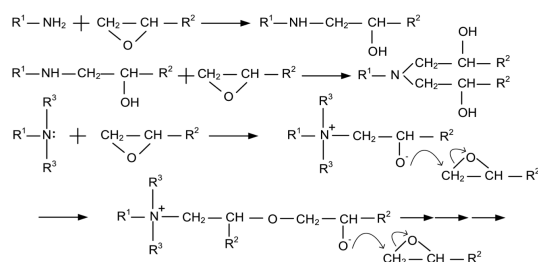


Figura 1: Reacciones presentes para el tratamiento de una resina epóxica [7].

Las modificaciones consideradas en el arreglo a partir de las variables influyentes para la fabricación de los aductos, arrojaron para cada variable (factor) dos niveles de estudios tomados en cuenta para el diseño experimental. Dichos factores se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1: Factores a considerar en el diseño experimental.

Factor	Descripción
Sistema de enfriamiento (S)	Uso de una chaqueta de enfriamiento por la cual circula un flujo de agua con un sistema de bombeo adecuado
Temperatura inicial del reactor (T)	Temperatura del componente dentro del reactor justo antes de comenzar el proceso de reacción
Velocidad de dosificación (V)	Rapidez de adición de la resina al sistema

La variable de respuesta en dicho estudio fue la viscosidad del producto final. Mediante un esquema del arreglo seleccionado para la fabricación de los aductos, la revisión de materiales y equipos disponibles, se realizó el montaje experimental. Los montajes se realizaron en cuartos de galón metálicos para una masa total de aducto de 500g. Para el sistema de enfriamiento se utilizó un galón metálico que contenía en su centro el envase donde ocurría la reacción soportado por una base, en los espacios internos circulaba agua la cual era suministrada al sistema por una bomba centrífuga marca HUBER® unida a un tanque de agua con una capacidad de 80L, el flujo de agua utilizado para el enfriamiento fue de aproximadamente 0,1513kg/s.

El sistema fue controlado de forma manual con el fin de mantener la temperatura de reacción en un valor constante. Por otro lado, cuando no se empleó el sistema de enfriamiento, el reactor se encontraba expuesto directamente a la temperatura ambiente.

La temperatura inicial del reactor se consiguió empleando una plancha de calentamiento para llevar el componente dentro del reactor a la temperatura deseada, éstas fueron 30 °C para el nivel bajo y 35 °C para el alto. La dosificación de la resina fue realizada con un sistema de cuartos de galón elevados, con válvulas de compuerta fijadas en su fondo de manera de poder controlar la adición de la resina al sistema. Los niveles de dosificación establecidos se pueden observar en la Tabla 2, para el aducto de aminas alifáticas como

3,65mL/min para el nivel bajo y 4,48mL/min para el alto; y para el aducto de aminas cicloalifáticas como 2,205mL/min para el nivel bajo y 3,5mL/min para el alto.

Tabla 2: Niveles de dosificación establecidos para los aductos de amina.

Aducto de amina	Nivel bajo (mL/min)	Nivel alto (mL/min)
Alifática	3,65	4,48
Cicloalifática	2,205	3,5

Por otra parte, dichos tratamientos fueron realizados con un sistema de agitación constante el cual no se incluía como una variable de estudio como fue fijado en la sección anterior. El sistema de agitación se ejecutó empleando agitadores eléctricos marca Oster® con aspas de acero manteniendo una velocidad de agitación igual a 632rpm y una potencia absorbida de 240W. La Figura 2 muestra el esquema del montaje experimental.

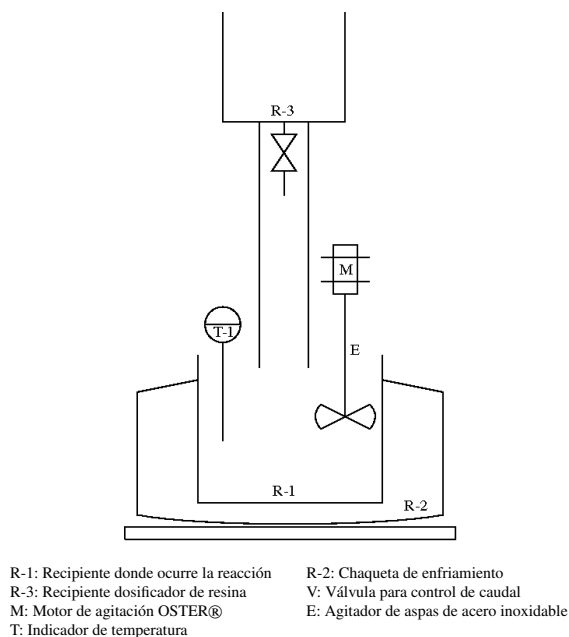


Figura 2: Esquema del montaje experimental

A partir de los distintos factores a estudiar y los niveles para cada factor, se desarrolló un diseño experimental factorial para cada aducto con la finalidad de evaluar todas las combinaciones

posibles entre estas con tres replicas para cada combinación, resultando un total del 24 corridas para cada aducto ejecutándose de manera aleatoria.

Posteriormente, luego de haber culminado las 24 corridas experimentales para cada uno de los aductos, se realizó un análisis de la varianza tomando en cuenta los procedimientos descritos en diseños factoriales con la forma 2^k para un número de factores igual a tres ($k=3$) como lo establece Montgomery [8] y Pulido [9] para el análisis y diseño de experimentos, determinando de esta manera las influencias de los factores y sus interacciones en la viscosidad del producto final. Se obtuvieron así gráficas representativas para las correlaciones determinadas, permitiendo de esta manera fijar las condiciones más apropiadas para el proceso de fabricación de los aductos.

3. Análisis y Discusión de Resultados

3.1. Características relevantes del proceso y propiedades de los aductos

De los ensayos preliminares realizados a las mismas condiciones antes descritas se obtuvieron los perfiles de temperatura para cada uno de los aductos (ver Figuras 3 y 4) y las propiedades físicas de los aductos mostradas en las Tablas 3 y 4 que sirvieron como patrón para los ensayos realizados en el diseño experimental. De las Figuras 3 y 4 se observa que la temperatura tuvo un aumento considerable a medida que el tiempo avanzaba, luego alcanzó un valor máximo en cada una de las cargas y comenzó la disminución de la misma hasta la siguiente adición.

A pesar de haber sido un proceso relativamente controlado ya que las temperaturas que se obtuvieron no son tan elevadas, igual continuaba siendo un proceso complejo debido a que desde el punto de vista del tiempo de producción éste seguía siendo alto, además las propiedades, en concreto la viscosidad, variaban considerablemente por cada lote producido debido a que la temperatura inicial de la reacción no eran constantes. Esto concuerda con lo expuesto por Collyer [5] y Fan-Long [1] con respecto al comportamiento de la reacción para la formación de aductos.

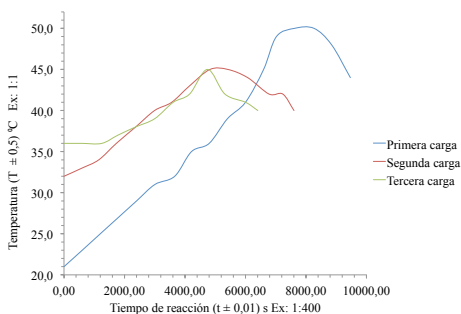


Figura 3: Perfil de temperatura para el aducto con amina alifática.

Tabla 3: Propiedades físicas del aducto con amina alifática aplicando el método actual.

Propiedades físicas	Valor experimental
$(\rho \pm 0,002) \text{ g/mL}$ $((T \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C})$	1,022 (25,0)
$(NVM_1 \pm 9) \%$	85
$(NVM_2 \pm 0,01) \%$	92,66
$(\mu_1 \pm 1) \text{ cP}$ (Aguja, RPM, $(T \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C}$)	7780 (3, 10, (28,8))
$(\mu_2 \pm 32) \text{ cP}$ $((T \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C})$	13501 (25,0)
$(\mu_3 \pm 1) \text{ cP}$ (Patrón, $(T \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C}$)	9850 (Z5, (25,0))

ρ : Densidad, T : Temperatura

NVM_1 : Sólidos no volátiles con secado en la estufa.

NVM_2 : Sólidos no volátiles con secado en el desecador infrarrojo.

μ_1 : Viscosidad por método de Brookfield.

μ_2 : Viscosidad por método de copa Zahn.

μ_3 : Viscosidad por método de Gardner

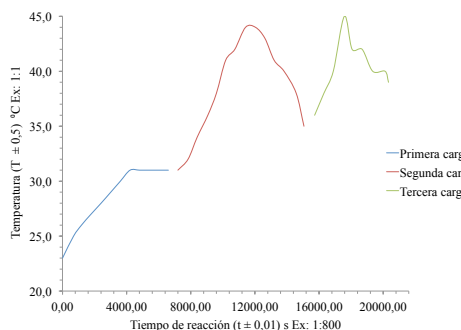


Figura 4: Perfil de temperatura para el aducto con amina cicloalifática.

En las Tablas 3 y 4 se puede observar la diferencia entre la viscosidad del aducto de amina alifática y cicloalifática, siendo de $(7780 \pm 1) \text{ cP}$ y $(3530 \pm 1) \text{ cP}$ respectivamente, ésto debido a

que las aminas cicloalifáticas proporcionan menos reactividad que las aminas alifáticas. En las aminas cicloalifáticas, el solapamiento entre el anillo aromático y el orbital que contiene el par solitario del nitrógeno estabiliza al par solitario y lo hace menos reactivo [7].

Tabla 4: Propiedades físicas del aducto con aminas cicloalifáticas aplicando el método actual.

Propiedades físicas	Valor experimental
$(\rho \pm 0,002) \text{ g/mL}$ $((T \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C})$	1,044 (25,0)
$(NVM_1 \pm 5) \%$	48
$(NVM_2 \pm 0,01) \%$	48,16
$(\mu_1 \pm 1) \text{ cP}$ (Aguja, RPM, $(T \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C}$)	3530 (3, 20, (28,4))
$(\mu_2 \pm 15) \text{ cP}$ $((T \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C})$	6304 (25,0)
$(\mu_3 \pm 1) \text{ cP}$ (Patrón, $(T \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C}$)	5417 (Z4-Z5, (23,0))

ρ : Densidad, T : Temperatura

NVM_1 : Sólidos no volátiles con secado en la estufa.

NVM_2 : Sólidos no volátiles con secado en el desecador infrarrojo.

μ_1 : Viscosidad por método de Brookfield.

μ_2 : Viscosidad por método de copa Zahn.

μ_3 : Viscosidad por método de Gardner

A su vez, esta reactividad tiene dependencia directa con la temperatura, por lo que en producciones previas a distintas temperaturas iniciales, es decir, temperatura ambiente, se obtuvieron diferentes viscosidades en ambos aductos. La reactividad entre distintos componentes no se da a las mismas condiciones de temperatura, ya que ésta depende de su estructura molecular, lo que se pudo considerar como una variable influyente en el proceso [1].

Esta temperatura podría mantenerse constante si existiera la presencia de un sistema de control, reduciendo así el número de cargas y por ende el tiempo de reacción para la producción de los aductos [1].

Otra variable importante es la agitación, ya que sin la debida homogenización de la materia prima la reacción tarda en comenzar el cambio ascendente en la temperatura provocando un tiempo de reacción elevado, y de igual forma no permitía la obtención de una mezcla uniforme obteniéndose una reacción incompleta y en consecuencia errores en su funcionalidad. A su vez, por ser un reactor

completamente abierto se obtuvieron pérdidas por evaporación de la amina debido a las altas temperaturas alcanzadas, provocando variaciones en las propiedades finales de los aductos.

Esta investigación preliminar, trajo como resultado la identificación de las variables más influyentes, siendo estas: temperatura del medio ambiente, ausencia de un sistema de dosificación y ausencia de un sistema de control de temperatura de reacción, identificadas a partir de un análisis causa raíz y una matriz de selección, ver Figura 5.

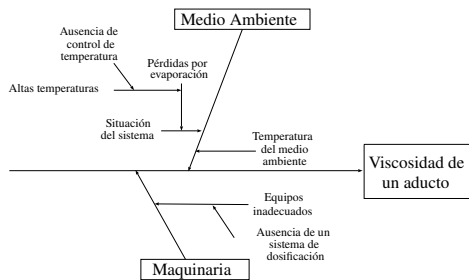


Figura 5: Diagrama causa-efecto de las variables seleccionadas que afectan al proceso de fabricación de los aductos de aminas.

3.2. Mejoramiento del proceso de fabricación

Luego de haber realizado los distintos modos de preparación de los aductos, se obtuvieron los diferentes resultados para ambos, reportados en las Tablas 5 y 6. En dichas tablas se pueden observar las discrepancias que proporcionan en la variable de respuesta y los diferentes modos de preparación. Si se comparan los valores de viscosidad obtenidos, se observa que las menores viscosidades se consiguieron para el modo de preparación denominado cargas parciales de resina sobre la amina en ambos aductos, ya que lo que se desea alcanzar es la menor viscosidad posible en el proceso de fabricación, de tal modo que dicho resultado es el mejor arreglo para la selección.

Posteriormente, una vez aplicado el estudio de diseño experimental para el modo de preparación seleccionado, las viscosidades obtenidas para ambos aductos se pueden observar en las Tablas 7 y 8 para el aducto de amina alifática y cicloalifática respectivamente. Asimismo, en dichas Tablas se puede apreciar la influencia de cada una de los

Tabla 5: Valores de viscosidad obtenidos para el aducto de amina alifática en los diferentes modos de preparación.

Modo de preparación de los aductos	Viscosidad del aducto ($\mu \pm 41$) cP		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
Toda la resina sobre la amina	14438	16320	15463
Toda la amina sobre la resina	14563	17463	17132
Cargas parciales de resina sobre la amina	14454	13362	13370
Cargas parciales de amina sobre la resina	16807	13778	13768

Tabla 6: Valores de viscosidad obtenidos para el aducto de amina cicloalifática en los diferentes modos de preparación.

Modo de preparación de los aductos	Viscosidad del aducto ($\mu \pm 25$) cP		
	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3
Toda la resina sobre la amina	7794	7058	8215
Toda la amina sobre la resina	6783	8357	8181
Cargas parciales de resina sobre la amina	4787	7479	6027
Cargas parciales de amina sobre la resina	10468	10810	10158

Tabla 7: Viscosidad del aducto de amina alifática obtenida a diferentes condiciones de temperatura inicial del reactor, sistema de enfriamiento y velocidad de dosificación de la resina epóxica

Réplicas	Con sistema de enfriamiento			
	T_1		T_2	
	T_{rat} 1 a V_1	T_{rat} 6 a V_2	T_{rat} 4 a V_1	T_{rat} 8 a V_2
1	8653	7002	8122	7512
2	9019	6464	8054	7183
3	7973	7006	7354	7181

Réplicas	Sin sistema de enfriamiento			
	T_1		T_2	
	T_{rat} 5 a V_1	T_{rat} 2 a V_2	T_{rat} 7 a V_1	T_{rat} 3 a V_2
1	7189	11095	8814	8873
2	8214	9856	6445	9374
3	6766	9013	6624	8102

Viscosidad del aducto ($\mu_2 \pm 27$) cP

T_{rat} : Tratamiento

T_1 : Temperatura 1 ($30,0 \pm 0,5$) °C

T_2 : Temperatura 2 ($35,0 \pm 0,5$) °C

V_1 : Velocidad de dosificación 1 (3,65 mL/min)

V_2 : Velocidad de dosificación 2 (4,48 mL/min)

factores considerados en el diseño experimental del proceso de fabricación.

Al comparar, por ejemplo, la viscosidad obteni-

Tabla 8: Viscosidad del aducto de amina cicloalifática obtenida a diferentes condiciones de temperatura inicial del reactor, sistema de enfriamiento y velocidad de dosificación de la resina epóxica

Réplicas	Con sistema de enfriamiento			
	T_1		T_2	
	T_{rat} 7 a V_1	T_{rat} 5 a V_2	T_{rat} 8 a V_1	T_{rat} 3 a V_2
1	3785	2731	4662	4263
2	4575	4503	3622	5299
3	3955	2101	4855	4782

Réplicas	Sin sistema de enfriamiento			
	T_1		T_2	
	T_{rat} 4 a V_1	T_{rat} 6 a V_2	T_{rat} 1 a V_1	T_{rat} 2 a V_2
1	5249	7773	14701	7524
2	5901	6611	8330	6839
3	5418	7335	6652	5550

Viscosidad del aducto ($\mu_2 \pm 36$) cP

T_{rat} : Tratamiento

T_1 : Temperatura 1 ($30,0 \pm 0,5$) °C

T_2 : Temperatura 2 ($35,0 \pm 0,5$) °C

V_1 : Velocidad de dosificación 1 (2,205 mL/min)

V_2 : Velocidad de dosificación 2 (3,5 mL/min)

da para la amina alifática en el tratamiento 6 con el tratamiento 2, se puede apreciar la influencia del uso de un sistema de enfriamiento bajo las mismas condiciones de temperatura de reacción y velocidad de dosificación.

Esta tendencia es válida ya que a temperatura controlada el ordenamiento de las moléculas presente en la red de polímeros se realiza de una manera más adecuada produciendo menores viscosidades en el aducto [10, 4].

Con respecto a la velocidad de dosificación se observa que la mejora en la variable de respuesta ocurre a velocidades de $4,48 \text{ mL/min}$ y $3,5 \text{ mL/min}$ para el aducto de amina alifática y cicloalifática respectivamente, en condiciones de enfriamiento.

A pesar de tratarse de velocidades altas de dosificación, la adición de la resina sigue siendo a velocidad graduada, por lo que coincide con lo investigado por Fan-Long [1] donde afirma que la preparación de aductos debe ser a temperatura de reacción controlada y suministro gradual de los reactantes.

De manera gráfica se pueden observar las viscosidades para diferentes tratamientos, a sus respectivas condiciones, en las Figuras 6 y 7; donde en estas se compara la variabilidad entre

cada una de las réplicas y la diferencia entre cada uno de los tratamientos. Por ejemplo, en la Figura 6, para tratamiento 8 se aprecian viscosidades entre (7512 ± 1) cP y (7181 ± 1) cP lo que se considera una variabilidad baja en comparación con viscosidades que oscilan entre (11095 ± 1) cP y (9013 ± 1) cP como lo son para el tratamiento 2. En este sentido en la Figura 6 se observa que el tratamiento con menores valores en la viscosidad es el número seis y a su vez tiene una tendencia relativamente constante en las viscosidades para cada una de las réplicas, en comparación con el tratamiento número dos, el cual no hace uso de sistema de enfriamiento, que tiene una marcada diferencia entre sus réplicas y aporta las mayores viscosidades del sistema.

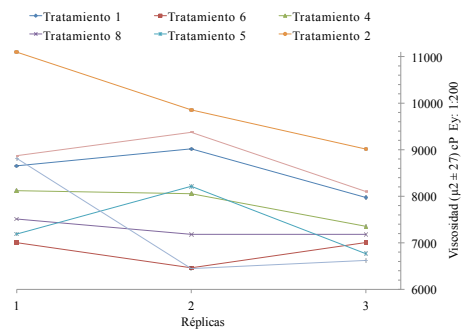


Figura 6: Viscosidades del aducto de amina alifática para cada uno de los tratamientos y sus respectivas réplicas.

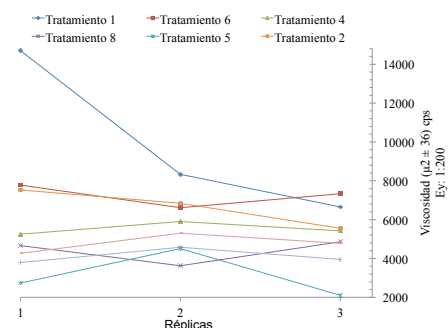


Figura 7: Viscosidades del aducto de amina cicloalifática para cada uno de los tratamientos y sus respectivas réplicas.

Con respecto al aducto de amina cicloalifática,

los valores de viscosidad obtenidos para las diferentes combinaciones posibles, fueron menores a la condiciones de enfriamiento.

Este resultado es válido por lo explicado anteriormente para el aducto de amina alifática sobre el reordenamiento de las moléculas. Con relación a la temperatura inicial, se observa que a menor temperatura existe una mejora en la variable de respuesta. Dicho valor resulta apropiado, debido a que a temperaturas iniciales altas la reactividad de amina aumenta, provocando así una reacción violenta y por ende viscosidades altas.

Cabe destacar que la reactividad entre distintos componentes no se da a las mismas condiciones de temperatura, ya que ésta depende de su estructura molecular lo que concuerda con lo mencionado por Collyer [5] y Rojas [4]. Por último, se observó igualmente una mejora en la viscosidad del aducto con un aumento en la velocidad de dosificación, lo que se justifica con lo explicado anteriormente para el aducto de amina alifática.

Por otro lado en la Figura 7, se puede observar que el tratamiento número cinco presenta las menores viscosidades, sin embargo su divergencia entre los resultados de las réplicas es representativa, recordando que se quiere hallar aquel proceso donde las viscosidades sean las menores y que estas se mantengan constantes en la fabricación lote a lote; de la misma figura se puede observar que el tratamiento número siete presenta viscosidades bajas en comparación con los tratamientos tres, uno, seis, dos, cuatro y ocho, así como también tiene una tendencia constante entre los resultados de sus réplicas. El tratamiento número uno tiene una variación significativa en la viscosidad de la primera réplica con respecto a las otras dos réplicas esto se debe a errores experimentales al momento de la dosificación de la resina sobre la amina durante la realización del ensayo.

Todas estas comparaciones se realizaron tomando en cuenta los valores promedios para cada uno de los tratamientos los cuales están representados en las Figuras 8 y 9.

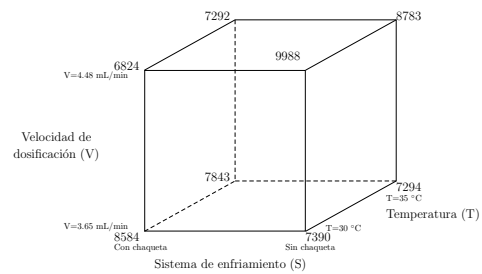


Figura 8: Representación cúbica de la viscosidad promedio del aducto de amina alifática para todos los tratamientos diferentes.

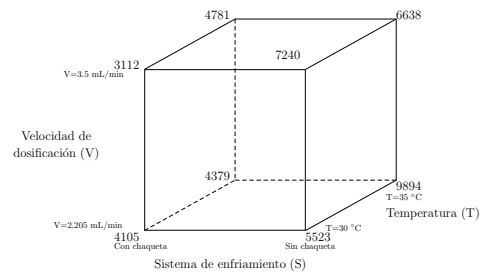


Figura 9: Representación cúbica de la viscosidad promedio del aducto de amina cicloalifática para todos los tratamientos diferentes.

3.3. Análisis estadístico para el diseño experimental

El análisis de varianza realizado presentado en las Tablas 9 y 10, mostró una distribución F para el aducto de amina alifática e igualmente para el aducto de amina cicloalifática de 4,49 para un 95 % de confianza ($\alpha = 0,05$) y de 8,53 para un nivel de confianza igual a 99 % ($\alpha = 0,01$). Según esto, se puede establecer que el sistema de enfriamiento y la interacción entre éste último y la velocidad de dosificación son los factores influyentes en la viscosidad del producto final para el aducto de amina alifática. Con respecto al aducto de amina cicloalifática, de la misma manera el sistema de enfriamiento es un factor influyente en la viscosidad del producto final, como lo es también la temperatura inicial del reactor y la interacción entre los tres factores principales [8, 9].

En la Figura 10 se puede observar la influencia de las variables principales sobre la viscosidad promedio del aducto de amina alifática, donde la que más afecta dicha propiedad es el sistema de enfriamiento provocando una diferencia de

Tabla 9: Aplicación del análisis de varianza en los datos obtenidos a partir de los tratamientos correspondientes al aducto de aminas alifáticas.

Fuentes de variación	F_0	$F_{teórico\alpha = 0,05}$	$F_{teórico\alpha = 0,01}$	Influencia
S	5.93	4.49	8.53	*
T	1.61			NS
V	2.24			NS
ST	0.77			NS
SV	27.62			**
TV	0.00			NS
STV	3.56			NS

Tabla 10: Aplicación del análisis de varianza en los datos obtenidos a partir de los tratamientos correspondientes al aducto de aminas cicloalifáticas.

Fuentes de variación	F_0	$F_{teórico\alpha = 0,05}$	$F_{teórico\alpha = 0,01}$	Influencia
S	22.83	4.49	8.53	**
T	4.47			*
V	0.62			NS
ST	0.46			NS
SV	0.12			NS
TV	1.75			NS
STV	5.55			*

casi 2000cP en la viscosidad del mismo, por lo que se comprueba lo demostrado por medio del análisis de varianza ya explicado; de aquí también se puede observar que la temperatura y la velocidad de dosificación tienen una variación sobre la viscosidad de menos de 1000cP, según los cálculos estadísticos, estas variables no influyen significativamente sobre la variable de respuesta.

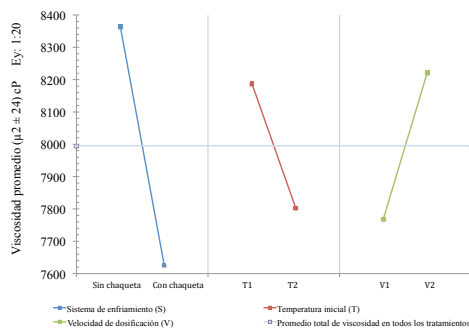


Figura 10: Efectos principales sobre la viscosidad del aducto de amina alifática.

Asimismo, se puede establecer que empleando un sistema de enfriamiento y a velocidades de dosificación bajas las viscosidades son bajas, lo que sucede igualmente a temperaturas iniciales altas, esto concuerda con lo expuesto por Fan-Long [1].

Por otro lado, se sabe que frente a la existencia de diversos factores en un diseño experimental, surge una interacción entre estos que puede o no afectar las propiedades, como si se tratara de una nueva variable de interés; estadísticamente se demostró que la interacción entre el sistema de enfriamiento y la velocidad de dosificación de la resina influye considerablemente sobre la viscosidad del aducto de amina alifática, de igual modo de manera gráfica también se puede observar esta influencia, analizando las Figuras 11, 12 y 13.

En la Figura 11 se observa que las dos rectas no se cruzan entre sí, esto indica según Montgomery [8], que no existe interacción entre las variables de estudio, en este caso la temperatura inicial del reactor y la velocidad de dosificación de la resina; esto ocurre también en la Figura 12, no hay interacción entre el sistema de enfriamiento y la temperatura inicial del reactor. Tomando en cuenta lo anterior y al observar la Figura 13, se puede notar el cruce entre las rectas, este hecho representa una interacción que influye en el proceso identificada como SV, lo que concuerda perfectamente con lo demostrado en el análisis de varianza.

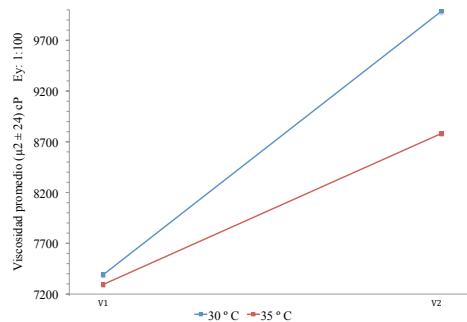


Figura 11: Interacción doble entre (T) y (V) sobre la viscosidad del aducto de amina alifática (sistema de enfriamiento (S) constante).

La influencia de las variables principales sobre la viscosidad promedio del aducto de amina cicloalifática se puede observar en la Figura 14, donde las variables más influyentes son el sistema de enfriamiento y la temperatura inicial del reactor, ya que para niveles diferentes presentan una gran

variación en la viscosidad del aducto, teniendo un poco más de 3000cP de variación para la primera variable y aproximadamente 1500cP para la segunda, esto concuerda perfectamente con lo demostrado estadísticamente; por otro lado, la velocidad de dosificación no afecta considerablemente la viscosidad del aducto de aminas cicloalifáticas. En la Figura 14, se puede observar que a temperaturas altas y empleando un sistema de enfriamiento se obtienen las menores viscosidades, lo que es de gran interés para esta investigación.

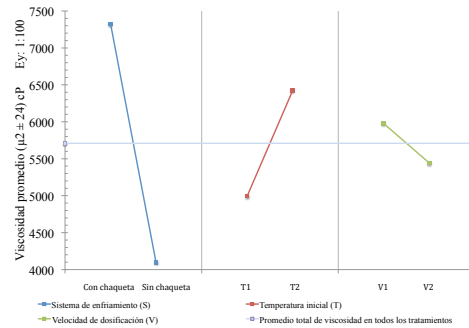


Figura 14: Efectos principales sobre la viscosidad del aducto de amina cicloalifática.

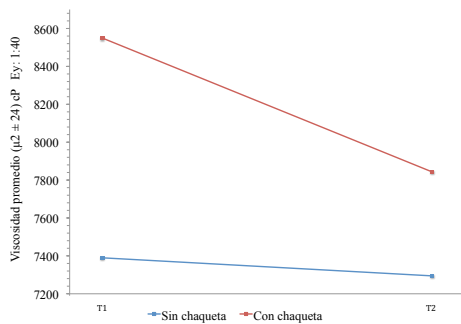


Figura 12: Interacción doble entre (S) y (T) sobre la viscosidad del aducto de amina alifática (velocidad de dosificación de la resina (V) constante).

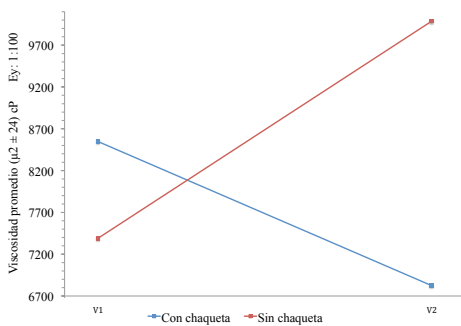


Figura 13: Interacción doble entre (S) y (V) sobre la viscosidad del aducto de amina alifática (temperatura inicial del reactor (T) constante).

que a menor velocidad de dosificación de la resina, la influencia de la temperatura sobre la variable de respuesta es menor (menor de 500cP) que cuando dicha velocidad de dosificación es mayor (más de 1.600cP). En contraste, de la Figura 16 se puede observar que a temperaturas bajas hay una menor influencia del uso o no de un sistema de enfriamiento que cuando la temperatura es mayor donde hay una mayor influencia, finalmente de la Figura 17 se puede destacar que hay una menor influencia del empleo de un sistema de enfriamiento o no a velocidades de dosificación bajas que cuando éstas son más altas.

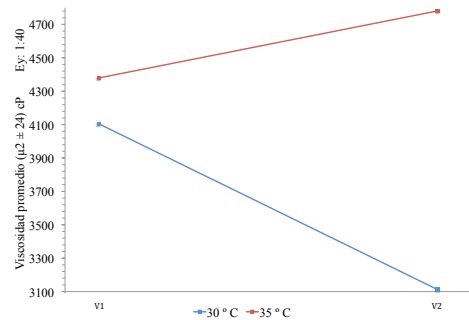


Figura 15: Interacción doble entre (T) y (V) sobre la viscosidad del aducto de amina cicloalifática constante uno de los niveles en el siste (sistema de enfriamiento (S) constante).

Ahora bien, en este sistema no puede faltar la consideración de las interacciones entre los factores, observando la Figura 15 se puede notar

Finalmente, la regresión lineal múltiple realizada arrojó la correlación representada por la ecuación (1), entre la viscosidad del producto final

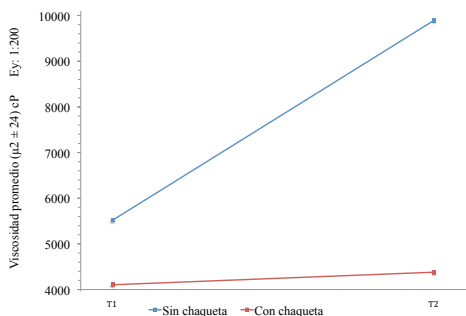


Figura 16: Interacción doble entre (S) y (T) sobre la viscosidad del aducto de amina cicloalifática (velocidad de dosificación de la resina (V) constante).

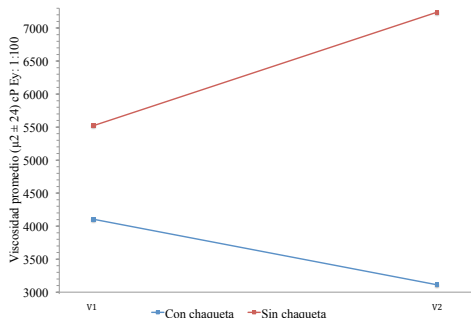


Figura 17: Interacción doble entre (S) y (V) sobre la viscosidad del aducto de amina cicloalifática (temperatura inicial del reactor (T) constante).

y los factores e interacciones más influyentes en la variable de respuesta para el aducto de amina alifática.

$$Y = 7995,37 + 368,48 S + 795,25 S V \quad (1)$$

Y para el aducto de amina cicloalifática representada por la ecuación (2)

$$Y = 5708,96 + 1614,68 S + 714,20 T - 796,05 STV \quad (2)$$

Las Figuras 18 y 19 representan las gráficas de probabilidad normal obtenidas empleando las ecuaciones de regresión lineal presentadas anteriormente, dichas gráficas arrojaron una distribución normal adecuada, es decir, se obtuvo una tendencia lineal con una valor de R_2 mayor a

0,90 para ambos aductos, por lo que se verifica que no existe sospecha de algún problema con la normalidad de los datos utilizados para el análisis estadístico, y se verifica la hipótesis de que las variables influyentes en la viscosidad del producto final son las antes mencionadas, todo esto siguiendo el procedimiento establecido por Montgomery [8] y Pulido [9] para el estudio estadísticos de diseños factoriales.

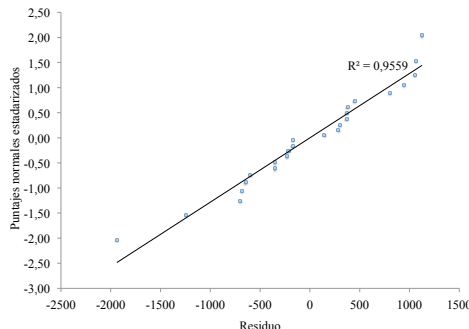


Figura 18: Probabilidad normal de los residuos sobre la viscosidad del aducto de amina alifática.

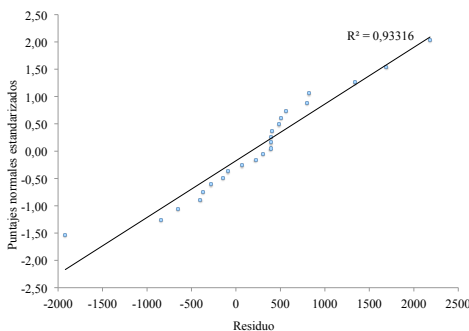


Figura 19: Probabilidad normal de los residuos sobre la viscosidad del aducto de amina cicloalifática.

3.4. Condiciones de operación adecuadas para la fabricación de los aductos.

Las mejores condiciones obtenidas se muestran en la Tabla 11. A estas condiciones las características de los aductos de amina alifática y cicloalifática son presentadas en las Tablas 12 y 13 respectivamente. También se obtuvo un rango

de temperaturas durante el proceso de elaboración como se puede ver en la Figura 20 para el aducto de amina alifática, que está entre 60 y 70 °C, de igual manera presentado en la Figura 21 para el aducto de amina cicloalifática oscilando en el mismo rango de temperatura.

Tabla 11: Condiciones obtenidas en la preparación de los aductos.

Variables	Condiciones	
	Aducto de amina alifática	Aducto de amina cicloalifática
Sistema de enfriamiento	Con chaqueta	Con chaqueta
Velocidad de dosificación (mL/min)	Alta, aproximadamente igual a 4,48	Baja, aproximadamente igual a 2,205
Temperatura inicial del reactor (°C)	Alta, aproximadamente igual a 35	Baja, aproximadamente igual a 30

Los productos finales obtenidos a partir de las condiciones establecidas arrojaron características funcionales adecuadas para su aplicación, siendo éstas un curado adecuado, brillo y dureza a lo largo de toda la superficie, así como también una superficie no pegajosa.

Estas condiciones conllevan a la adquisición de ciertos equipos para el mejoramiento del proceso, estos equipos pueden ser la de un sistema apropiado para el calentamiento previo de la amina en el reactor, un equipo apropiado para la dosificación de la resina, un reactor encamisado con una capacidad adecuada, y la presencia de un agitador de velocidad rotatoria moderada.

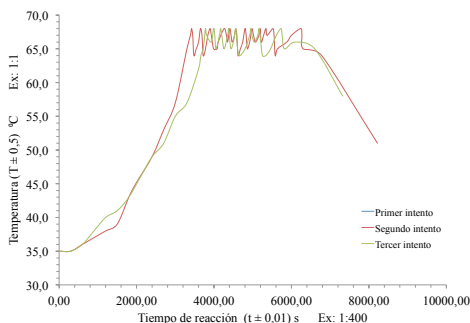


Figura 20: Perfil de temperatura con respecto al tiempo para el aducto de amina alifática a las condiciones seleccionadas.

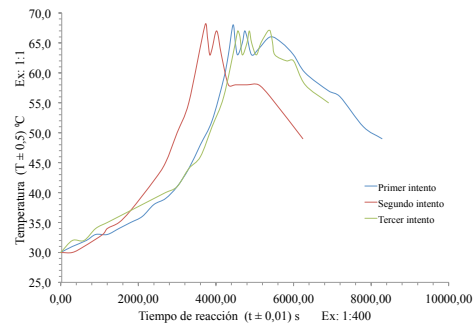


Figura 21: Perfil de temperatura con respecto al tiempo para el aducto de amina cicloalifática a las condiciones seleccionadas.

Tabla 12: Propiedades físicas del aducto con amina alifática a las condiciones seleccionadas

Propiedades físicas	Valor experimental
$(\rho \pm 0,002) \text{ g/mL}$ $((T \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C})$	1,003 (25,0)
$(NVM_1 \pm 43) \%$	83
$(NVM_2 \pm 0,01) \%$	95,38
$(\mu_1 \pm 1) \text{ cP}$ (Aguja, RPM, $(T \pm 0,1) \text{ }^\circ\text{C}$)	6033 (3, 10, (29,2))
$(\mu_2 \pm 18) \text{ cP}$ $((T \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C})$	7315 (25,0)

ρ : Densidad, T : Temperatura
 NVM_1 : Sólidos no volátiles con secado en la estufa.
 NVM_2 : Sólidos no volátiles con secado en el desecador infrarrojo.
 μ_1 : Viscosidad por método de Brookfield.
 μ_2 : Viscosidad por método de copa Zahn.

Tabla 13: Propiedades físicas del aducto con amina cicloalifática a las condiciones seleccionadas

Propiedades físicas	Valor experimental
$(\rho \pm 0,002) \text{ g/mL}$ $((T \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C})$	1,042 (25,0)
$(NVM_1 \pm 35) \%$	49
$(NVM_2 \pm 0,01) \%$	47,24
$(\mu_1 \pm 1) \text{ cP}$ (Aguja, RPM, $(T \pm 0,1) \text{ }^\circ\text{C}$)	2638 (3, 20, (28,8))
$(\mu_2 \pm 11) \text{ cP}$ $((T \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C})$	4279 (25,0)

ρ : Densidad, T : Temperatura
 NVM_1 : Sólidos no volátiles con secado en la estufa.
 NVM_2 : Sólidos no volátiles con secado en el desecador infrarrojo.
 μ_1 : Viscosidad por método de Brookfield.
 μ_2 : Viscosidad por método de copa Zahn.

4. Conclusiones

Las variables más influyentes en la fabricación de los aductos de amina fueron: la temperatura del medio ambiente, ausencia de un sistema de dosificación y ausencia de un sistema de control para la temperatura de reacción.

Para la fabricación de aductos de amina alifática, se seleccionó como condiciones de operación la dosificación gradual de la resina con velocidad de 4,48 mL/min y temperatura inicial del reactor de aproximadamente 35 °C, y para la fabricación de aductos de amina cicloalifática resultó de una dosificación gradual de la resina con velocidad de 2,205 mL/min y temperatura inicial del reactor de aproximadamente 30 °C.

El sistema de control de temperatura de la reacción para ambos aductos debe mantenerse entre (60 y 70) °C.

- [8] Douglas C. Montgomery and George C. Runger. *Applied statistics and probability for engineers*. John Wiley & Sons, 2010.
- [9] Humberto Gutiérrez Pulido y Román de la Vara Salazar. *Análisis y diseño de experimentos*. McGraw-Hill Interamericana, segunda edición, 2012.
- [10] Marcelo Rufo y F. Matta. A evolução dos agentes de cura para resinas epóxi. *Revista PI-Pisos Industriais, Brasil, Ano, 1*, 2010.

Referencias

- [1] Fan-Long Jin, Xiang Li, and Soo-Jin Park. Synthesis and application of epoxy resins: A review. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 29:1–11, 2015.
- [2] Pragyán Mohan. A critical review: the modification, properties, and applications of epoxy resins. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 52(2):107–125, 2013.
- [3] Cinthia Stefani Paredes Lopez y Carlos Edmundo Reyes Cossio. Influencia del uso de adhesivo epoxico colmax 32 como puente adherente en vigas de concreto armado sujetas a flexion para la recuperacion de su monolitismo. Trabajo Especial de Grado, Universidad Privada Antenor Orrego, Trujillo, Perú, 2016.
- [4] Mallerly Rojas Morales y David Alexander Torres Gómez. Evaluación para la obtención de resina epoxica a partir de aceite de recino a nivel laboratorio. Trabajo Especial de Grado, Programa De Ingeniería Química, Facultad de Ingenierías, Fundación Universidad de América, Bogotá, Colombia, 2016.
- [5] Anthony A. Collyer, editor. *Rubber toughened engineering plastics*. Springer Science & Business Media, 2012.
- [6] ASTM D445-15(2015), Standard test method for kinematic viscosity of transparent and opaque liquids (and calculation of dynamic viscosity), 2015.
- [7] Leroy G Wade, Ángel Montaña Pedrero y Consuelo Batalla García. *Química orgánica*. Pearson Prentice Hall España, 2004.