Centro Universitario de la Defensa en la Escuela Naval Militar

TRABAJO FIN DE GRADO

Desarrollo de compuestos con resinas epoxi y materiales de cambio de fase

Grado en Ingeniería Mecánica

ALUMNO: Ignacio Navarrete Pardo

DIRECTORES: María Elena Arce Fariña

Miguel Ángel Álvarez Feijoo

CURSO ACADÉMICO: 2018-2019

Universidade Vigo

Centro Universitario de la Defensa
en la Escuela Naval Militar

TRABAJO FIN DE GRADO

Desarrollo de compuestos con resinas epoxi y materiales de cambio de fase

Grado en Ingeniería Mecánica

Intensificación en Tecnología Naval

Cuerpo General

Universidade Vigo

RESUMEN

Hoy en día la preocupación por el medio ambiente y su sostenibilidad está presente en todos los ámbitos. Más concretamente, la obtención de energía a través de fuentes renovables o la eficiencia energética son objeto de estudio y desarrollo por una gran cantidad de países.

En el presente trabajo se aborda el desarrollo de un compuesto de resina epoxi flexible que adquiera la capacidad de almacenamiento de energía al introducirle un material de cambio de fase (PCM). A la matriz de resina epoxi flexible se le introducen diferentes componentes como espesante, polvo de aluminio y parafina, que actúa como PCM. A través de la metodología Box-Behnken se estudió cómo afectan a la matriz los diferentes aditivos, tanto desde un punto de vista térmico, como mecánico. Para ello, se realizaron análisis termogravimétricos, así como ensayos de dureza y compresión con las diferentes probetas realizadas.

Los resultados de estos análisis han permitido obtener superficies de respuesta, que permiten determinar qué parámetros tienen mayor influencia. Finalmente, se puede concluir que la resina epoxi flexible es óptima para actuar como cápsula de materiales de cambio de fase ofreciendo una gran variedad de aplicaciones.

PALABRAS CLAVE

Material de cambio de fase, resina epoxi, Box-Behnken, energía, almacenamiento.

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar, me gustaría dedicarle este trabajo a todas las personas que me han acompañado durante mi estancia en la Escuela Naval Militar.

A mi familia, por su apoyo incondicional durante estos cinco intensos años en los que a pesar de la distancia me han demostrado su aprecio y respeto a esta profesión desconocida para ellos. Ellos han confiado en mí en todo momento. Volver a casa y ver su orgullo siempre ha sido un estímulo en mi para hacer las cosas de la mejor manera posible.

No puedo no agradecer a mis amigos todo lo que hacen por mí, su voluntad de acompañarme en los momentos más importantes de esta carrera y la calurosa bienvenida que me han dado cada vez que les he vuelto a ver, siempre estaré agradecido de estar a su lado.

A mis compañeros de la brigada, con ellos este paso por la escuela ha sido más fácil. Lo mejor que me llevo de esta escuela es su amistad.

A mi pareja, Claudia, por su valentía y cariño, compañera de todos los años de escuela en los que nunca dejó de ofrecerme su apoyo y sus consejos. Sin duda ella ha conseguido que este camino sea más ameno y bonito, no hay palabras para agradecerle todo lo que ha hecho por mí.

Finalmente, me gustaría agradecerles a mis dos tutores, Elena y Miguel Ángel, su dedicación a lo largo del desarrollo de este trabajo. Siempre estuvieron atentos y disponibles para ayudarme en cualquier momento de dificultad. No hubiera sido fácil sin su ayuda.

CONTENIDO

Contenido 1
Índice de Figuras 3
Índice de Tablas 5
Índice de gráficas 6
1 Introducción y objetivos 7
1.1 Objetivos del trabajo 7
1.2 Contextualización 7
1.3 Introducción al trabajo 9
1.4 Orden de la memoria 9
2 Estado del arte 11
2.1 Aislamiento térmico 11
2.1.1 Concepto 11
2.1.2 Importancia 11
2.1.3 El cuerpo humano como productor de calor 12
2.1.4 Temperatura de confort 12
2.1.5 Características y propiedades de los aislantes 13
2.1.6 Materiales aislantes 13
2.2 Energía térmica y almacenamiento 14
2.2.1 Energía térmica 14
2.2.2 Almacenamiento de energía térmica 14
2.2.3 Calor latente 15
2.3 Resinas epoxi 16
2.3.1 Concepto 16
2.3.2 Fases de curado de las resinas epoxi 16
2.3.3 Características 16
2.3.4 Uso de aditivos en resinas epoxi 17
2.3.5 Aplicaciones 17
2.4 Materiales de cambio de fase 17
2.4.1 Tipos 18
2.4.2 Uso de las parafinas como PCM 18
2.4.3 Materiales de cambio de fase en elementos constructivos 19
3 Desarrollo del TFG 21
3.1 Metodología experimental 21

3.1.1 Elección de materiales 21
3.1.2 Patrón para la elaboración de las probetas 22
3.1.3 Diseño Box-Behnken 22
3.2 Análisis de datos 24
3.2.1 Análisis termográfico 24
3.2.2 Análisis termogravimétrico y de calorimetría de barrido diferencial 25
3.2.3 Análisis de dureza 27
3.2.4 Ensayo de probetas a compresión. 27
4 Resultados 31
4.1 Análisis termográfico 31
4.2 Análisis de dureza 32
4.3 Análisis termogravimétrico 34
4.4 Análisis a compresión 40
5 Conclusiones y líneas futuras 43
5.1 Conclusiones de los análisis térmicos y mecánicos 43
5.2 Líneas futuras 44
6 Bibliografía 47
Anexo I: Prácticas de Laboratorio 51
Anexo II: Manual de uso *Labsys Evo* 59
Anexo III: Análisis resultados TG 65
Anexo IV: Gráficas análisis TG 69
Anexo V: Gráficas tensión-deformación 85
Anexo VI: Fichas técnicas 89

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1-1 Puntos clave y estrategias para la migración a los Zero Energy Buildings [2] 8
Figura 1-2 PCM macroencapsulado de Rubitherm y microencapsulado de Micronal BASF.....9
Figura 2-1 Textil y vestimentas con PCM [11].....12
Figura 2-2 Clasificación de almacenamiento de energía térmica [15].....14
Figura 2-3 Formas de almacenar energía térmica. Fuente propia 15
Figura 2-4 Fases del curado de la resina epoxi [18].....16
Figura 2-5 Clasificación de los PCM sólido-líquido [21] 18
Figura 2-6 Ladrillos con PCM macroencapsulado [6] 19
Figura 3-1 Puntos del diseño de Box-Behnken [22] 23
Figura 3-2 Estudio termográfico de las probetas de resina epoxi y Flir i7 [24].....24
Figura 3-3 Captura del software Flir Report Studio.....25
Figura 3-4 Equipo TG [38] y análisis de una muestra.....25
Figura 3-5 Patrón de medidas de dureza shore en probetas 27
Figura 3-6 Equipo de ensayos a compresión del laboratorio de mecánica [25].....28
Figura 3-7 Hoja de cálculo de la gráfica tensión-deformación 28
Figura 4-1 Estudio termográfico de resinas epoxi.....32
Figura 4-3 Corte de probetas y puesto del ensayo a compresión 40
Figura 5-1 Visión infrarroja de fuentes de calor [26] y EPI de seguridad interior [27].....45
Figura 5-2 Pañol de munición [28] y visión IR de un buque [29].....45
Figura A1-1 Probetas para análisis termográfico 52
Figura A1-2 Vaso de precipitados con arena y probetas.....52
Figura A1-3 Vaso de precipitados calentándose con la placa 52
Figura A1-4 Probetas con diferentes combinaciones de componentes 54
Figura A1-5 Corte en probeta y balanza de precisión 55
Figura A1-6 Moldes de las probetas para análisis a compresión 56
Figura A2-1 Puesto del equipo TG en el laboratorio de mecánica.....59
Figura A2-2 Diferentes entradas y salidas de la parte trasera del TG 60
Figura A2-3 Conexión equipo TG al programa 61
Figura A2-4 Creación de un nuevo experimento 61
Figura A2-5 Diseño del experimento en el programa 62
Figura A2-6 Tramos del ciclo y características de cada uno de ellos 62
Figura A2-7 Grafico del ciclo completo al que se quiere someter la muestra 63
Figura A3-1 Interfaz principal del software "*Processing*" 65
Figura A3-2 Ventana de selección de experimentos a analizar.....65
Figura A3-3 Leyenda experimento E1_15 66

Figura A3-4 Eliminación de blanco en una muestra 66
Figura A3-5 Procedimiento para calcular la integral de la curva Heat Flow 66
Figura A3-6 Datos obtenidos de la "Baseline" 67

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2-1 Clasificación de materiales aislantes y ejemplos [9] 13
Tabla 2-2 Medios más utilizados para almacenamiento de calor por calor sensible [16] 15
Tabla 3-1 Características de las Resinas epoxi utilizadas. Anexo VI: Fichas técnicas 21
Tabla 3-2 Características PCM utilizados. Anexo VI: Fichas técnicas 22
Tabla 3-3 Relación de valores para los niveles de Box-Behnken 23
Tabla 3-4 Combinaciones del Box-Behnken para el trabajo 24
Tabla 3-5 Proceso de adquisición de datos del ensayo de compresión 29
Tabla 4-1 Datos obtenidos del ensayo de dureza Shore D 33
Tabla 4-2 Medias aritméticas de las durezas de las probetas. 33
Tabla 4-3 Datos obtenidos con el software "*Processing*" 38
Tabla 4-4 Tabla de datos obtenidos en las curvas tensión-deformación 41
Tabla A1-1 Porcentaje de componentes en la matriz epoxi 51
Tabla A1-2 Cantidad de componentes de las probetas de Box-Behnken 53
Tabla A2-1 Calibración de la balanza del TG 60

ÍNDICE DE GRÁFICAS

Gráfica 1-1 Porcentaje de consumos en la UE [2] 8
Gráfica 2-1 Gráfica del dilema entre coste de aislamiento y coste de energía calorífica perdida....12
Gráfica 3-1 Ciclos de calentamiento de las muestras del trabajo 26
Gráfica 4-1 Rampa de calentamiento de probetas de compuestos epoxi 31
Gráfica 4-2 Medidas de la superficie lateral de las probetas E1_5 y E1_8 33
Gráfica 4-3 Superficie de respuesta de la dureza con espesante al 2% 34
Gráfica 4-4 Superficie de respuesta de la dureza con espesante al 3% 34
Gráfica 4-5 Blanco de los análisis TG....35
Gráfica 4-6 Análisis TG muestra de resina epoxi 35
Gráfica 4-7 Análisis TG material de cambio de fase 36
Gráfica 4-8 Análisis TG de la probeta E1_1 36
Gráfica 4-9 Gráficas de flujo de calor de todas las muestras analizadas....37
Gráfica 4-10 Superficie de respuesta de calor absorbido con 2% de espesante 39
Gráfica 4-11 Superficie de respuesta de calor cedido con 2% de espesante 39
Gráfica 4-12 Superficies de respuesta para resistencia a compresión con 1% de espesante....41
Gráfica 4-13 Superficies de respuesta para resistencia a compresión con 2% de espesante....42
Gráfica A4-1 Análisis TG probeta E1_1 69
Gráfica A4-2 Análisis TG probeta E1_2 70
Gráfica A4-3 Análisis TG probeta E1_3 71
Gráfica A4-4 Análisis TG probeta E1_4 72
Gráfica A4-5 Análisis TG probeta E1_5 73
Gráfica A4-6 Análisis TG probeta E1_6 74
Gráfica A4 7 Análisis TG probeta E1_7 75
Gráfica A4-8 Análisis TG probeta E1_8 76
Gráfica A4-9 Análisis TG probeta E1_9 77
Gráfica A4-10 Análisis TG probeta E1_10 78
Gráfica A4-11 Análisis TG probeta E1_11 79
Gráfica A4-12 Análisis TG probeta E1_12 80
Gráfica A4-13 Análisis TG probeta E1_13 81
Gráfica A4-14 Análisis TG probeta E1_14 82
Gráfica A4-15 Análisis TG probeta E1_15 83

1 INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

1.1 Objetivos del trabajo

La meta principal del presente trabajo es valorar si las resinas epoxi flexibles pueden actuar como cápsula de materiales de cambio de fase y conseguir así mejorar sus propiedades térmicas. Para llegar a determinar si el desarrollo del compuesto es factible se establecen los siguientes objetivos secundarios:

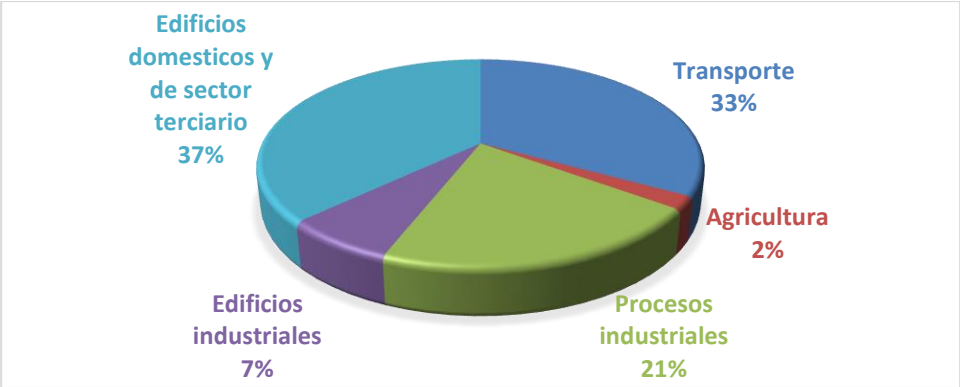
- Realizar un diseño experimental que determine qué factores son los más determinantes en las diferentes variables que se van a estudiar. Así, aplicando la metodología Box-Behnken se realizarán muestras con composiciones diferentes que serán procesadas y analizadas para obtener gráficos de respuesta.
- Analizar los compuestos del diseño en el equipo termogravimétrico y determinar las propiedades térmicas de dichos compuestos.
- Analizar la dureza de los compuestos para ver cómo afectan los aditivos a la dureza de la resina epoxi que actúa como contenedor.
- Realizar un análisis a compresión de las muestras para conocer las curvas de tensión-deformación y así poder determinar los módulos de Young y las tensiones de fluencia.

A partir de los resultados de los análisis anteriores se caracterizarán este tipo de compuestos, explicando las posibles aplicaciones que se les puede dar.

1.2 Contextualización

Hoy en día, las edificaciones son las responsables de aproximadamente un 40% del consumo de la energía producida y de más del 30% de las emisiones de carbono a la atmósfera (Gráfica 1-1). Es por ello, que la reducción en el consumo energético de los edificios es uno de los principales objetos de estudio e investigación desde hace tiempo y con un amplio futuro. A pesar de que en los últimos años se ha mejorado la eficiencia energética de los edificios, se estima en aproximadamente un 30% el potencial de ahorro energético en unas futuras construcciones [1].

Entre las principales causas de este interés por el ahorro de consumo energético se encuentran las económicas, ya que, haciendo una inversión mayor a la que se realiza actualmente, se acabaría amortizando el gasto inicial con el ahorro en consumo energético, siendo beneficioso a medio y largo plazo. No solo son las razones económicas son las que despiertan interés en la migración a un sistema más sostenible, sino que también la reducción de las emisiones de CO_2 es también un factor importante a tener en cuenta. [2] [3].



Gráfica 1-1 Porcentaje de consumos en la UE [2]

Disminuir entonces los consumos de energía en la edificación es una manera óptima de conseguir una reducción de los consumos energéticos generales. Más concretamente, se pueden atribuir a la edificación los consumos procedentes de diferentes aplicaciones y sistemas, entre los que se diferencian [3]:

- Calefacción.
- Refrigeración.
- Agua caliente sanitaria.
- Iluminación.
- Ofimática.
- Motores y máquinas.
- Otros.

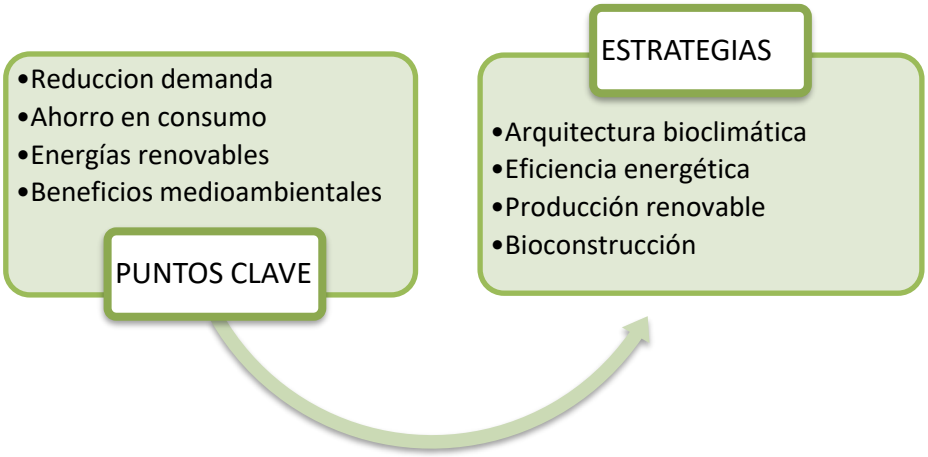


Figura 1-1 Puntos clave y estrategias para la migración a los Zero Energy Buildings [2]

Los Estados Miembros de la Unión Europea están obligados desde 2002, tras la aprobación de la Directiva 2002/91/CE [1], a cumplir con unos mínimos de eficiencia energética cuando se dispongan a la construcción de un nuevo edificio [4]. También se encuentran obligados a realizar reformas en términos energéticos en las edificaciones que se vayan a realizar reformas de gran medida. Como consecuencia de todos estos novedosos cambios, nace el término de "*zero energy buidings*" (Figura 1-1), que hace referencia a edificios que consumen cantidades ínfimas de energía y que consiguen reducir al mínimo su impacto en el medio ambiente. Con este nuevo método de construcción en el que se integran diferentes técnicas de ahorro de energía tales como nuevos materiales de construcción, nuevos métodos de obtención de energía, diferentes formas de almacenaje de esta y diferentes técnicas de ahorro energético, se pretende llegar a una construcción de edificios que sean prácticamente sostenibles por ellos mismos permitiendo así un gasto energético ínfimo [5].

1.3 Introducción al trabajo

El almacenamiento de energía es uno de los métodos que tratan de implementar los nuevos edificios para así cumplir con los estándares de eficiencia energética establecidos. Existen diferentes formas de almacenamiento energético, entre ellas el almacenamiento de energía térmica por calor latente durante el cambio de estado. Los materiales de cambio de fase (comúnmente llamados PCM) son aquellos que tienen la capacidad de almacenar o ceder energía calorífica mientras realizan su cambio de estado [2] [6].

Existen algunos compuestos en los que el PCM se encuentra junto a otro material de manera que se están en contacto directo. Esto puede generar problemas cuando los dos materiales no son compatibles, así que se debe de aislar el material de cambio de fase antes de mezclarlo con el otro componente de manera que no haya contacto. Dependiendo del tamaño del material almacenado, se pueden diferenciar los materiales macroencapsulados y los microencapsulados (Figura 1-2) [7].

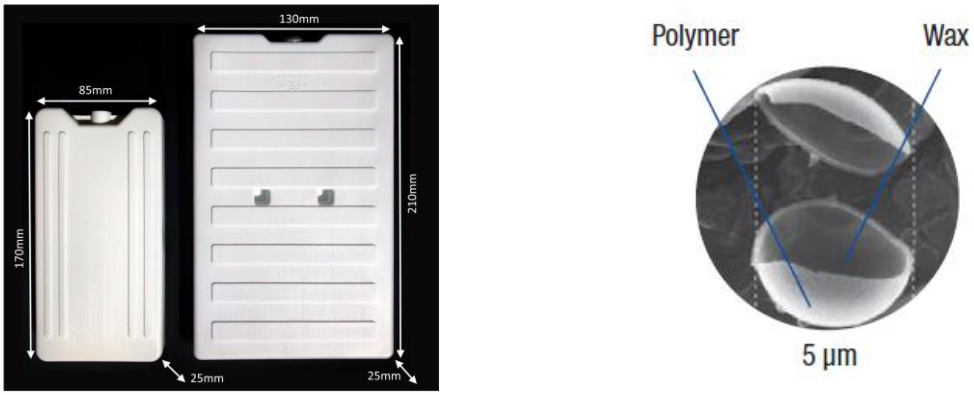


Figura 1-2 PCM macroencapsulado de Rubitherm y microencapsulado de Micronal BASF

Los PCM macroencapsulados se encuentran almacenados en un recipiente de tamaño notable de manera que el encapsulado alberga el material tanto si está en estado sólido, líquido o gaseoso. Una de sus principales ventajas es que las propiedades del material junto con el que se coloca no se ven afectadas, pero cabe destacar su baja capacidad de transmisión de calor. También se debe tener presente que no se podrán realizar modificaciones como agujeros o taladros en las superficies en las que se encuentran presentes ya que se corre el riesgo de perder el material cuando cambie de estado sólido.

Por otro lado, se encuentran los PCM microencapsulados, que se encuentran recubiertos de un material comúnmente polimérico en partículas con un diámetro del orden de micras. Son fáciles de aplicar y en este caso, la capacidad de transmisión de calor es buena debido a la gran superficie de contacto. Como desventaja, se puede destacar que las propiedades mecánicas del material donde se introducen pueden ser alteradas [8].

Los métodos de macroencapsulado y microencapsulado se tratan de procesos caros que hacen que el precio de un recubrimiento de material de cambio de fase se encarezca, por ello se busca encontrar un material en el que se pueda almacenar el PCM sin que el coste se incremente en grandes medidas. Por ello, en el presente trabajo se trata de introducir partículas de material de cambio de fase en una matriz de resina epoxi para poder implementar este compuesto en diferentes aplicaciones. Se realiza un estudio de los cambios en las propiedades mecánicas, térmicas y su resistencia a la compresión al introducir el PCM para ver si es viable el encapsulado de éste en una matriz de resina epoxi flexible.

1.4 Orden de la memoria

En el presente apartado se describe brevemente cómo se encuentra estructurada la memoria:

- Introducción y objetivos: este apartado se compone de una breve introducción al tema a tratar en este trabajo, contextualizándolo en el tiempo y demostrando la necesidad de implementar

nuevas tecnologías de ahorro energético con el objetivo de disminuir costes y emisiones nocivas para el medio ambiente. También se explica el ámbito en el que se va a trabajar, centrando el objeto de estudio en los compuestos con materiales de cambio de fase.

- Estado del arte: tras la introducción, se aborda la situación actual del tema en sí, en concreto del aislamiento térmico, del almacenamiento de energía, de las resinas epoxi y de los materiales de cambio de fase.
- Desarrollo del trabajo: una vez contextualizado, se explica la metodología que se ha seguido a lo largo del desarrollo del trabajo, los estudios realizados, los equipos utilizados y los patrones que se han seguido para minimizar los errores en la metodología.
- Resultados: en este apartado se explican los resultados obtenidos en los diferentes estudios realizados. Más concretamente, los obtenidos en el análisis termográfico, en el análisis termogravimétrico, en el análisis de dureza y en el ensayo a compresión realizado a cada una de las probetas. A mayores, se explican las superficies de respuesta en función de los diferentes factores, interpretando cómo afectan las cantidades de cada uno de los factores.
- Conclusiones: finalmente se abordan las conclusiones obtenidas de todos los resultados anteriores. A mayores se explican las diferentes aplicaciones y las posibles vertientes de futuros trabajos que se relacionen con éste.
- Anexos: este apartado trata de recopilar documentos que son de interés para el trabajo pero que por su extensión no deben ser incluidos en la memoria. Entre ellos se encuentran las diferentes sesiones de laboratorio en las que se explican los materiales y experimentos realizados, la explicación de cómo poner en marcha el equipo termogravimétrico y el uso de los dos softwares que incluye el equipo, tanto como para lanzar un experimento como para analizar a posteriori los resultados obtenidos, las gráficas obtenidas en el análisis termogravimétrico, las curvas de tensión-deformación y las fichas técnicas de los componentes utilizados.

2 ESTADO DEL ARTE

Como se ha visto anteriormente, existen una gran cantidad de estudios que tienen como objetivo llegar a lo que se conoce hoy en día como "*Zero Energy Buildings*". Las líneas de investigación sobre cómo llegar a ese concepto tienen un gran abanico de vertientes como pueden ser el almacenamiento de energía, la optimización de los sistemas de calefacción, la construcción de edificios con materiales sostenibles o la obtención de energía por medio de energías renovables entre otras.

La necesidad del desarrollo de un compuesto que sea capaz de almacenar energía térmica viene dada por la creciente preocupación de las emisiones nocivas al exterior y por la ambición de disminuir al máximo posible los gastos producidos durante la generación energía. Por ello, antes de comenzar el desarrollo del trabajo, se establecen los conceptos sobre lo que actualmente existe en el mercado para evitar las pérdidas de calor energéticas, su almacenamiento y los materiales que se van a utilizar durante el trabajo.

2.1 Aislamiento térmico

2.1.1 Concepto

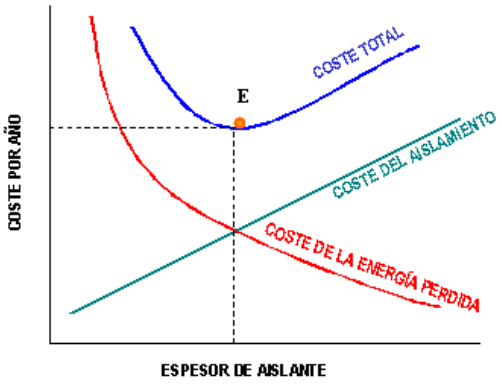
La conducción calorífica consiste en el transporte de calor de una sustancia a otra que se encuentran en contacto hasta que se produce un equilibrio térmico entre ambas (misma temperatura). Este transporte tiene lugar por las colisiones que se producen entre las moléculas que están en contacto de una sustancia y otra, y la dirección es de la que tiene más temperatura a la que menos. Por lo tanto, se define la conductividad térmica como la propiedad de un material a conducir calor.

El aislamiento térmico es la capacidad que posee un material de oponerse a ese traspaso de calor. Esta capacidad de los materiales se mide mediante la resistencia térmica. La resistencia térmica es la inversa de la conductividad térmica, y se considera que un material es un buen aislante cuando su conductividad térmica es inferior a cierto valor:

$$\lambda < 0{,}10 \ \frac{W}{m*K} \qquad [1]$$

2.1.2 Importancia

La eficiencia energética es la optimización del uso de la energía para conseguir los mismos beneficios, reduciendo así el consumo de ésta. Es una práctica de gran importancia, no solo para el ahorro económico que puede suponer a las personas, sino también por la disminución de la contaminación debido a la reducción de emisiones de CO_2 que supone la producción de calor en las reacciones de combustión. Por lo tanto, hay que llegar a un compromiso entre el precio del aislamiento y el ahorro en el consumo de energía para producir calor (Gráfica 2-1) [9].



Gráfica 2-1 Gráfica del dilema entre coste de aislamiento y coste de energía calorífica perdida [10]

No obstante, los materiales aislantes también son productores de CO_2. Durante su fabricación y su vida útil este tipo de materiales también contribuyen de forma negativa a las emisiones perjudiciales para el medio ambiente. Por ello es necesario conocer cuáles son los que menos cantidad de dióxido de carbono producen para poder así garantizar un proyecto final sostenible que no sea perjudicial para el medio ambiente.

2.1.3 El cuerpo humano como productor de calor

La temperatura del cuerpo humano suele permanecer estable ya que posee una gran capacidad de regulación térmica, pero la carga excesiva de trabajo o esfuerzo puede generar en el cuerpo un estrés térmico que puede ser contraproducente para el ser humano. La actividad física de trabajadores o deportistas hace que el calor se acumule en el cuerpo en cantidades excesivas. Este hecho puede traer efectos negativos para el rendimiento humano, disminuyendo de manera notable la capacidad de trabajo.

Por otro lado, también existe el caso en el que la ausencia de calor corporal ocasione problemas al ser humano. Cuando las temperaturas exteriores alcanzan niveles muy bajos, la temperatura del cuerpo humano tiende a disminuir, tratando de regularse hasta llegar a la temperatura media [11].

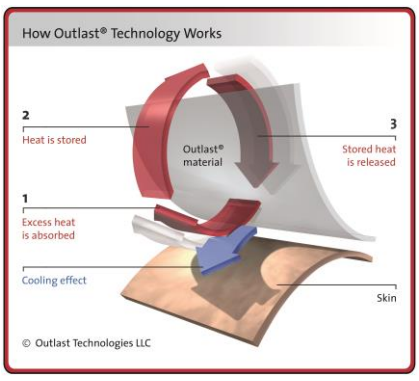


Figura 2-1 Textil y vestimentas con PCM [11]

Estos dos casos son de gran interés para este trabajo ya que se trata del desarrollo de un compuesto con la capacidad de regulación térmica. Los materiales de cambio de fase en los textiles se encuentran en fase de estudio, habiéndose desarrollado ya algunas prendas con la capacidad de regulación térmica (Figura 2-1) que son capaces de amortiguar los cambios de temperaturas extremos a los que se somete el cuerpo humano en algunas ocasiones.

2.1.4 Temperatura de confort

Como se ha visto anteriormente, el mantenimiento de una temperatura entre ciertos valores sin que haya cambios bruscos puede ser una manera de ahorrar en consumo innecesario de energía. La cuestión

ahora es determinar la temperatura a la que se quiere mantener cierto emplazamiento o el mismo cuerpo humano.

Se entiende la temperatura de confort como aquella en la que el ser humano no percibe una sensación ni de frío ni de calor. Estas temperaturas varían en función de la época del año, estableciéndose aproximadamente entre 21°C y 26°C.

Es importante el conocimiento de estas temperaturas ya que, en el caso de querer mantener un rango de temperaturas determinado, se deduce que lo óptimo es que sea entre esas temperaturas, permitiendo así el bienestar de las personas que se encuentran en dicho lugar [12] [13]. Por ello el objeto de este trabajo será intentar mantener las temperaturas dentro de ese intervalo, ajustándose a los materiales que se pueden obtener en el mercado.

2.1.5 Características y propiedades de los aislantes

El objetivo principal de un material aislante térmico es que no se produzca un traspaso de calor entre los materiales que separa. Por ello, la característica más importante de estos materiales es que posean una conductividad térmica muy baja para que les permita disminuir dicha transmisión. Otra de las características que comparten estos materiales, es que todos ellos poseen aire u otro tipo de gas dentro de ellos. Son estas dos propiedades las que permiten a un material denominarse aislante.

Además de estas dos características, los materiales aislantes se distinguen unos de otros en función de otras propiedades más específicas de cada uno, entre las que se pueden destacar [13]:

- Densidad, ρ: masa del material aislante por unidad de volumen.
- Calor específico, C_e: capacidad que posee un material de almacenar energía calorífica por unidad de masa.
- Transmitancia térmica, U: calor que fluye por un material por unidad de tiempo.
- Factor de resistencia a la difusión de vapor de agua, μ: resistividad a la difusión de vapor de agua.
- Resistencia térmica, R: capacidad que posee el material para oponerse al flujo de calor en una dirección.

La combinación de unos y otros en diferentes magnitudes da lugar a diversos materiales aislantes térmicos.

2.1.6 Materiales aislantes

Acorde con el material aislante en sí y la forma en la que se presenta, podemos distinguir diferentes tipos de aislantes térmicos tal y como se indica en la Tabla 2-1. Se nombra en dicha tabla algunos ejemplos de cada uno:

Sintéticos	Inorgánicos	Ecológicos o naturales
Poliestireno	Lana de vidrio	Corcho
Poliuretano	Lana de roca	Fibra de madera
Policarbonato	Vidrio celular	Lana de oveja
Espuma fenólica	Arcilla expandida	Fibra de lino
Espuma elastómera	Vermiculita	Fibra de celulosa

Tabla 2-1 Clasificación de materiales aislantes y ejemplos [9]

2.2 Energía térmica y almacenamiento

2.2.1 Energía térmica

La energía térmica es también conocida como energía calórica o calorífica y se trata de la energía interna de un sistema termodinámico. Esta energía es proporcional a la temperatura absoluta de un sistema. Se puede obtener de diferentes fuentes tales como el sol, una reacción exotérmica, fisión nuclear, rozamientos mecánicos, etc [14] [15]. En nuestro trabajo, el objetivo es determinar la cantidad de energía calorífica que se puede almacenar por calor latente, es por ello por lo que la capacidad de energía térmica almacenable en los diferentes compuestos se trata de una de las propiedades más importantes de estudio.

2.2.2 Almacenamiento de energía térmica

La energía es un bien valioso que la naturaleza no siempre proporciona en el momento en el que se requiere. Es por ello por lo que es imprescindible el estudio de cómo almacenar la energía para poder disponer de ella en todo momento. De aquí surge la definición de almacenamiento de energía como la confinación de esta en un "depósito" durante un periodo de tiempo limitado.

Figura 2-2 Clasificación de almacenamiento de energía térmica [15]

Como se puede ver en la Figura 2-2, el almacenamiento de energía térmica se clasifica en 2, activo y pasivo. Se considera almacenamiento activo directo cuando el fluido que transporta la energía térmica es también el lugar donde se almacena. Por ende, si el fluido y el lugar de almacenaje son distintos, se denomina almacenamiento activo indirecto. En ambos, la energía térmica es transferida mediante convección forzada. Que el almacenamiento sea pasivo conlleva que el medio donde se almacena la energía calorífica se carga y descarga cuando entra en contacto con un fluido.

Existen diferentes maneras de almacenar energía, entre ellas se encuentran el almacenaje por calor sensible, el almacenaje químico y el almacenaje por calor latente.

En el primer caso, el medio de almacenamiento aumenta su temperatura cuando la energía térmica es transferida a él. En este caso, la energía almacena dependerá entonces del calor sensible del medio de almacenaje, del aumento de temperatura y de la cantidad de medio que haya.

En el segundo caso, la capacidad de almacenaje reside en las reacciones químicas reversibles en las que un ciclo se trata de un proceso endotérmico (almacenaje) y posteriormente cuando se necesite esa energía se procede al proceso exotérmico [14] [15].

Por último, existe el almacenamiento de energía por calor latente que se explica en el apartado 2.2.3.

Hoy en día, el más común es el almacenaje por calor sensible tanto en estado sólido como en estado líquido. En la Tabla 2-2 se relacionan los medios más utilizados para el almacenaje de energía por calor sensible.

	Medio	Densidad media (Kg/m^3)	Conductividad media (W/mK)	Capacidad calorífica (KJ/KgK)
Sólido	Arena/mineral/roca	1700	1,0	1,3
	Cementos	2200	1,5	0,85
	Cloruro sódico	2160	7,0	0,85
	Hierro	7200	37,0	0,56
	Acero	7800	40,0	0,6
	Sílice	1820	1,5	1,0
	Magnesio	3000	5,0	1,15
Líquido	Aceite mineral	770	0,12	2,6
	Aceite sintético	900	0,11	2,3
	Aceite de silicona	900	0,10	2,1
	Sales nítricas	1825	0,57	1,5
	Sales nitradas	1870	0,52	1,6
	Sales carbonatadas	2100	2,0	1,8
	Sodio líquido	850	71,0	1,3

Tabla 2-2 Medios más utilizados para almacenamiento de calor por calor sensible [16]

2.2.3 Calor latente

De entre las tres formas de almacenar energía (Figura 2-3), el almacenaje por calor latente es el que se encuentra en auge de estudio. El interés en el estudio del calor latente reside en que un material al realizar el cambio de fase se encuentra absorbiendo o cediendo energía calorífica pero no varía su temperatura a lo largo del proceso. Los materiales que poseen la capacidad de absorber una cantidad razonable de energía se denominan materiales de cambio de fase. Los estudios de estos materiales forman parte de los más novedosos avances en tecnologías de almacenamiento térmico, refrigeración y otras muchas aplicaciones en las que pueden ser utilizados [15].

Figura 2-3 Formas de almacenar energía térmica. Fuente propia

2.3 Resinas epoxi

2.3.1 Concepto

Las resinas epoxi se tratan de un material polimérico termoestable que son el producto de mezclar una base epóxica con un endurecedor. La base epóxica se compone de dos o más grupos epoxi, también conocidos como oxiranos, que se obtienen comúnmente mediante la reacción de compuestos con hidrogeno y epiclorhidrina y sometiéndolo posteriormente a una deshidrohalogenación [16] [17]. Ver proceso en la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**.

Existen diferentes tipos de base epoxi, entre los cuales se diferencian:

- Base epoxi de bisfenol A.
- Base epoxi de bisfenol F.
- Base epoxi novolaca.
- Base epoxi de compuestos nitrogenados.
- Base epoxi cicloalifática.

La resina epoxi se consigue por lo tanto con la combinación de bases epóxica mencionadas anteriormente y otro componente que se conoce como endurecedor. Algunos endurecedores se encargan de reaccionar con los grupos oxiranos, otros con los hidroxilos y otros, comúnmente llamados como catalizadores, se encarga de llevar a cabo el inicio de la reacción [18]. Una vez que se ha producido el inicio de la reacción, se comienzan a unir las cadenas de bases epóxica formando una red. El transcurso de este proceso se conoce como curado [17].

2.3.2 Fases de curado de las resinas epoxi

El curado de la resina tras la mezcla de la base con el catalizador es un proceso cuyo tiempo depende de factores como el endurecedor elegido o la temperatura a la que se realiza el curado. Se pueden diferenciar 4 fases del curado que se visualizan en la Figura 2-4.

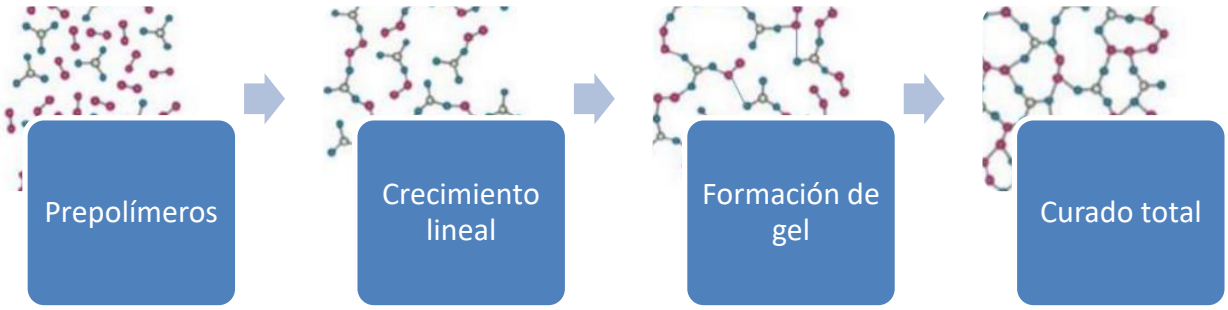


Figura 2-4 Fases del curado de la resina epoxi [18]

2.3.3 Características

Las características de las resinas epoxi varían en función de la base epóxica que se escoja, del endurecedor aplicado para el curado, de las condiciones del curado y de otros factores como pueden ser los aditivos que se le incorporen a la mezcla como pueden ser polvos metálicos o PCM, que serán objeto de este trabajo. Entre las características más importantes de las resinas se pueden citar [19]:

- Poseen un bajo nivel de humectación, que les ofrece alta resistencia a agentes corrosivos y a la humedad.
- Es un buen aislante eléctrico debido a su baja conductividad.
- Buena resistencia mecánica.
- Resistente a la humedad.
- Alta resistencia a temperaturas elevadas debido a su gran estabilidad térmica.
- Excelente resistencia química.

- No presenta grandes contracciones al finalizar el proceso de curado.
- Buenas propiedades adhesivas.

2.3.4 Uso de aditivos en resinas epoxi

Como se comenta en el apartado anterior, a las resinas epoxi se le pueden introducir diferentes tipos de aditivos que cambian sus propiedades mecánicas, térmicas y físicas. El objeto de añadir los aditivos a las matrices epoxi es conseguir una gran variedad de aplicaciones. Dependiendo del uso que se le vaya a dar a la resina se le introducirán unos aditivos u otros. Entre ellos se pueden encontrar fibras de carbono o de vidrio para mejorar sus propiedades mecánicas, microesferas de diversos materiales para disminuir su densidad o por ejemplo partículas de metales para mejorar sus propiedades conductoras.

2.3.5 Aplicaciones

El ámbito de aplicación de este tipo de resinas es muy variado y esto es posible debido a las propiedades que se pueden modificar al añadir diferentes agentes a la resina. Esto les convierte en un material polivalente en numerosos campos de la ingeniería, medicina o arquitectura [19].

De entre los ámbitos en los que se hace uso de las resinas epoxi se pueden destacar:

1. Electrónica: como aislante eléctrico, conmutadores o encapsulado de transistores.
2. Aeronáutica: en alas o colas de aviones como refuerzo a altas presiones y temperaturas.
3. Construcción: es el ámbito en el que más se utiliza, destacando el uso como adhesivo, acabados superficiales o elementos estructurales.
4. Medicina: se han desarrollado prótesis de resinas epoxi para humanos y animales por su solidez y resistencia.

2.4 Materiales de cambio de fase

La inercia térmica es una propiedad de los materiales que se relaciona con la cantidad de calor que puede almacenar y la velocidad a la que lo cede o lo absorbe. Esta propiedad de los materiales lleva siendo objeto de estudio desde hace décadas por la necesidad de disminuir el consumo energético. Desde el año 2005, los estudios realizados con materiales de cambio de fase se han incrementado de manera exponencial debido al gran interés que despiertan, sobre todo en el ámbito de la construcción [20]. Se introducen en materiales constructivos con el objetivo de aumentar la eficiencia térmica. El interés en estos materiales reside en que, durante el cambio de estado del material, la temperatura permanece constante mientras que éste absorbe o cede energía (aprovechando el calor latente de cambio de estado). La fórmula que atiende a este principio es la siguiente:

$$Q = m * L \qquad [2]$$

Donde:

- Q es el calor necesario para realizar el cambio de fase.
- m es la masa.
- L es el calor latente del material.

La propiedad específica más importante de cada PCM es la temperatura a la que cambia de estado. Las fases en las que se puede encontrar un material son: sólido, líquido y gaseoso. En todos los cambios de fase posibles se almacena energía, pero a pesar de que el cambio de solido a liquido sea el que menos energía es capaz de acumular, es el más utilizado debido a que la variación de volumen no es muy grande, lo que permite su utilización en gran variedad de aplicaciones. Además, se puede seleccionar el material en función la temperatura de cambio de fase que tenga [6] [20].

2.4.1 Tipos

Los materiales de cambio de fase almacenan energía por calor latente. De entre los cambios de estado que se pueden producir el cambio de sólido a líquido es el que más aplicaciones tiene en el ámbito de la construcción ya que es el que menor variación de volumen tiene. Esta característica convierte a los PCM que trabajan con el cambio solido-líquido en los más interesantes, a pesar de que sea el cambio de fase que menos calor es capaz de almacenar.

La clasificación de los PCM sólido-líquido se hace en función de si son orgánicos o no y si son compuestos o mezclas eutécticas, tal y como se ve en la Figura 2-5. Cada uno tiene sus ventajas y desventajas, pudiendo destacar de los primeros su alto calor latente, mayor densidad y mayor conductividad térmica. De los inorgánicos destaca su estabilidad termoquímica, resistencia frente a la corrosión y su disponibilidad y precio [21].

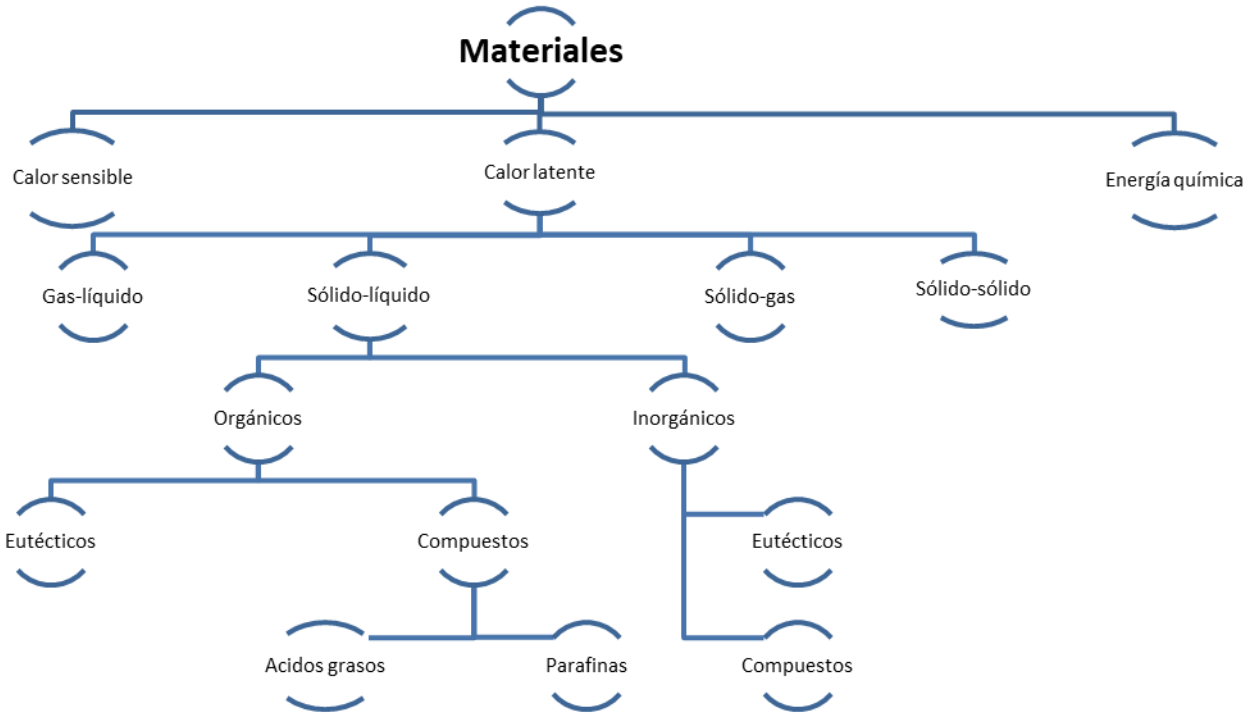


Figura 2-5 Clasificación de los PCM sólido-líquido [21]

En el desarrollo de este trabajo se va a trabajar con parafinas, más concretamente, con una cera de parafina conocida como cera de candelilla.

2.4.2 Uso de las parafinas como PCM

Las parafinas se encuentran dentro de los materiales de cambio de fase de tipo orgánico. Los PCM orgánicos se caracterizan por tener propiedades que les permiten diferentes tipos de aplicaciones introduciéndolos en elementos constructivos para conseguir almacenar energía. De entre las características de los PCM orgánicos, se puede destacar: que poseen un amplio abanico de temperaturas de fusión, lo que permite su uso en una gran cantidad de aplicaciones en función de la necesidad de la temperatura de cambio de fase, son químicamente estables, tanto químicamente como térmicamente, no son corrosivos y son compatibles con otros materiales empleados en la construcción.

Más concretamente, de entre los PCM orgánicos, se puede destacar el uso de las parafinas como material de cambio de fase. Se tratan de una mezcla de hidrocarburos saturados que se obtienen del petróleo mientras es refinado o de manera sintética. Lo que hace interesante a las parafinas son las características que posee, haciéndolas un material idóneo para la introducción en materiales constructivos y utilizarlo como método de almacenamiento de energía. De entre estas se destaca:

- Inodoras, insípidas y no son tóxicas.
- Rango de temperaturas de 30°C a 90°C aproximadamente.
- Alto calor específico y alto calor de fusión.
- Estables hasta aproximadamente 250°C.
- Su volumen de expansión se estima entre un 10% siendo un valor aceptable.

Los PCM también poseen desventajas como su baja conductividad térmica o que son potencialmente inflamables. También por norma general, los PCM orgánicos son más caros que los inorgánicos [7] [21].

2.4.3 Materiales de cambio de fase en elementos constructivos

Hasta el momento, la introducción de materiales de cambio de fase en elementos constructivos como método de almacenamiento de energía se centrado mucho en el uso de cementos como matriz retenedora del PCM. Existen ya numerosos estudios y construcciones de vanguardia en las que se consigue una eficiencia térmica razonable debido al uso de estos materiales en los materiales de construcción.

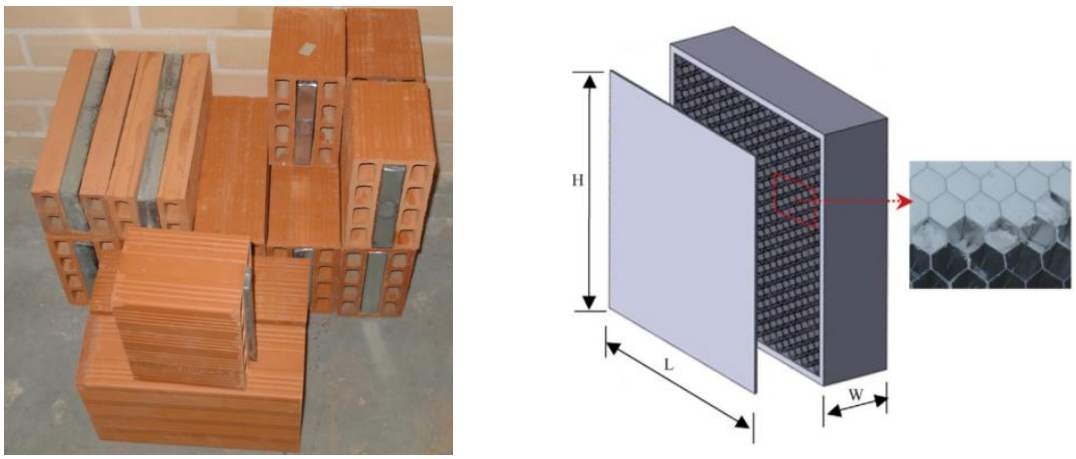


Figura 2-6 Ladrillos con PCM macroencapsulado [6]

Un claro ejemplo de estas construcciones punteras son aquellas que utilizan materiales como el que se puede ver en la Figura 2-6, en la que se observa un ladrillo de construcción en cuyo seno retiene una macrocápsula con PCM en su interior [6].

3 DESARROLLO DEL TFG

3.1 Metodología experimental

3.1.1 Elección de materiales

Para el desarrollo del trabajo de fin de grado se plantea la necesidad de escoger una resina epoxi y un material de cambio de fase. Estos dos materiales se tratan de las dos claves para este trabajo, es por ello por lo que se determinan primero unos objetivos que debe cumplir nuestro compuesto: se debe tratar de una resina epoxi que sea capaz de almacenar cierta cantidad de PCM y poder ser utilizada tanto para impregnar tejidos como para recubrimiento de construcciones y objetos.

En cuanto a la elección de la resina epoxi, debido a la gran cantidad de aplicaciones que tiene, los proveedores ofrecen una gran variedad de resinas con diferentes fines. El proveedor de las resinas es Castro Composites por motivos de cercanía, disponibilidad y experiencia en anteriores compras. Las resinas escogidas para el desarrollo de este proyecto se presentan en la Tabla 3-1.

Resoltech 1070	Resoltech 1600
	Impregnable en tejidos
Uso en recubrimientos y como top coat	Alta flexibilidad
Resistencia a radiación ultravioleta	Alta resistencia a impacto
Buenas propiedades mecánicas	Buena resiliencia
37% Componente bio	Excelente adherencia en substratos
	Resistente a disolventes, detergentes y soluciones

Tabla 3-1 Características de las Resinas epoxi utilizadas. Anexo VI: Fichas técnicas

En segundo lugar, los criterios de selección que debe cumplir un material de cambio de fase para ser escogido son los siguientes [7]:

1. Propiedades físicas: no puede presentar una variación de volumen excesiva en el proceso de cambio de fase y la densidad de las dos fases debe ser parecida.
2. Propiedades cinéticas.
3. Propiedades químicas: el material de cambio de fase debe ser químicamente estable para evitar que se produzcan oxidaciones. Debe ser reversible el proceso y el PCM no debe ser inflamable.

4. Propiedades térmicas: la temperatura de cambio de fase tiene que estar definida en un intervalo discreto o que su ventana de temperaturas no sea muy grande. Debe poseer valores de calor específico y entalpía de cambio de fase altos para tener buena capacidad de almacenamiento térmico.
5. Económicos: Debe ajustarse al presupuesto teniendo en cuenta su fin y su vida útil.

Por esa razón, la elección de los materiales de cambio de fase se ha hecho en función de las necesidades del trabajo. Se busca un material de cambio de fase que se encuentre dentro del rango de entre 20°C y 90°C para facilitar el estudio del almacenamiento de energía, que sea estable químicamente, que sea reversible y que el precio no sea muy elevado. De entre los tipos de materiales de cambio de fase que existen se escogieron las parafinas, que son las que más se ajustan a las necesidades del proyecto. Mas concretamente se han escogido la cera de candelilla proporcionada por Ceras Martí. En la Tabla 3-2 se describen las características de la cera de candelilla.

PCM	Características
Cera de candelilla	-Temperatura de fusión entre 69°C y 74°C -Color naranja -Económico

Tabla 3-2 Características PCM utilizados. Anexo VI: Fichas técnicas

3.1.2 Patrón para la elaboración de las probetas

En este apartado del trabajo se explica la metodología para la elaboración de las probetas de resina epoxi y material de cambio de fase. En todas las probetas se sigue el mismo patrón con el fin de evitar que variables como el tiempo de mezclado o el orden de introducción de aditivos influya en los resultados finales.

Durante la elaboración de las probetas se utiliza diferente material de laboratorio que se relaciona en el anexo de laboratorio (Anexo I: Prácticas de Laboratorio). El modo de elaboración que se sigue es el siguiente:

1. Se pesa tanto el PCM y el polvo de aluminio en la balanza y se introducen en la bolsa hermética zip.
2. Se pesa el espesante y se aparta junto al PCM y el Al.
3. Se pesa en un vaso de plástico la base epoxi y se aparta.
4. Se pesa el endurecedor en un vaso, se introduce en el vaso con la base epoxi y se mezcla.
5. Se introduce el espesante en la mezcla de base con endurecedor y se mezcla durante 30 segundos.
6. Se introducen los aditivos y se mezcla durante 90 segundos, comprobando que la mezcla es homogénea.

Una vez se tiene la mezcla homogénea en el vaso, se vierte en el molde de probetas, donde se deberá comprobar que no quedan burbujas de aire que puedan comprometer las propiedades mecánicas de la mezcla.

Todas las probetas se preparan en el laboratorio de química de docencia a una temperatura ambiente media de 21°C. Esta temperatura se encuentra dentro del rango óptimo que sugiere el proveedor para que la resina epoxi se cure (19°C-25°C).

3.1.3 Diseño Box-Behnken

La metodología de las superficies de respuesta tiene como objetivo determinar en qué porcentaje una variable independiente afecta a una respuesta de interés. En los últimos años se ha incrementado el

uso de estos métodos analíticos, buscando su optimización. Cabe destacar las numerosas ventajas de la aplicación de estas técnicas tales como la reducción del número de ensayos a realizar y por ello, la disminución del material utilizado permitiendo el ahorro. El primer paso para utilizar esta técnica de análisis es establecer los factores que se quieren estudiar y las respuestas que se quieren optimizar.

Los factores se tratan de las condiciones que afectan directamente a la variable de respuesta. En este trabajo los factores que vamos a estudiar son el porcentaje en peso de material de cambio de fase que se introduce en la matriz, el porcentaje en peso de espesante que se introduce y el porcentaje en peso de polvos de aluminio para aumentar la conductividad térmica.

La respuesta es la variable que se ve afectada cuando en las diferentes combinaciones de factores se van cambiando los porcentajes. Para este trabajo se ha decidido estudiar cómo afectan esos factores a la dureza de las probetas, a la cantidad de calor que es capaz de almacenar y como afectan esos factores a la resistencia a la compresión de una probeta.

El diseño de Box-Behnken (BBD) se asemeja a un diseño de segundo orden rotativo basado en un diseño factorial incompleto de tres niveles. En nuestro caso, se trata de un diseño de tres factores que puede graficarse como un cubo tal y como se ve en la Figura 3-1.

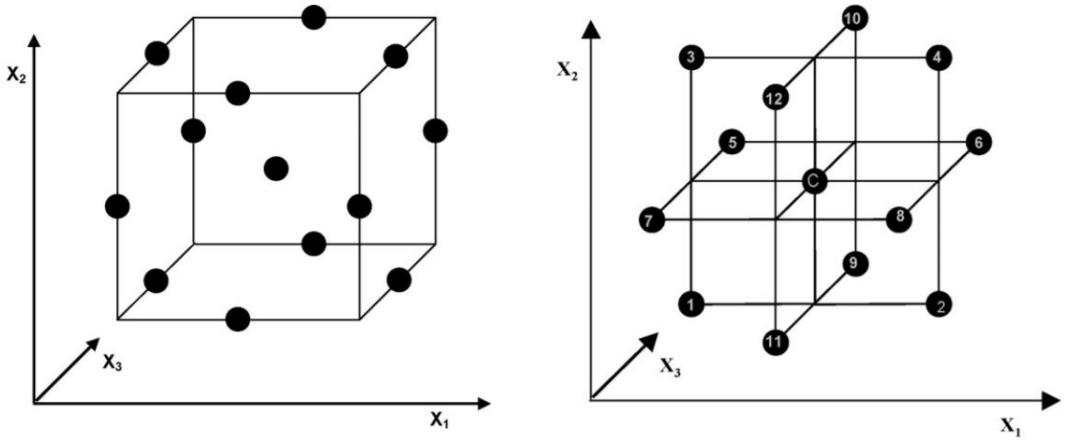


Figura 3-1 Puntos del diseño de Box-Behnken [22]

El número de experimentos necesarios para llevar a cabo el análisis Box-Behnken atiende a la fórmula:

$$N = 2k(k-1) + C_0 \qquad [3]$$

Siendo k el número de factores y C_0 el numero de puntos centrales. Comparando el BBD con otros diseños de superficie de respuesta, se ha demostrado que el BBD es más eficiente. Otra ventaja que posee este diseño es que no contiene combinaciones en las que todos los factores se encuentran en sus máximos o mínimos, lo que permite evitar condiciones extremas y resultados no deseados. En cambio, estos diseños no serán los adecuados cuando se quieren estudiar respuestas en los extremos [22].

Factor	+1	0	-1
% PCM	40	30	20
% Espesante	3	2	1
% Aluminio	20	15	10

Tabla 3-3 Relación de valores para los niveles de Box-Behnken

En la Tabla 3-3 se pueden ver las diferentes cantidades de aditivos para añadir en cada una de las probetas de resina epoxi. Después cada una de ellas se someterá a un análisis de dureza, a un ensayo a

compresión y un análisis termogravimétrico para poder obtener las superficies de respuesta. Para generar la matriz de combinaciones se ha utilizado el software STATGRAPHICS.

En nuestro caso se ha escogido un diseño de tres factores con 3 puntos centrales de manera que las probetas que, atendiendo a la fórmula, serán necesarios 15 combinaciones para obtener la superficie de respuesta. En la Tabla 3-4 se pueden ver las combinaciones necesarias combinando los distintos niveles.

	PCM	Al	Espesante
E1_1	+1	+1	0
E1_2	+1	0	-1
E1_3	+1	-1	0
E1_4	-1	0	-1
E1_5	0	-1	-1
E1_6	0	+1	+1
E1_7	-1	-1	0
E1_8	0	+1	-1
E1_9	0	0	0
E1_10	0	-1	+1
E1_11	0	0	0
E1_12	-1	0	+1
E1_13	0	0	0
E1_14	-1	+1	0
E1_15	+1	0	+1

Tabla 3-4 Combinaciones del Box-Behnken para el trabajo

3.2 Análisis de datos

3.2.1 Análisis termográfico

En el estudio de cómo aumenta la conductividad térmica al introducir polvos de metal a la resina epoxi, se ha utilizado una cámara termográfica. La termografía se trata de la tecnología que mide longitudes de onda infrarrojas sin necesidad de contacto consiguiendo dar información de la temperatura del objeto. Las cámaras termográficas representan estas longitudes de onda a modo de imagen con una leyenda de temperaturas teniendo en cuenta la más alta y la más baja (Figura 3-2). De esta manera se pueden visualizar a primera vista los puntos calientes en una zona concreta [23].

Figura 3-2 Estudio termográfico de las probetas de resina epoxi y Flir i7 [24]

Más concretamente, se ha utilizado una cámara termográfica Flir i7. Durante las mediciones, la obtención de temperaturas es imprecisa debido a la variación constante de temperaturas y la recalibración constante de máximos y mínimos en la pantalla. Por ello, se ha utilizado un software de procesado de imágenes en el que se pueden analizar las diferentes imágenes obteniendo información de temperaturas y pudiendo variar los valores de emisividad, rango de temperaturas, temperatura reflejada, etc.

Las características más relevantes de la cámara son [24]:

- Intervalo de temperatura entre 0°C y 250°C.
- Emisividad ajustable de 0,1 a 1,0.
- Sensibilidad térmica <0,1°C a 25°C.
- Rango espectral de 7,5µm a 13 µm.
- Medición por puntos, áreas o isotermas.

Una vez se han obtenido las fotografías, con el software Flir Report Studio se puede realizar un análisis más preciso de cada fotografía ya que se puede medir la temperatura en cada uno de los pixeles de la imagen en un momento concreto con una precisión de 0.1°C [24] tal y como se puede percibir en la Figura 3-3.

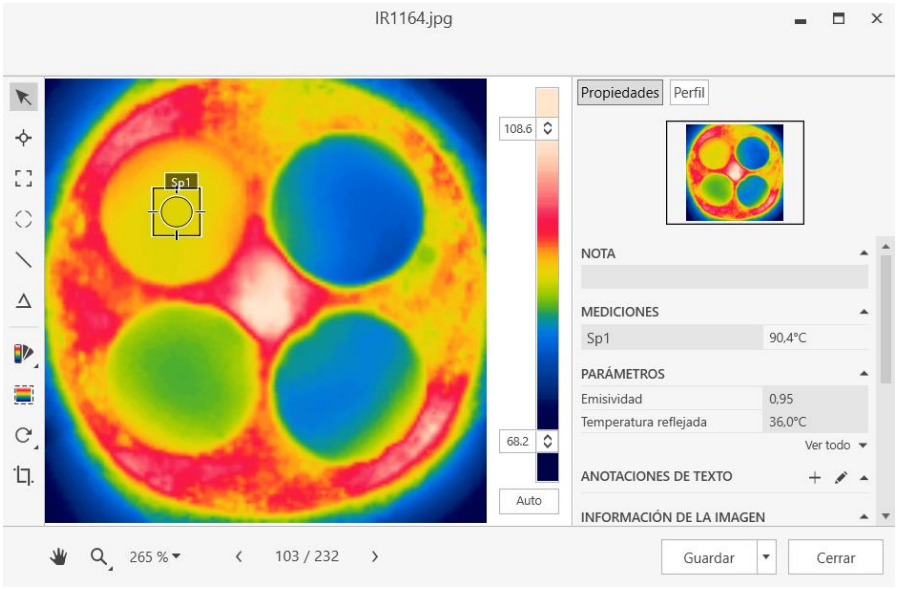


Figura 3-3 Captura del software Flir Report Studio

3.2.2 Análisis termogravimétrico y de calorimetría de barrido diferencial

El análisis termogravimétrico consiste en analizar la variación de masa de una muestra a lo largo del tiempo cuando es sometida a unos ciclos de temperatura. Por otro lado, la calorimetría de barrido diferencial se trata de una técnica de análisis en la que se mide la diferencia de calor entre una muestra y otra de referencia en función de la temperatura. Este análisis se realiza con un equipo termogravimétrico en el laboratorio de mecánica (Figura 3-4).

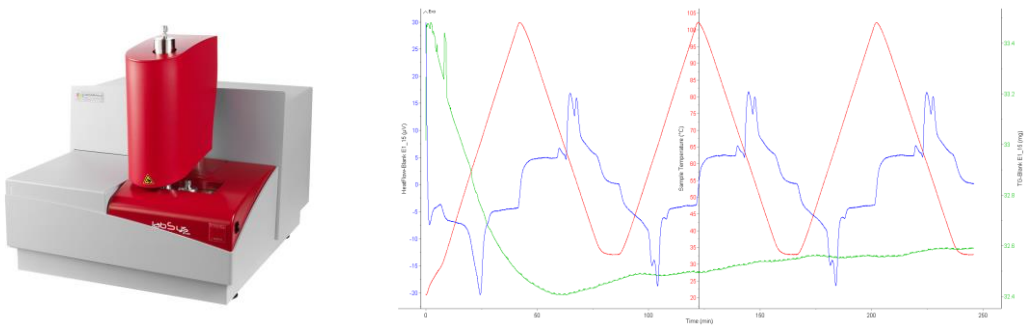


Figura 3-4 Equipo TG [38] y análisis de una muestra

En el TG se analizan todas las muestras que desembocan de las diferentes combinaciones propuestas por el diseño de Box-Behnken, de tal manera que analizando la cantidad de energía que es posible almacenar se obtendrá una superficie de respuesta optimizando la cantidad de PCM a introducir en la resina para maximizar sus propiedades.

El equipo *Labsys Evo 1180* se compone de un horno y una balanza donde se llevan a cabo los diferentes ciclos de calentamiento y enfriamiento y un ordenador con dos softwares instalados. En el primero de ellos es donde se programa el experimento, mientras que en el segundo es donde se analizan los resultados.

Acquisition

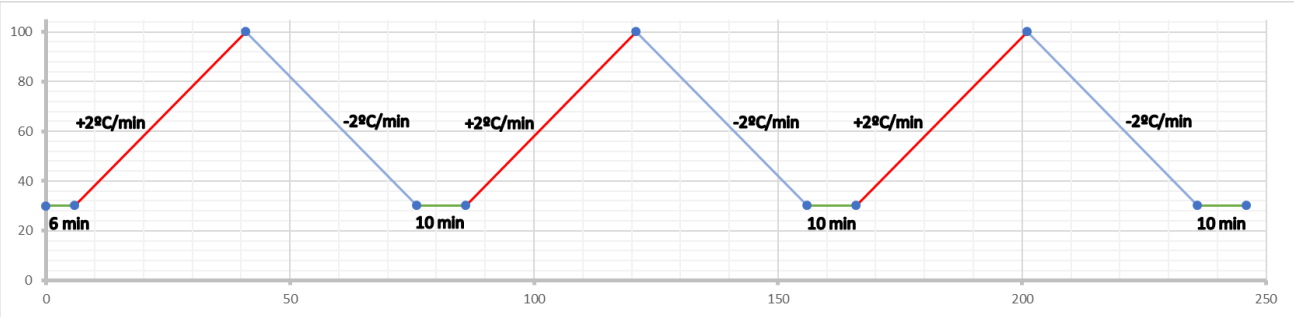
El software *Acquisition* es el que se encarga de llevar el control de todo el experimento. Antes de lanzar el experimento se deben diseñar los ciclos de calentamiento y enfriamiento a los que se quiere someter la muestra, teniendo en cuenta el tiempo, temperaturas, velocidades de calentamiento y enfriamiento, refrigeración y gas de barrido. Una vez diseñado el experimento y con la muestra en el horno, se puede lanzar comenzar el experimento y seguir sus distintas fases en este software.

Processing

El software *Processing* es el que se utiliza para el procesado y análisis de los datos térmicos obtenidos a partir de cualquier instrumento, incluyendo los del software anterior. En este programa se cargan los datos y se pueden analizar desde diferentes perspectivas y teniendo en cuenta los datos que el usuario requiera. Esto permite obtener conclusiones de los diferentes datos obtenidos tales como entalpías, flujos de calor, temperaturas, variaciones de masa, etc.

Metodología para análisis de probetas

El análisis de probeta se realiza estudiando las características termogravimétricas y térmicas de los diferentes compuestos en el equipo. Este equipo se compone de una balanza y un horno que somete a la muestra a un ciclo de cambios de temperatura, analizando el flujo de calor, el peso de la muestra y las temperaturas del horno y de la muestra. Uno de los elementos más importantes de este equipo, y más concretamente, de este trabajo, es el ciclo de cambios de temperaturas a los que se somete la muestra. En nuestro caso, se trata de un ciclo que se repite 3 veces para ver como varían las propiedades a lo largo del tiempo, para ver si tiene reversibilidad y para poder descartar el primero de ellos que suele ser erróneo. El ciclo se compone de 3 tramos, uno de calentamiento subiendo la muestra de 30°C a 100°C, uno de enfriamiento en el que se vuelve a la temperatura de 30°C y finalmente una recta de estabilización de temperaturas a 30°C (Gráfica 3-1).



Gráfica 3-1 Ciclos de calentamiento de las muestras del trabajo

Para someter a todas las probetas del diseño de Box-Behnken, se determina un patrón en el análisis de cada una de ellas que consiste en:

1. Abrir cuidadosamente el horno del TG y sacar el crisol de alúmina con las pinzas.
2. Trasladar el crisol al laboratorio de química junto con las probetas del Box-Behnken.
3. Pesar en la balanza de alta precisión el peso del crisol vacío y tarar la báscula.

4. Cortar con un cúter el canto de la superficie inferior para poder cortar lascas del material sin ser de la superficie.
5. Introducir las lascas cortadas anteriormente en el crisol de alúmina hasta que pese aproximadamente 35mg.
6. Trasladar el crisol con el compuesto al laboratorio de mecánica e introducir en el TG.
7. Cerrar horno y comenzar el experimento.

Una vez ya ha finalizado el análisis de cada una de las probetas, se debe abrir el horno, sacar con las pinzas el crisol con el compuesto analizado y se debe proceder a la limpieza para después poder volver a utilizar el mismo crisol. El procedimiento de limpieza se realiza con las pinzas primero, intentando eliminar todo el material que se pueda que se encuentre dentro del crisol. Una vez se ha sacado la mayor parte del material con las pinzas que se utiliza acetona para ayudar a la eliminación de material restante. A mayores se utiliza una disolución de ácido clorhídrico diluida al 10% para asegurar una completa limpieza del crisol antes de ser utilizado para el estudio de otra probeta. Finalmente se aclara con agua. Antes de utilizar el crisol de nuevo, se le somete a un ciclo rápido de secado en el que se eleva la temperatura hasta los 100°C para asegurar la evaporación del agua restante y se enfría rápidamente. Una vez acabado este proceso se puede utilizar el crisol de nuevo para un nuevo experimento.

3.2.3 Análisis de dureza

Se realiza un ensayo de dureza a las probetas del Box-Behnken con el objetivo de determinar si la adición de materiales afecta a esta propiedad. La dureza se trata de la capacidad de un material a resistir la penetración de una aguja. En este trabajo se ha utilizado un durómetro PCE-DX AS proporcionado por el laboratorio de materiales.

La dureza se mide de 0 a 100 en una escala A o D en función de si es más o menos duro. Cuanto más duro sea un material, más resistencia tendrá a la penetración de la aguja y por tanto medirá más. La escala A se utiliza para materiales más blandos mientras que la escala D es utilizada para los más duros. Aproximadamente 90A equivalen a 40D. Se recomienda utilizar la escala D cuando las medidas tomadas superan los 90A.

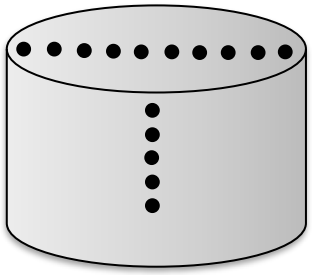


Figura 3-5 Patrón de medidas de dureza shore en probetas

Para realizar el experimento se establece un patrón de medición de manera que todas las probetas son medidas de la misma manera. Cada probeta es medida 15 veces. En la cara de la superficie inferior se realizan 10 medidas a lo largo todo el diámetro y en la cara lateral se realizan 5 medidas para ver si existe estratificación, tal y como se ve en la Figura 3-5.

3.2.4 Ensayo de probetas a compresión.

Para el ensayo de cómo se comportan las diferentes posibilidades del diseño de Box-Behnken, es necesario hacer otras probetas cuyas dimensiones guarden la relación de $\emptyset = \frac{h}{2}$. Se compra una tubería de 20mm de diámetro y 1m de largo y se procede a cortarla en diferentes secciones de manera que tengan de altura 4cm más un margen de altura. Estas probetas se pegan en una base para evitar que no se desprenda material al introducir el compuesto en el molde. Una vez curadas las resinas, se someten a un ensayo de compresión en el laboratorio de materiales. Para el ensayo se utiliza una máquina como la que se puede ver en la Figura 3-6.

Figura 3-6 Equipo de ensayos a compresión del laboratorio de mecánica [25]

Para la realización del ensayo se colocan en la misma mesa de laboratorio el equipo de ensayo, las probetas a ensayar y el ordenador en el que se van a recoger los datos. Se prepara en Excel una hoja de cálculo en la que introduciendo los datos obtenidos del medidor de fuerza aplicada se pueda obtener la gráfica de tensión deformación de cada una de las probetas. La hoja sigue el siguiente esquema de la Figura 3-7.

E2_3	Radio	Li (mm)	Δl (mm)	ε	KN	Mpa
	8	35	1	0,02857143	0,2	0,99471839
	Superficie		2	0,05714286	0,6	2,98415518
	201,06193		3	0,08571429	0,9	4,47623277
			4	0,11428571	1	4,97359197
			5	0,14285714	1,1	5,47095117
			6	0,17142857	1,2	5,96831037
			7	0,2	1,2	5,96831037
			8	0,22857143	1,3	6,46566956
			9	0,25714286	1,3	6,46566956
			10	0,28571429	1,4	6,96302876
			11	0,31428571	1,5	7,46038796
			12	0,34285714	1,5	7,46038796
			13	0,37142857	1,6	7,95774715
			14	0,4	1,6	7,95774715
			15	0,42857143	1,6	7,95774715
			16	0,45714286	1,9	9,44982475
			17	0,48571429	2	9,94718394
			18	0,51428571	2	9,94718394
			19	0,54285714	1,9	9,44982475
			20	0,57142857	1	4,97359197

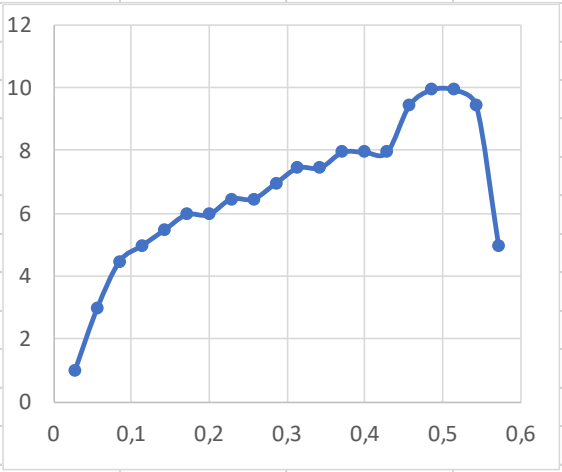


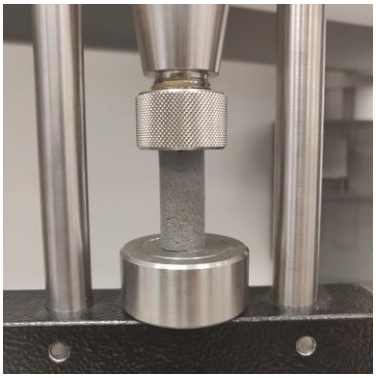
Figura 3-7 Hoja de cálculo de la gráfica tensión-deformación

El equipo se compone se trata de una manivela que actúa sobre un circuito de aceite a presión para ejercer fuerzas verticales tanto de tracción como de compresión. A mitad del circuito se encuentra el medidor de fuerza aplicada, que mide los KN que se están ejerciendo sobre la muestra. También posee un reloj comparador para medir la distancia vertical que se mueve la estructura móvil del equipo.

El equipo se puede utilizar para ensayos de tracción como de compresión. En este trabajo se ha realizado el ensayo a compresión debido a que para realizar el ensayo a tracción se necesitan tener

probetas con rosca y no se considera que el compuesto se fuera a ajustar al molde cuando fuera introducido en el mismo.

El proceso que se ha seguido a lo largo de todas las mediciones es el descrito en la Tabla 3-5.



1. Se desmoldean todas las probetas de sus moldes de manera cuidadosa para que no se produzcan defectos en la misma.

2. Se cortan todas las probetas de manera que se quedan las probetas con un diámetro de 16mm y una altura de 35mm.

3. Se prepara la hoja de Excel para analizar los datos obtenidos de cada probeta de ensayo.

4. Se pone la aguja medidora de fuerza aplicada en 0KN.

5. Se coloca la probeta que se quiere analizar en el lugar destinado para ello y se desciende la parte superior del compresor hasta que queden en contacto la superficie superior de la probeta con el compresor.

6. Se ajusta el reloj comparador de manera que quede en 0mm para poder medir de forma sencilla la distancia comprimida.

7. Se miden los KN de fuerza aplicada cada mm de distancia comprimida y se introducen en la hoja de cálculo.

8. Al finalizar las medidas se saca la probeta ensayada y se limpian las superficies de contacto para evitar irregularidades en el siguiente ensayo.

9. La hoja de cálculo de Excel devuelve la curva de tensión deformación que se quiere determinar.

Tabla 3-5 Proceso de adquisición de datos del ensayo de compresión

4 RESULTADOS

4.1 Análisis termográfico

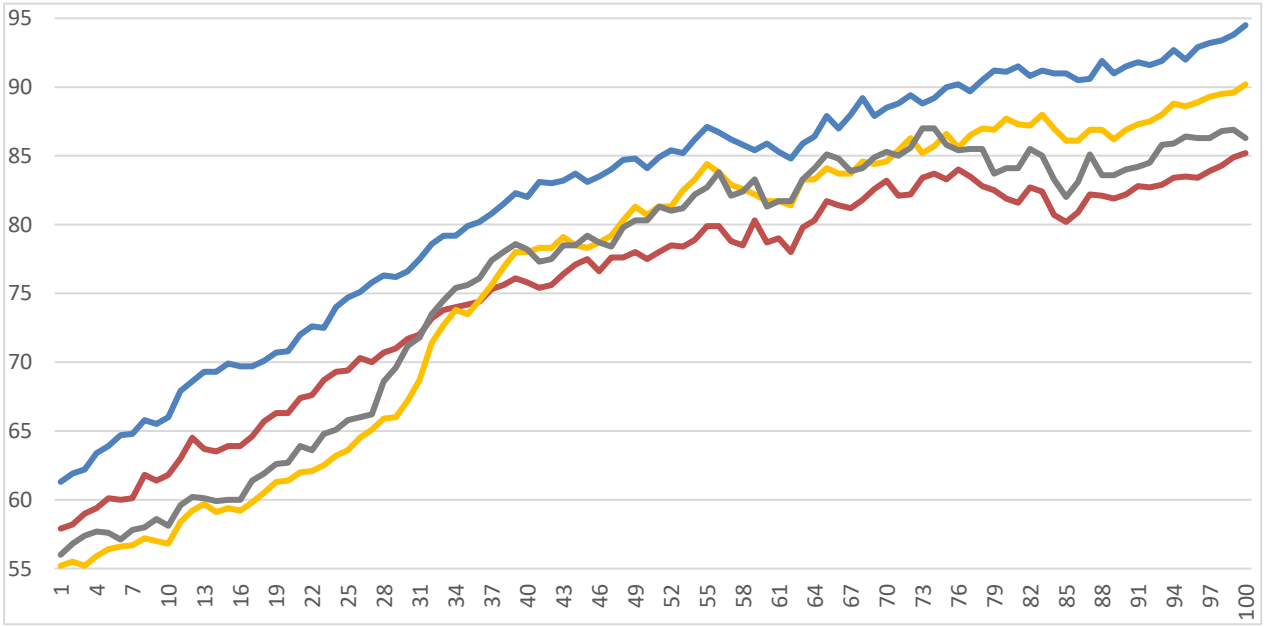
El objetivo del análisis termográfico de las probetas de resina epoxi es observar que componentes de los que vamos a añadir afectan a la conductividad térmica.

Por ello, se realiza un experimento en el que se toman fotos cada 30 segundos con la cámara Flir y se analizan posteriormente en el equipo. La temperatura de partida es la temperatura a la que se encuentra el laboratorio de química del Isaac Peral (21°C aproximadamente), y se pretende llegar a una temperatura de entre 85°C y 90°C.

Una vez tomados y analizados los datos, se procesan en Excel con el objetivo de dibujar una gráfica que muestre la rampa de calentamiento de las cuatro probetas.

La Gráfica 4-1se corresponde con las rampas de calentamiento de 4 probetas diferentes, siendo:

1. Azul: base epoxi con endurecedor.
2. Granate: base epoxi con endurecedor y espesante.
3. Gris: base epoxi con endurecedor, espesante, PCM y aluminio en polvo.
4. Amarillo: base epoxi con endurecedor, espesante y PCM.



Gráfica 4-1 Rampa de calentamiento de probetas de compuestos epoxi

En la Gráfica 4-1 no se puede apreciar el cambio de fase de la cera de candelilla, pero es lógico que no se note la estabilización de la temperatura ya que apenas hay material de cambio de fase en la probeta y parece que prácticamente aumenta se manera lineal. A pesar de no notarse en las temperaturas el cambio de fase, durante el experimento se pudo visualizar el cambio de fase en las superficies superiores que asomaban en la arena, tal y como se ve en la Figura 4-1.

De la Gráfica 4-1, se pueden inferir varias conclusiones. La probeta que no lleva ningún aditivo (azul), es la que más rápido se calienta. Por ello, tal y como se puede observar, cualquier aditivo que no sea buen conductor y se añada a una matriz de base epoxica y endurecedor, empeorará su conductividad térmica. Por otro lado, se puede deducir que a pesar de que el espesante empeore su conductividad, no es tan notable como cuando se le añade material de cambio de fase. En las probetas que poseen este material, se visualiza una ralentización de la conductividad térmica considerable. Aun así, también se puede inferir que las partículas metálicas de aluminio contrarrestan en medida esa disminución de la conductividad, ya que llega antes a la temperatura de cambio de fase la probeta que posee polvo de aluminio frente a la que no lleva.

Por lo tanto, se puede deducir que los aditivos afectan negativamente a la conductividad térmica de las resinas, pero que, sin embargo, este efecto se puede reducir añadiendo partículas metálicas.

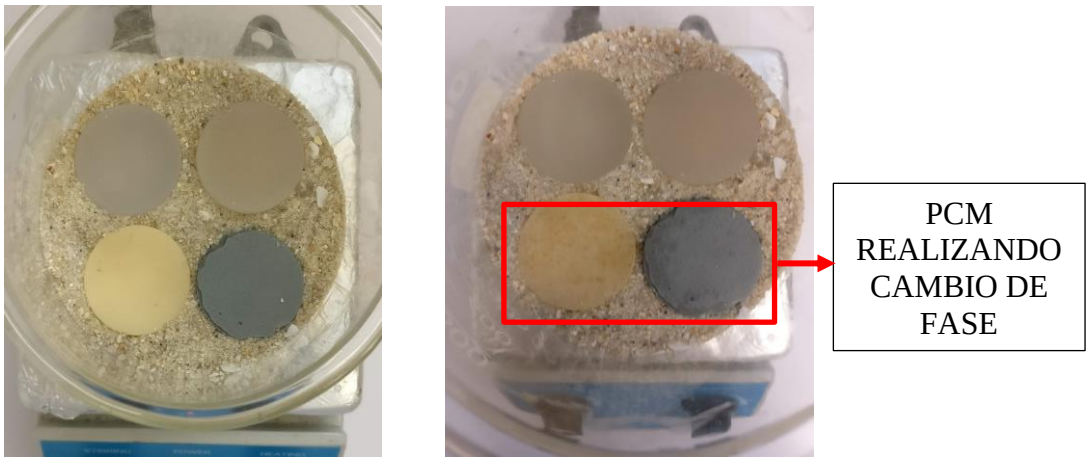


Figura 4-1 Estudio termográfico de resinas epoxi

4.2 Análisis de dureza

El análisis de dureza se ha realizado tal y como se expone en el apartado 3.2.3, obteniendo los siguientes resultados, que se muestran en la Tabla 4-1 para cada una de las probetas que salen del diseño Box-Behnken.

Una vez obtenidas las 10 medidas de la dureza con el durómetro Shore D, se procede a calcular la media aritmética de cada una de las probetas para determinar la dureza media de las medidas obtenidas en cada una de las probetas. Los resultados se presentan en la Tabla 4-2.

También se realizan una serie de punzadas en la superficie lateral de las probetas para valorar si se ha obtenido una mezcla homogénea de los componentes o si por diferencia de densidades se han producido diferentes capas a lo largo de la altura de la matriz. A pesar de que en la mayoría de las probetas se aprecia que se ha realizado una mezcla homogénea y que durante el curado de la probeta no ha cambiado su composición, se aprecia que en dos de ellas que existe una cierta tendencia a disminuir su dureza.

Cabe destacar que a pesar de que las dos probetas presentan una dureza decreciente con la altura, no es muy pronunciada. Esto significa que durante el tiempo de curado no tienen el tiempo suficiente como para que se deposite todo el PCM en el fondo de la probeta. Si se lograra curar a una temperatura mayor, el tiempo de curado disminuiría y la composición sería más homogénea.

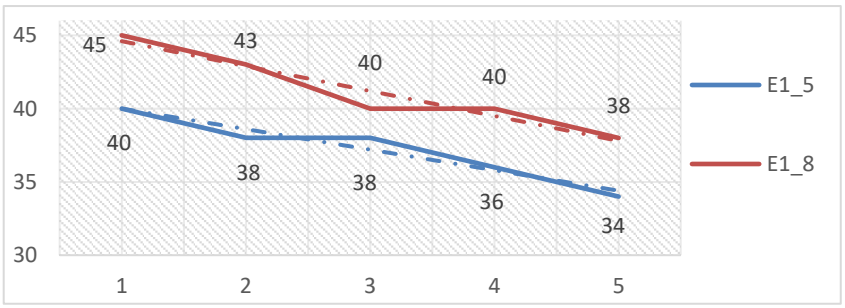
E1_1	E1_2	E1_3	E1_4	E1_5	E1_6	E1_7	E1_8	E1_9	E1_10	E1_11	E1_12	E1_13	E1_14	E1_15
46	38	42	44	38	46	39	44	41	42	36	37	34	38	46
44	36	40	42	40	44	37	43	42	41	36	38	36	39	44
46	41	40	41	38	43	38	44	40	42	37	38	34	38	44
45	39	41	42	40	46	39	43	43	41	35	38	35	38	45
43	42	42	41	38	48	39	42	44	41	35	37	35	39	46
42	36	41	44	41	48	40	42	45	42	35	36	36	40	46
42	41	41	41	38	46	36	44	43	41	36	35	37	38	45
41	39	41	40	40	48	39	42	44	40	38	35	34	40	45
41	39	42	40	40	44	36	45	43	41	37	36	37	38	47
42	38	40	41	38	47	34	43	40	40	38	34	34	38	45

Tabla 4-1 Datos obtenidos del ensayo de dureza Shore D

E1_1	E1_2	E1_3	E1_4	E1_5	E1_6	E1_7	E1_8	E1_9	E1_10	E1_11	E1_12	E1_13	E1_14	E1_15
43.2	38.9	41	41.6	39.1	46	37.7	43.2	42.5	41.1	36.3	36.4	35.2	38.6	45.3

Tabla 4-2 Medias aritméticas de las durezas de las probetas.

Las probetas E1_5 y E1_8, ver Gráfica 4-2, presentan esta particularidad posiblemente debido a la menor presencia de espesante en el compuesto. De hecho, las dos probetas se corresponden a dos de las cuatro probetas que poseen el valor del espesante en el Box-Behnken en -1, es por ello por lo que resulta entendible que no se haya homogeneizado del todo la mezcla.



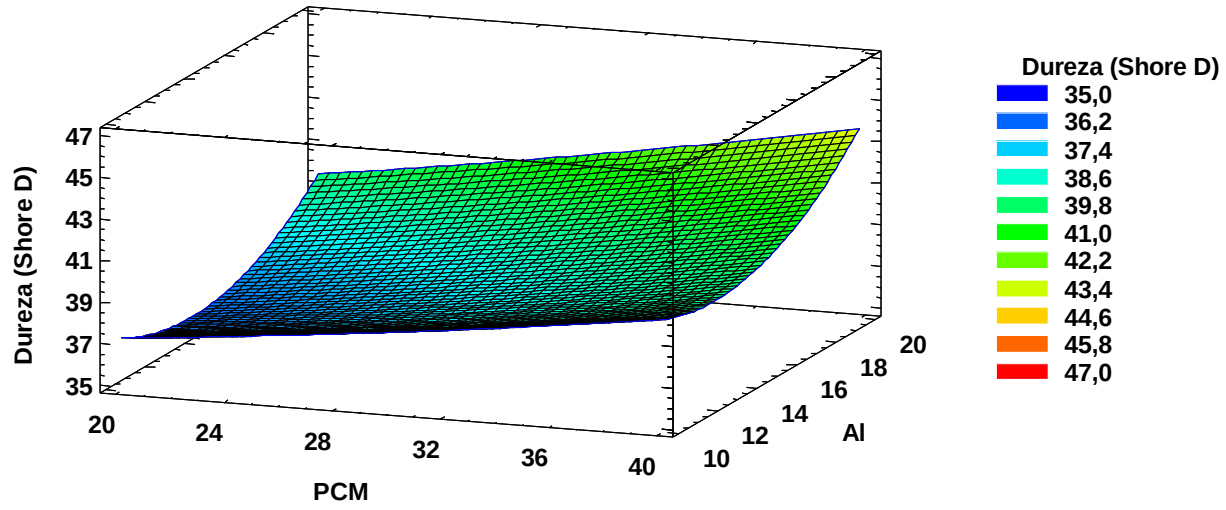
Gráfica 4-2 Medidas de la superficie lateral de las probetas E1_5 y E1_8

En el resto de las probetas no se aprecian cambios significativos a lo largo de las medidas realizadas. Las curvas de tendencia de las gráficas son prácticamente paralelas, por lo que cabe entender que la mezcla del compuesto se ha realizado de manera correcta y no se han producido heterogeneidades durante la fase de curado.

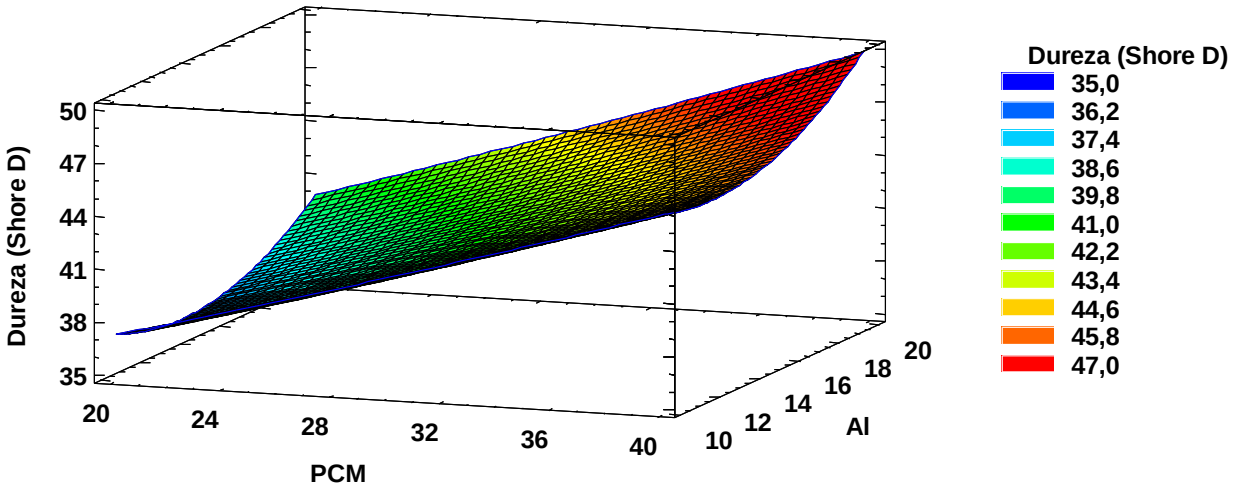
Con los datos finales obtenidos en el ensayo de dureza, se puede calcular una superficie de respuesta en la que se pueden visualizar los resultados de cómo afectan cada uno de los factores a la dureza de una muestra de manera gráfica. Esto se realiza con el software STATGRAPHICS, el mismo en el que se diseñó la matriz de Box-Behnken. Al introducir las medias aritméticas de cada una de las probetas y resolver la respuesta, el programa muestra una gráfica en la que se visualiza la superficie de respuesta.

De esta manera, se puede ver de forma intuitiva como afectan los factores a la dureza en una probeta. La Gráfica 4-3 y la Gráfica 4-4 se han obtenido a partir de los datos de los ensayos realizados. De ellas

se puede inferir que la dureza Shore D de la probeta será más dura tanto más como sea el porcentaje en peso tanto de aluminio como de material de cambio de fase. En el programa también se pueden cambiar los factores de la gráfica anterior para ver cómo se afectan entre ellos en la respuesta, observando que cuanto mayor es el porcentaje de espesante, la composición final es más homogénea y por tanto aumenta la dureza del compuesto.



Gráfica 4-3 Superficie de respuesta de la dureza con espesante al 2%



Gráfica 4-4 Superficie de respuesta de la dureza con espesante al 3%

4.3 Análisis termogravimétrico

El objeto del análisis termogravimétrico es determinar la capacidad del compuesto de absorber energía calorífica para luego cederla al entorno y ver cómo afectan entre sí los diferentes componentes del compuesto mediante la superficie de respuesta.

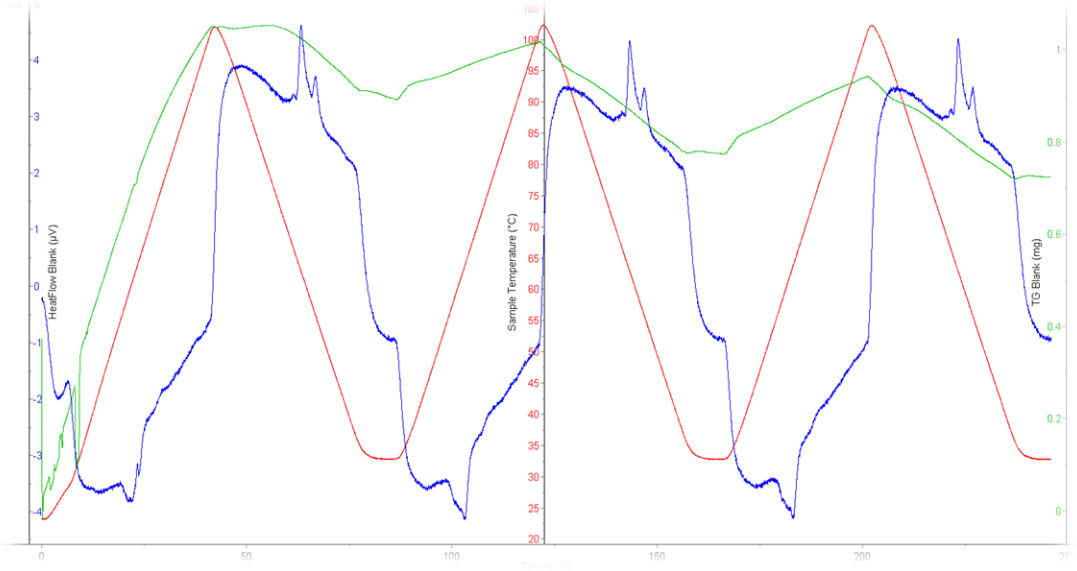
Para el análisis termogravimétrico es necesario someter al crisol vacío al mismo ciclo de calentamientos a los que se van a someter los diferentes materiales de las probetas, con el objetivo de crear un blanco que poder restar posterior al análisis y poder ver de esta manera el análisis del compuesto de manera precisa. Un blanco se trata del establecimiento de una referencia, es decir, determinar un cero a partir del cual obtener los valores deseados. Cuando se somete una muestra a un análisis, los resultados deseados son sólo los de la muestra a analizar, por ello, se hace un blanco previo del crisol para poder restar posteriormente los resultados que se corresponden con el crisol. La Gráfica 4-5 se corresponde con el ensayo de blanco realizado. Esta gráfica sirve de ejemplo, a su vez, para explicar las distintas

curvas que se obtienen de los ensayos de TG de las diferentes muestras, sacadas del software de análisis TG "*Processing*".

En la Gráfica 4-5 se representan simultáneamente 3 gráficas. Para interpretarlas es necesario saber que cada una de ellas se corresponde de la siguiente manera:

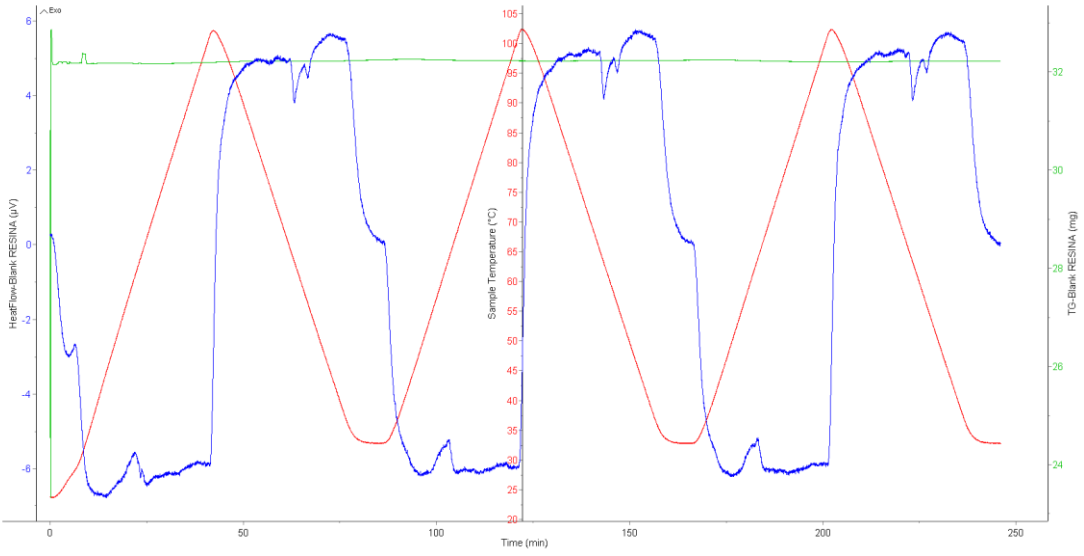
- Línea roja: temperatura de la muestra a lo largo de todo el proceso, que se ajusta de manera precisa a la temperatura que se establece en el ciclo.
- Línea verde: variaciones de peso de la muestra que se producen a lo largo del proceso.
- Línea azul: flujo de calor en la muestra, destacando que si se encuentra en un valor positivo significará que se trata de un proceso exotérmico y si su valor es negativo, el proceso será endotérmico.

- Blanco (ensayo con el crisol vacío):



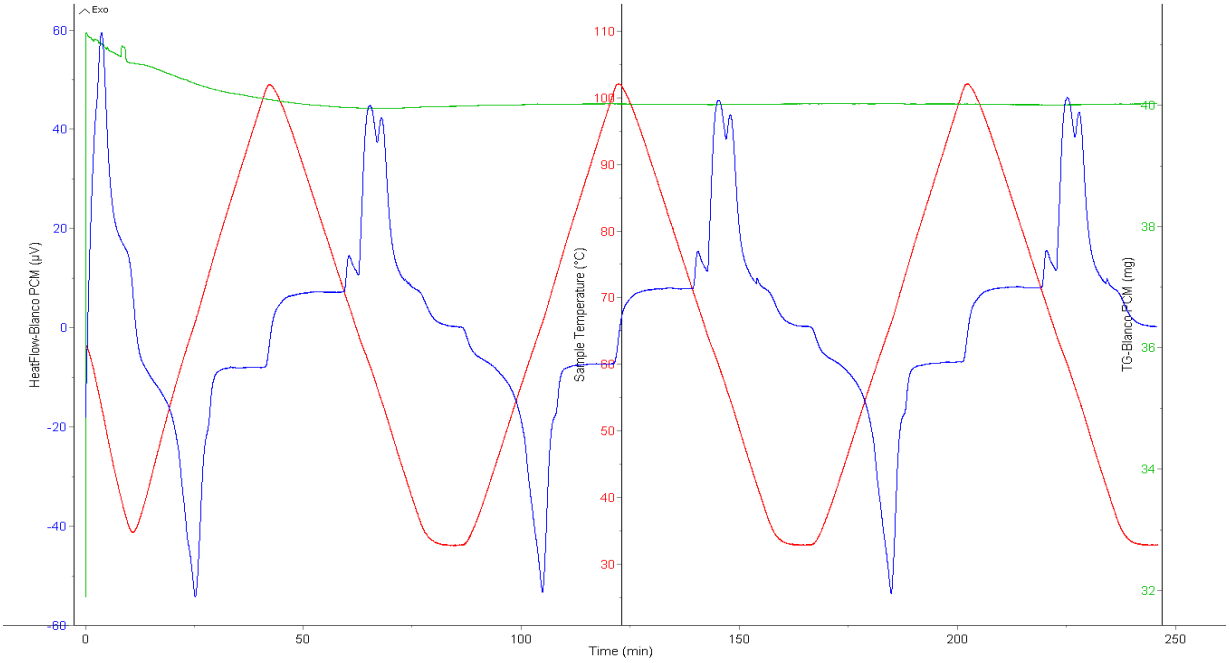
Gráfica 4-5 Blanco de los análisis TG

- Resina epoxi:



Gráfica 4-6 Análisis TG muestra de resina epoxi

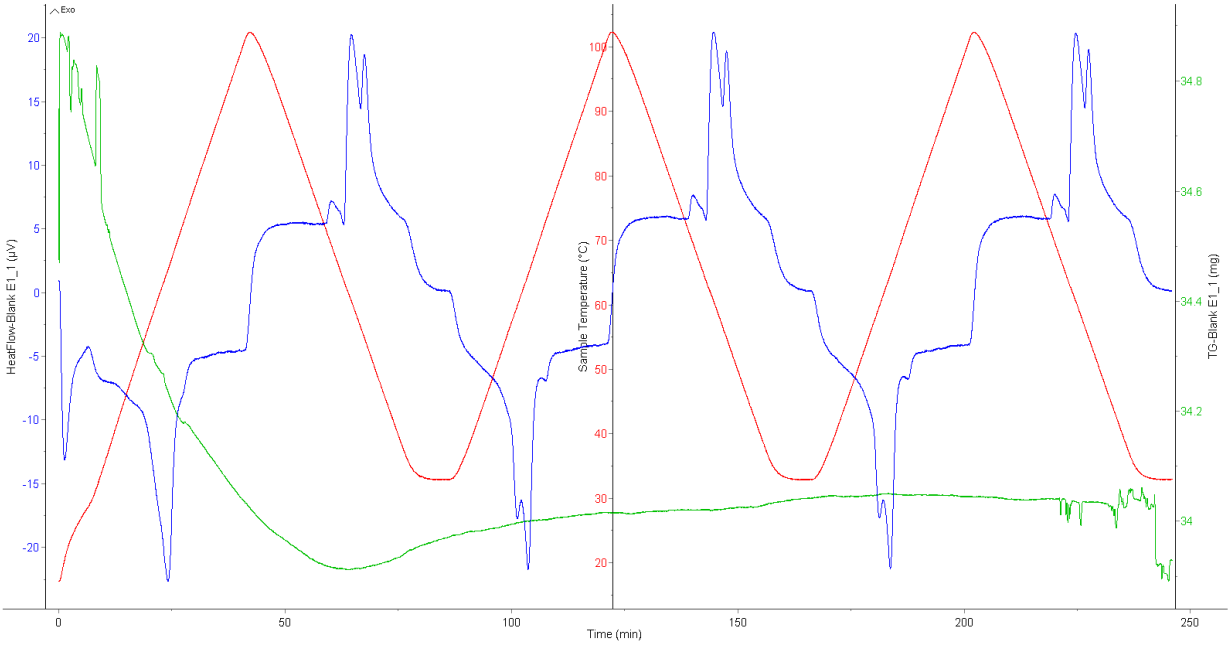
- Material de cambio de fase:



Gráfica 4-7 Análisis TG material de cambio de fase

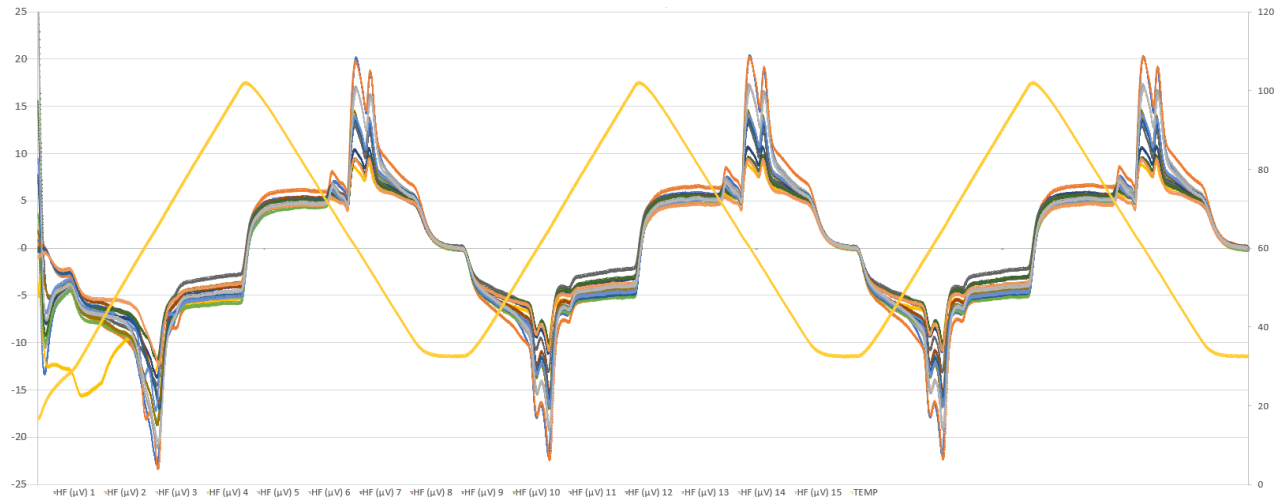
La Gráfica 4-5, la Gráfica 4-6 y la Gráfica 4-7 muestran los análisis TG tanto del blanco de crisol como de una muestra de resina epoxi y otra de PCM para poder posteriormente analizar con más detalle las probetas del Box-Behnken.

A lo largo de este apartado se van a estudiar los resultados obtenidos de los análisis termogravimétricos realizados de las diferentes muestras, analizando la capacidad de absorción de energía, capacidad de ceder energía y la reversibilidad del proceso. Cabe destacar que, aunque el proceso completo se compone de tres ciclos de calentamiento de 30°C a 100°C, el primero se descarta por ser un ciclo de estabilización y sólo se tienen en cuenta los dos últimos. Como ejemplo, en la Gráfica 4-8 se observa el análisis termogravimétrico de la muestro E1_1.



Gráfica 4-8 Análisis TG de la probeta E1_1

A continuación, se procede a explicar de manera resumida los datos obtenidos a lo largo de los 15 análisis termogravimétricos que se han realizado a las probetas. Para ello se utiliza una gráfica (Gráfica 4-9) en la que se superponen los 15 experimentos que muestra el valor del flujo de calor frente al tiempo. Las gráficas de cada uno de los experimentos se encuentran en el Anexo IV: Gráficas análisis TG.



Gráfica 4-9 Gráficas de flujo de calor de todas las muestras analizadas

Lo primero que cabe destacar de la Gráfica 4-9 es que, en todas las muestras, las curvas de flujo de calor cortan el eje. Los procesos endotérmicos tienen lugar en la zona negativa y los exotérmicos en la positiva. Se puede observar entonces que tanto la fusión como la solidificación tienen lugar en los tres ciclos.

Todas las probetas presentan la misma forma de curva a lo largo del tiempo, ya que cada matriz se compone de los mismos componentes, pero con diferentes porcentajes. El dato que más varía es la cantidad de calor almacenado y cedido por el compuesto en función del valor que tiene el PCM en el diseño de Box-Behnken, correspondiéndose los picos más acentuados con aquellos compuestos cuyo valor del material de cambio de fase en la matriz es +1, y las curvas más amortiguadas aquellas en las que el valor es 0 y -1.

En los procesos endotérmicos del PCM en los compuestos se puede visualizar dos picos que son causa del calentamiento de la resina en la muestra, mientras que los picos generados en el proceso exotérmico se corresponden al enfriamiento tanto del PCM como de la resina, contribuyendo los dos componentes a esa forma característica de la curva de flujo de calor en los compuestos. También antes de que comience la solidificación se produce un pico característico de las parafinas, notable en todas las gráficas de los experimentos.

Otra característica de la cera que se ha utilizado es su reversibilidad. De las gráficas de flujo de calor frente a temperatura anexadas a la memoria se puede inferir que los flujos de calor en tanto en los procesos endotérmicos como en los exotérmicos son muy similares a lo largo del tiempo. Con este hecho se puede estimar que los ciclos son reversibles y las propiedades térmicas no empeoran de manera considerable tras los ciclos.

Para estudiar las propiedades de cada una de las probetas se sacan los siguientes datos de cada una de las gráficas:

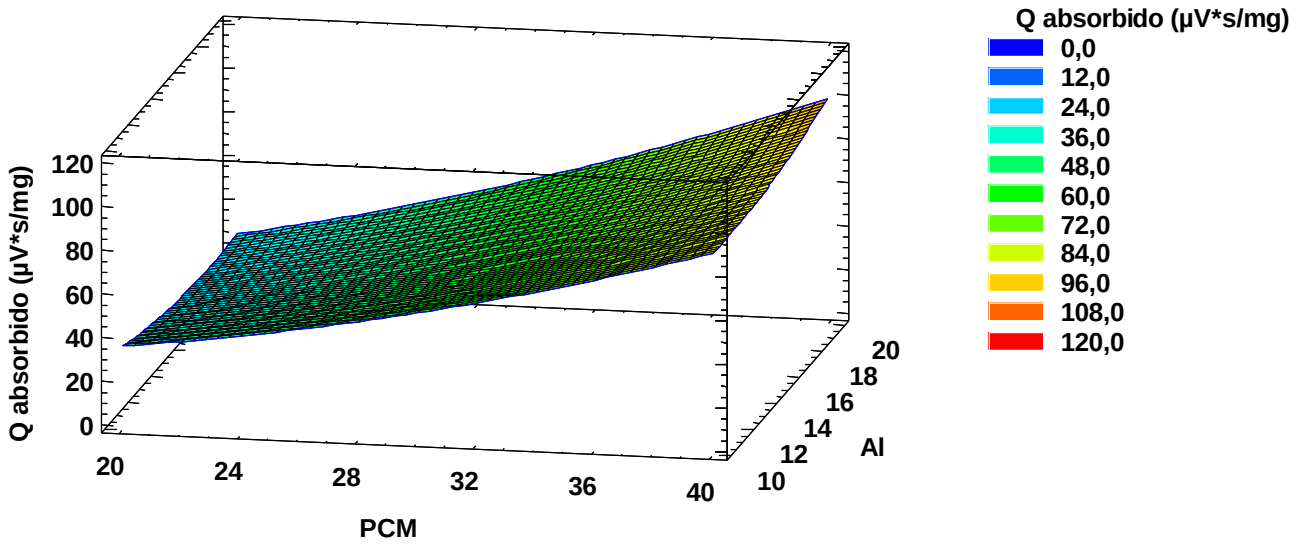
- Rango de fusión.
- Q absorbido.
- Q cedido.
- Pico máximo de fusión.
- Pico máximo de solidificación.

Una vez sacados todos los datos con el software "*Processing*" tal y como se indica en el Anexo III: Análisis resultados TG, se introducen en el programa "*Statgraphics*" (ver Tabla 4-3) para poder determinar la superficie de respuesta en función de los tres factores y el diagrama de Pareto para ver que factor es el más decisivo en cuanto a almacenamiento térmico.

		E1_1	E1_2	E1_3	E1_4	E1_5
Rango de fusión	inicial	56,5°C	56,5°C	56,5°C	57°C	57°C
	final	67,5°C	67,5°C	67,5°C	69°C	68°C
Q abs 1 (µV*s/mg)		104,743	100,211	86,727	22,855	50,809
Q abs 2 (µV*s/mg)		101,276	96,239	84,019	22,497	48,725
Q ced 1 (µV*s/mg)		-105,601	-118	-98,276	-26,959	-56,447
Q ced 2 (µV*s/mg)		-115,829	-98,311	-100,961	-29,364	-51,226
Pico máximo	fusión	64,5°C	65°C	65°C	64°C	65°C
	solidificación	64,5°C	60°C	60°C	61°C	61°C
Q abs medio (µV*s/mg)		103,010	98,225	85,373	22,676	49,767
Q ced medio (µV*s/mg)		-110,715	-108,156	-99,619	-28,162	-53,837
		E1_6	E1_7	E1_8	E1_9	E1_10
Rango de fusión	inicial	56°C	57°C	61°C	57°C	56,5°C
	final	67,5°C	67°C	67°C	67°C	67,5°C
Q abs 1 (µV*s/mg)		45,996	34,929	51,407	42,574	67,812
Q abs 2 (µV*s/mg)		58,466	28,184	48,65	45,522	59,104
Q ced 1 (µV*s/mg)		-56,117	-38,275	-54,49	-46,902	-59,719
Q ced 2 (µV*s/mg)		-55,293	-40,617	-50,955	-45,184	-71,378
Pico máximo	fusión	65°C	65°C	65°C	65°C	64°C
	solidificación	61°C	61°C	61°C	61°C	61°C
Q abs medio (µV*s/mg)		52,231	31,557	50,029	44,048	63,458
Q ced medio (µV*s/mg)		-55,705	-39,446	-52,723	-46,043	-65,549
		E1_11	E1_12	E1_13	E1_14	E1_15
Ventana de fusión	inicial	61°C	57°C	61°C	61°C	57°C
	final	67°C	67°C	67°C	67°C	67,5°C
Q abs 1 (µV*s/mg)		55,359	25,035	58,218	30,105	80,774
Q abs 2 (µV*s/mg)		53,351	24,446	60,169	29,22	75,536
Q ced 1 (µV*s/mg)		-60,618	-34,823	-69,077	-39,041	-91,155
Q ced 2 (µV*s/mg)		-60,836	-34,674	-72,372	-40,63	-85,315
Pico máximo	fusión	65°C	65°C	65°C	65°C	65°C
	solidificación	60°C	61°C	60°C	61°C	60°C
Q abs medio (µV*s/mg)		54,355	24,741	59,194	29,663	78,155
Q ced medio (µV*s/mg)		-60,727	-34,749	-70,725	-39,836	-88,235

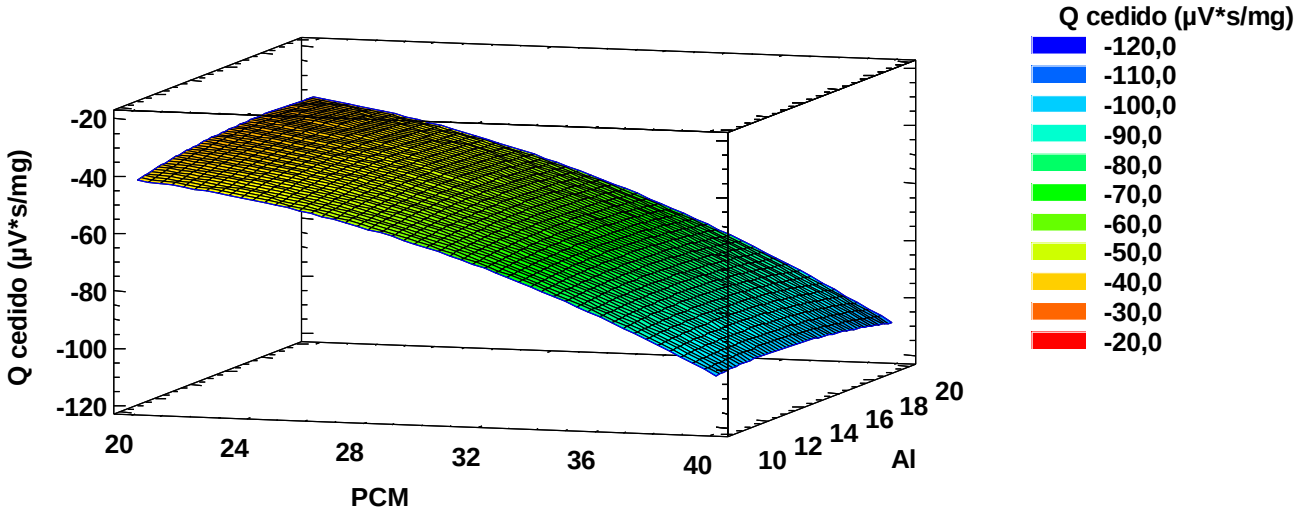
Tabla 4-3 Datos obtenidos con el software "*Processing*"

Para la superficie de respuesta del Box-Behnken, sólo se ha tenido en cuenta la media de los calores absorbidos y cedidos por las muestras analizadas. Para el resto de los datos cabe destacar que el punto de fusión de todas las muestras se ajusta a la que el proveedor menciona en la ficha técnica de la cera de candelilla. Dicho punto de fusión es en todos prácticamente el mismo, por lo que se demuestra que el punto de fusión del compuesto no cambia en función de los componentes y se produce dentro del rango de fusión.



Gráfica 4-10 Superficie de respuesta de calor absorbido con 2% de espesante

Como era de esperar, en términos de calor absorbido (Gráfica 4-10), a mayor cantidad de material de cambio de fase en la probeta, mayor capacidad de calor absorbido. En cuanto al aluminio, comienza a tener efecto cuando el porcentaje de PCM aumenta, ya que, al añadir el material de cambio de fase, el compuesto empeora de manera considerable su conductividad térmica y por ello al añadir el aluminio se mejora el almacenamiento ya que se conduce mejor el calor por la probeta. El espesante presenta un efecto negativo en la absorción de calor, ya que el programa ofrece la solución óptima de porcentajes para la maximización de la absorción dándole al espesante el valor -1 del Box-Behnken.



Gráfica 4-11 Superficie de respuesta de calor cedido con 2% de espesante

En cuanto a la cesión de calor cuando se está enfriando la probeta, se puede ver en la Gráfica 4-11 que a mayor cantidad de PCM más calor se cede al entorno, ya que en el cambio de fase de sólido a líquido ha sido capaz de almacenar más energía. En la superficie de respuesta no se aprecian más efectos que los nombrados anteriormente para la superficie de respuesta de absorción de calor. El espesante también tiene efectos negativos en la cesión de calor al entorno, maximizando los valores cuando se encuentra también en -1.

4.4 Análisis a compresión

El objetivo de este análisis es determinar cómo afectan los factores a la tensión de fluencia de unas probetas de los diferentes compuestos que salen del Box-Behnken. Para ello se preparan nuevos moldes de manera que se cumpla la normativa ASTM D695. El análisis se ha realizado en el laboratorio de materiales del edificio Isaac Peral con el equipo de compresión manual WP 300.

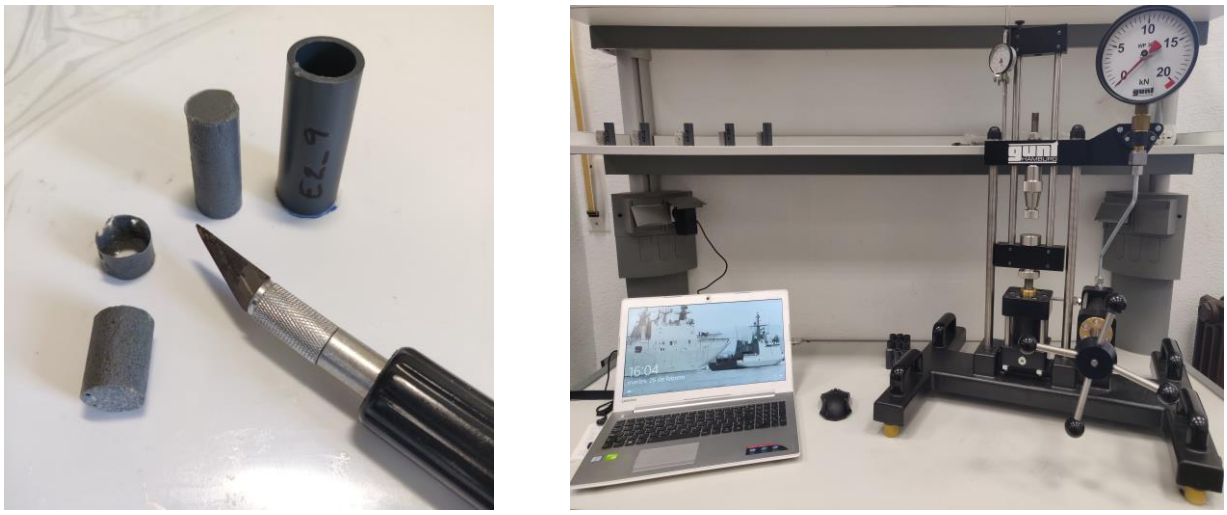


Figura 4-2 Corte de probetas y puesto del ensayo a compresión

En un primer intento de realizar las probetas, se aplicó poca vaselina en el interior del molde para actuar como desmoldeante, y el compuesto se adhirió al PVC de manera que resultaba imposible desmoldear la probeta. Se intentó mecanizar la probeta en un torno, pero resultó imposible ya que se rompía el cilindro de compuesto. Para resolver ese problema, se volvieron a hacer nuevas probetas, y a los nuevos moldes se les colocó un film plástico de manera que actuara de separador entre el PVC y el compuesto, y en la zona de contacto del compuesto y el plástico se aplicó vaselina para que se pudiera, una vez curado, desmoldear el compuesto fácilmente. Finalmente se consiguieron desmoldear las 15 probetas de manera sencilla siguiendo el proceso descrito. En la Figura 4-2 se puede visualizar el corte de las probetas y el puesto donde se realizó el análisis.

Para la comparación de las probetas en cuanto a resistencia a compresión se refiere, se determinan los siguientes datos inferidos de las gráficas del Anexo V: Gráficas tensión-deformación:

- Tensión de fluencia σ_f.
- Recta de regresión de la zona elástica.
- Valor R^2.
- Módulo de Young E.

El procedimiento para todas las gráficas es el siguiente:

1. Se determina gráficamente el valor de la tensión de fluencia.
2. Luego se determina la recta de regresión de la zona elástica del compuesto.
3. Por último, se calcula el módulo de Young atendiendo a la siguiente fórmula:

$$\sigma_f = \varepsilon * E \qquad [4]$$

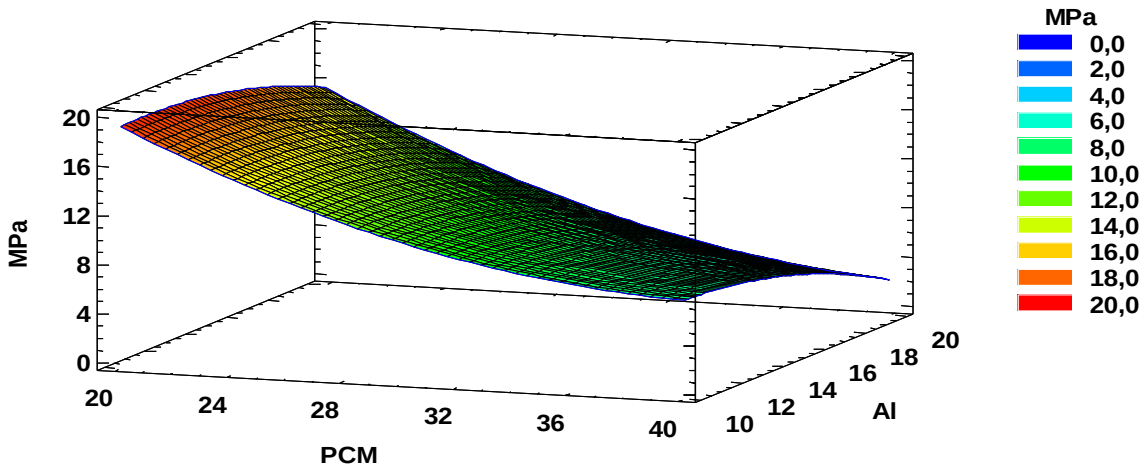
En la Tabla 4-4 se comparan los resultados de todas las muestras:

Probeta	σ_f (MPa)	Recta de regresión	R^2	E (MPa)
E2_1	4.97	σ=139,26x-2,9842	1	87,04
E2_2	4.47	σ=60,927x-0,8289	0,9932	52,22
E2_3	4.47	σ=60,927x-0,6631	0,9932	52,22
E2_4	19.89	σ=35,395x+1,0645	0,9719	36,65
E2_5	12	σ=19,253x-0,9515	0,8548	19,15
E2_6	5.96	σ=60,927x+0,8289	0,9932	69,63
E2_7	7.95	σ=17,283x-0,1374	0,969	18,57
E2_8	5.47	σ=18,8x+0,6797	0,991	21,28
E2_9	4.22	σ= 8,9429x+0,813	0,9183	11,38
E2_10	5.47	σ=14,251x+0,44	0,9562	14,73
E2_11	6.71	σ=14,787x+0,6859	0,9749	16,79
E2_12	11.93	σ=18,877x-0,6395	0,9658	19,89
E2_13	5.71	σ=13,725x+0,7173	0,9777	15,40
E2_14	9.94	σ=17,273x+0,0504	0,9821	19,34
E2_15	6.96	σ=87,038x-0,6631	0,9868	81,24

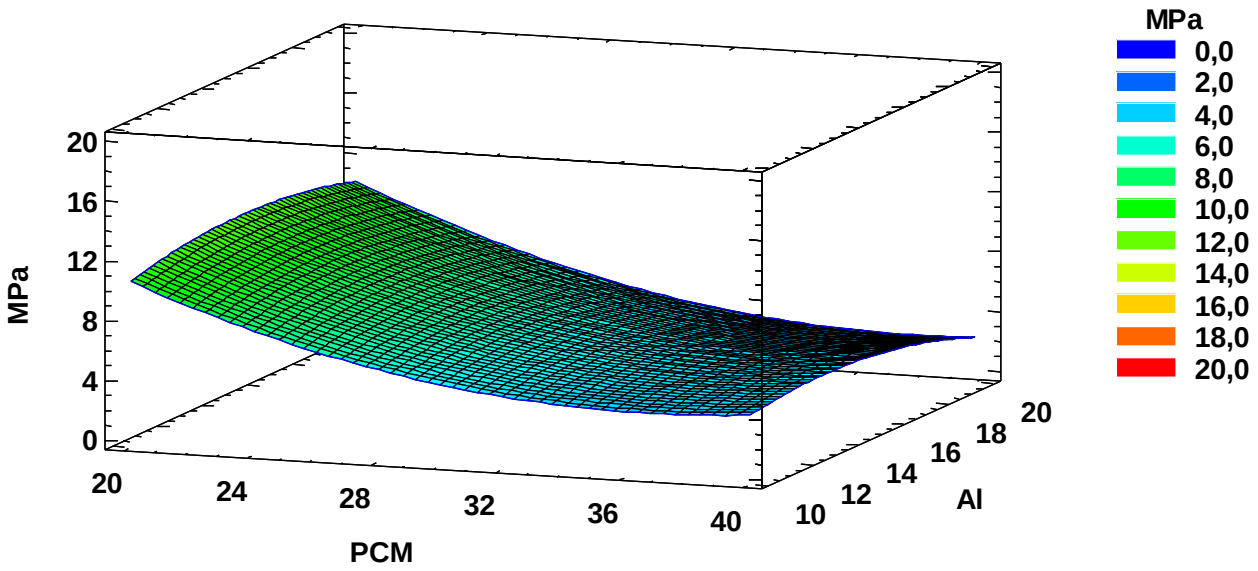
Tabla 4-4 Tabla de datos obtenidos en las curvas tensión-deformación

En la ficha técnica proporcionada por el proveedor de la resina (Castro Composites) se puede ver que el módulo de Young de la base epoxi con el endurecedor se encuentra en torno a los 160MPa. de los datos obtenidos de los experimentos realizados, se puede observar que al añadir diferentes compuestos a la matriz de resina epoxi, el módulo de Young se ve afectado de manera notable.

Con los datos de la Tabla 4-4 de la tensión de fluencia, se obtiene la superficie de respuesta para resistencia a compresión con 1% y 2% de espesante respectivamente (Gráfica 4-10), ya que el objetivo del compuesto es que, aunque sea deformado en algún momento, el material tenga la capacidad de volver a su estado inicial.



Gráfica 4-12 Superficies de respuesta para resistencia a compresión con 1% de espesante



Gráfica 4-13 Superficies de respuesta para resistencia a compresión con 2% de espesante

Se puede visualizar en la Gráfica 4-12 y en la Gráfica 4-13 que los máximos en tensión de fluencia se alcanzan cuando el valor de PCM es el más pequeño. También se observa que los polvos de aluminio incrementan la resistencia hasta que en un punto preciso comienzan a ser contraproducentes, dependiendo del valor del espesante.

.

5 CONCLUSIONES Y LÍNEAS FUTURAS

En este apartado de la memoria se tratan de exponer las conclusiones sacadas de todos los análisis que se han realizado durante el desarrollo del trabajo, que han tenido como objetivo demostrar si es viable el encapsulamiento de un material de cambio de fase en una resina epoxi, posibles aplicaciones de estos compuestos y futuras líneas de investigación que surgen tras el desarrollo de este proyecto.

5.1 Conclusiones de los análisis térmicos y mecánicos

Tal y como se ha mencionado al inicio del presente documento, la pregunta que se debía responder a la finalización de este trabajo es si es viable o no la encapsulación de un PCM en una matriz de resina epoxi flexible. Habiendo realizado análisis termográficos, de dureza, termogravimétricos y de resistencia a compresión, la respuesta a esta pregunta es afirmativa. La resina epoxi se trata de un material óptimo para albergar materiales de cambio de fase en su seno, con las siguientes puntualizaciones:

- La conductividad térmica de las resinas epoxi estudiadas disminuye cuando se le introducen aditivos.

En el estudio termográfico se puede comprobar como las probetas que poseen algún material adicional se observa un retardo para alcanzar la temperatura a la que se quiere llegar.

- La densidad de los aditivos puede afectar a la homogeneidad del compuesto generado.

Así, materiales con una alta densidad muy probablemente acaben decantando y aquellos con baja densidad, floculando. Se comprobó de manera experimental, a través de ensayos de dureza, que el espesante amortiguaba este problema. Esto se debe a que el espesante crea redes tridimensionales dentro de la matriz, fijando la posición de los aditivos, durante el tiempo de curado de la resina.

- La dureza del compuesto depende tanto de la resina, como del material de cambio de fase que se utilice.

En este trabajo se ha estudiado una resina flexible, que no se caracteriza por tener una alta dureza Shore D. Por ello, se observó que, cuanto mayor es el porcentaje en masa del PCM, la dureza de la probeta aumenta. Con la carga metálica ocurre algo parecido. Así, en la superficie de respuesta de la dureza Shore D, se observó cómo al incrementar la cantidad de aluminio aumenta la dureza, para valores +1 en PCM. Por tanto, se deduce que el aluminio no solo ayuda a contrarrestar la disminución de propiedades térmicas en la resina, sino que también mejora su dureza.

- Del estudio termogravimétrico de las probetas a partir del diseño Box-Behnken, se puede inferir que el factor más determinante para la variable cantidad de calor almacenado es el PCM.

Además, del análisis gravimétrico también se pudo comprobar el comportamiento reversible de todas las probetas.

- De los análisis a compresión se concluye que, añadiendo diferentes componentes a una probeta de resina epoxi, las propiedades mecánicas se ven deterioradas.

Sin embargo, conviene destacar que algunas probetas con cantidades pequeñas de PCM consiguen aguantar toda la carga a las que se sometieron durante el ensayo a compresión, logrando volver a su forma inicial tras retirar la fuerza aplicada. Es decir, en la gráfica tensión-deformación se han encontrado casos en los que no se llegó a alcanzar zona plástica. Estas probetas al finalizar los ensayos no presentaron, en su superficie exterior, partículas de material de cambio de fase desprendido, mientras que en otras sí que se pudo visualizar. Esto lleva a pensar que cuanta menos cantidad de PCM, más heterogénea y compacta es la mezcla internamente, resistiendo más los esfuerzos a compresión que las probetas que poseen grandes porcentajes de éste y se agrietan a lo largo del ensayo (prueba mecánica).

De la realización de este estudio, se puede extraer que las propiedades de almacenamiento térmico de la resina epoxi flexible analizada se ven ampliamente mejoradas al combinarla con PCM y carga metálica; sin embargo, sus propiedades mecánicas se ven afectadas. No obstante, la resina epoxi es una solución óptima para actuar de contenedor de PCM abaratando los costes en comparación a los comerciales PCM micro o macroencapsulados. Se puede observar entonces que los porcentajes óptimos de los compuestos varían en función de la aplicación que se le quiera dar.

Finalmente, se concluye con que los materiales de cambio de fase tienen cavidad en innumerables aplicaciones, y que hoy en día solo se han desarrollado algunas de ellas. Por ello, forman parte de una gran cantidad de líneas de investigación que tienen como objeto final la maximización del ahorro, la minimización del gasto y de las emisiones nocivas para el medio ambiente y

5.2 Líneas futuras

Para ofrecer un ejemplo de cómo varían las cantidades en función de las aplicaciones se nombran las siguientes vías de experimentación en las que las resinas epoxi con materiales de cambio de fase podrían tener aplicación

1. Impregnación de resinas epoxi con PCM en textiles

Existen ya en el mercado novedosos tejidos utilizados en la industria textil que utilizan materiales de cambio de fase para diferentes aplicaciones con el objetivo de minimizar los cambios de temperatura en el cuerpo humano cuando se somete a temperaturas extremas o para ayudar a transmitir el calor hacia el exterior cuando una persona realiza grandes esfuerzos y su temperatura corporal aumenta.

Con la resina epoxi flexible y PCM se puede conseguir un compuesto que sea posible impregnarlo en tejidos porosos con el objetivo de abaratar los costes. De esta manera en función del material de cambio de fase que se le introduzca al compuesto, se pueden obtener los mismos objetivos.

En el ámbito militar, esta aplicación puede ofrecer un gran abanico de posibilidades tales como la impregnación de uniformes utilizados por las tropas de Infantería de Marina o del Ejército de Tierra con el objetivo de reducir su firma infrarroja durante los despliegues que realizan. De esta manera, la capacidad de ser detectado por el enemigo se podría reducir, ofreciendo una ventaja táctica para tropas amigas (Figura 5-1).

No solo en el ámbito táctico tiene cavidad este tipo de textiles impregnados. También se pueden desarrollar equipos de protección individual utilizados en los buques y unidades de la Armada Española

para resolver incidencias de seguridad interior. De este modo, la gente se encarga de apagar los incendios verá reducida la sensación térmica a la que está sometido evitando excesos de temperaturas en su cuerpo.

Figura 5-1 Visión infrarroja de fuentes de calor [26] y EPI de seguridad interior [27]

En este caso, lo que interesa en el compuesto es que se trate de un material elástico ya que va a ser sometido a constantes esfuerzos de todo tipo. Por ello, si se desea impregnar un textil con este compuesto, convendría utilizar bajos porcentajes de PCM para evitar que cuando el tejido se flexione se fracture y se pierda el PCM del interior. Sera necesario que el compuesto posea polvo de aluminio para mejorar la conductividad térmica del material y no conviene introducir grandes cantidades de espesante para que la tensión de fluencia sea lo más alta posible.

2. Recubrimientos en cascos de barcos

El ahorro en la energía consumida es también extrapolable a los barcos y unidades tanto de la armada como de otros ejércitos. Con recubrimientos de compuestos epóxidos con materiales de cambio de fase la cantidad de energía consumida podría se podría reducir consiguiendo de esta manera un ahorro en combustible logrando mayores autonomías y reduciendo las emisiones de dióxido de carbono al exterior.

Otro enfoque posible para este tipo de aplicaciones es el recubrimiento de los pañoles sensibles a cambios de temperatura. En las unidades de la Armada y de los diferentes ejércitos existen ciertos pañoles como pueden ser el de munición, de misiles, de torpedos o de señuelos y contramedidas, que no convienen que superen ciertas temperaturas. No solo es perjudicial que sobrepasen las temperaturas de peligro, sino que los cambios bruscos pueden causar graves daños en los elementos que alojan.

Si estos pañoles se recubrieran por su interior con compuestos de resinas epoxi con material de cambio de fase, las temperaturas se podrían amortiguar en función de la temperatura de fusión del PCM, consiguiendo mejorar la seguridad de estos pañoles y la buena conservación de los objetos que albergan.

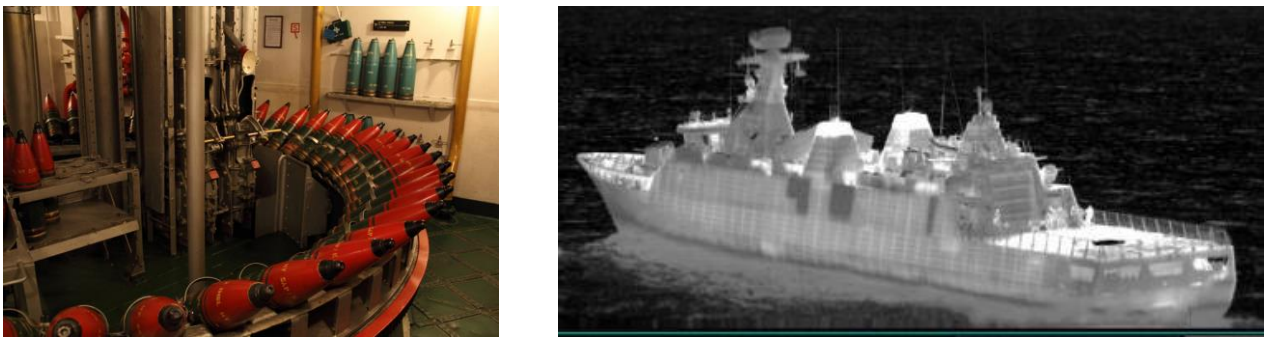


Figura 5-2 Pañol de munición [28] y visión IR de un buque [29]

También la firma IR de los barcos puede reducirse con este tipo de recubrimientos. Muchas de las amenazas de hoy en día son misiles y bombas que tienen guiado infrarrojo. Cuando estos misiles detectan un foco de calor, se dirigen hacia ellos sin poder ser perturbados y sin que la unidad se percate de que un arma se dirige hacia ellos. Estos compuestos podrían servir para recubrir las zonas que desprenden

más calor en un barco, tales como chimeneas, recubrimiento de radares o las paredes interiores de los compartimentos que dan al exterior, con el objetivo de disminuir la radiación infrarroja (Figura 5-2).

En estos ejemplos, la flexibilidad de los materiales es menos importante y se podrían realizar compuestos que fueran más vulnerables a flexiones ya que la resistencia se la ofrecerá la pared que se recubre. El objetivo sería entonces maximizar el calor almacenado por lo que se podrían poner altos porcentajes de PCM. Al tener grandes valores de PCM sería necesario también agregar al compuesto un alto porcentaje de aluminio en polvo para que la conducción de calor sea rápida.

3. Recubrimientos en edificios

Al igual que en punto anterior, estos compuestos pueden ser utilizados para recubrir paredes de edificios con el objetivo de disminuir los cambios de temperatura, el consumo y las emisiones. En este tipo de aplicación se maximizaría también el calor almacenado, sin importar en gran medida las propiedades mecánicas del compuesto.

4. Otros ejemplos

Otras aplicaciones posibles que pueden tener estos compuestos pueden ser recubrimientos de los cascos de las tropas, manteniendo una temperatura constante en la cabeza de los que lo portan, impregnación de estas resinas en colchones, sacos de dormir, tiendas de campaña y muchos más objetos con el objetivo de minimizar los cambios de temperatura en el interior y conseguir ahorrar el máximo de energía posible.

A raíz de este trabajo y habiendo observado que las resinas epoxi flexibles se tratan de un compuesto óptimo para encapsular el material de cambio de fase, también surgen otras vías de investigación como las que a continuación se nombran:

- El desarrollo de este trabajo se ha centrado en estudiar la viabilidad del almacenamiento de un material de cambio de fase en una resina epoxi y estudiar los efectos en las propiedades. Por ello se ha centrado única y exclusivamente en el uso de la cera de candelilla durante todo el proyecto. Sería de gran interés estudiar cómo cambian las propiedades térmicas de estos compuestos utilizando materiales de cambio de fase cuyo objetivo principal es el almacenamiento térmico. Con el uso de un PCM específico para este objetivo, se podrá maximizar el almacenamiento de energía minimizando la cantidad de material de cambio de fase que se almacena en la matriz y por ello disminuyendo en menor medida las propiedades mecánicas del compuesto.
- Tal y como se ha explicado en las posibles aplicaciones, existen ya numerosos tejidos que almacenan PCM. Teniendo en cuenta los despliegues de tropas que existen hoy en día, sería bueno experimentar la impregnación de estos compuestos en tejidos y estudiar en qué medida se disminuyen las emisiones infrarrojas.
- Teniendo en cuenta el ambiente en el que se desarrollan las actividades de la Armada Española, convendría realizar un estudio sobre cómo se ven afectados estos compuestos ante los agentes corrosivos del ambiente marino.

6 BIBLIOGRAFÍA

[1] E. Álvarez Pelegry y C. Mosácula Atienza, *Implicaciones de la normativa energética y potencial de ahorro en rehabilitación,* Cuadernos Orkestra, 2013.

[2] R. García Rodríguez, *Experienza real de edificios "cero emisiones". Auditoria Acciona,* 2018.

[3] A. d. e. d. E. Energtica, «Consumos, medidas y potenciales en ahorros en edificios,» 2014.

[4] P. E. y. C. d. l. U. Europea, *Directiva 2002/91/CE del Parlamento Europeo y del Consejo relativa a la eficiencia energética de edificios,* Diario oficial de las Comunidades Europeas, 2002.

[5] A. Joanna Marszal y P. Heiselberg, *Zero Energy Building definition,* 2010.

[6] A. d. Graciaa y L. F. Cabeza, *Phase change materials and thermal energy storage for buildings,* 2015.

[7] A.Oliver, F. Neila y A. García-Santos, *Clasificación y selección de materiales de cambio de fase según sus características para su aplicación en sistemas de almacenamiento de energía térmica,* 2010.

[8] P. Arce, C. Castellón, A. Castell y L. F. Cabeza, *Use of microencapsulated PCM in buildings and the effect of adding awnings,* ELSEVIER, 2011.

[9] M. P. Cano, *Aislantes térmicos, criterios de selección por requisitos energéticos,* 2017.

[10] F. d. l. E. d. l. C. d. Madrid, *Metodología de cálculo de espesores óptimos de aislamiento térmico.*

[11] P. LLull, «Interempresas,» 3 Febrero 2015. [En línea]. Available: https://www.interempresas.net/Proteccion-laboral/Articulos/212191-Vestuario-espacial-equipo-de-soporte-vital.html.

[12] G. C. B. Morales, *Temperaturas de confort e implicaciones energéticas en viviendas climatizadas mecánicamente,* 2014.

[13] M. V. Rodríguez, *Materiales aislantes sostenibles,* 2015.

[14] S. M. hasnain, *Review on sustainable thermal energy storage technologies,* 1997.

[15] E. R. Ubiñas, *Almacenamiento de energía térmica por calor latente en los edificios.*, 2015.

[16] E. y. S. S. Ministerio de Trabajo, *Resinas epoxi,* 2017.

[17] j. Fan-Long, L. Xiang y P. Soo-Jin, *Synthesis and application of epoxy resins: A review,* ELSEVIER, 2015.

[18] J. M. M. Llena, *Estudio del curado de materiales compuestos por un sistema epoxi y particulas elastoméricas.*

[19] M. J. G. Fernández, *Caracterización termofísica y mecánica de un recubrimiento epoxi con efecto de barrera térmica,* 2018.

[20] M. M. Farid, A. M. Khudhair y S. A. K. Razack, *A review on phase change energy storage: materials,* 2003.

[21] M. Á. Á. Feijoo, *Estudio experimental del comportamiento térmico de distintos tipos de paneles de hormigón empleados en la construcción,* 2015.

[22] S. Ferreira, R. Bruns, H. Ferreira, G. Matos, J. Davida, G. Brandao, E. d. Silva, L. Portugal, P. d. Reisc, A. Souza y W. d. Santos, *Box-Behnken design: An alternative for the optimizationof analytical methods,* ELSEVIER, 2007.

[23] J. P. S.L, «Análisis termográfico, herramienta de mantenimiento predictivo».

[24] P. IRM, «Flir i7».

[25] «Gunt Hamburg,» [En línea]. Available: https://www.gunt.de/es/productos/ensayo-de-materiales-20kn/020.30000/wp300/glct-1:pa-150:pr-1540.

[26] Armas.es, «Armas.es, Periodico líder mundial sobre armas,» 12 Enero 2009. [En línea]. Available: https://www.armas.es/armas-y-accesorios/accesorios/30276-visores-termicos-una-herramienta-fundamental-para-la-vigilancia-nocturna.

[27] A. Española, «FlickR,» [En línea]. Available: https://www.flickr.com/photos/armadamde/albums/.

[28] T. Norwell, «LondresCiudad,» [En línea]. Available: http://www.londresciudad.com/hms-belfast.

[29] HGH, «Infrared Systems,» [En línea]. Available: https://www.hgh-infrared.com/es/Aplicaciones/Seguridad/Autoproteccion-de-barcos-Antipirateria.

[30] G. L. Socaciu, *Thermal Energy Storage with Phase Change Material,* 2012.

[31] S. d. M. Pastrana, *Curado de una Resina Epoxi con nanotubos de carbono, en molde grande y por calentamiento por efecto Joule,* 2014.

[32] D. S. Abraira, *Nuevas redes termoestables a partir de una resina epoxi modificada,* 2010.

[33] B. Company, *Intelligent Temperature Management for Buildings,* 2008.

[34] V. A. Z. Vargas, *Nuevas redes termoestables a partir de una resina epoxi modificada,* 2013.

[35] W. G. Anderson, P. Ritt, C. Tarau y a. J. Weyant, *Applications for Phase Change Material (PCM) Heat Sinks,* 2016.

[36] A. O. Ramírez, *Integración de materiales de cambio de fase en placas de yeso reforzadas con fibras de polipropileno,* 2009.

[37] A. Castell, I. Martorell, M. Medrano, G. Pérez y L. Cabeza, *Experimental study of using PCM in brick constructive solutions for passive cooling,* 2009.

[38] S. A. Memon, *Phase change materials integrated in building walls: A state of the art review,* 2013.

[39] L. Evo, «Setaram Instrumentation,» [En línea]. Available: https://www.setaram.com/setaram-products/thermal-analysis/simultaneous-thermogravimetry-differential-scanning-calorimetry-differential-thermal-analysis/labsys-evo-sta/.

[40] R. Balijepalli, V. Chandramohan y K. Kirankumar, *Performance parameter evaluation, materials selection, solar radiation withenergy losses, energy storage and turbine design.*

ANEXO I: PRÁCTICAS DE LABORATORIO

El siguiente anexo trata de recopilar las diferentes sesiones de laboratorio explicando lo que se ha realizado en cada una de ellas y el material utilizado.

Sesión 1: Preparación de probetas para estudio termográfico

El objetivo de esta sesión de laboratorio es preparar las probetas de resina epoxi que posteriormente se van a someter al estudio termográfico.

- Fecha: 22 de enero de 2019.
- Lugar: Laboratorio de química de docencia.
- Material utilizado:
    1. Balanza.
    2. Vasos de precipitado de 200 ml.
    3. Varillas agitadoras de vidrio.
    4. Jeringuillas.
    5. Molinillo.
    6. Base epoxi y endurecedor Resoltech ECO.
    7. Espesante.
    8. Aluminio en polvo.
    9. Cera de candelilla.
    10. Molde de hielo.

Como el objetivo de esta sesión de laboratorio es otro ver cómo afectan los aditivos, se establecen unos porcentajes en peso de aditivos según:

Componente	1	2	3	4
Base epoxi	74%	72.5%	61.5%	40.5%
Endurecedor	26%	25.5%	21.5%	32.5%
Espesante	-	2%	2%	2%
PCM	-	-	15%	15%
Aluminio	-	-	-	10%

Tabla A1-1 Porcentaje de componentes en la matriz epoxi

Todas las probetas suman un peso final de 20g, por lo que los porcentajes que se relacionan en la Figura A1-1 se corresponde con el porcentaje en peso del componente de la matriz.

A mayores se preparan 4 probetas más, dos de ellas sin espesante para ver cómo afecta a la homogeneización de la mezcla y otras dos que serán una copia de la nº3 y nº4 por si fuera necesario utilizarlas para para otro experimento.

La metodología utilizada en esta sesión de laboratorio es la que se desarrolla en el apartado 3.1.2, dando como resultado las probetas de la Figura A1-1.

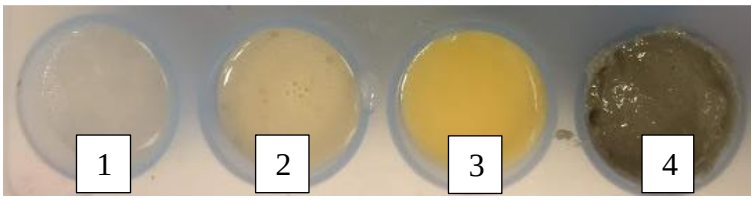


Figura A1-1 Probetas para análisis termográfico

Sesión 2 y 3: Análisis termográfico probetas epoxi

El objetivo de estas sesiones de laboratorio es determinar qué efectos tiene añadir aditivos a la matriz de resina epoxi y ver cómo cambian sus propiedades térmicas. Para ello se propone hacer un experimento en el que se somete a las 4 probetas a un calentamiento progresivo desde la temperatura ambiente hasta aproximadamente 90°C.

- Fechas: 25 y 28 de enero de 2019.
- Lugar: Laboratorio de química de docencia.
- Material utilizado:
    1. Probetas de la sesión de laboratorio anterior.
    2. Vaso de precipitados de 500 ml.
    3. Placa calefactora de laboratorio.
    4. Cámara termográfica Flir.
    5. Arena de playa.

Se decide rellenar el vaso de precipitados con arena de playa e introducir las probetas de resina epoxi dentro con el fin de que la rampa de calentamiento se homogeneice alrededor de las 4 probetas a la vez, de manera que quedaría como en la Figura A1-2.

Figura A1-2 Vaso de precipitados con arena y probetas

Una vez colocadas las probetas dentro de la arena (Figura A1-2), se enciende la placa calefactora de manera el calor se transmite por la arena de forma homogénea a las cuatro probetas de resina epoxi.

Cada 30 segundos se realiza una medida de las 4 probetas y se procesan en Excel. El experimento se repite debido a la imprecisión en la toma de datos, y se opta por realizar fotos cada 30 segundos y analizarlas posteriormente en el programa que ofrece Flir de análisis de imágenes (Figura A1-3).

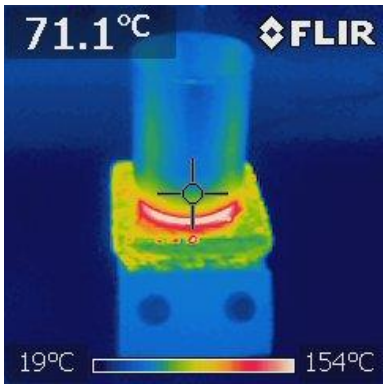


Figura A1-3 Vaso de precipitados calentándose con la placa

Sesión 4: Preparación de probetas del Box-Behnken

El objetivo de esta sesión de laboratorio es generar las probetas que salen de las diferentes combinaciones del Box-Behnken con el fin de poder hacer luego su estudio termogravimétrico en el equipo TG.

- Fecha: 4 de enero de 2019.
- Lugar: Laboratorio de química de docencia.
- Material utilizado: mismo que en sesión 1 a excepción de Base epoxi Resoltech 1600.

Para sacar la matriz del Box-Behnken se ha utilizado el programa STATGRAPHICS, y a partir de las combinaciones que da el programa, se ha generado un Excel con las diferentes cantidades de componentes, tal y como se observa en la Tabla A1-2.

	PESO EN g					
	PCM	Al	Espesante	Base epoxi	Endurecedor	Total
E1_1	8	4	0,4	3,34	4,26	20
E1_2	8	3	0,2	3,87	4,93	20
E1_3	8	2	0,4	4,22	5,38	20
E1_4	4	3	0,2	5,63	7,17	20
E1_5	6	2	0,2	5,19	6,61	20
E1_6	6	4	0,6	4,14	5,26	20
E1_7	4	2	0,4	5,98	7,62	20
E1_8	6	4	0,2	4,31	5,49	20
E1_9	6	3	0,4	4,66	5,94	20
E1_10	6	2	0,6	5,02	6,38	20
E1_11	6	3	0,4	4,66	5,94	20
E1_12	4	3	0,6	5,46	6,94	20
E1_13	6	3	0,4	4,66	5,94	20
E1_14	4	4	0,4	5,10	6,50	20
E1_15	8	3	0,6	3,70	4,70	20

Tabla A1-2 Cantidad de componentes de las probetas de Box-Behnken

Una vez realizadas las muestras, se dejan curar durante un fin de semana. Las probetas obtenidas son las que se visualizan en la Figura A1-4.

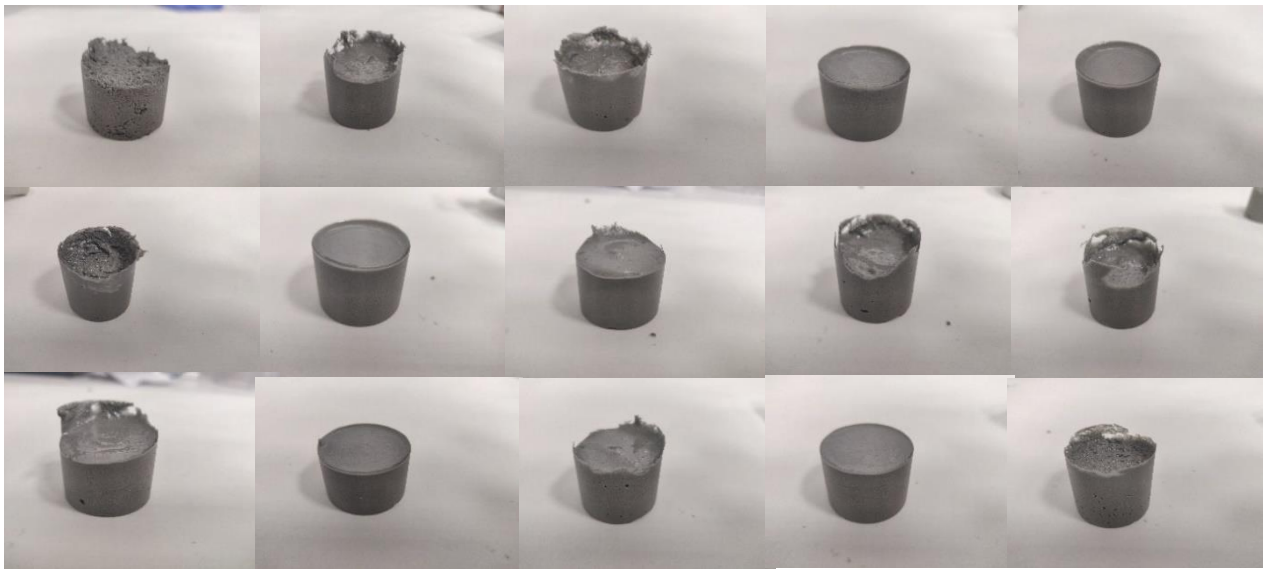


Figura A1-4 Probetas con diferentes combinaciones de componentes

Sesiones 4-10: Análisis termogravimétrico de las probetas del Box-Behnken

Durante estas sesiones se han realizado los análisis termogravimétricos tanto de las probetas del Box-Behnken como de una muestra de parafina y otra de resina epoxi, con el objetivo de poder sacar conclusiones de las gráficas y ver cómo afecta cada uno de los componentes al compuesto final.

- Fechas: del 11 al 17 de febrero de 2019
- Lugar: laboratorio de mecánica del edificio de investigación del CUD.
- Material utilizado:
    1. Equipo termogravimétrico Labsys Evo 1200.
    2. Crisoles de alúmina.
    3. Probetas del Box-Behnken.
    4. Cúter.
    5. Pinzas.
    6. Disolución HCl al 7% y acetona.
    7. Balanza de alta precisión del laboratorio de química de investigación.

El análisis de las probetas se ha realizado por partes ya que el equipo consume una gran cantidad de agua potable y no conviene dejarlo encendido si no se va a apagar el equipo cuando acabe el ciclo de calentamiento. Por ello se ha dividido de la siguiente manera:

- Lunes: creación del blanco de crisoles de alúmina y análisis TG de la cera de candelilla.
- Martes: análisis TG muestras E1_1, E1_2 y E1_3.
- Miércoles: análisis TG muestras E1_4, E1_5 y E1_6.
- Jueves: análisis TG muestras E1_7, E1_8 y E1_9.
- Viernes: análisis TG muestras E1_10 y E1_11.
- Sábado: análisis TG muestras E1_12 y E1_13.
- Domingo: análisis TG muestras E1_14 y E1_15.

Para agilizar el proceso en la creación de un nuevo experimento se guarda el en las propiedades del proceso el ciclo al que van a ser sometidas todas las muestras, de manera que no hace falta introducir los datos cada vez que se quiere hacer un nuevo análisis.

Como en todas las muestras a analizar el crisol ha sido el mismo (Al203 100µl), el primer día se creó el blanco que se va a restar a todos los análisis posteriores. Para ello se colocaron los dos crisoles en la caña sin ningún tipo de muestra y se le somete al mismo ciclo al que van a ser sometidas el resto de las muestras de manera que al finalizar el análisis, se puede restar el efecto de los crisoles en la adquisición de datos.

Para todos los análisis realizados se trata de coger la muestra aproximadamente en la misma zona para establecer el mismo criterio para todas. Para ello se hace un corte diagonal y se cortan lascas de la matriz hasta conseguir el peso de 35mg en la balanza de precisión. Ver Figura A1-5.

Figura A1-5 Corte en probeta y balanza de precisión

Sesión 11: Preparación probetas para análisis a compresión

En esta sesión de laboratorio se preparan otras probetas con unas dimensiones óptimas para realizar el análisis a compresión de las probetas del Box-Behnken, con el objetivo de ver cómo afecta la adición de materiales a la resina en su resistencia a ser comprimido.

- Fecha: 15 de febrero de 2019.
- Lugar: laboratorio de química de docencia.
- Material utilizado: el mismo que en la sesión 4.

El cambio más significativo con respecto a la sesión cuatro es que esta vez el molde que se utilizó no era el molde de hielo, sino que se adquirió una tubería de PVC de 1 metro de largo y 20mm de diámetro con el fin de crear 15 moldes de 50mm de altura y 20 de diámetro para conseguir una relación del doble de altura.

El tubo de PVC es cortado en el barrio industrial con un torno mediante tronzado para conseguir una superficie superior e inferior perpendicular a la altura del molde, de manera que no existan irregularidades. Una vez cortados los moldes se les realiza un pequeño agujero en la parte inferior del molde para que al introducir el compuesto en el molde el aire sea expulsado por él y no se creen burbujas de aire a lo largo de la probeta que puedan comprometer los datos obtenidos en el análisis a compresión. Tras este proceso, se pegan todos los moldes en una superficie rectangular con un pegamento especial de plásticos rígidos para que sea más fácil introducir el compuesto y permitir su curado posterior sin que el material se escape por la superficie inferior. Ver proceso en la Figura A1-6.

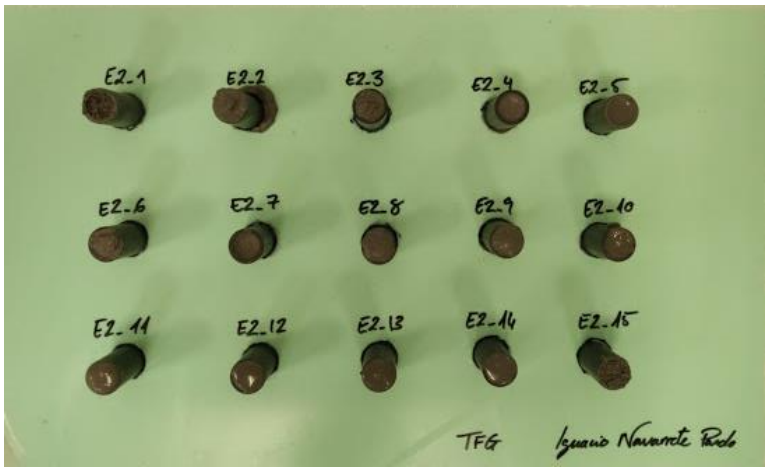


Figura A1-6 Moldes de las probetas para análisis a compresión

Sesión 12: Análisis a compresión de las probetas

- Fecha: 26 de febrero de 2019.
- Lugar: laboratorio de materiales del Isaac Peral.
- Material: Equipo de compresión y probetas de la sesión 11.

El procedimiento del ensayo es el que se explica en el apartado 0. Durante esta sesión se realizan los 15 ensayos a compresión de las probetas y se pasan los datos obtenidos a la hoja de cálculo de Excel.

Posteriormente se calculan las gráficas de tensión-deformación en el ordenador para poder ver de manera intuitiva como se deforma la probeta cuando se le aplica la fuerza.

En las fotografías sacadas después de los ensayos se pueden visualizar como quedaron las probetas analizadas, destacando que algunas no llegaron a romper tras aguantar todo el estudio de compresión, recuperando su forma al cabo de un determinado tiempo. Otras en cambio sufrieron grandes daños cuando se les sometía a poca carga, correspondiéndose con las que más material de cambio de fase poseían en su composición.

E2-1
E2-2
E2-3
E2-4
E2-5
E2-6
E2-7
E2-8
E2-9
E2-10
E2-11
E2-12
E2-13
E2-14
E2-15

ANEXO II: MANUAL DE USO *LABSYS EVO*

Durante el trabajo se han analizado una gran cantidad de muestras en el TG, por lo que a continuación se anexa un breve manual que facilite al usuario la preparación del equipo para tenerlo listo para hacer los análisis termogravimétricos.

Figura A2-1 Puesto del equipo TG en el laboratorio de mecánica

El equipo (Figura A2-1) se compone de varias partes, por un lado, se encuentra el equipo en sí, en el que se encuentra la balanza y el horno, por otro lado, está el ordenador al que se encuentra conectado el equipo mediante un cable Ethernet desde donde se preparan y lanzan los experimentos y posteriormente se analizan. En la zona posterior se encuentran las dos bombonas, una de aire y otra de nitrógeno, que se utilizaran como gas de arrastre, uno neutro cuando queremos evitar alguna reacción con la muestra y el aire en caso de que no nos importe que interactúe en algún proceso. Entre las bombonas y el equipo se encuentran los dos caudalímetros, uno para cada botella. El del gas inerte se coloca en el caudalímetro cuya bola es de cristal. El del aire va comunicado con el de metal. También en la parte posterior del equipo y ordenador se encuentra la refrigeración del TG, tanto la entrada como la salida.

En la parte posterior (Figura A2-2) del equipo se pueden diferenciar varias entradas y salidas, la entrada de alimentación con el interruptor de encendido y apagado, la entrada del agua de refrigeración, una pantalla que informa de la temperatura de trabajo del equipo, la entrada Ethernet y las entradas de los gases de barrido. También cuenta con un ventilador para refrigerar el equipo.

- Refrigeración: En la parte posterior encontramos dos entradas (*IN1* e *IN2*) y una salida (*OUT1*). La entrada *IN1* posee una válvula solenoide que corta la entrada de agua cuando termina el experimento. La dos no posee esa válvula por lo que, aunque el experimento acabe, el agua sigue corriendo. En el caso de este equipo, es un grifo el que controla la entrada de agua al equipo por lo que se debe conectar la entrada de agua a *IN2*. Es necesario que exista un flujo de 2 l/min para que se garantice un correcto funcionamiento del equipo, pero en caso de que falte flujo de agua para refrigerar, el equipo avisará de que es insuficiente.
- Gases de barrido: el circuito de gas tiene tres propósitos: proteger los crisoles de que se produzca oxidación, proteger los elementos del equipo cuando se trabaja a temperaturas mayores de 500°C e imponer una atmosfera determinada para causar una reacción. Existen 2 entradas de gases (1 y 2). Se pueden utilizar distintos gases o los mismos con diferentes caudales para generar diferentes efectos. Las entradas de gas tienen válvulas solenoides que controlan la entrada del gas y se cortan al acabar el experimento. Por defecto se encuentra abierta la válvula 1 pero se puede cambiar desde el software de control. En este equipo hemos

conectado a la entrada 1 el nitrógeno ya que ha sido el único gas que vamos a utilizar en los experimentos de análisis.

- Otras conexiones: para que sea posible encender el equipo se debe conectar el cable de alimentación y colocar el interruptor en la posición de *ON*. A mayores, para que el equipo se encuentre conectado al ordenador y se puedan lanzar experimentos y recibir datos en tiempo real, el cable Ethernet deberá estar conectado entre el equipo y el ordenador con el software instalado.

Figura A2-2 Diferentes entradas y salidas de la parte trasera del TG

Antes de utilizar la balanza se debe calibrar, se puede realizar con el software del equipo abierto. Se realiza siguiendo el procedimiento descrito en la Tabla A2-1.

1. Se abre el horno para introducir la caña donde se van a colocar los crisoles.

2. Se desbloquea la caña de manera que quede balanceando de manera libre.

3. Se introducen los dos crisoles, tanto el de referencia (que se sitúa siempre en la parte posterior) como el de ensayo (parte anterior).

4. Se enciende el equipo de control y se abre el software de adquisición de dantos.

5. Una vez hemos abierto el software de control, entramos en la pestaña de datos en tiempo real y desplegamos la pestaña de TG.

6. En esa pestaña somos capaces de ver en tiempo real el peso que está midiendo la balanza, en ese momento, introducimos cuidadosamente los dos crisoles, primero el de referencia y después de ensayo.

7. Ya colocados los crisoles, cerramos el horno para que las corrientes de aire no afecten al peso medido por la balanza y la tara sea más precisa.

8. Abrimos en la parte derecha del equipo la tapa que alberga el otro lado de la balanza, donde nos podremos encontrar diferentes pesos en ella.

9. Una vez abierta la balanza procedemos a añadir o retirar peso hasta que el valor de la medida sea 0 o próxima, momento en el que pinchamos en el botón "*Tare*" y ya se encontraría calibrada la balanza.

Tabla A2-1 Calibración de la balanza del TG

La cantidad de agua que debe correr por el circuito de agua dulce de refrigeración es de 2 l/min. Para establecer el caudal, se marca el grifo en la posición en la que permite dicho caudal, midiéndolo con un matraz aforado.

En función del gas de barrido que queramos, se deben abrir las bombonas hasta conseguir una presión en el circuito de 1,5 bar y comprobar en el caudalímetro correspondiente que efectivamente existe flujo de gas.

El procedimiento para crear un experimento y lanzarlo es el siguiente:

- Una vez colocada la muestra en el crisol de ensayo, se debe abrir el horno y colocar la muestra en la parte delantera de la caña tal y como se ha mencionado antes. Posteriormente, se cierra el horno y se abre el software *Acquision* para proceder a analizar la muestra. En la parte superior de la pantalla principal del programa se puede comprobar si el equipo TG está conectado. En caso de no estarlo, se debe seleccionar el equipo y pulsar en la pestaña "*Connect*"(Figura A2-3).

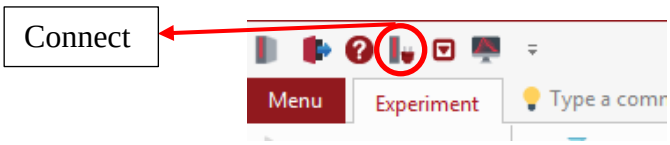


Figura A2-3 Conexión equipo TG al programa

- Cuando ya se ha conectado el equipo se pueden visualizar dos pantallas, una en la que podemos diseñar el experimento y otra en la que vemos los datos obtenidos del equipo en tiempo real. En la pestaña "*Experiment*" es donde vamos a ser capaces de diseñar el experimento. Por defecto, ya crea un nuevo experimento al abrir el programa, pero en caso de que hayamos realizado uno y queramos hacer otro, hay que dar en la casilla "*New Experiment*". También aparece por defecto una vez abierto el experimento, el aparato con el que se va a realizar. En caso de querer cambiarlo, se selecciona en la pestaña "*Apparatus*". Ver Figura A2-4.

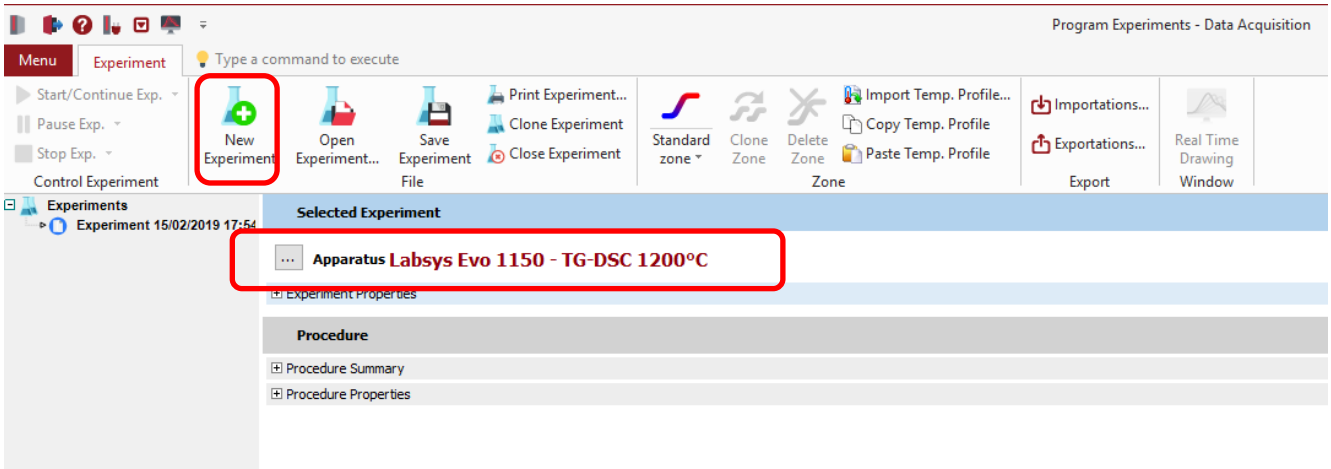


Figura A2-4 Creación de un nuevo experimento

- En "*Experiment Properties*" se le da nombre al experimento, se seleccionar el blanco que se le quiere restar (previamente hecho), se introduce la masa de material que se ha introducido en el crisol de ensayo y por último se selecciona el tipo de crisol que se ha utilizado. Una vez finalizado esto, se introduce el procedimiento a utilizar. Se pueden diseñar procedimientos o cargar uno que ya se ha utilizado y guardado. Para crear un procedimiento hay que abrir el desplegable de

"*Procedure Properties*" en el que se establece el grupo al que pertenece ese experimento (test, prueba, blanco o instalación), el modo en el que queremos que se quede el equipo cuando acabe el experimento (*stop o pause*), las temperaturas que queremos que grabe el programa, los tipos de gases que hay en cada entrada y el "*TG range*" que será "*small*" si el crisol es pequeño o "*large*" si el crisol es grande. Una vez rellenados todos estos campos se procede a diseñar el ciclo de rampas de calentamiento y enfriamiento. Para ello pulsamos en la parte superior la pestaña de "*Standard Zone*" o la que queremos utilizar y se diseñan los ciclos a los que queremos que se someta la muestra, pudiendo variar la temperatura inicial, la final, la velocidad de aumento o disminución de temperatura, el tiempo y el gas que se quiere utilizar en cada tramo.

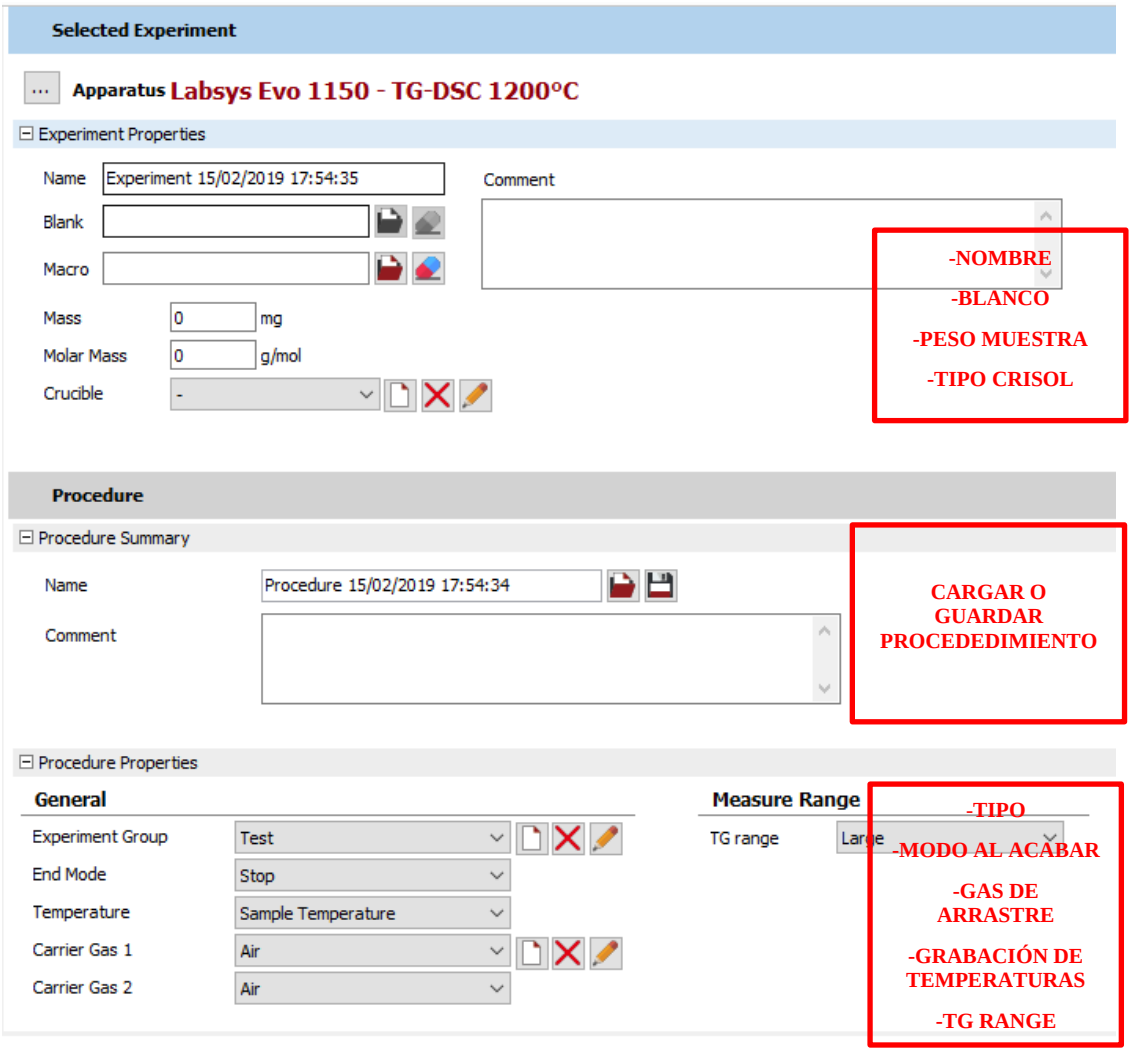


Figura A2-5 Diseño del experimento en el programa

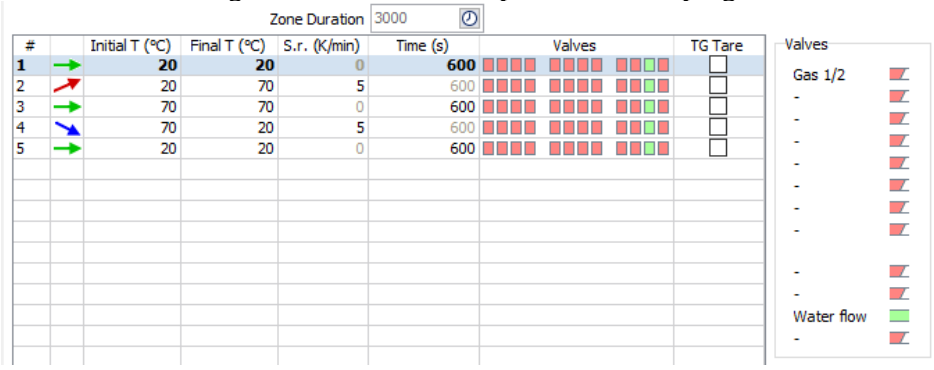


Figura A2-6 Tramos del ciclo y características de cada uno de ellos

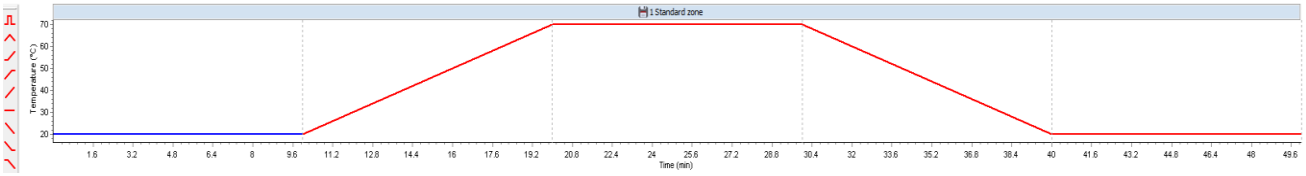


Figura A2-7 Grafico del ciclo completo al que se quiere someter la muestra

Una vez finalizado el procedimiento, si se va a utilizar varias veces, se le puede dar un nombre y guardarlo pinchando en la pestaña de "*Procedure Summary*".

Cuando se ha finalizado el diseño del experimento, si se quiere comenzar, se pulsa en la pestaña de "*Start/Continue Exp*." y se selecciona el experimento que se quiere lanzar. Cuando se ha lanzado y se desea ver cómo se desarrolla, en la pestaña de "*Real Time Drawing*" se puede visualizar el desarrollo del experimento y ver los datos en tiempo real, así como variar algún parámetro.

ANEXO III: ANÁLISIS RESULTADOS TG

El análisis de los resultados obtenidos en el software "*Acquision*", se pueden procesar fácilmente en el software de análisis "*Processing*" que proporciona el equipo *Labsys Evo*. Al abrir el programa, se pide que el usuario introduzca la contraseña. Una vez se haya introducido la contraseña, se entra en la interfaz principal del programa. La única posible opción inicial es abrir un experimento, tal y como se ve en la Figura A3-1.

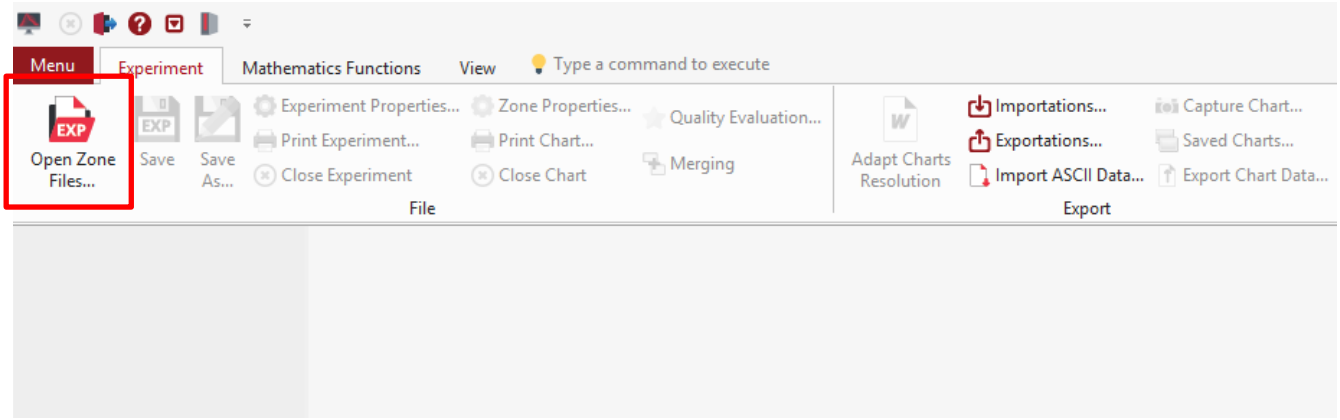


Figura A3-1 Interfaz principal del software "*Processing*"

Una vez pulsado el comando "*Open Zone Files*", se abre una pestaña (Figura A3-2) en la que se pueden visualizar todos los experimentos realizados con el equipo, donde se pueden elegir aquellos que el usuario desea analizar en ese momento.

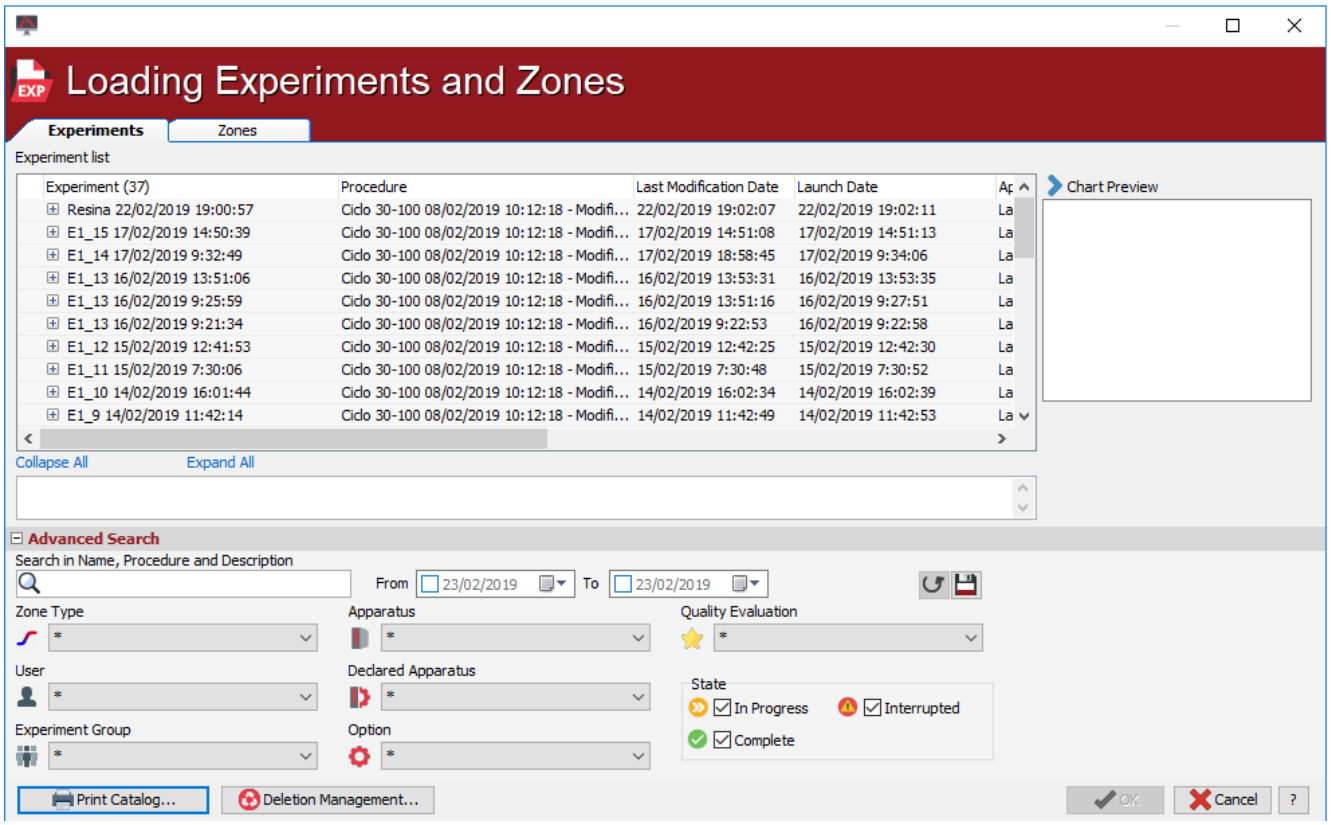


Figura A3-2 Ventana de selección de experimentos a analizar

Una vez seleccionados los experimentos a analizar, se podrán ver en la columna de la izquierda los experimentos elegidos. En el caso de que en el software de adquisición de datos ya se haya escogido el blanco que se quiere restar a la muestra, aparecerán en la leyenda del experimento todas las gráficas tal y como se indica en la Figura A3-3.

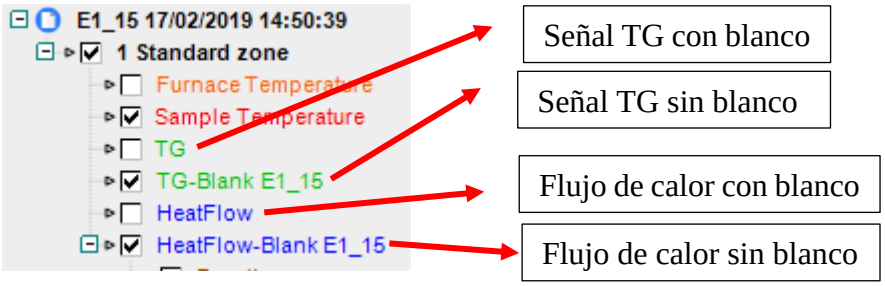


Figura A3-3 Leyenda experimento E1_15

En caso de que no se le haya restado el blanco durante el experimento, se le puede restar una vez abierto en el programa "*Processing*" haciendo clic derecho en el experimento en el que se quiere restar el blanco, se pulsa en el apartado de "*Blank Experiment Subtration*" y se busca en "*Browse*" el blanco que se le quiere restar a la muestra (Figura A3-4).

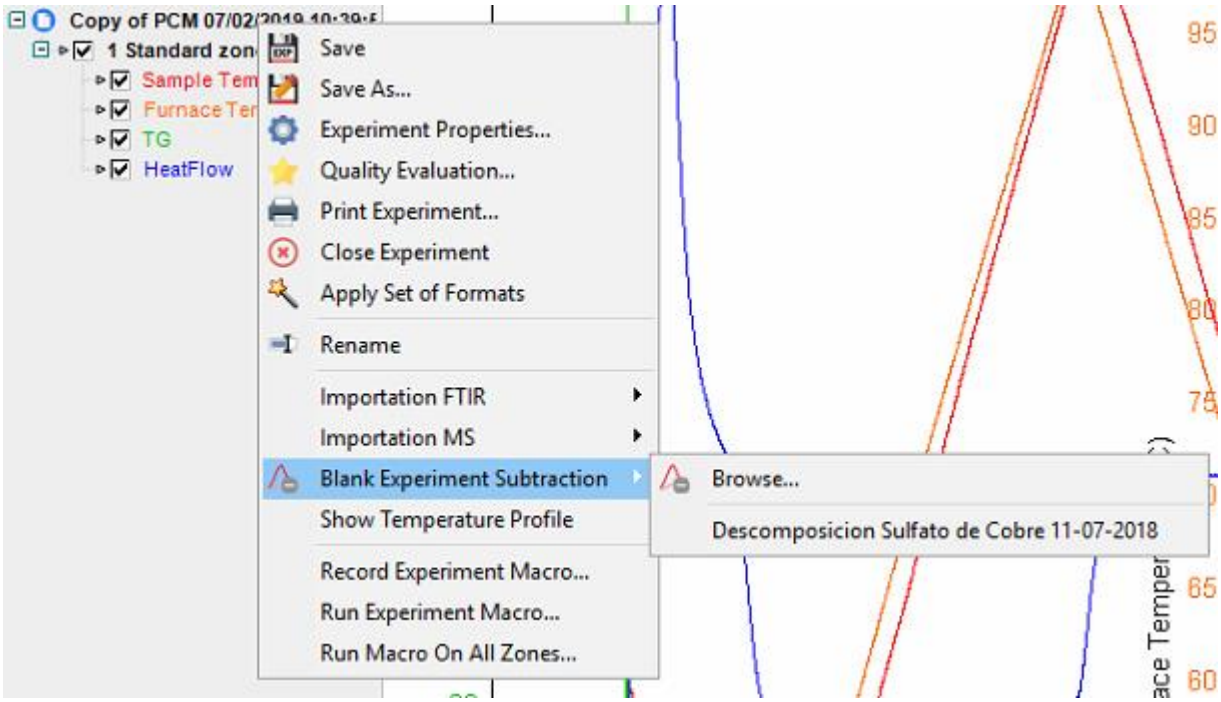


Figura A3-4 Eliminación de blanco en una muestra

El objetivo del análisis TG es determinar la capacidad de absorción de energía de las muestras, para ello se debe medir el calor absorbido de cada una de las gráficas. Para ello se debe determinar la integral de la curva en las zonas donde se absorbe y cede energía que se realiza en la curva de flujo de calor. Para realizar este proceso se debe seleccionar la curva "*Heat Flow*" y en la parte superior del programa aparecerán diferentes opciones de cálculo. Se debe seleccionar la opción de "*Baseline construction*", que nos calculara los datos necesarios para determinar el calor absorbido. Ver Figura A3-5.

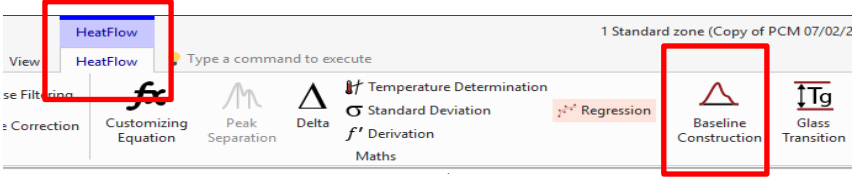


Figura A3-5 Procedimiento para calcular la integral de la curva Heat Flow

Habiendo hecho clic en el apartado "*Baseline*", se abre una ventana (Figura A3-6) en la que se pueden seleccionar una serie de datos que se quieren mostrar en la ventana de resultados. Para la determinación del calor absorbido, el modo en el que se debe elegir es el lineal ya que traza una línea recta de punto a punto y calcula el área entre la línea y la gráfica. En la misma ventana también se pueden elegir los datos que se desean que aparezcan en la ventana de resultados, siendo de mayor interés la gráfica construida, el calor, las temperaturas, los picos máximos y la masa utilizada.

También se realiza lo mismo con los picos exotérmicos, para poder determinar la capacidad del compuesto de ceder calor al entorno cuando la temperatura está disminuyendo. El procedimiento es el mismo que el mostrado en este caso siendo los datos de interés también los mismos.

El programa ofrece muchas herramientas más, pero para el estudio que se ha realizado durante este trabajo solo se han requerido las explicadas anteriormente. Se pueden destacar entre las herramientas las siguientes:

- División por partes del experimento.
- Interpolaciones.
- Derivación.
- Rectas de regresión.
- Smoothing.
- Correcciones de temperatura.
- Variación de puntos.
- Ajustes de ejes.
- Ajustes de las curvas obtenidas.

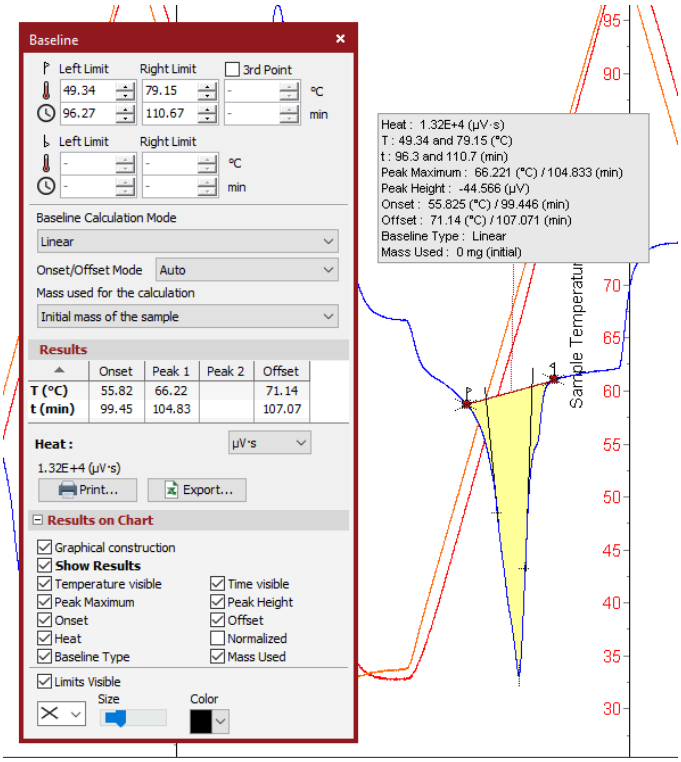
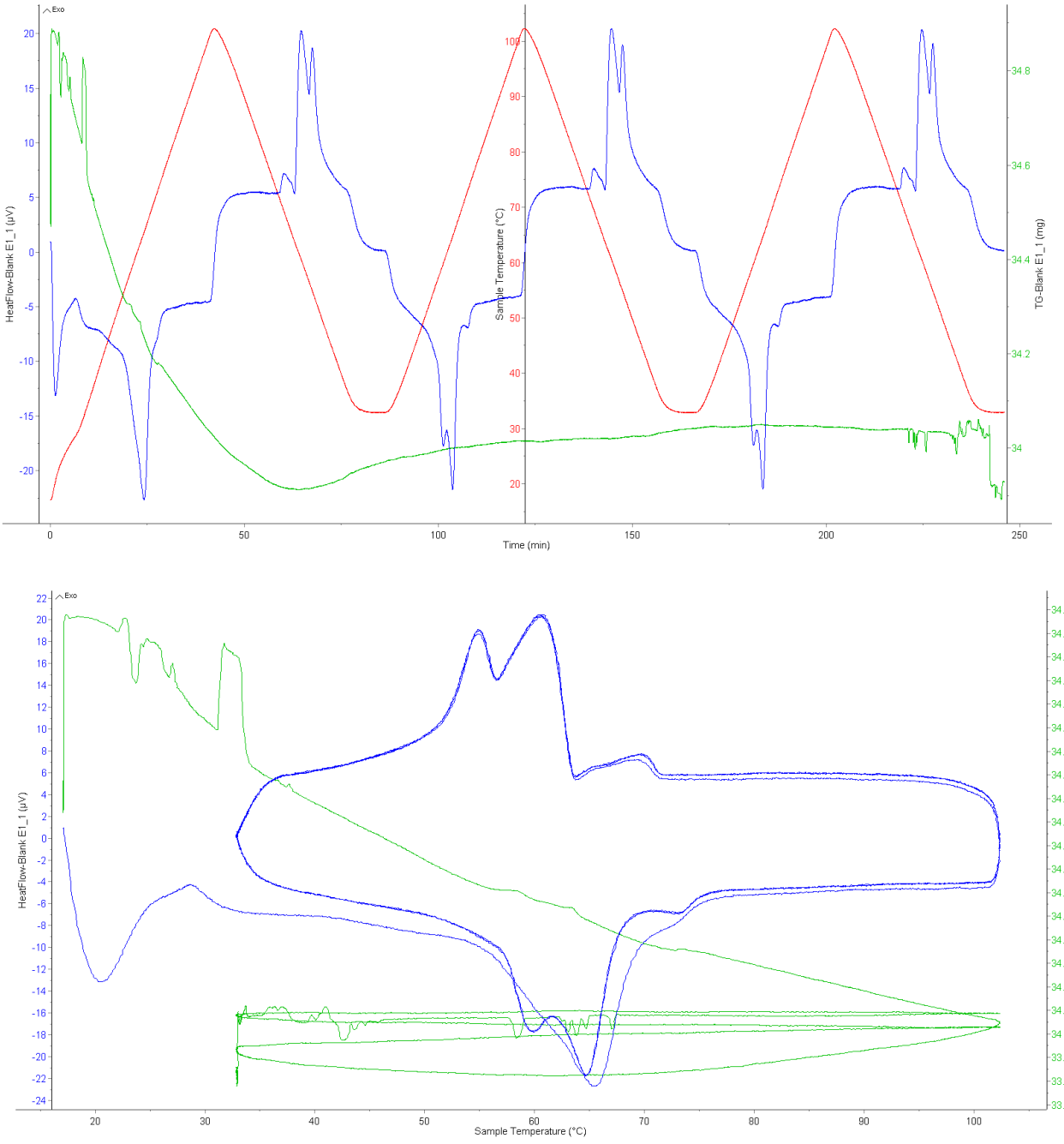


Figura A3-6 Datos obtenidos de la "Baseline"

ANEXO IV: GRÁFICAS ANÁLISIS TG

- Probeta E1_1

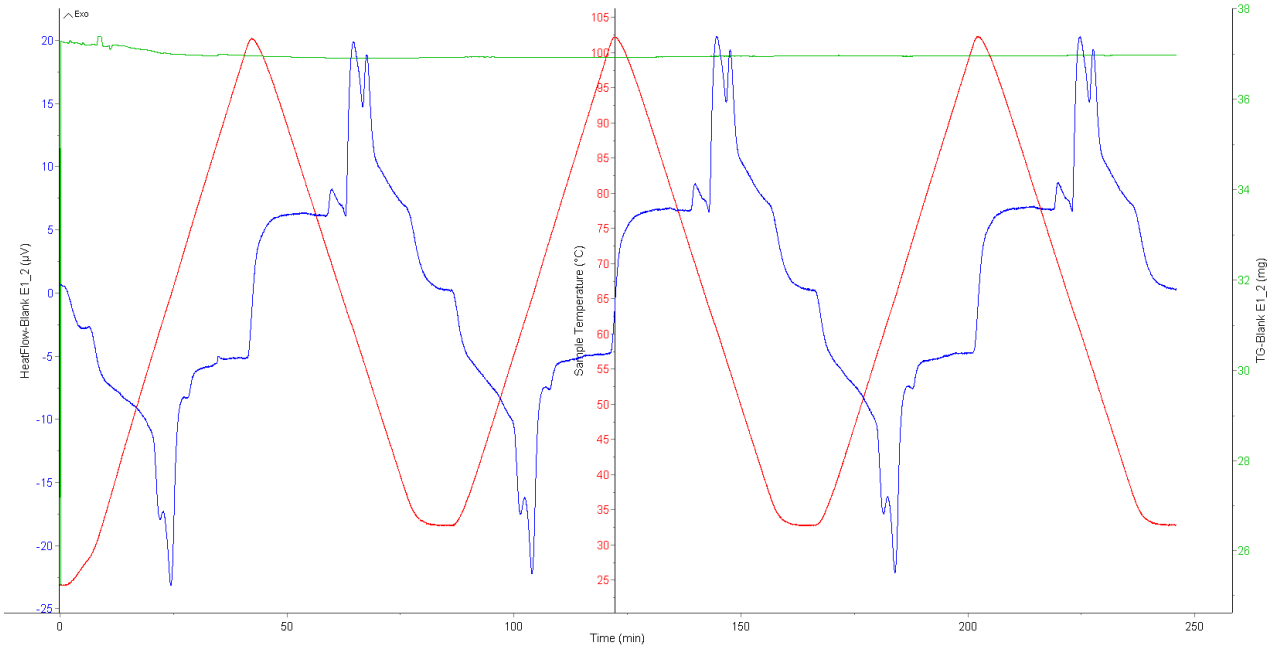
PCM	Aluminio	Espesante
+1	-1	0

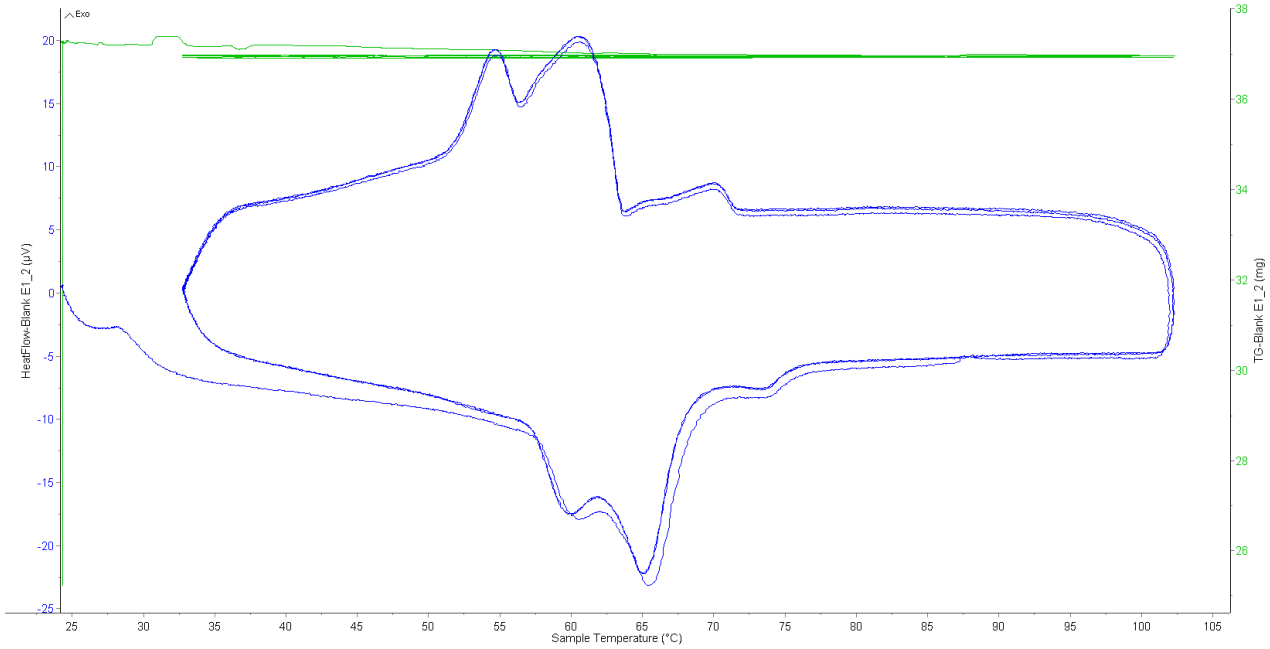


Gráfica A4-1 Análisis TG probeta E1_1

- Probeta E1_2

PCM	Aluminio	Espesante
+1	0	-1

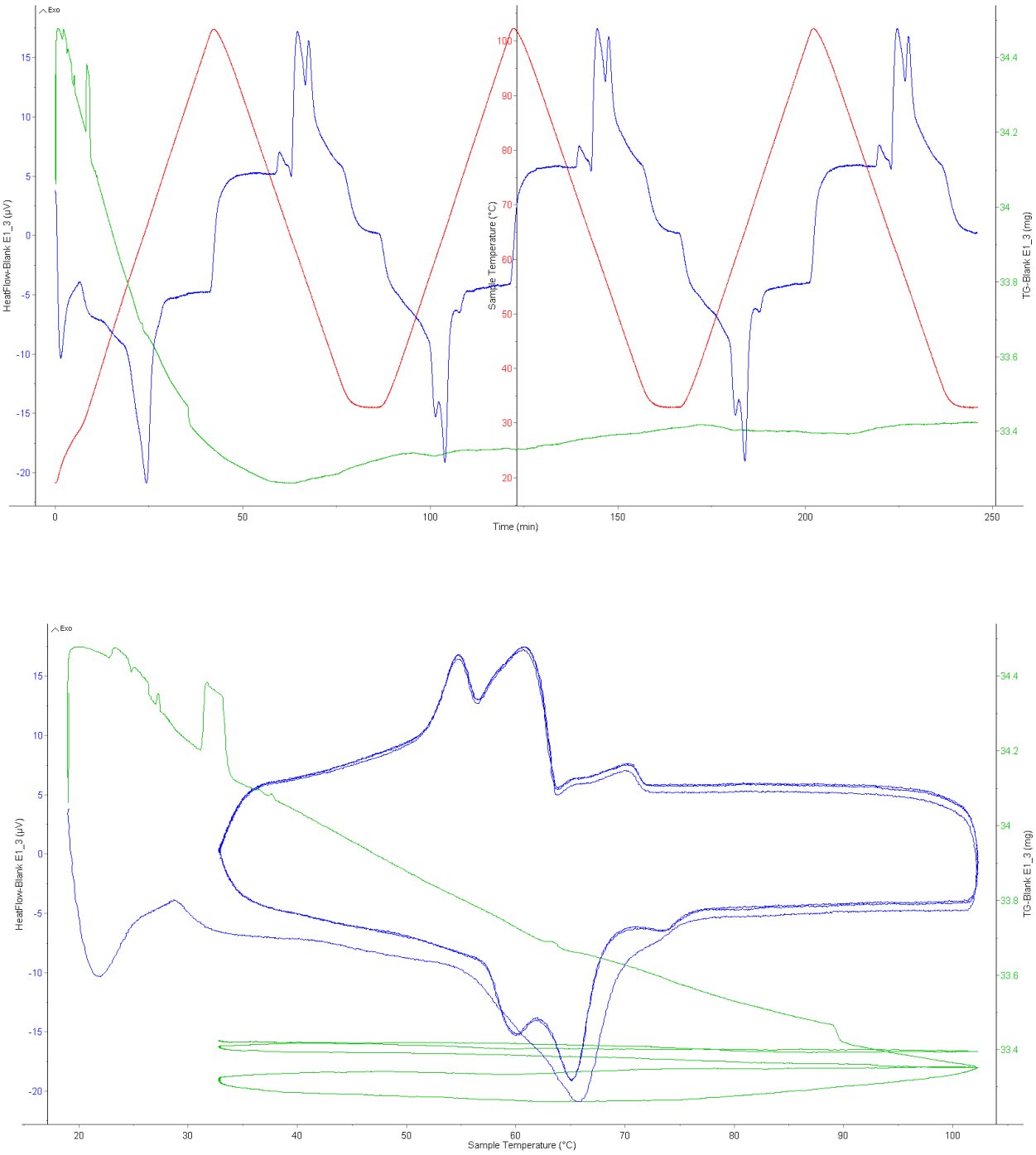




Gráfica A4-2 Análisis TG probeta E1_2

- Probeta E1_3

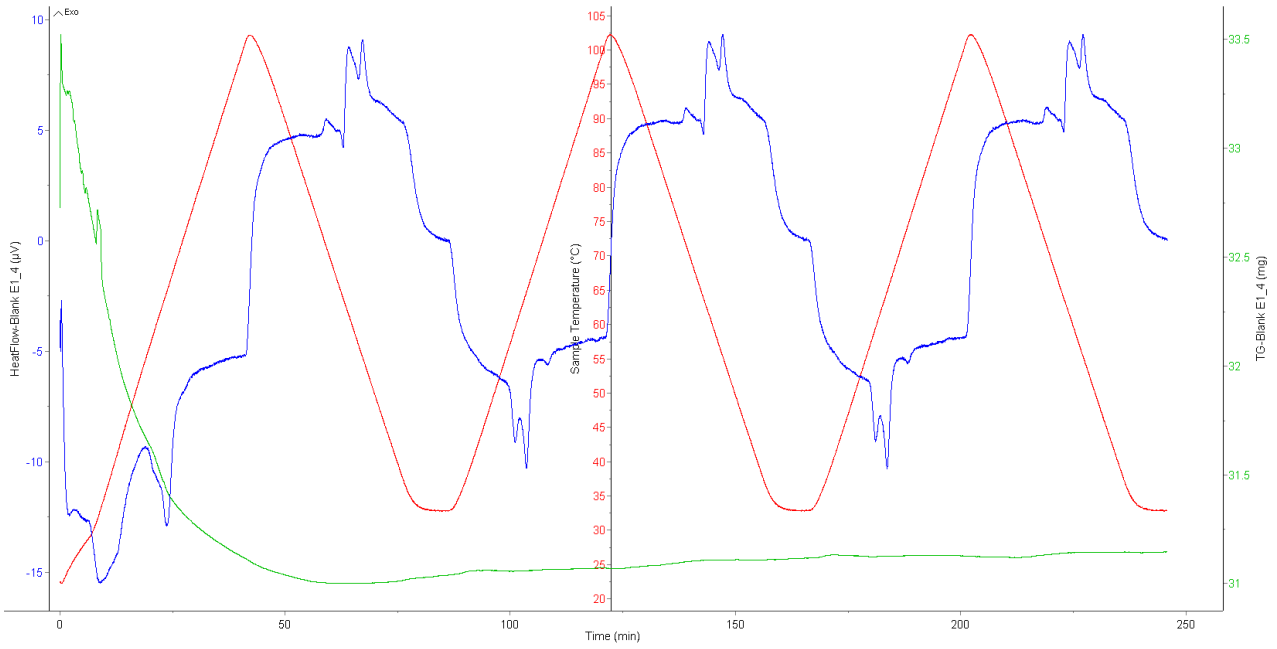
PCM	Aluminio	Espesante
+1	-1	0

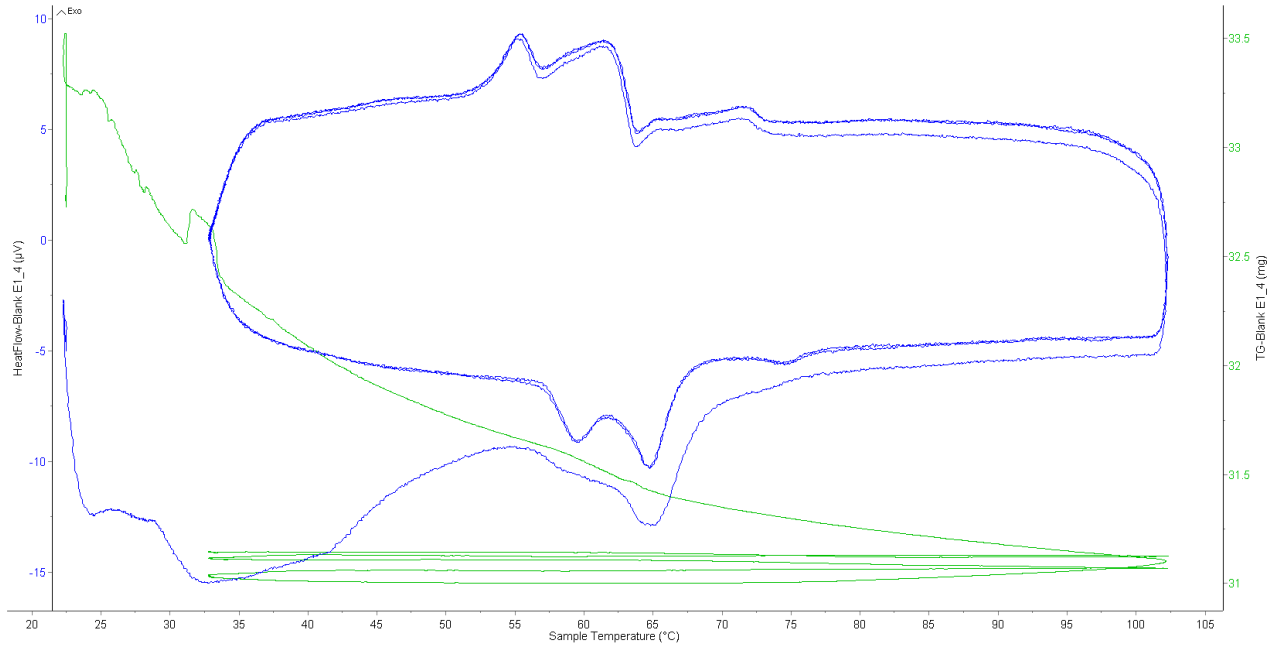


Gráfica A4-3 Análisis TG probeta E1_3

- Probeta E1_4

PCM	Aluminio	Espesante
-1	0	-1

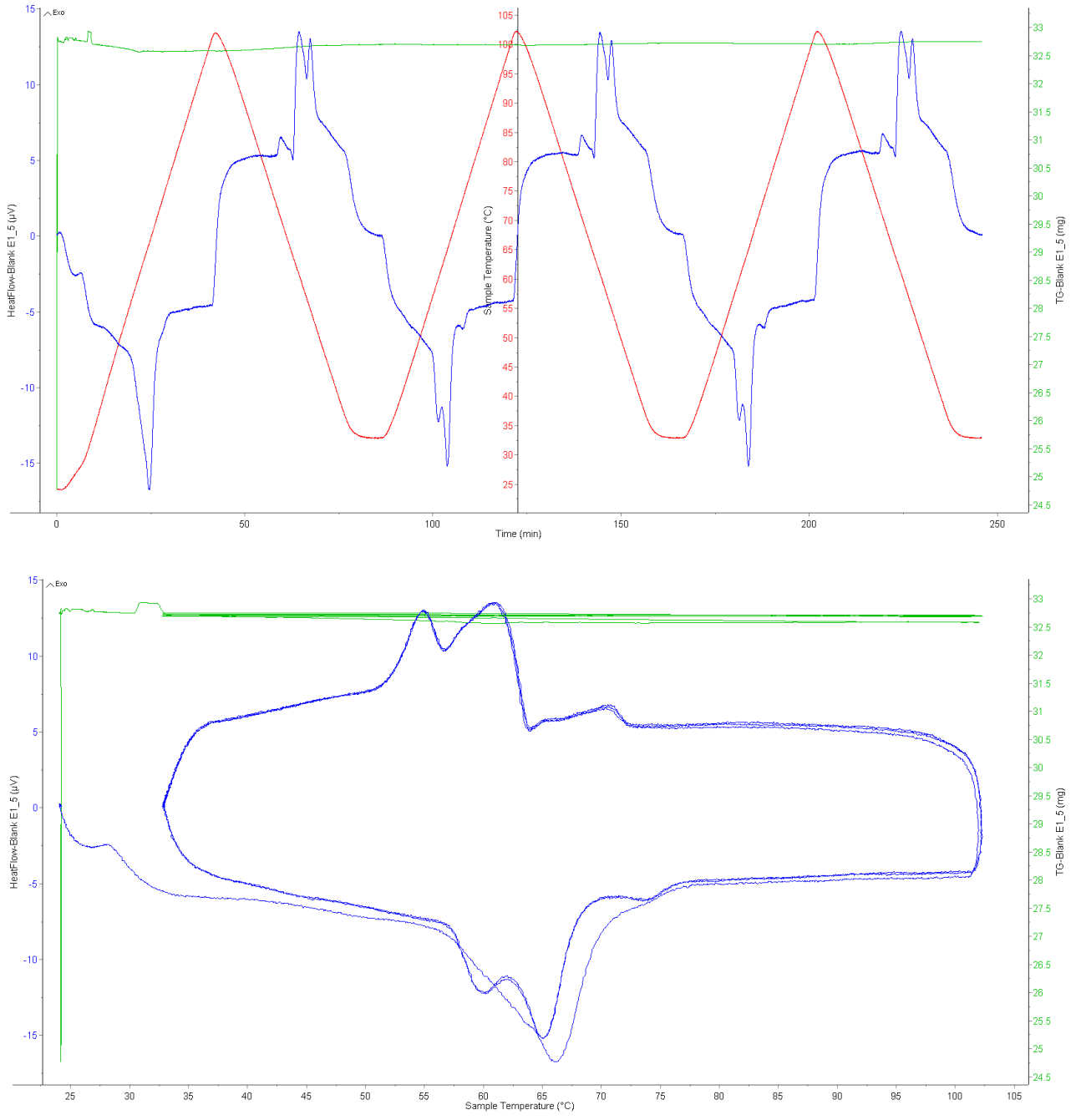




Gráfica A4-4 Análisis TG probeta E1_4

- Probeta E1_5

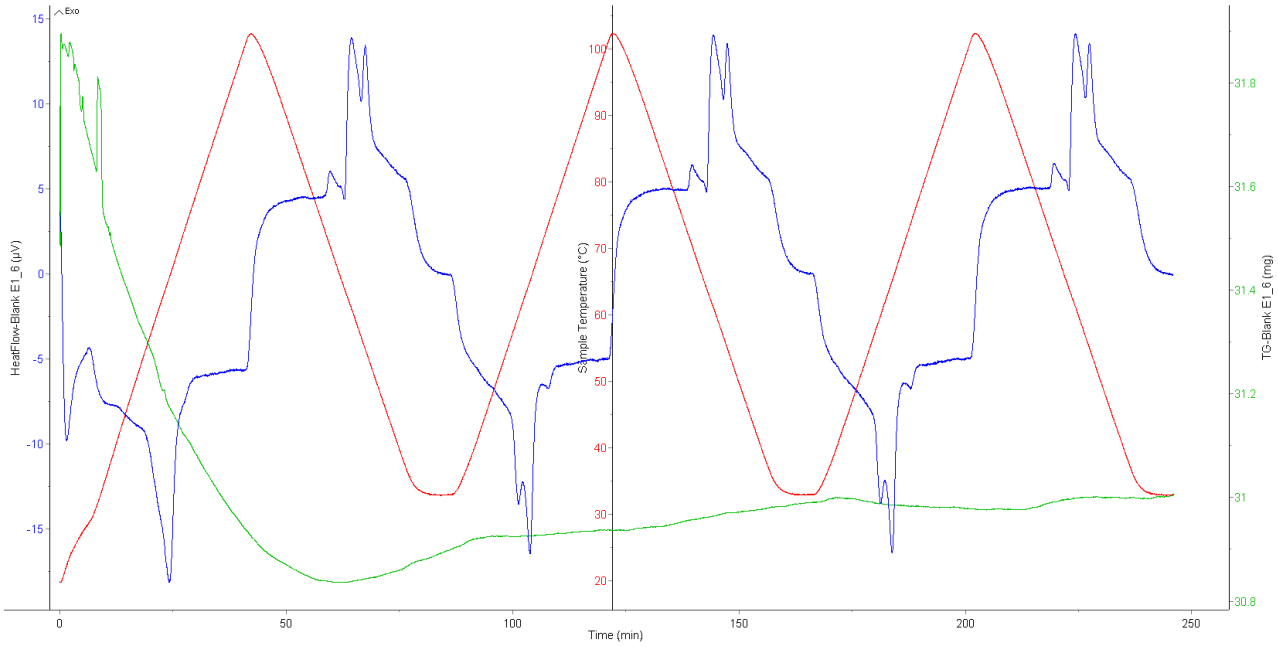
PCM	Aluminio	Espesante
0	-1	-1

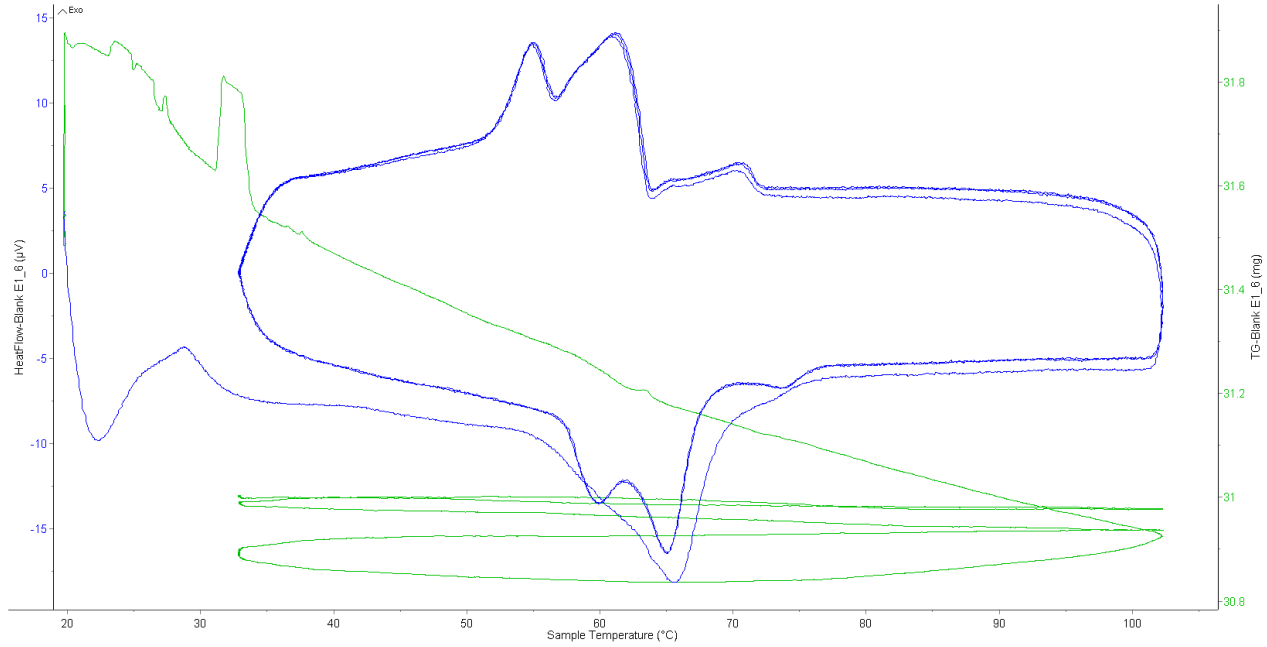


Gráfica A4-5 Análisis TG probeta E1_5

- Probeta E1_6

PCM	Aluminio	Espesante
0	+1	+1

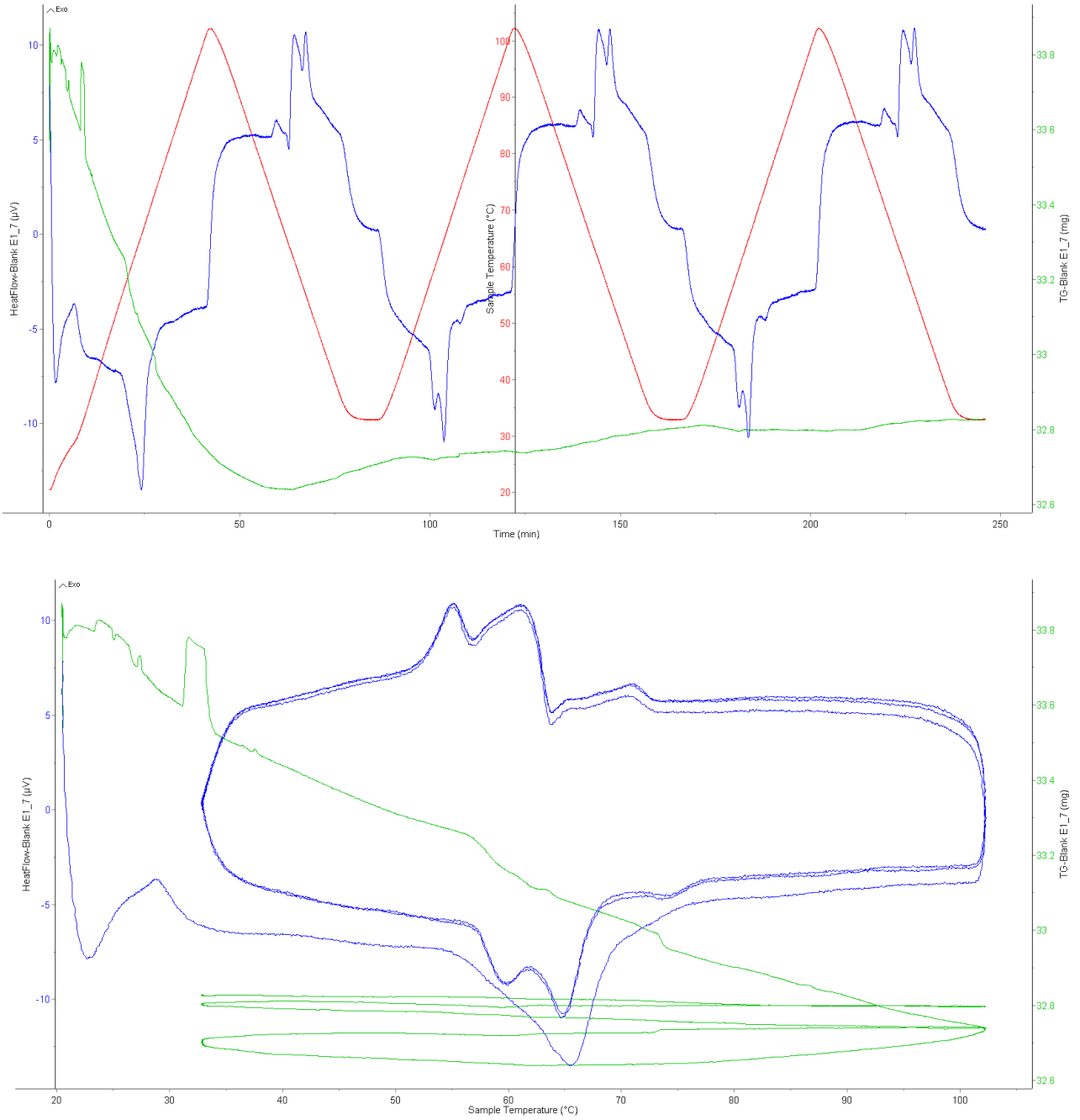




Gráfica A4-6 Análisis TG probeta E1_6

- Probeta E1_7

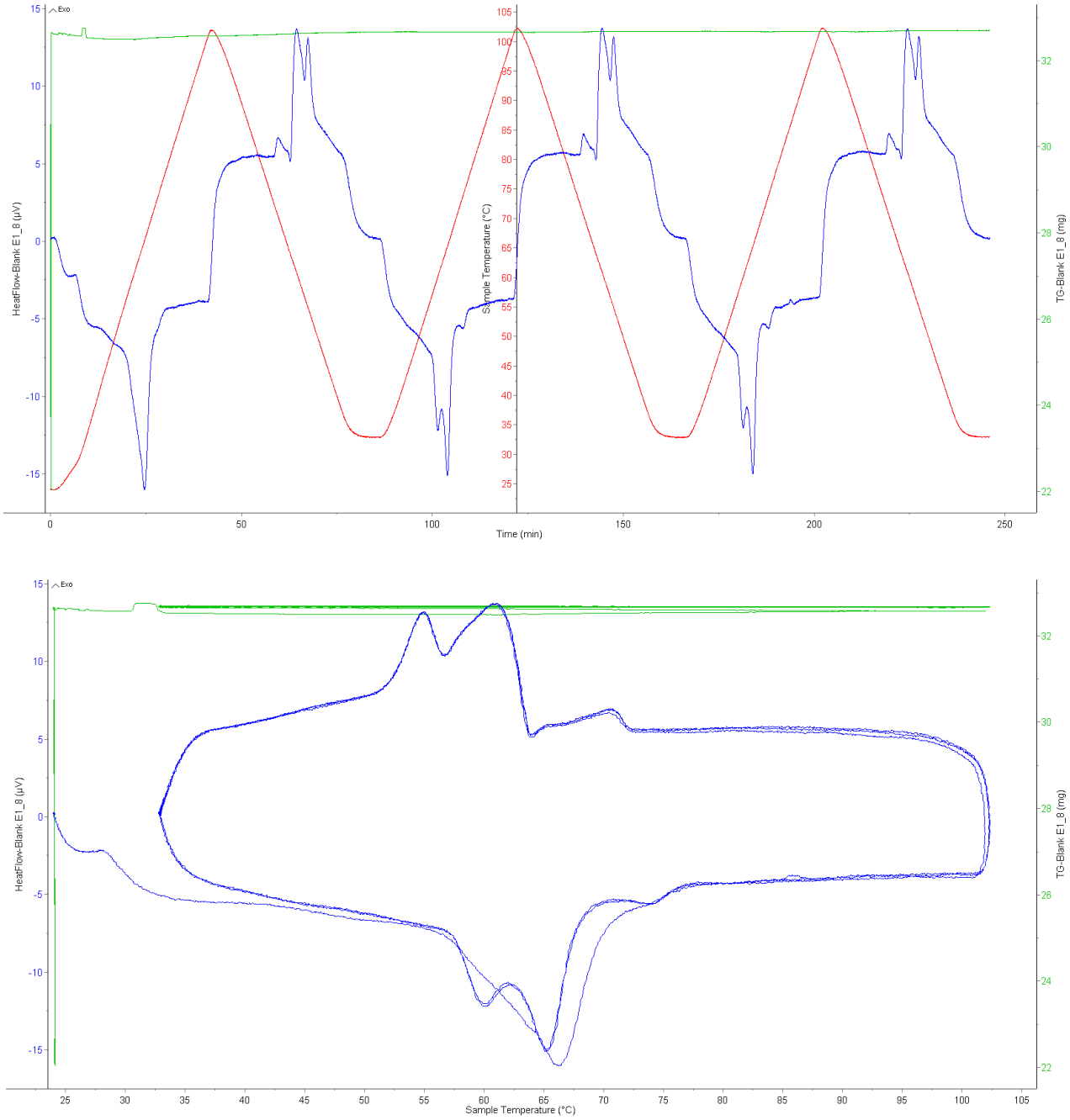
PCM	Aluminio	Espesante
-1	-1	0



Gráfica A4 7 Análisis TG probeta E1_7

- Probeta E1_8

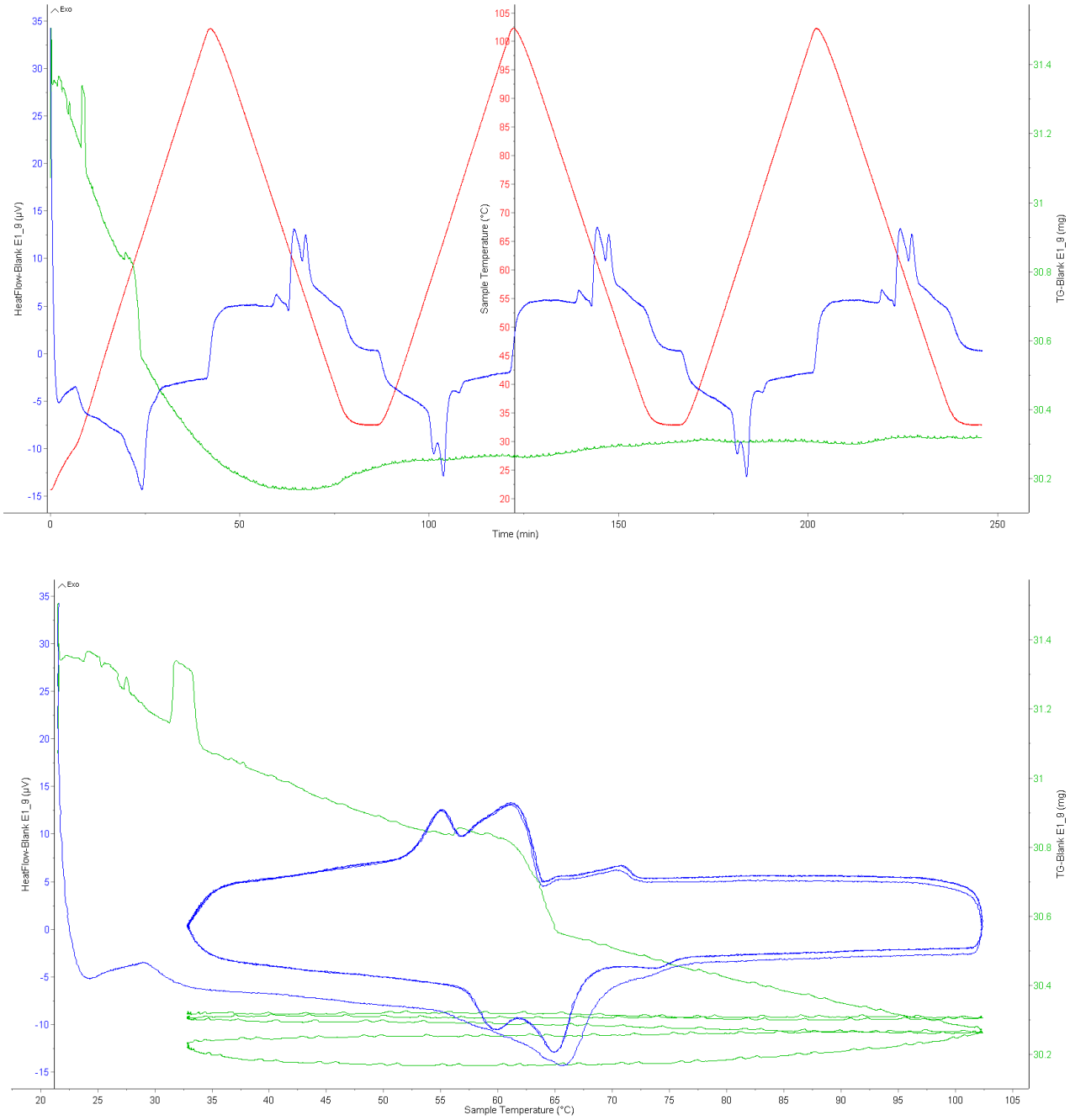
PCM	Aluminio	Espesante
0	+1	-1



Gráfica A4-8 Análisis TG probeta E1_8

- Probeta E1_9

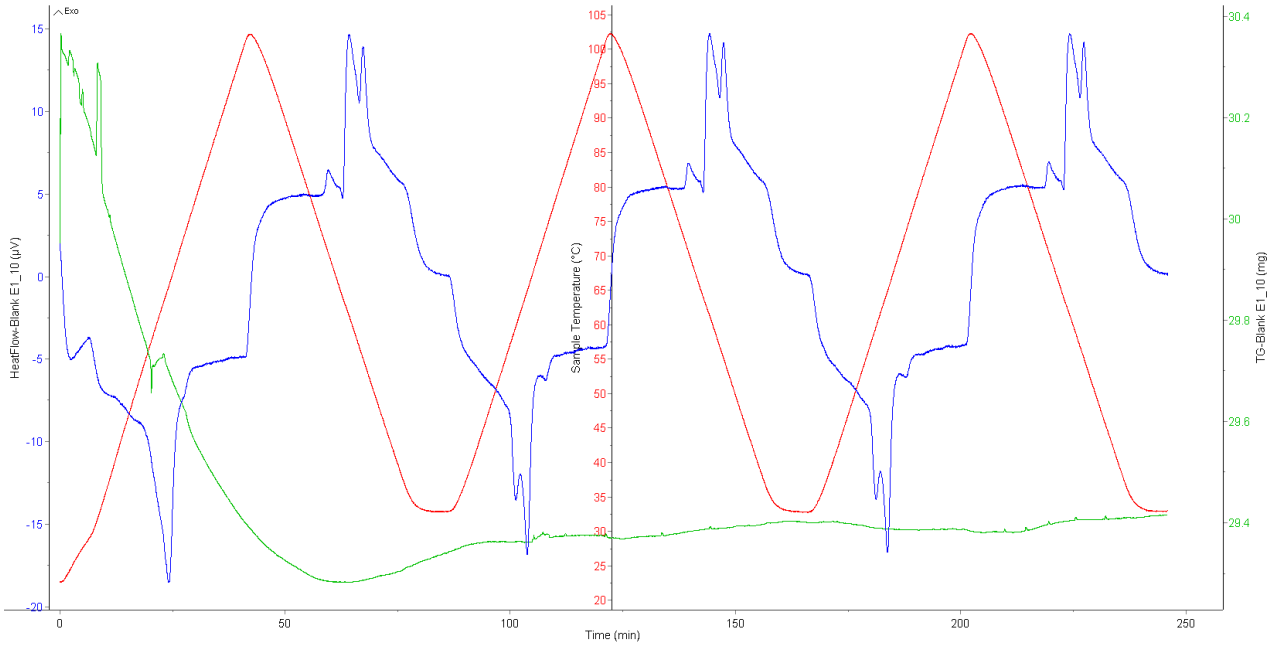
PCM	Aluminio	Espesante
0	0	0

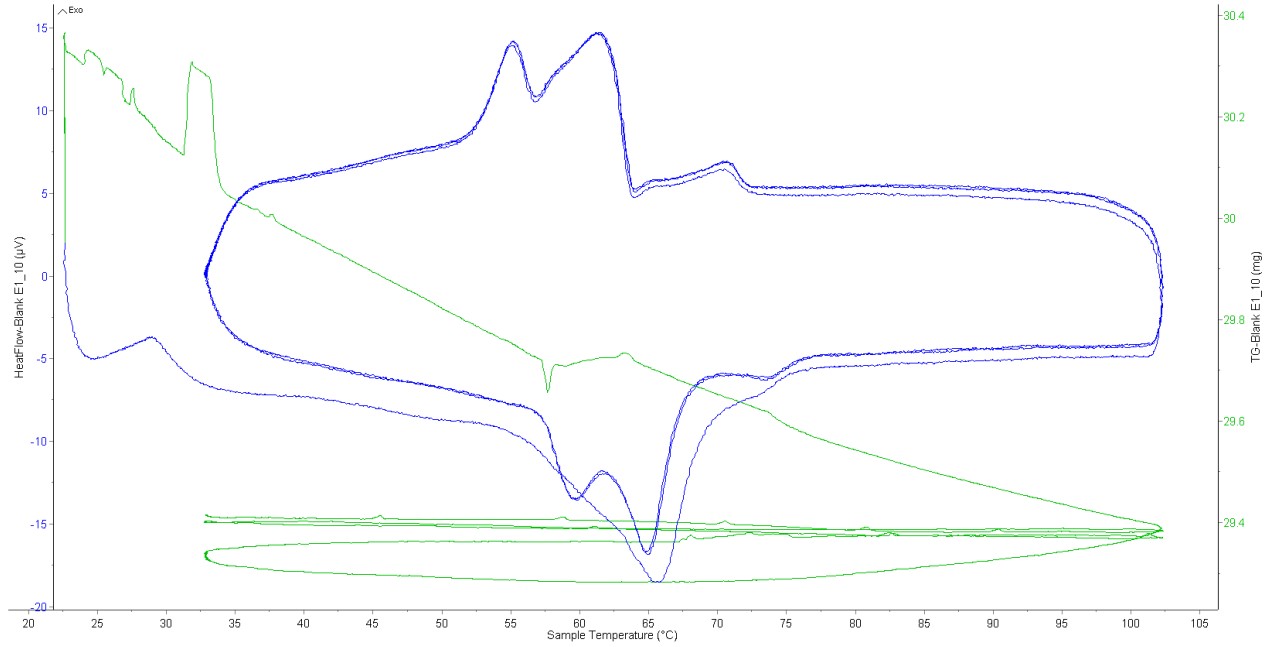


Gráfica A4-9 Análisis TG probeta E1_9

- Probeta E1_10

PCM	Aluminio	Espesante
0	-1	+1

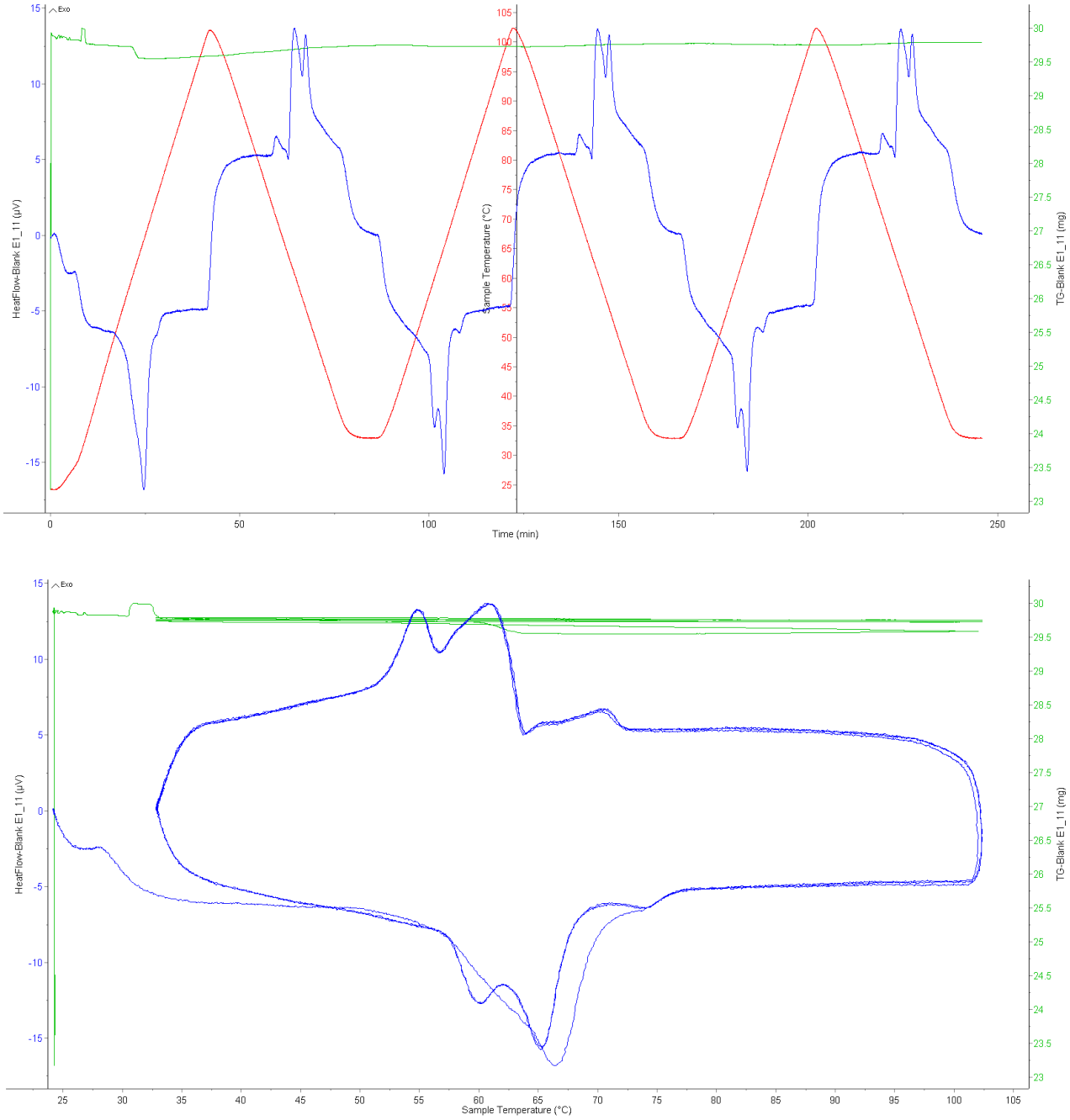




Gráfica A4-10 Análisis TG probeta E1_10

- Probeta E1_11

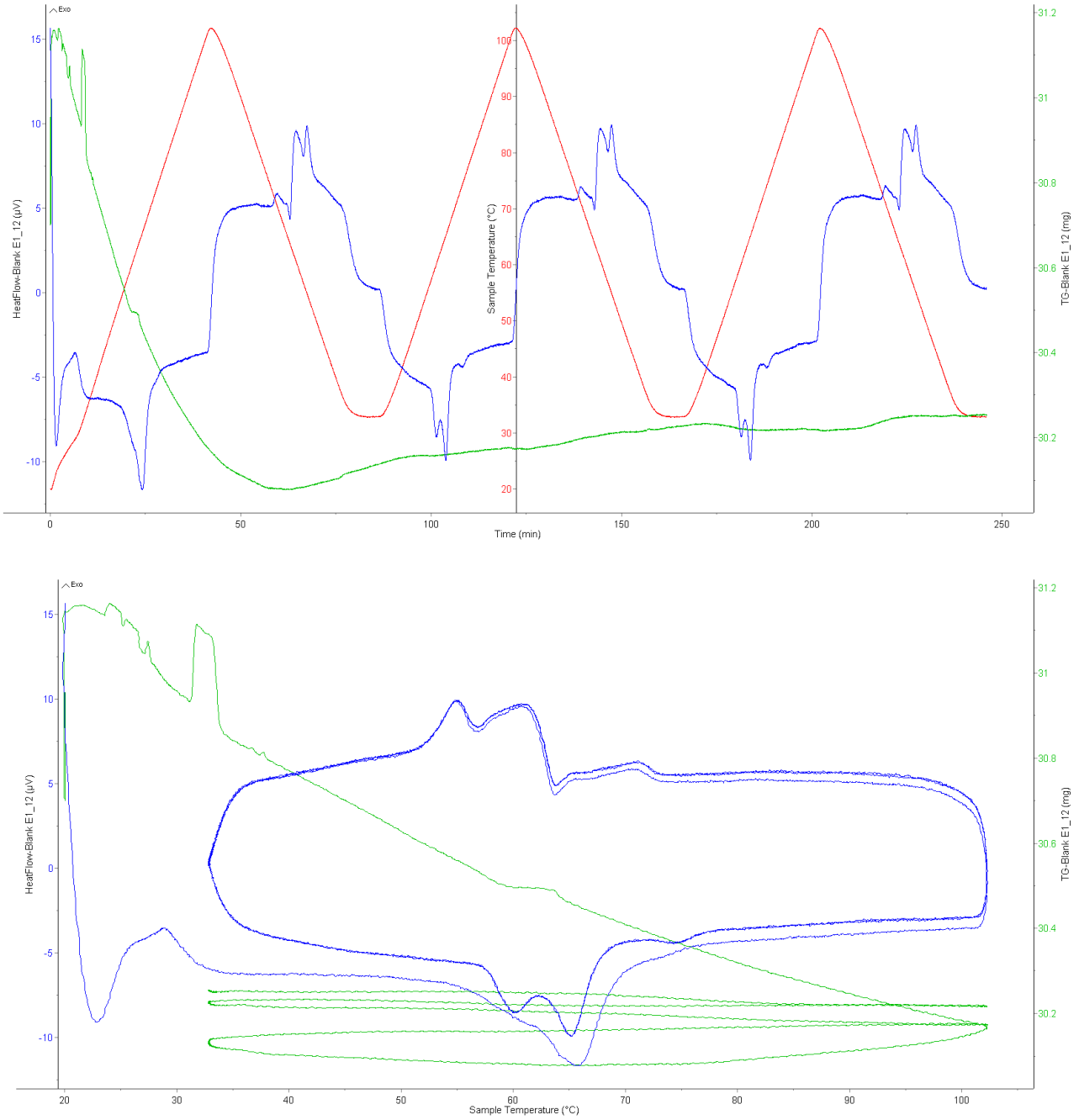
PCM	Aluminio	Espesante
0	0	0



Gráfica A4-11 Análisis TG probeta E1_11

- Probeta E1_12

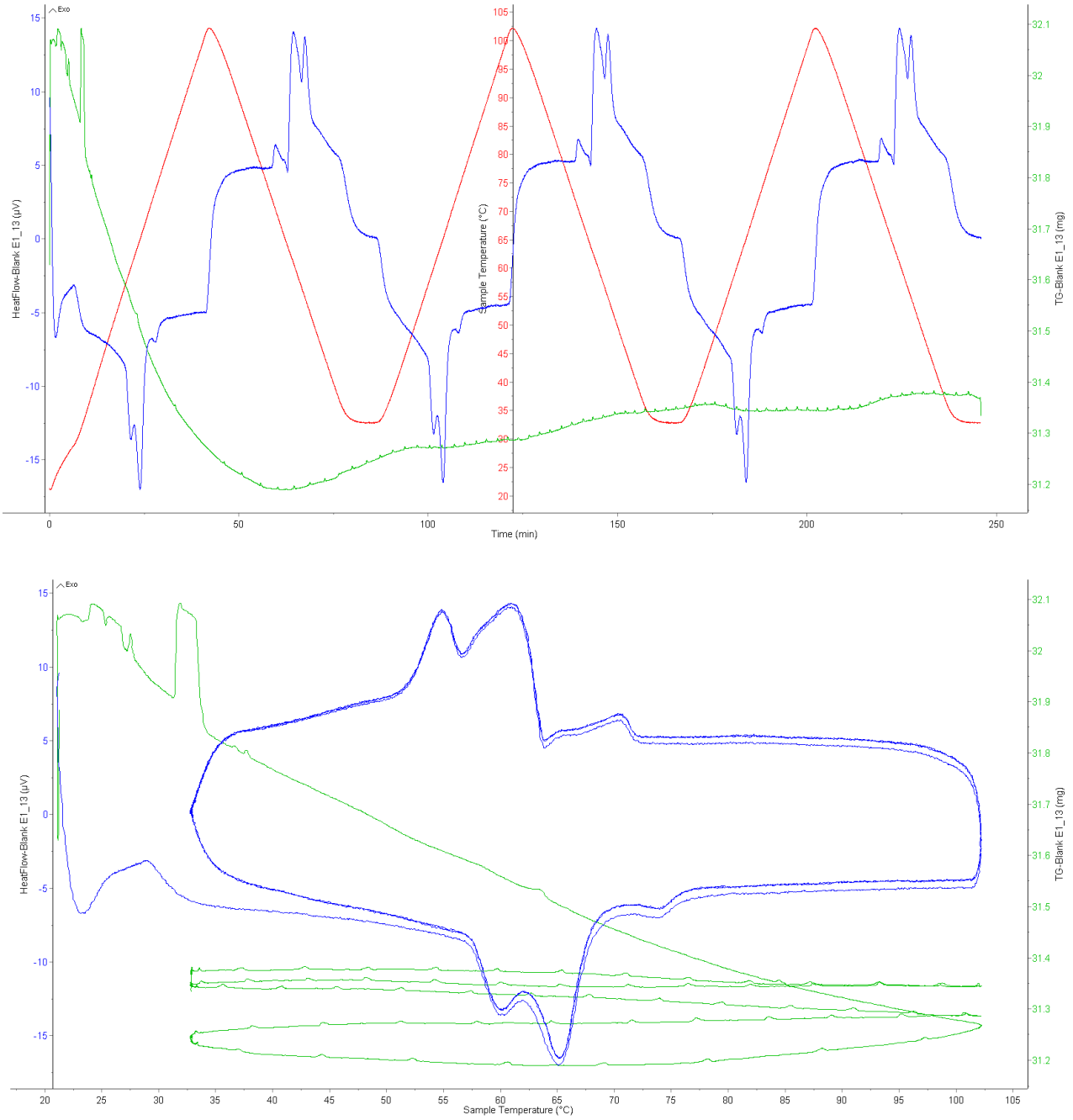
PCM	Aluminio	Espesante
-1	0	+1



Gráfica A4-12 Análisis TG probeta E1_12

- Probeta E1_13

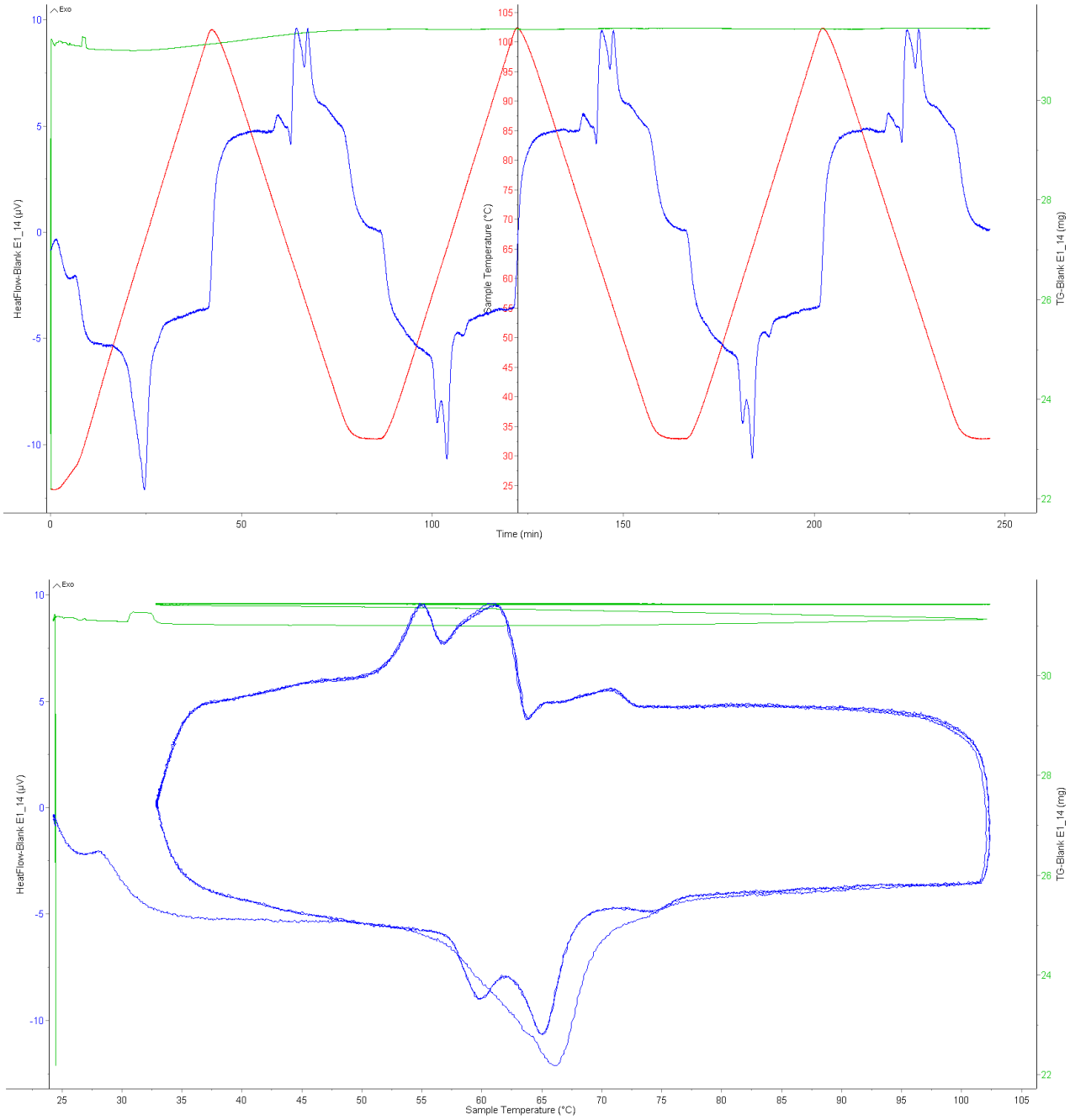
PCM	Aluminio	Espesante
0	0	0



Gráfica A4-13 Análisis TG probeta E1_13

- Probeta E1_14

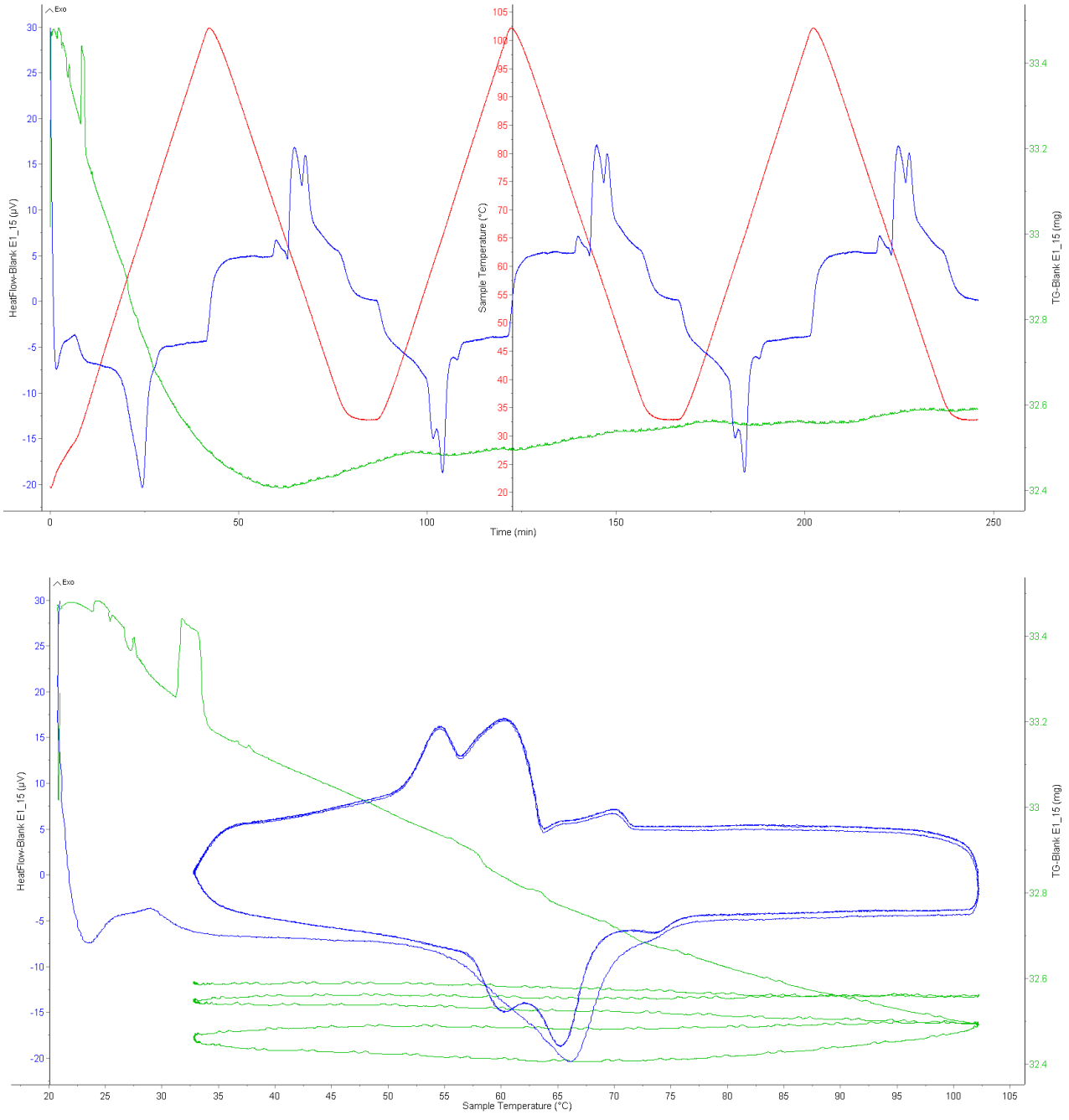
PCM	Aluminio	Espesante
-1	+1	0



Gráfica A4-14 Análisis TG probeta E1_14

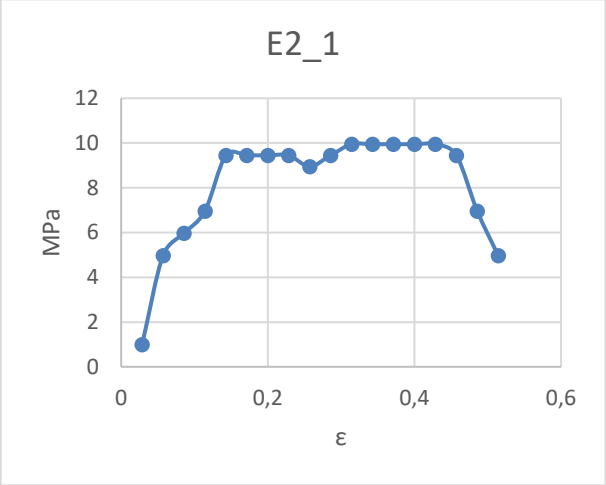
- Probeta E1_15

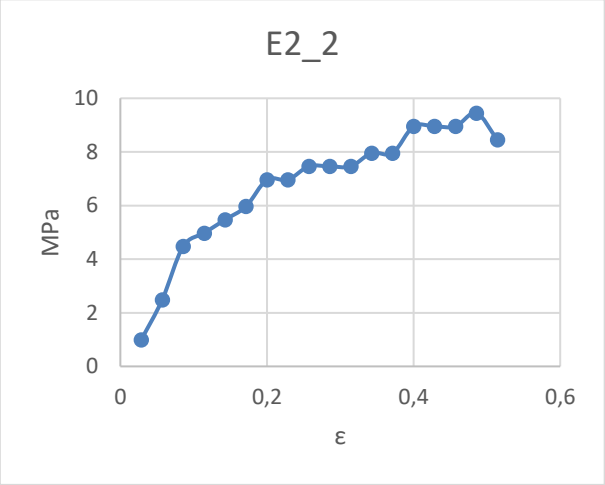
PCM	Aluminio	Espesante
+1	0	+1

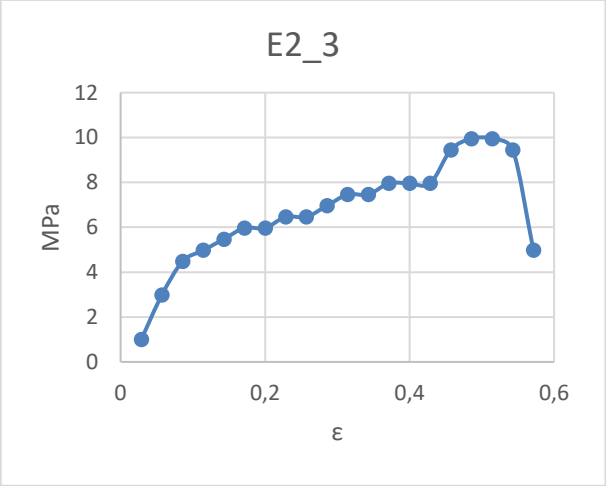


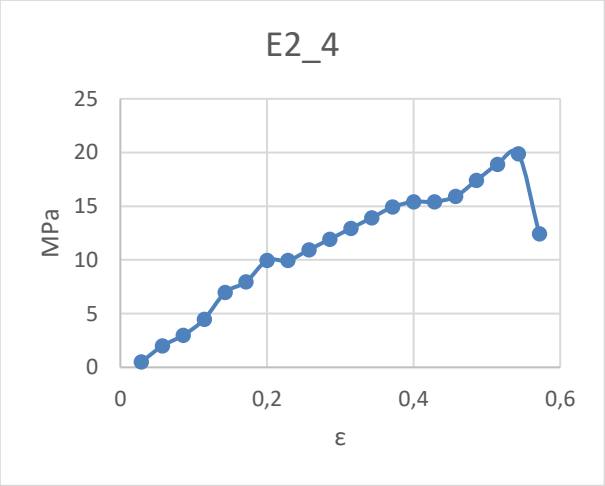
Gráfica A4-15 Análisis TG probeta E1_15

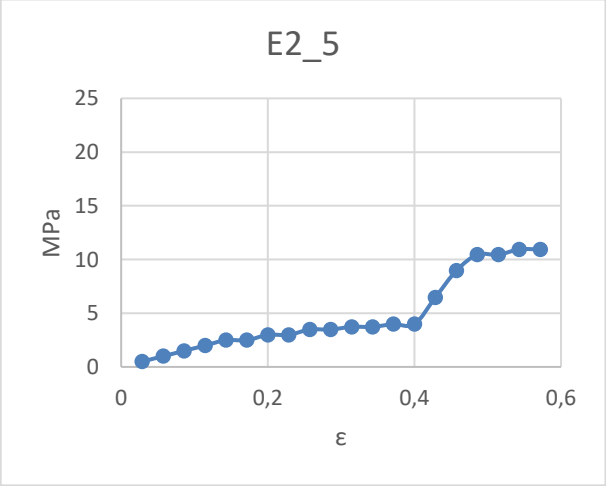
ANEXO V: GRÁFICAS TENSIÓN-DEFORMACIÓN

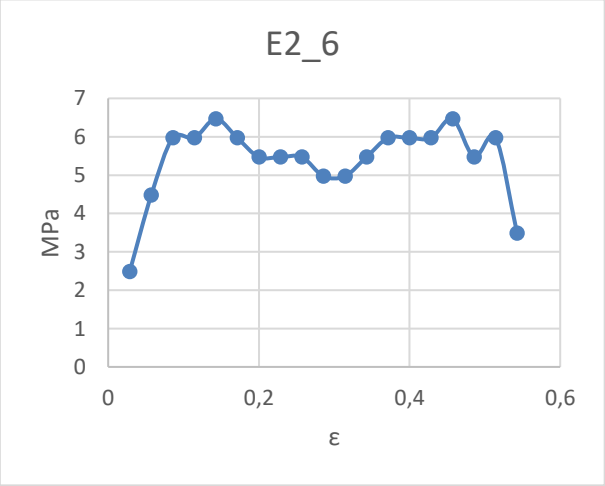


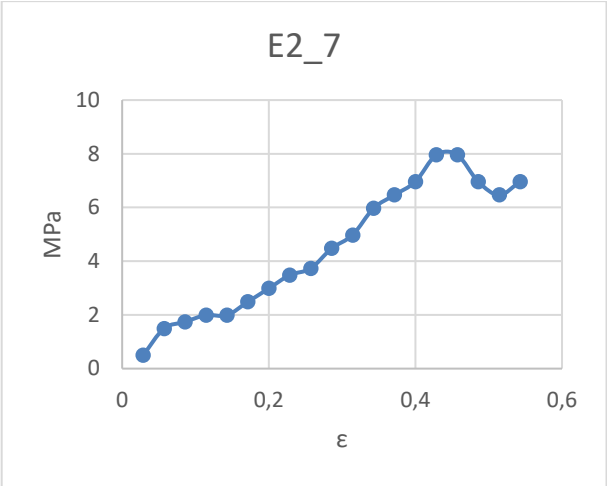


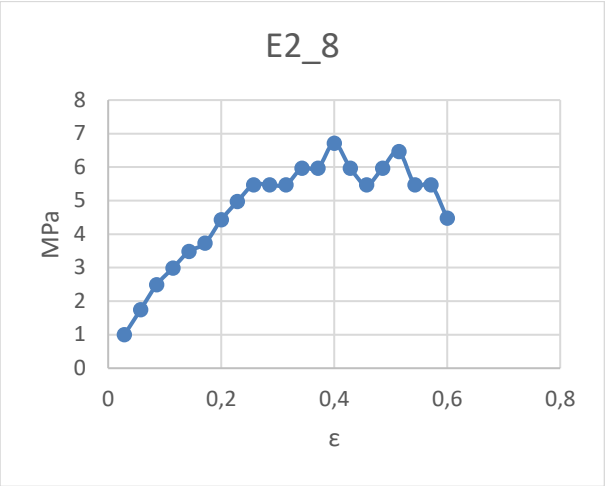


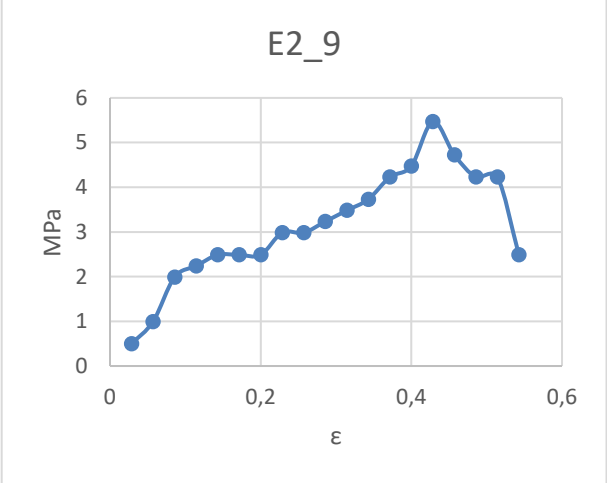


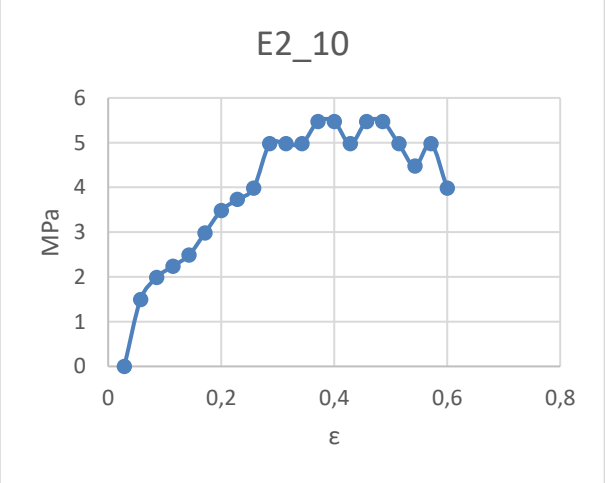


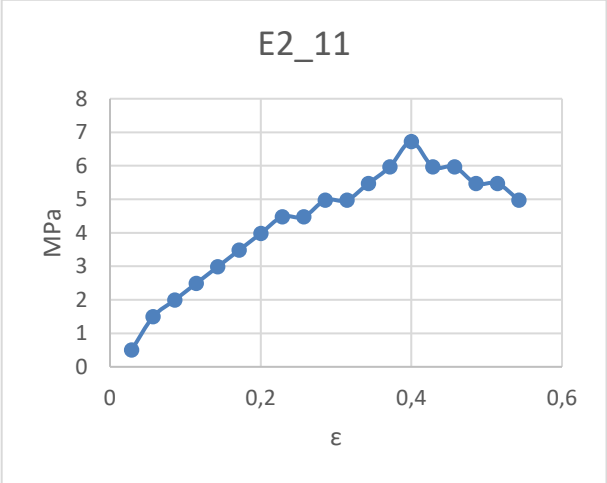


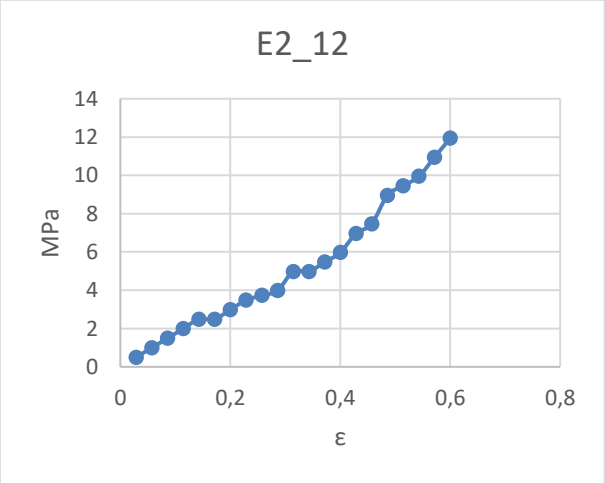

E2_7
MPa
ε
0
2
4
6
8
10
0
0,2
0,4
0,6

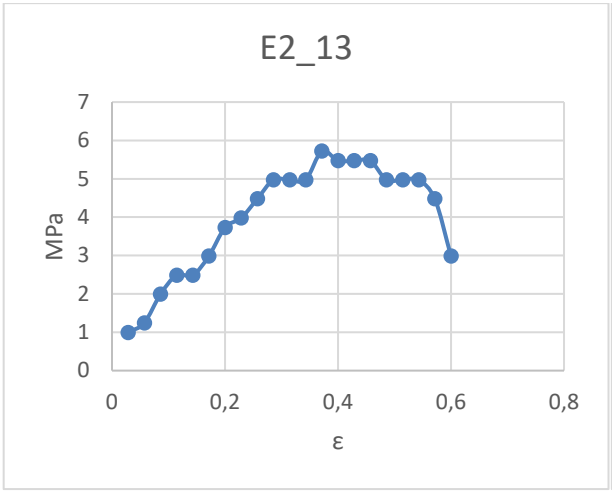

E2_8
MPa
ε
0
1
2
3
4
5
6
7
8
0
0,2
0,4
0,6
0,8

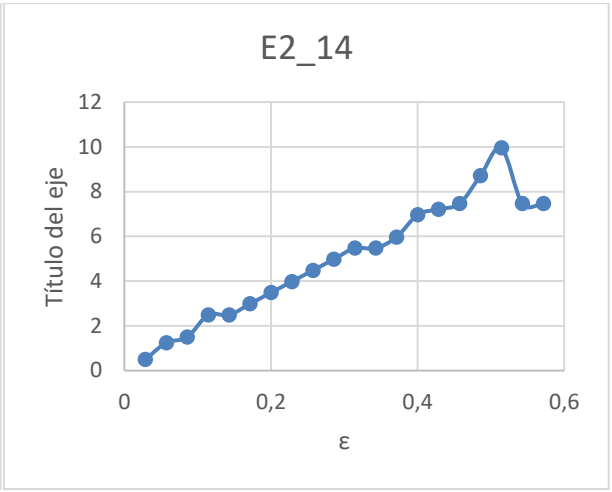

E2_9
MPa
ε
0
1
2
3
4
5
6
0
0,2
0,4
0,6

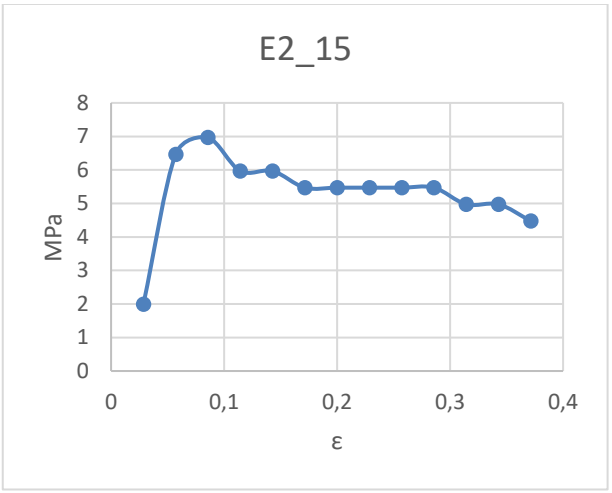

E2_10
MPa
ε
0
1
2
3
4
5
6
0
0,2
0,4
0,6
0,8


E2_11
MPa
ε
0
1
2
3
4
5
6
7
8
0
0,2
0,4
0,6


E2_12
MPa
ε
0
2
4
6
8
10
12
14
0
0,2
0,4
0,6
0,8


E2_13
MPa
ε
0
1
2
3
4
5
6
7
0
0,2
0,4
0,6
0,8


E2_14
Título del eje
ε
0
2
4
6
8
10
12
0
0,2
0,4
0,6


E2_15
MPa
ε
0
1
2
3
4
5
6
7
8
0
0,1
0,2
0,3
0,4

ANEXO VI: FICHAS TÉCNICAS

Cera de candelilla

cerasmartí

Pol. Ind. Can Clapers
C/ Can Clapers, 29 2-B
08181 Sentmenat (BCN)

Tel.: 93 715 06 48
www.cerasmarti.com
info@cerasmarti.com

ESPECIFICACIONES

REFERENCIA PRODUCTO	CERA CANDELILLA REFINADA
NOMBRE PRODUCTO	Candelilla Refinada

CARACTERÍSTICAS	UNIDADES	LIMITES		MÉTODO
		Mín.	Máx.	
Punto de fusión.	°C	69	73	USP 741 CLASE II
Índice de acidez	mg/g KOH	12	22	USP 401
Índice de Esteres	mg/g KOH	31	43	USP 401
Índice de Saponificación	mg/g KOH	43	63	USP 401
Penetración	Dmm	0	2	ASTM D 1321
Color		Amarillo		VISUAL

Cera de Alta pureza elaborada a partir de la planta silvestre de Candelilla (Euphorbia Cerifera). Su composición química se caracteriza por un alto contenido de hidrocarburos (alrededor del 50%) y una cantidad relativamente baja de ésteres volátiles. Su contenido de resina puede llegar hasta un 9% en peso, lo cual contribuye a sus propiedades adhesivas. La Cera de Candelilla además posee propiedades protectoras, plastificantes, alta estabilidad química, punto de fusión elevado, impermeabilidad, propiedades dieléctricas y brillo.

La Cera de Candelilla es una cera sometida a un proceso de filtrado y blanqueo, la cual se diferencia de las demás por presentar un color amarillo claro y una presentación en escamas. Al igual que la cera de carnauba es altamente reconocida por su alta dureza con resistencia al desgaste pero a diferencia de ésta presenta un mejor desempeño en cuanto a la impartición de barrera contra la humedad, eso es debido al alto contenido de hidrocarburos que contiene.

Tiene una composición basada principalmente en: Hidrocarburos (50-57%), Ésteres (28-29%), Alcoholes, estroles y resinas (12-14%) y Ácidos libres (7-9%). La Cera de Candelilla, es reconocida por la Administración de Alimentos y Drogas de Estados Unidos (FDA), como sustancia natural segura – GRAS, Generally Recognized As Safe- para su aplicación en la industria alimenticia, gracias a su procedencia vegetal y a las propiedades únicas de protección y consistencia que imparte.

Ceras Industriales Martí, S.L.U. Inscrita en el R.M de Barcelona. F40 – T24572 – B70649 I. 1ª 10/11/92. NIF: B-60169224

cerasmartí
Pol. Ind. Can Clapers
C/ Can Clapers, 29 2-B
08181 Sentmenat (BCN)
Tel.: 93 715 06 48
www.cerasmarti.com
info@cerasmarti.com

Aplicaciones principales: Cosmética, Alimentación, Industria Farmacéutica, Pieles y Tintas.

La cera de Candelilla es compatible con una extensa gama de ceras, puede ser mezclada con: Todas las ceras vegetales y animales. Ceras minerales como la montana, las parafinas y microcristalinas. Ácidos grasos y ceras hidrogenadas. Ceras sintéticas como polietilénicas oxidadas, polipropilénicas, ésteres. Homopolímeros como polietilenos de baja densidad. Copolímeros como etileno-vinilacetatos (EVA). Resinas naturales como breas y goma laca.

CERTIFICACIONES:

FDA aprobada en CFR 21 175.105; 175.320; 176.180; 184;1976

Cumple con el Food Chemicals Codex, 5th Edition (FCC).

Cumple con el Japan's Specifications and Standards for Additives (E-902), JSFA 7th Edición.

Página: 1 de 1	**Fecha de Revisión:** 2016	**Versión:** 002

Ceras Industriales Martí, S.L.U. Inscrita en el R.M de Barcelona. F40 – T24572 – B70649 I. 1ª 10/11/92. NIF: B-60169224

Rubitherm RT35HC

Data sheet

RUBITHERM

RT35

RUBITHERM® RT is a pure PCM, this heat storage material utilising the processes of phase change between solid and liquid (melting and congealing) to store and release large quantities of thermal energy at nearly constant temperature.
The RUBITHERM® phase change materials (PCM's) provide a very effective means for storing heat and cold, even when limited volumes and low differences in operating temperature are applicable.

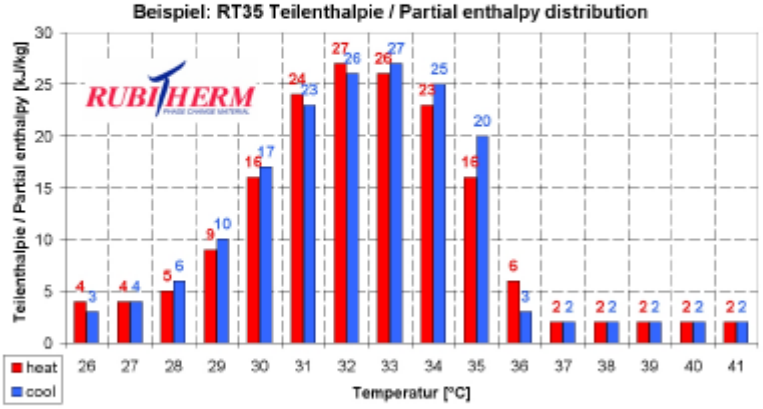
We look forward to discussing your particular questions, needs and interests with you.

Properties for RT-line:
- high thermal energy storage capacity
- heat storage and release take place at relatively constant temperatures
- no supercooling effect, chemically inert
- long life product, with stable performance through the phase change cycles
- melting temperature range between -9 °C and 100 °C available

The most important data:

	Typical Values	
Melting area	29-36 main peak: 33	[°C]
Congealing area	36-31 main peak: 35	[°C]
Heat storage capacity ± 7,5% Combination of latent and sensible heat in a temperatur range of 26°C to 41°C.	160 45	[kJ/kg]* [Wh/kg]*
Specific heat capacity	2	[kJ/kg·K]
Density solid at 15 °C	0,86	[kg/l]
Density liquid at 45 °C	0,77	[kg/l]
Heat conductivity (both phases)	0,2	[W/(m·K)]
Volume expansion	12,5	[%]
Flash point	167	[°C]
Max. operation temperature	65	[°C]

Beispiel: RT35 Teilenthalpie / Partial enthalpy distribution



*Measured with 3-layer-calorimeter.

Rubitherm Technologies GmbH
Imhoffweg 6
D-12307 Berlin
Tel: +49 (30) 7109622-0
Fax: +49 (30) 7109622-22
E-Mail: info@rubitherm.com
Internet: www.rubitherm.com

The product information given is a non-binding planning aid, subject to technical changes without notice. Version:
06.08.2018

Resoltech 1070 ECO

resoltech
ADVANCED TECHNOLOGY RESINS

CASTRO COMPOSITES

RESINAS CASTRO S.L.
Pol. Ind. A Granxa, 3ª Paralela, C/Cies 190.
36400 O Porriño -Pontevedra - España
Tlf.: 986 342 953 / 986 342 520
info@castrocomposites.com
www.castrocomposites.com

RESOLTECH 1070 ECO

Sistema Epoxi Transparente para laminación Manual con contenido Bio

- Resina epoxi con 37% de contenido Bio
- Curado y desmolde a temperature ambiente
- Tg hasta 73°C
- Excelentes propiedades de impregnación sobre todo tipo de fibra de refuerzo
- Ideal para la fabricación de laminados estructurales y topcoats

RESOLTECH 1070 ECO es un sistema epoxi transparente como el cristal que ha sido formulado para la fabricación de laminados transparentes y para obtener acabados transparentes de alto brillo con buena resistencia a la radicación ultravioleta (UV) y altas propiedades mecánicas.

El sistema 1070 ECO es una formulación de última generación con dos components fundamentales: una resina epoxi con un máximo contenido Bio que incorpora un diluyente reactivo procedente de una planta, sin comprometer las propiedades mecánicas estructurales del Sistema.

Los laminados resultantes son absolutamente transparentes con fibra de carbon e incluso transparentes si son realizados con tejidos especiales de tipo silionne E– con tratamiento de tipo TF970 o similar.

La viscosidad está ajustada para su uso con espátula, brocha o rodillo, y permite obtener superficies libres de burbujas gracias a sus propiedades de tensión superficial. El sistema epoxi 1070 ECO ha sido virtualmente formulado para no dejar ninguna amina libre sobre el laminado. Esto incluso permite el uso de cualquier topcoat de acabado de poliéster para un rápido lijado de la parte exterior del laminado sin que el poliéster sea inhibido por la epoxi.

Resina 1070 ECO

Endurecedor 1074 ECO

Technical Datasheet– 10/04/2015

RELACIÓN DE MEZCLA

	EN PESO
Resina 1070 ECO	100
Endurecedor 1074 ECO	35

Advertencia: La relación de mezcla debe ser respetada con total precisión. No se puede cambiar la relación de mezcla, ya que ello resulta en una pérdida de propiedades mecánicas. La mezcla debe ser realizada y agitada de forma completa para que resulte homogénea. Es muy importante señalar que los sistemas epoxi tienden a calentarse más en recipientes cilíndricos que en bandejas planas. Es preferible mezclar únicamente la cantidad necesaria y usarla dentro del tiempo de disponible. Mantener la mezcla en recipientes planos abiertos reducirá el riesgo de exotermia.

APLICACIÓN

El sistema epoxi Resoltech 1070 ECO puede ser aplicado mediante espátula, brocha o rodillo. En caso de laminar sobre una superficie curada sin tejido pelable, se necesita realizar un lijado, limpiar y desengrasar el soporte antes de realizar el laminado.
Se recomienda que la temperatura del taller de trabajo esté entre 18-25°C para facilitar la mezcla y la impregnación de las fibras de refuerzo. Una menor temperatura incrementará la viscosidad de la mezcla así como su pot life. Por el contrario, una mayor temperatura reducirá la viscosidad y el tiempo de gel de la mezcla.

CARACTERÍSTICAS FÍSICAS

Aspecto visual

1070 ECO: líquido púrpura
1074 ECO : líquido transparente
Aspecto de la mezcla: líquido ligéramente púrpura

Densidades	1070 ECO	1074 ECO
Densidad @ 23°C (g/cm^3)	1.18	0.96
Densidad de la mezcla @ 23°C		1.22

(ISO 1675, values with ± 0.05 tolerance)

Viscosidad

	1070 ECO	1074 ECO
Viscosidad @ 23°C (mPa.s)	1750	50
Viscosidad de la mezcla @ 23°C (mPa.s)		700

(ISO 12058.2, values with ± 15% tolerance)

Resina 1070 ECO

Endurecedor 1074 ECO

Technical Datasheet– 10/04/2015

REACTIVIDADES

	Tiempo de gel para 70mL @ 23°C (mezcla de 4 cm de	Tiempo de pico exotérmico para 70mL @ 23°C	Temperatura de pico exotérmico para 70mL @ 23°C	Tiempo de gel para película de 2mm de espesor @ 23°C
1070 ECO / 1074 ECO	28 min	31 min	185ºC	2h50 min

Medidas de reactividad en el Trombotech®

CURADO & POST CURADO

Tg obtenida con los siguientes endurecedores y ciclos de curado:

	14 días @ 23°C		16h @ 60°C	
Sistemas	T_g	Dureza Shore D	T_g	Dureza Shore D
1070 ECO / 1074 ECO	49°C	86	73,7°C	88

T_g medida en el Kinetech (TMA)
Dureza: ISO 868

PROPIEDADES MECÁNICAS

	Flexión según norma ISO 178					
	Modulo (GPa)		Máxima fuerza (MPa)		Elongación a rotura (%)	
	Ciclos de curado					
	14 días @23°C	16h @ 60°C	14 días @23°C	16h @ 60°C	14 días @23°C	16h @ 60°C
1070 ECO /	3.55	3.24	89,8	110.6	2.7	5,3

Resina 1070 ECO

Endurecedor 1074 ECO

Technical Datasheet– 10/04/2015

PROPIEDADES MECÁNICAS (continuación)

Absoción de agua (ISO 62) : 0,36%

FORMATOS DE SUMINISTRO

- 1,35 kg kit (1 kg + 0.35 kg)
- 6,75 kg kit (5 kg + 1.75 kg)
- 37,8 kg kit (28 kg + 9.8 kg)
- 270 kg kit (200 kg + 3 x 23.33 kg)
- 1350 kg kit (1 IBC + 2 x BIDONES DE 175kg)

TRANSPORTE & ALMACENAMIENTO

La caducidad es de al menos un año si los productos se mantienen cerrados en su envase original. Mantener los envases cerrados y lejos de fuentes de calor o de la acción directa del sol preferiblemente entre 10°C y 30°C y siempre en un almacén bien ventilado.

SEGURIDAD & HIGIENE

Se debe evitar el contacto con la piel llevando guantes de nitrilo y trajes de trabajo impermeables a las resinas.

Se debe llevar gafas protectoras para evitar el contacto de resinas, endurecedores, disolventes o simplemente polvo en los ojos. Si esto ocurre, enjuáguese inmediatamente los ojos con agua durante 15 minutos, manteniendo los párpados abiertos y posteriormente acuda al médico. Asegúrese de que las áreas de trabajo están bien ventiladas. Se recomienda el uso de protección respiratoria con filtros ABEKP.

Resoltech y por supuesto Castro Composites como su distribuidor, ponen a su disposición las Hojas de Seguridad de todos nuestros productos considerados peligrosos. Por favor, asegúrese de que dispone de la Hoja de Seguridad (MSDS) antes de

CASTRO COMPOSITES

Nota Los datos proporcionados en este documento son el resultado de los ensayos realizados por Resoltech y se considera que son totalmente precisos. No aceptamos ninguna responsabilidad por la mala utilización de estos productos Y en todo caso, nuestra garantía estaría sujeta únicamente al valor de los productos que suministramos como distribuidores de Resoltech.

resoltech ADVANCED TECHNOLOGY RESINS

RESOLTECH RESOLVING YOUR ENGINERING CHALLENGES

RESINAS CASTRO S.L.
Pol. Ind. A Granxa, 3ª Paralela, C/Cíes 190.
36400 O Porriño -Pontevedra - España
Tlf.: 986 342 953 / 986 342 520
info@castrocomposites.com
www.castrocomposites.com

Resoltech 1600

rēsoltech
ADVANCED TECHNOLOGY RESINS

RESOLTECH 1600

Endurecedor 1606 Sistema de resina epoxi flexible

DESCRIPCIÓN

RESOLTECH 1600 es un sistema epoxi para la fabricación de laminados flexibles a temperatura ambiente, que presentan alta resistencia a impacto.
El sistema 1600/1606 es un novedoso avance en el campo de las resinas epoxi flexibles sin plastificantes, conservando todas las ventajas de las resinas epoxi: alta adherencia, alta tenacidad, pero sin los problemas de envejecimiento derivados de los antiguos flexibilizantes que existían en el mercado. Nuestro último sistema de altas prestaciones es un sistema para laminación que cura a temperatura ambiente. Se ha formulado para la fabricación de laminados que precisan alta flexibilidad y buena resistencia química.

Sus principales características son:

- Alta flexibilidad
- Buena resiliencia
- Excelente adherencia sobre todos los substratos
- Muy buena resistencia a detergentes, disolventes, derivados de aceites, soluciones alcalinas y ácidos diluidos

Hasta el momento, las aplicaciones en las que ha sido empleado este sistema son:

- Tubos de carbono flexibles
- Contramoldes de RTM ligero flexibles, para lo cual se mezcla con el sistema epoxi Resoltech 1050 en distintas proporciones.
- Decoración y tapizados
- Piezas de coches de rallies (defensas y cubre cárteres)
- Embebido de sensores
- Membranas reforzadas con fibra

La mezcla de los dos componentes debe ser en las proporciones indicadas en esta ficha técnica.

Una vez realizada esta premezcla, y cuando parezca que la mezcla se ha completado perfectamente, se recomienda volcarla en otro envase limpio y seco, donde se volverá a remover para asegurar una completa homogeneización de los dos componentes. Será desde éste último envase, desde el que se realizará el trabajo. Es muy importante atender a esta recomendación para evitar fracasos en el endurecimiento final de la resina epoxi.

CASTRO COMPOSITES

RESINAS CASTRO S. L.
Pol. Ind. A Granxa, 3ª Paralela, C/ Cíes 190
36400 O Porriño - Pontevedra - España
Tlf.: 986 342 953 / Fax: 986 342 520
info@castrocomposites.com
www.castrocomposites.com

Resolcoat 1600/1606

RELACIÓN DE MEZCLA

La relación de mezcla en peso es de 100 g de Resina Resoltech 1600 con 126 g de endurecedor 1606:

La relación de mezcla debe seguirse de forma rigurosa. No es posible modificar la relación de mezcla, pues ello traería como resultado piezas con peores propiedades mecánicas. La mezcla debe ser íntimamente agitada para asegurar una mezcla homogénea. Es muy importante tener en cuenta que los sistemas epoxi tienden a calentarse mucho más rápido en un envase que en una película fina. Es por tanto necesario mezclar únicamente la cantidad que vayamos a usar teniendo en cuenta el tiempo de gel. Mantener la mezcla en envases planos (bandejas) reduce el riesgo de reacción exotérmica.

APLICACIONES

Los procedimientos típicos de las resinas epoxi son aplicables a la **RESOLTECH 1600/1606.**
La mezcla de ambos productos no debe realizarse jamás por debajo de de 5 ºC, y la recomendación para obtener aplicaciones de calidad es hacerlo siempre por encima de 18 ºC.
Se recomienda realizar siempre una prueba antes de industrializar cualquier proceso.
En el caso de realizar una colada con esta resina, es preciso realizar un lijado, limpieza y desengrase del soporte, si la resina debe quedar pegada al mismo.

PROPIEDADES FÍSICAS

Resina 1600

Tipo	Resina epoxi modificada
Aspecto	Transparente a ligeramente
Viscosidad	406 mPa.s
Densidad	1,08 g/cm^3

Endurecedor 1606

Tipo	Aminas alifáticas modificadas
Aspecto	Líquido amarillento
Viscosidad	1.400 mPa.s
Densidad	1,02 g/cm^3

CASTRO COMPOSITES

Resolcoat 1600/1606

RESINAS CASTRO S. L.
Pol. Ind. A Granxa, 3ª Paralela, C/ Cíes 190
36400 O Porriño - Pontevedra - España
Tlf.: 986 342 953 / Fax: 986 342 520
info@castrocomposites.com
www.castrocomposites.com

Mezcla de resina y endurecedor

Tiempo de gel para 70 g a 25 ºC	60 minutos
Tiempo de gel para película húmeda de 3 mm a 25 ºC	3 horas
Aspecto	Líquido transparente ligeramente
Viscosidad	878 mPa.s
Densidad	1,05 g/cm^3

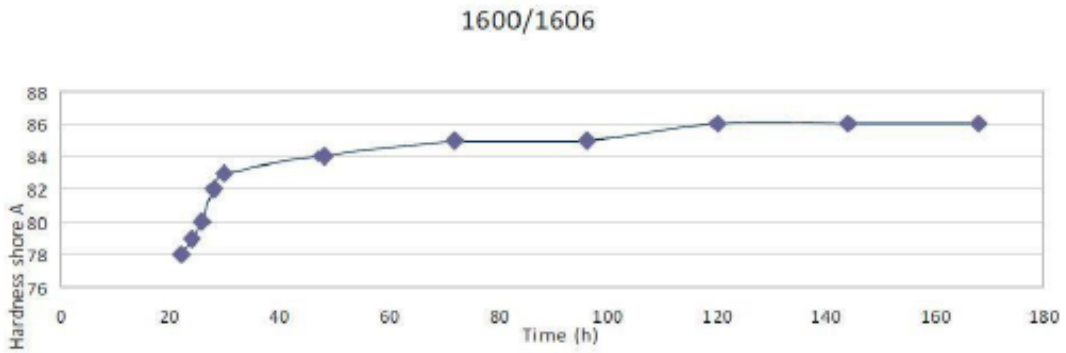
PROPIEDADES MECÁNICAS Y TÉRMICAS

Módulo de tracción: 160 MPa
Elongación a a rotura: 55% +/-3% después de 24 hors (ASTM D638M-96)
Máxima resistencia: 9 MPa
Dureza A / D (25 ºC-7j): 60D / 86A (ASTM D2240)

Tg: menor de 0 ºC
La temperatuta de transición vítrea de este sistema es inferior a 0 ºC debido a que se trata de una epoxi elastomérica. El sistema Resoltech 1600/1606 permanecerá flexible en condiciones de temperatura negativa.
Dado que se trata de un sistema muy nuevo, la máxima Tg de servicio todavía ha de

definirse. En la siguiente gráfica se muestra la evolución de la dureza Shore A durante 7

días:



RESINAS CASTRO S. L.
Pol. Ind. A Granxa, 3ª Paralela, C/ Cíes 190
36400 O Porriño - Pontevedra - España
Tlf.: 986 342 953 / Fax: 986 342 520
info@castrocomposites.com
www.castrocomposites.com

Resolcoat 1600/1606

PROPIEDADES DE RESISTENCIA QUIMICA

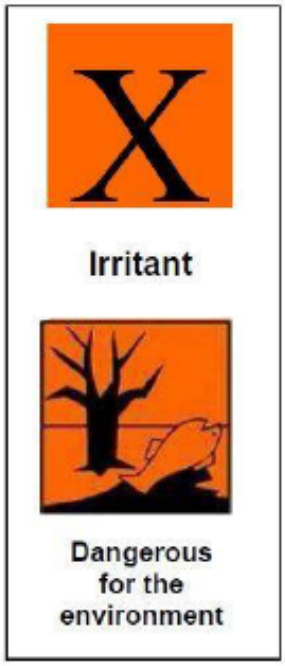
Este sistema es resistente el contacto directo con:

- Aceites orgánicos, animales, vegetales y minerales.
- Detergentes productos de limpieza.
- Alcoholes: bencílico, etílico, isopropílico, butílico, metílico y furfural.
- Disolventes y combustibles: acetona, metiletilcetona, xileno, tricloroetileno, gasolina sin plomo, diésel y queroseno.
- Disoluciones salinas y alcalinas.
- Ácidos diluidos.

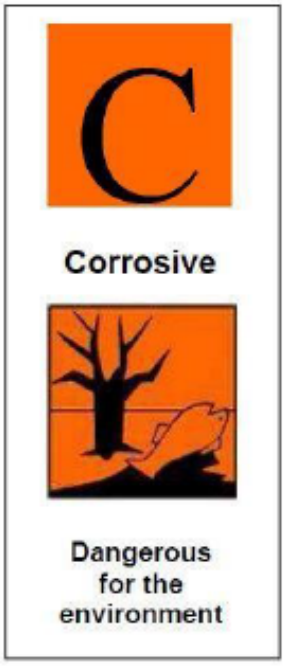
En el caso de que estos productos químicos no se encuentren a temperatura ambiente, rogamos consulten la viabilidad de la aplicación a nuestro departamento técnico.

ETIQUETADO

1600



1606



RESINAS CASTRO S. L.
Pol. Ind. A Granxa, 3ª Paralela, C/ Cíes 190
36400 O Porriño - Pontevedra - España
Tlf.: 986 342 953 / Fax: 986 342 520
info@castrocomposites.com
www.castrocomposites.com

Resolcoat 1600/1606

PRESENTACION

RESOLTECH 1600/1606 se suministra de la siguiente forma:

Envases de 1 kg + 1,26 kg
Envases de 4 kg + 5 kg
Envases de 20 kg + 25 kg
Bidones metálicos de 152 kg + 190 kg

El plazo de caducidad de este sistema es de un año en envases herméticamente cerrados y alejados del calor o el frío.

SEGURIDAD & HIGIENE

La zona de trabajo debe estar limpia y con ventilación. Debe evitarse todo contacto con piel y ojos de la resina y del endurecedor. Emplear mascarillas si se produce polvo al lijar o cortar. En caso de contacto con los ojos, lavar con abundante agua y acudir al médico con urgencia.

Por favor, atienda las recomendaciones de las correspondientes hojas de seguridad.
El producto debe ser almacenado al cobijo de la luz directa del sol y preferiblemente en condiciones de entre 10 y un máximo de 30 ºC.

La información contenida en este documento es el resultado de nuestras pruebas y es considerada como fiable y exacta. No aceptamos ninguna responsabilidad sobre el mal uso de estos productos y ella se limita estrictamente al valor del producto que proveemos.

RESINAS CASTRO S. L.
Pol. Ind. A Granxa, 3ª Paralela, C/ Cíes 190
36400 O Porriño - Pontevedra - España
Tlf.: 986 342 953 / Fax: 986 342 520
info@castrocomposites.com
www.castrocomposites.com

CASTRO COMPOSITES

Resolcoat 1600/1606