

CARRERA DEL INVESTIGADOR CIENTÍFICO Y TECNOLÓGICO

Informe Científico¹

PERIODO ²: 2015

1. DATOS PERSONALES

APELLIDO: Tognana

NOMBRES: Sebastián Alberto

Dirección Particular: Calle: Nº:

Localidad: Tandil CP: 7000 Tel:

Dirección electrónica:: stognana@exa.unicen.edu.ar

2. TEMA DE INVESTIGACION

Materiales multicomponentes de matriz epoxi

3. DATOS RELATIVOS A INGRESO Y PROMOCIONES EN LA CARRERA

INGRESO: Categoría: Asistente Fecha: 1/7/2010

ACTUAL: Categoría: Asistente desde fecha: 1/7/2010

4. INSTITUCION DONDE DESARROLLA LA TAREA

Universidad y/o Centro: IFIMAT-Universidad Nacional del Centro de la Prov. de Bs. As

Facultad: Facultad de Ciencias Exactas

Departamento:

Cátedra:

Otros:

Dirección: Calle: Pinto Nº: 399

Localidad: Tandil CP: 7000 Tel:

Cargo que ocupa: JTP ordinario extendido a Profesor Adjunto interino

5. DIRECTOR DE TRABAJOS. (En el caso que corresponda)

Apellido y Nombres: Salgueiro Walter Alberto

Dirección Particular: Calle: Nº:

Localidad: Tandil CP: 7000 Tel:

Dirección electrónica: wsalgue@exa.unicen.edu.ar

.....
Firma del Director (si corresponde)

.....
Firma del Investigador

¹ Art. 11; Inc. "e"; Ley 9688 (Carrera del Investigador Científico y Tecnológico).

² El informe deberá referenciar a años calendarios completos. Ej.: en el año 2014 deberá informar sobre la actividad del período 1°-01-2012 al 31-12-2013, para las presentaciones bianuales.

6. RESUMEN DE LA LABOR QUE DESARROLLA

Descripción para el repositorio institucional. Máximo 150 palabras.

Mi tarea de investigación en el Instituto de física de materiales Tandil (IFIMAT) consiste en el estudio experimental de polímeros, compuestos de matriz polimérica y mezclas. El objetivo del estudio es la formación e interacción de diferentes fases en estos materiales, ya sea polímero-refuerzo inerte o polímero-polímero, y su influencia sobre las propiedades finales del material. Los materiales utilizados para la preparación de compuestos son epoxi con carga inerte metálica y para la preparación de mezclas se utiliza epoxi con el polímero biodegradable semicristalino poli-3-hidroxi butirato (PHB). Las técnicas de investigación son desarrolladas en el instituto o se acceden mediante colaboración: microscopía óptica, técnica de medición de constantes elásticas mediante excitación por impulso, dispersión de rayos X de bajo ángulo, calorimetría, entre las más usadas en los últimos años.

7. EXPOSICION SINTETICA DE LA LABOR DESARROLLADA EN EL PERIODO.

Debe exponerse, en no más de una página, la orientación impuesta a los trabajos, técnicas y métodos empleados, principales resultados obtenidos y dificultades encontradas en el plano científico y material. Si corresponde, explicita la importancia de sus trabajos con relación a los intereses de la Provincia.

La labor desarrollada durante el período 2015 estuvo basada en el estudio de la cristalización en un polímero biodegradable y obtenido de la biomasa poli-3-hidroxi butirato (PHB), y en mezclas basadas en este polímero. El PHB tiene una fuerte tendencia a cristalizar en estructuras esferulíticas que pueden alcanzar un gran tamaño. La velocidad con que cristaliza es dependiente de la temperatura y es relativamente alta a temperaturas cercanas a 80°C. De hecho, a esas temperaturas es difícil estudiar la cristalización debido a la rapidez con que ésta sucede. La velocidad de crecimiento de las esferulitas fue determinada mediante métodos ópticos y de su variación con la temperatura se calcularon parámetros termodinámicos. El análisis se realizó basado en la teoría de cristalización desarrollada por Lauritzen-Hoffman en la cual la energía de la superficie libre es uno de los parámetros relevantes. La energía libre fue determinada para el PHB y en mezclas de PHB con diferentes concentraciones del prepolímero epoxi DGEBA. El interés de estudiar la mezcla polímero-DGEBA es que es un punto intermedio entre una mezcla polímero-polímero y polímero-diluyente, y que además los resultados sirven como base para estudiar la formación de diferentes fases en mezclas polímero semicristalino-epoxi. Los resultados de la velocidad de crecimiento esferulítico fueron analizados en conjunto con un estudio de las dimensiones de las lamelas cristalinas que componen las esferulitas del PHB, determinadas mediante dispersión de Rayos X a bajo ángulo (SAXS) en muestras preparadas a diferentes temperaturas de cristalización. En ese estudio se determinó la variación de las dimensiones lamelares a diferentes temperaturas. Los trabajos se completaron con un análisis de la variación de la cristalinidad en función del tiempo en muestras de PHB y mezclas a distintas temperaturas de cristalización. Para este caso se utilizó calorimetría diferencial de barrido, en modo isotérmico, y se determinó el tiempo de inducción del proceso de cristalización. Los resultados mencionados anteriormente fueron plasmados en tres publicaciones, una de ellas en prensa (ver incisos 8.1 y 8.2) y en una comunicación en un congreso nacional (inciso 14 - 3). En los sistemas PHB-epoxi curados, es decir en muestras donde el DGEBA ha reticulado con un endurecedor, en este caso un endurecedor anhídrido, a temperatura, se analizaron también mediciones SAXS. El objetivo fue determinar si la separación de fases influye sobre las dimensiones lamelares. Se encontró que las dimensiones de las lamelas no se ven afectadas por el curado del epoxi. Primeros resultados se presentaron en un congreso (inciso 14 -1).

Por otro lado, se continuó el proceso de caracterización y estudio en polímeros epoxi y compuestos de matriz epoxi, estudiando las propiedades mecánicas mediante indentación instrumentada. Sobre los compuestos se determinó la variación del módulo de Young y de la

dureza en función de la cercanía a una de las partículas usadas como carga. Para este estudio fueron usadas partículas de aluminio, cobre o cuarzo de tamaños típicos de 100 micrómetros. En el caso de partículas de cobre, se varió el tipo de matriz usando un epoxi catalizado por una amina terciaria y un epoxi no catalizado, observando una clara diferencia entre los dos compuestos. Estos resultados aportan a una discusión general que se está haciendo desde hace un tiempo en el grupo de trabajo del autor, en que se señala al cobre u óxido de cobre como responsable de una catalización en el curado del epoxi. Por otro lado, se determinó el módulo de Young y la dureza en polímeros epoxy puros pero con diferente reticulado, variando las proporciones de endurecedor y variando el tiempo y la temperatura de curado. Estos resultados se presentaron en un congreso nacional (incisos 14 -4 y 14 -5). Finalmente se realizaron tareas, sobre todo de comprensión de resultados obtenidos experimentalmente mediante la técnica de Espectroscopía de Plasmas Producidos por Láser (Laser Induced Breakdown Spectroscopy – LIBS) en compuestos epoxi. Estas mediciones se realizan en colaboración con investigadores de otro instituto de nuestra facultad (ver inciso 14 -2). Con estas mediciones se pretende recabar información para poder usar esta técnica en la determinación del contenido de carga en un epoxi. Aunque resta trabajar todavía para poder usar esta técnica en forma eficiente, resulta prometedora la posibilidad de contar con una determinación de la proporción de carga en forma rápida y sencilla.

8. TRABAJOS DE INVESTIGACION REALIZADOS O PUBLICADOS EN ESTE PERIODO.

8.1 PUBLICACIONES. *Debe hacer referencia exclusivamente a aquellas publicaciones en las que haya hecho explícita mención de su calidad de Investigador de la CIC (Ver instructivo para la publicación de trabajos, comunicaciones, tesis, etc.). Toda publicación donde no figure dicha mención no debe ser adjuntada porque no será tomada en consideración. A cada publicación, asignarle un número e indicar el nombre de los autores en el mismo orden que figuran en ella, lugar donde fue publicada, volumen, página y año. A continuación, transcribir el resumen (abstract) tal como aparece en la publicación. La copia en papel de cada publicación se presentará por separado. Para cada publicación, el investigador deberá, además, aclarar el tipo o grado de participación que le cupo en el desarrollo del trabajo y, para aquellas en las que considere que ha hecho una contribución de importancia, deberá escribir una breve justificación.*

1) S. Tognana; W. Salgueiro. "Influence of the rigid amorphous fraction and segregation during crystallization in PHB/DGEBA blends". Polymer Journal. 47, 789-795 (2015). doi:10.1038/pj.2015.71. issn 0032-3896.

A SAXS study of the crystallization process in PHB and PHB/DGEBA (poly(3-hydroxybutyrate/ diglycidyl ether of bisphenol A) blends with PHB/DGEBA weight ratios of 100/0, 90/10, 70/30 and 50/50 crystallized at 60 and 100°C was performed. The measurements were performed at different stabilized temperatures between 30 and 140°C. The relaxation of the rigid amorphous fraction influences the crystallization process at crystallization temperatures higher than 70°C, and the same rigid amorphous fraction constrains the development of crystals at temperatures <70 °C. Evidence for interlamellar segregation without influence from the crystallization temperature for DGEBA contents <30% and indications of interfibrillar or interspherulitic segregation for DGEBA contents >30% were observed. The results are discussed based on the segregation of DGEBA affecting the recrystallization process of PHB. At high temperatures, the co-existence of lamellae with different dimensions was observed. The results also indicate that DGEBA reduces the possibility of secondary crystallization in the blends.

En este trabajo participé en la medición de las muestras mediante dispersión de rayos X a bajo ángulo llevadas a cabo en el LNLS Campinas Brasil, en el análisis de los resultados implementando un código para obtener la función correlación y en la discusión general del mismo.

2) Sebastián Tognana, Walter Salgueiro, Leonel Silva "A SAXS Study of PHB/DGEBA Blends Crystallized at Different Temperatures"; *Procedia Materials Science* 8, 271-277 (2015)

A small-angle X-ray scattering (SAXS) study of blends of poly-3-hydroxybutyrate (PHB)/diglycidyl ether of bisphenol A (DGEBA) with weight ratios of 90/10, 70/30 and 50/50 and PHB isothermally crystallized at temperatures between 60°C and 120°C for one hour was performed. PHB was studied at different temperatures between 30°C and 140°C. The scattering curve results (intensity as a function of scattering vector (q)) indicated a main peak and secondary peaks associated with the thickness of the lamellae of PHB (with a strong tendency to crystallization). The position of the main peak decreased when the temperature was increased. At high temperatures (~120°C), a deformation was observed in the main peak and a secondary peak was superimposed. This secondary peak was associated with the lamellar structures formed during the re-crystallization process. The results are discussed based on the DGEBA inclusion in the blends, crystallization temperature and partial interlamellar segregation.

En este trabajo participé en la medición de las muestras mediante dispersión de rayos X a bajo ángulo llevadas a cabo en el LNLS Campinas Brasil y en la discusión general de los resultados.

8.2 TRABAJOS EN PRENSA Y/O ACEPTADOS PARA SU PUBLICACIÓN. *Debe hacer referencia exclusivamente a aquellos trabajos en los que haya hecho explícita mención de su calidad de Investigador de la CIC (Ver instructivo para la publicación de trabajos, comunicaciones, tesis, etc.). Todo trabajo donde no figure dicha mención no debe ser adjuntado porque no será tomado en consideración. A cada trabajo, asignarle un número e indicar el nombre de los autores en el mismo orden en que figurarán en la publicación y el lugar donde será publicado. A continuación, transcribir el resumen (abstract) tal como aparecerá en la publicación. La versión completa de cada trabajo se presentará en papel, por separado, juntamente con la constancia de aceptación. En cada trabajo, el investigador deberá aclarar el tipo o grado de participación que le cupo en el desarrollo del mismo y, para aquellos en los que considere que ha hecho una contribución de importancia, deberá escribir una breve justificación.*

1) S. Tognana, W. Salgueiro, L. Silva. "Spherulitic growth and crystallization kinetics in PHB/DGEBA blends". *Thermochimica Acta*. Aceptado 6/11/2015

A study of spherulitic growth in PHB and PHB/DGEBA (poly(3-hydroxybutyrate)/diglycidyl ether of bisphenol A) blends with PHB/DGEBA weight ratios of 100/0, 90/10, 80/20, 70/30 and 60/40 crystallized at temperatures in the range of 45–110°C is carried out. The spherulitic growth rates at the crystallization temperatures are studied by optical microscopy. Differential scanning calorimetry is used to study the same isothermal process to fit the results by means of the Avrami theory to determine the characteristic parameters of the process. The obtained characteristic parameters are compared to the spherulitic growth rates that are determined by optical microscopy. The observed differences are discussed considering the process of nucleation. An increase in the secondary crystallization process is observed with increasing crystallization temperature and DGEBA content in the blend. Changes in the crystallization associated with an increase in the rigid amorphous fraction (RAF) mobility are discussed.

En este trabajo participe en el análisis de los resultados y en la escritura y preparación del mismo.

8.3 TRABAJOS ENVIADOS Y AUN NO ACEPTADOS PARA SU PUBLICACION. *Incluir un resumen de no más de 200 palabras de cada trabajo, indicando el lugar al que han sido enviados. Adjuntar copia de los manuscritos.*

- 8.4 TRABAJOS TERMINADOS Y AUN NO ENVIADOS PARA SU PUBLICACION.** *Incluir un resumen de no más de 200 palabras de cada trabajo.*
- 8.5 COMUNICACIONES.** *Incluir únicamente un listado y acompañar copia en papel de cada una. (No consignar los trabajos anotados en los subtítulos anteriores).*
- 8.6 INFORMES Y MEMORIAS TECNICAS.** *Incluir un listado y acompañar copia en papel de cada uno o referencia de la labor y del lugar de consulta cuando corresponda.*
- 9. TRABAJOS DE DESARROLLO DE TECNOLOGÍAS.**
- 9.1 DESARROLLOS TECNOLÓGICOS.** *Describir la naturaleza de la innovación o mejora alcanzada, si se trata de una innovación a nivel regional, nacional o internacional, con qué financiamiento se ha realizado, su utilización potencial o actual por parte de empresas u otras entidades, incidencia en el mercado y niveles de facturación del respectivo producto o servicio y toda otra información conducente a demostrar la relevancia de la tecnología desarrollada.*
- 9.2 PATENTES O EQUIVALENTES.** *Indicar los datos del registro, si han sido vendidos o licenciados los derechos y todo otro dato que permita evaluar su relevancia.*
- 9.3 PROYECTOS POTENCIALMENTE TRANSFERIBLES, NO CONCLUIDOS Y QUE ESTAN EN DESARROLLO.** *Describir objetivos perseguidos, breve reseña de la labor realizada y grado de avance. Detallar instituciones, empresas y/o organismos solicitantes.*
- 9.4 OTRAS ACTIVIDADES TECNOLÓGICAS CUYOS RESULTADOS NO SEAN PUBLICABLES** *(desarrollo de equipamientos, montajes de laboratorios, etc.).*
- 9.5** *Sugiera nombres (e informe las direcciones) de las personas de la actividad privada y/o pública que conocen su trabajo y que pueden opinar sobre la relevancia y el impacto económico y/o social de la/s tecnología/s desarrollada/s.*
- 10. SERVICIOS TECNOLÓGICOS.** *Indicar qué tipo de servicios ha realizado, el grado de complejidad de los mismos, qué porcentaje aproximado de su tiempo le demandan y los montos de facturación.*
- 11. PUBLICACIONES Y DESARROLLOS EN:**
- 11.1 DOCENCIA**
- 11.2 DIVULGACIÓN**
- 12. DIRECCION DE BECARIOS Y/O INVESTIGADORES.** *Indicar nombres de los dirigidos, Instituciones de dependencia, temas de investigación y períodos.*

13. DIRECCION DE TESIS. *Indicar nombres de los dirigidos y temas desarrollados y aclarar si las tesis son de maestría o de doctorado y si están en ejecución o han sido defendidas; en este último caso citar fecha.*

14. PARTICIPACION EN REUNIONES CIENTIFICAS. *Indicar la denominación, lugar y fecha de realización, tipo de participación que le cupo, títulos de los trabajos o comunicaciones presentadas y autores de los mismos.*

1) II Workshop Polímeros Biodegradables y Biocompuestos- III Workshop of the Project BIOPURFIL, Bio-based Polyurethane Composites with Natural Fillers Biopoli, organizado por INTEMA CONICET UNMdP y ITPN CONICET UBA. Buenos Aires Argentina 11-13 Noviembre de 2015. Autor y expositor en forma oral del trabajo "SAXS study in epoxy/phb blends". Walter Salgueiro, Sebastián Tognana.

2) 100^a Reunión Nacional de la Asociación Física Argentina. Villa de Merlo, San Luis Argentina. 22 al 25 de septiembre de 2015. Participación: autor de trabajo "Análisis LIBS de compuestos de matriz epoxi cargados con partículas de Cu y Al". Sebastián Tognana, Cristian D'Angelo, Diego Diaz Pace, Walter Salgueiro.

3) 100^a Reunión Nacional de la Asociación Física Argentina. Villa de Merlo, San Luis Argentina. 22 al 25 de septiembre de 2015. Participación: autor de trabajo "Crecimiento esferulítico y cristalización secundaria en mezclas en PHB/DGEBA". Sebastián Tognana, Walter Salgueiro, Leonel Silva.

4) 100^a Reunión Nacional de la Asociación Física Argentina. Villa de Merlo, San Luis Argentina. 22 al 25 de septiembre de 2015. Participación: autor de trabajo "Indentación instrumentada en polímeros epoxi". Sebastián Tognana, Walter Salgueiro

5) 100^a Reunión Nacional de la Asociación Física Argentina. Villa de Merlo, San Luis Argentina. 22 al 25 de septiembre de 2015. Participación: autor de trabajo "Estudio de regiones interfase en compuestos particulados de matriz epoxi mediante indentación". Sebastián Tognana, Walter Salgueiro.

15. CURSOS DE PERFECCIONAMIENTO, VIAJES DE ESTUDIO, ETC. *Señalar características del curso o motivo del viaje, período, instituciones visitadas, etc.*

16. SUBSIDIOS RECIBIDOS EN EL PERIODO. *Indicar institución otorgante, fines de los mismos y montos recibidos.*

Investigador Responsable del proyecto PROPIEDADES MECÁNICAS Y TÉRMICAS EN COMPUESTOS Y MEZCLAS DE MATRIZ EPOXY, PICT-2013-0686 otorgado y financiado por la FONCYT Agencia Nacional de Promoción Científica y Tecnológica. Resolución N° 214/14. 29 de Agosto de 2014 - 29 de Septiembre de 2016 (extendido hasta 28/2/2017)

Monto total: 57200,00 pesos

Monto otorgado aproximadamente en 2015: 13500 pesos

En este proyecto se propone realizar un estudio experimental de materiales multifásicos de matriz epoxy analizando la influencia que tienen las fases presentes sobre las propiedades mecánicas y térmicas.

Integrante del Subsidio en el marco del Programa de Subsidios Proyectos de Investigación Científica y Tecnológica- Convocatoria 2013 de la CICPBA. Subsidio otorgado según Resolución N°813/13. Monto otorgado en 2015: 15000 pesos. Director: Walter Salgueiro

Participación como integrante del Grupo Materiales Compuestos y Mezclas Poliméricas de la parte correspondiente de Subsidios Institucionales al IFIMAT otorgados por la Comisión de Investigaciones Científicas de la Provincia de Bs. As para funcionamiento. 2600 pesos.

Participación como integrante del Grupo Materiales Compuestos y Mezclas Poliméricas de la parte correspondiente de Subsidios Institucionales al IFIMAT otorgados por la SECAT-UNCPBA para funcionamiento. 4345 pesos

Fondo extraordinarios para reparaciones otorgado por CIFICEN, CONICET-CICPBA-UNCPBA al grupo de Materiales Compuestos y Mezclas Poliméricas. Monto: 7000 pesos.

17. OTRAS FUENTES DE FINANCIAMIENTO. *Describir la naturaleza de los contratos con empresas y/o organismos públicos.*

18. DISTINCIONES O PREMIOS OBTENIDOS EN EL PERIODO.

19. ACTUACION EN ORGANISMOS DE PLANEAMIENTO, PROMOCION O EJECUCION CIENTIFICA Y TECNOLÓGICA. *Indicar las principales gestiones realizadas durante el período y porcentaje aproximado de su tiempo que ha utilizado.*

20. TAREAS DOCENTES DESARROLLADAS EN EL PERIODO. *Indicar el porcentaje aproximado de su tiempo que le han demandado.*

Jefe de trabajos prácticos ordinario con dedicación simple, con extensión interina a Profesor Adjunto desde el 1/10/2013. Cátedra asignada en el primer cuatrimestre: Electricidad y magnetismo y Tutor del Programa de Apoyo para los Primeros Años de las carreras de Ciencias Exactas y Naturales e Informática (PACENI) para alumnos de la materia Física General de la carrera Ingeniería en Sistemas.

Cátedra asignada segundo cuatrimestre: Física General: trabajos de laboratorio.

El tiempo que demanda la tarea de docencia es de 4 horas semanales frente a alumnos.

21. OTROS ELEMENTOS DE JUICIO NO CONTEMPLADOS EN LOS TITULOS ANTERIORES. *Bajo este punto se indicará todo lo que se considere de interés para la evaluación de la tarea cumplida en el período.*

Promoción a Investigador Adjunto sin director de la Carrera del Investigador Científico y Tecnológico de la CICPBA. Acta del Directorio Nro 1419 del 25/3/2015. Designación en trámite.

Presentación a evaluación en la Carrera Académica en la facultad de Ciencias Exactas de la Univ. Nac. del Centro de la Provincia de Bs. As. Evaluación favorable con promoción a Profesor adjunto dedicación simple. 25 de Noviembre de 2015. Resolución HCA 345/15

Integrante del grupo responsable del proyecto de incentivos "Influencia de las distintas fases sobre las propiedades termomecánicas en compuestos de base epoxi", 03/C245. Programa de incentivos docentes SPU. Investigador Responsable: Dr. Walter Salgueiro. 1/1/2013 a 31/12/2015

Integrante del Proyecto Científico 7765 Laboratorio Nacional de Luz Sincrotron Campinas Brasil. Iniciado 10 de marzo de 2011. En ejecución.

Miembro titular del consejo científico asesor del IFIMAT desde 29/10/2015 en representación del Grupo de Materiales Compuestos y Mezclas Poliméricas. Acta CCA 1/15.

Jurado en la mesa de evaluación del trabajo especial de licenciatura en Cs. Físicas del alumno Juan Ignacio Peralta. Título: Comportamiento del Sn durante la Fusión y la Solidificación. 6/11/2015

Integrante del Comité Organizador del V Encuentro de Jóvenes Investigadores en Ciencia y Tecnología de Materiales, realizado el 1 y 2 de octubre de 2015 en Tandil.

Co-compiler de las Memorias del V Encuentro de Jóvenes Investigadores en Ciencia y Tecnología de Materiales, CD ROM ISBN 978-950-658-378-1
<http://jim2015.exa.unicen.edu.ar/>

22. TITULO Y PLAN DE TRABAJO A REALIZAR EN EL PROXIMO PERIODO. *Desarrollar en no más de 3 páginas. Si corresponde, explicita la importancia de sus trabajos con relación a los intereses de la Provincia.*

Materiales multicomponentes de matriz epoxi

Introducción

Para el período 2016 se pretende abordar problemáticas presentes en el estudio de materiales compuestos de matriz epoxi y mezclas, como es la interacción física y química entre los diferentes componentes, sobre todo durante el curado del epoxi.

El epoxi es un polímero termoestable ampliamente usado en la fabricación de materiales compuestos y en mezclas con otros polímeros. El autor ha estudiado desde hace tiempo algunas características de la interacción del epoxi con otros componentes en materiales con distintas fases, en particular con partículas inertes y con un polímero semicristalino: poli-3-hidroxitirato (PHB). La elección de estos dos tipos de materiales para su estudio radica en: las partículas inertes metálicas debido a su amplio uso en compuestos y a su relativo bajo costo; el PHB debido a su importancia como un polímero biodegradable y obtenido de la biomasa. El agregado del PHB en epoxi contribuye a disminuir el uso de un polímero sintético por uno natural, que además tiene la ventaja que puede ser producido a partir de residuos agrícolas, con todos los beneficios que eso traería aparejado si la producción se realizara en nuestra región. Sin embargo, el PHB también tiene un gran atractivo académico, ya que presenta un complejo proceso de cristalización, con formación de esferulitas relativamente grandes y un proceso de re-cristalización [1,2].

En particular, estudios en los cuales ha participado el autor del presente plan de investigación, han permitido profundizar el conocimiento de la segregación del monómero epoxi y la evolución del tamaño de las lamelas que componen el cristal en PHB y mezclas de PHB [3,4]. También se observó que puede existir una separación de fases inducida por la reacción y una segregación del epoxi fuera de los cristales durante la cristalización, compitiendo estos dos procesos y con una fuerte dependencia de la temperatura [5].

Por otro lado, la interacción del epoxi con metales ha sido estudiada experimentalmente por el autor en el marco de la preparación de compuestos. En particular, cuando se utilizan partículas de cobre se pueden producir interacciones químicas en la superficie del mismo y el epoxi sin curar, lo que redundaría en las propiedades finales del material. En este sentido, estudiar las reacciones y procesos que se producen durante el curado del epoxi es fundamental.

La información obtenida en los últimos años permite en este momento encarar la preparación de mezclas y compuestos, con el objetivo de obtener diferentes morfologías y características. En particular se pretende preparar mezclas epoxi-PHB curando el material a diferentes temperaturas: si la temperatura es alta el proceso de reticulación será más rápido que la cristalización y será más probable una separación de fases inducida por la reacción mientras que si la temperatura de curado es cercana a 80°C la cristalización será más rápida que la reacción. La morfología final de las mezclas puede ser muy diferente de acuerdo a si un proceso es más importante que el otro. Pueden encontrarse en la literatura algunos trabajos de mezclas epoxi con un polímero semicristalino en donde se estudia precisamente la morfología de estos materiales [6], sin embargo mezclas epoxi con PHB han sido menos estudiadas. En el período que abarca el presente plan de trabajo se

pretende fabricar muestras con distinta morfología y determinar la influencia sobre las propiedades finales del material y su comportamiento con la temperatura. Cabe acotar que este es un proyecto a largo plazo en el que se viene trabajando desde hace un tiempo, y que involucra preparación de muestras, caracterización de las mismas y puesta en funcionamiento de dispositivos en el laboratorio para la determinación de sus propiedades físicas.

Respecto a este último punto, dentro del marco de investigación en los materiales mencionados, se pretende avanzar en la fabricación y puesta a punto de dispositivos o configuraciones experimentales para medir determinadas propiedades. En particular un equipo que fue desarrollado y que es mejorado continuamente en el grupo donde participa el autor de este plan de investigación, es el equipo de excitación por impulso o IET por sus siglas en inglés: impulse excitation technique, en el cual a partir de la medición de las frecuencias de vibración fundamentales en muestras de geometría sencilla se determina el módulo de Young. La excitación de la vibración se produce por un impulso puntual, espacial y temporalmente. Esta técnica es muy simple, rápida y de bajo costo, y ha permitido determinar el módulo de Young en compuestos poliméricos en función de la proporción de carga [7] y de polímeros comerciales y analizar la influencia de la absorción de agua sobre el mismo [8]. En este sentido se pretende continuar con el desarrollo de esta técnica estudiando metales y aleaciones, con el fin de validar la misma con potencialidad para su uso a futuro en aplicaciones fuera del ámbito académico. Para esto se usarán muestras de cobre, aluminio y aleaciones de base cobre.

Se proyecta también desarrollar otros dispositivos y usarlos sobre las muestras de polímeros, mezclas y compuestos. Entre los equipos posibles se encuentra un equipo para la determinación del coeficiente de expansión térmica, en el cual se ha mantenido interés desde hace años y que sumaría información a la que se tiene en materia de transiciones de fase en los polímeros estudiados. Además brindaría resultados sobre un parámetro clave en diseño y fabricación. En los compuestos, no es sencillo de predecir el coeficiente de expansión térmica en función de la proporción inicial de carga, ya que pueden existir factores que no son tenidos en cuenta en los modelos teóricos usualmente usados. Por esa razón, si se requiere una cierta precisión es necesario medir la expansión para cada compuesto en particular.

Respecto a los compuestos de matriz epoxi, en función de los resultados recientemente obtenidos por el autor, quedan cuestiones sin resolver, como la interacción química entre el polímero y las partículas de cobre durante el curado. Se ha observado una influencia sobre la catalización de la reacción del metal, posiblemente del óxido de cobre, pero también sería posible un desprendimiento del mismo, hacia la matriz epoxi. Estos efectos se pueden combinar, y se pretende analizar la influencia sobre el compuesto final, basados en resultados experimentales. En particular, resultados de propiedades mecánicas locales (indentación) y de espectroscopía avanzada (XPS), han mostrado evidencia de los efectos mencionados.

Materiales y Métodos

Los materiales a usar para preparar los compuestos son PHB, BIOCYCLE de PHB INDUSTRIAL SA (Brasil) y epoxi preparado usando el sistema monómero epoxi diglicedil eter de bisfenol A (DGEBA), endurecedor metil tetrahidroftálico (MTHPA) y acelerante amina terciaria (BDMA). El epoxi se preparará curando cantidades estequiométricas de DGEBA y MTHPA con diferentes proporciones de BDMA a una temperatura de entre 80°C y 140°C. En los compuestos se agregará además una cantidad determinada del material de carga.

En el caso de las mezclas las mismas se preparan mezclando el PHB en estado fundido y el sistema epoxi antes de curar en. Las temperaturas de cristalización que se utilizarán varían entre temperatura ambiente y 140°C.

Entre las técnicas que se pretende aplicar en este período se puede mencionar la técnica IET para determinar constantes elásticas y nanoindentación instrumentada para determinar propiedades mecánicas locales y poder comparar con los resultados IET. Por otro lado, y

como se mencionó anteriormente en este periodo se pretende avanzar en el desarrollo de técnicas experimentales de estudio de polímeros en general. En este sentido se realizarán nuevas mediciones mediante LIBS a la cual se accede por una colaboración con investigadores del instituto IFAS-UNCPBA.

- 1- M.C. Righetti, E. Tombari, M.L. Di Lorenzo, J. Phys. Chem. 117, 12303-12311 (2013)
- 2- D. Z. Bucci, L. B. B. Tavares, I. Sell, Polymer Testing, 26, 908–915 (2007).
- 3- S. Tognana, W. Salgueiro, L. Silva, Thermochemica Acta. 623, 1-8 (2016).
- 4- S. Tognana; W. Salgueiro, Polymer Journal 47, 789-795 (2015).
- 5- S. Tognana, W. Salgueiro, L.Silva, Polímeros, 23 (3), 358-365 (2013).
- 6- M. I. Calafel, E. Calahorra, P. M. Remiro, M. Cortazar, Colloid Polym Sci. 288, 1281–1291 (2010).
- 7- S. Tognana, W. Salgueiro, A. Somoza, A. J. Marzocca, Materials Science & Engineering A 527, 4619-4623 (2010).
- 8- L. Silva, S. Tognana, W. Salgueiro, Polymer Testing, 32, 158–164 (2013).