



Universidad de Valladolid



FACULTAD DE CIENCIAS

TRABAJO FIN DE MÁSTER

Máster en Técnicas Avanzadas en Química.

Análisis y Control de Calidad Químicos...

**ESTABILIDAD Y CONTROL DE
ENDURECEDORES CON BASE DE ISOCIANATO
EN PRESENCIA DE AGUA**

Autor/a: Noelia Fernández López

Tutor de la empresa: Álvaro Guijarro Miravalles

Tutor académico: Ana María Ares Sacristán

Año: 2024/2025

ÍNDICE

RESUMEN/ABSTRACT	7/8
1. INTRODUCCIÓN.....	9
1.1. Introducción a la pintura	9
1.2. NIR.....	12
1.3. Karl- Fischer.....	13
1.4. Isocianatos	15
2. OBJETIVOS.....	16
3. PLAN DE TRABAJO.....	16
4. MATERIALES Y MÉTODOS.....	17
4.1. Fabricación de la matriz.....	17
4.2. Realización de los ensayos	17
4.3. Parámetros líquidos.....	18
4.3.1. Viscosidad	18
4.3.2. Densidad.....	19
4.3.3. Extracto seco	20
4.3.4. Resistividad	21
4.3.5. Resistencia mecánica	22
4.3.6. Control Visual.....	23
4.3.7. KF.....	23
5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	25
5.1. Parámetros líquidos y KF	25
5.2. NIR.....	28
5.3. Ensayos posteriores	30
6. CONCLUSIONES Y PRUEBAS FUTURAS	32
7. BIBLIOGRAFÍA.....	33
ANEXOS	34
A.1. Listado de Figuras	34
A.2. Listado de tablas	34
A.3. Pruebas funcionales	35
A.4. Espectros NIR.....	36
A.5. Geles y botes hinchados	37

ABERVIATURAS/ACRÓNIMOS

°C: Celsius

h: hora

H: hidrógeno

HDI: diisocianato de hexametileno

IR: infrarrojo

K: kelvin

KF: Karl Fischer

kg: kilogramo

g: gramos

min: minuto

NIR: infrarrojo cercano

RL: reactivo limitante

s: segundo

RESUMEN

El presente trabajo se realizó dentro del laboratorio de Industria, en la empresa PPG Ibérica S.A., ubicada en la A-601, Laguna de Duero, Valladolid. Este departamento está centrado en la fabricación, control, envasado y etiquetado de numerosos productos. Entre los cuales se encuentra el tema principal de este estudio, los endurecedores.

El objetivo principal de esta investigación fue observar y estudiar uno de los grandes problemas que se pueden presentar en la industria de la pintura, la gelificación de los endurecedores por la presencia de agua e hinchazón en los botes y latas. Para ello se estudiaron los efectos que tienen diferentes cantidades de agua y el exceso de los disolventes sobre endurecedores con base de isocianato.

En primer lugar, se fabricó la matriz de partida siguiendo su hoja de fabricación. Una vez obtenida dicha matriz se procedió a realizar cada uno de los ensayos: i) dos ensayos con exceso de disolvente, uno con 5% en peso del disolvente 1 y otro con 5% en peso del disolvente 2; ii) dos ensayos con agua en los que se emplearon diferentes porcentajes, en peso, 0.1% y 0.5%. Posteriormente a la obtención de cada uno de los ensayos se procedió al control de sus parámetros líquidos y se realizaron las correspondientes pruebas funcionales.

Como segundo objetivo está la determinación de la utilidad de las técnicas de Karl-Fischer y espectroscopía de infrarrojo cercano para el control de la presencia de agua en los endurecedores, así como establecer la posibilidad de usar estas técnicas de forma rutinaria para el control en la fabricación de cualquier endurecedor.

ABSTRACT

This work was carried out in the Industry laboratory at PPG Ibérica S.A., located on the A-601, Laguna de Duero, Valladolid. This department is focused on the manufacturing, control, packaging and labelling of numerous products. Among which is the main topic of this study, hardeners.

The main objective of this research was to observe and study one of the major problems that can occur in the paint industry, the gelation of hardeners due to the presence of water and swelling in cans and tins. To do this, the effects of different amounts of water and excess solvents on isocyanate-based hardeners were studied.

First, the starting matrix was manufactured following its manufacturing sheet. Once this matrix was obtained, each of the tests was carried out: i) two tests with excess solvent, one with 5% by weight of solvent 1 and another with 5% by weight of solvent 2; ii) two tests with water in which different percentages were used, by weight, 0.1% and 0.5%. After obtaining each of the tests, the liquid parameters were controlled and the corresponding functional tests were performed.

The second objective is to determine the usefulness of the Karl-Fischer and near-infrared spectroscopy techniques for controlling the presence of water in hardeners, as well as to establish the possibility of using these techniques routinely for control in the manufacture of any hardener.

1. INTRODUCCIÓN

1.1. Introducción a la pintura

La pintura o recubrimiento es una mezcla homogénea de productos que después de aplicado y seco da lugar a una capa/película continua con unas propiedades características y concretas para el fin deseado. Los componentes de una pintura, de forma genérica, son los siguientes: ¹

- **Pigmentos:** Compuestos orgánicos o inorgánicos que aportan el color y poder de cubrición a la pintura.
- **Cargas:** Suelen ser de naturaleza inorgánica y aportan cuerpo, materia sólida y estructura y viscosidad.
- **Resina:** Permite que una vez seca la pintura los pigmentos, partículas sólidas y las cargas permanezcan unidas. En función de la resina utilizada la pintura tendrá unas características diferentes en el secado.
- **Disolvente:** Compuestos orgánicos que proporcionan la viscosidad adecuada de aplicación.
- **Aditivo:** Se incorporan en cantidades pequeñas, facilitan el proceso de fabricación y estabilizan la pintura durante su almacenamiento.

Las pinturas constituyen uno de los métodos más adecuados y económicos de protección de superficies. En términos generales las pinturas se aplican en capas delgadas sobre un soporte y tienen la capacidad de transformarse en una película sólida continua y adherente tras la evaporación del solvente por polimerización. Algunas pinturas en cambio están exentas de solventes debido a que el propio material que genera la película es líquido (bajo peso molecular); los pigmentos están dispersos en dicho medio viscoso.

La química de las pinturas está directamente relacionada con sustancias filmógenas, aquellas capaces de formar películas. Los materiales formadores de películas son polímeros o bien prepolímeros que forman una película cohesiva sobre un sustrato y que tienen como función aglutinar los pigmentos después del secado/curado. El curado hace referencia al conjunto de cambios físicos y químicos que transforman el material de su estado termoplástico a una condición final termoestable. Para el desarrollo de una reacción de heteropolimerización se emplean agentes de curado, en diferentes condiciones de temperatura; además pueden intervenir catalizadores o acelerantes de la reacción. El agente de curado debe tener muchos grupos funcionales para favorecer el entrecruzamiento de las cadenas. Estos procesos por lo general se aceleran con el ascenso de la temperatura. Previo a esta fase, la base y los agentes de curado se deben mezclar en las relaciones adecuadas.

¹ Carbonell, J. C. (2011). Pinturas y recubrimientos.: Introducción a su tecnología. Ediciones Díaz de Santos.

Existen dos tipos de pinturas: las denominadas de un componente (1K) o las de dos componentes (2K). La diferencia entre estas pinturas se encuentra en la preparación previa a su aplicación y durante el proceso de secado/curado.

Las pinturas 1K únicamente se mezclan con el disolvente en la proporción indicada en la ficha del producto. Como se muestra en la **Figura 1** el proceso de secado consiste únicamente en la evaporación del disolvente quedando finalmente la capa de pintura seca sobre el sustrato/soporte usado. Posteriormente a esta capa de pintura se suele aplicar una segunda capa conocida como barniz. Lo que se consigue con el barniz es mejorar el acabado de la capa de pintura, así como aumentar su resistencia y durabilidad.



Figura 1: Secado por evaporación (Pintura 1k). Imagen obtenida de ²

Por otro lado, las pinturas 2K se mezclan tanto con el disolvente como con el catalizador, en las proporciones indicadas en la ficha del producto. En este caso, **Figura 2**, la capa recién aplicada de pintura contiene el catalizador y la pintura todo ello mezclado en el disolvente. A medida que se va evaporando el disolvente la pintura y el catalizador comienzan a interaccionar entre sí para formar un polímero de cadena larga. El resultado final es una capa de pintura mucho más resistente que las pinturas 1K y que, por tanto, no necesitaría de la aplicación de un barniz.

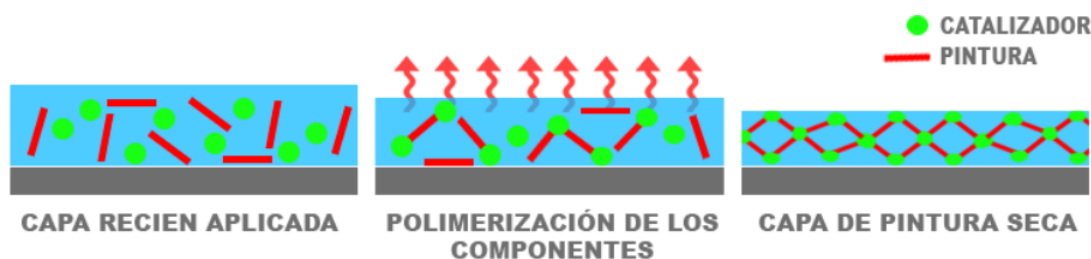


Figura 2: Secado por polimerización (pinturas 2k) Imagen obtenida de ²

Algunas propiedades generales que presentan las pinturas son las siguientes: ³

- **Buena resistencia al agua y baja absorción:** Está relacionado con la cantidad de agua que es absorbida por la pintura en los espacios intermoleculares del polímero y en todas las interfaces del sistema. En presencia de humedad esta no debe perder capacidad de adhesión, dureza, ni presentar elevada retención (hinchamiento).

² <https://www.pintarmicoche.com/pintura-2k-vs-1k/>

³ Giudice, C. A., & Pereyra, A. M. (2009). Tecnología de pinturas y recubrimientos: Componentes, formulación, manufactura y control de calidad.

- **Resistencia a la transferencia al vapor de agua:** Esto es especialmente importante en el caso de que el sustrato presente naturaleza metálica. Hace referencia al paso de agua en forma molecular por la capa seca que actúa como una capa permeable.
- **Resistencia a la intemperie:** Está relacionado directamente a la adecuada retención del brillo (fenómeno superficial) y de color (propiedad inherente de todos los componentes). En otras palabras, a la capacidad de retención de las propiedades decorativas y protectoras tras una larga exposición a los cambios climáticos.
- **Resistencia a los agentes químicos:** Esta propiedad hace referencia especialmente a las pinturas industriales que eventualmente están expuestas a las salpicaduras de ácidos, solventes, etc.
- **Elasticidad o capacidad de elongación:** La película de pintura, aún envejecida, debe acompañar los movimientos de contracción y expansión del material de base, es decir, debe presentar un comportamiento elástico (sin deformación permanente).

Un catalizador de pintura es una sustancia química que se agrega para acelerar o controlar el proceso de secado y curado. Ayuda a que la pintura se endurezca más rápido y la proporciona sus propiedades finales como son la resistencia y durabilidad. Existen diferentes tipos de catalizadores en función del tipo de pintura a usar y propiedades que se desean. Existen los siguientes tipos de catalizadores: a base de isocianato, de amina, de peróxido, metálicos y UV.⁴

A pesar de que nos estamos refiriendo a estos compuestos como catalizadores esto no es del todo correcto. Un catalizador es toda sustancia que incrementa la velocidad de una reacción química y que puede recuperarse tras finalizar esta. Una forma más correcta de referirse a estas sustancias, y como se las va a nombrar ahora, es como endurecedores o agentes de curado ya que se suministran justo antes de su empleo para obtener el endurecimiento deseado mediante una reacción química.⁵

Los endurecedores en los que se basa este trabajo presentan una composición a base de isocianatos. Son usados principalmente en las pinturas de dos componentes (2K). Su principal función es acelerar el proceso de curado y aumentar la resistencia química y mecánica de la pintura.⁴

El problema principal que pretende abordar este trabajo es la presencia de agua en los endurecedores, por tanto, era imprescindible establecer métodos de análisis que permitieran su detección anticipada. Los métodos de análisis seleccionados fueron: el método de Karl-Fischer (KF) por permitir su medición de forma cuantitativa; y la espectroscopía de infrarrojo cercano (NIR) para una medición cualitativa y como apoyo al KF.

⁴ <https://sirventproductes.com/category/catalizadores>

⁵ <https://quimicathai.wordpress.com/2018/05/04/catalizador-vs-endurecedor/>

1.2. NIR

La espectroscopia infrarroja (IR) mide la absorción de la radiación infrarroja por los enlaces químicos. Los grupos funcionales de las moléculas tienden a absorber la radiación siempre en el mismo rango de frecuencias independientemente de la estructura del resto de la molécula. Esta correlación entre estructura y frecuencia permite identificar moléculas desconocidas y seguir cargas o cambios químicos.⁶

El NIR permite obtener el espectro de muestras tanto sólidas como líquidas sin tratamiento previo. También proporciona el espectro rápidamente y es capaz de predecir parámetros físicos y químico.

El principio de la espectroscopía NIR en los compuestos coloreados, cromóforos, se basa en la ley de Lambert-Beer. La luz que atraviesa un compuesto coloreado es absorbida y la intensidad de la luz que lo atraviesa se ve reducida. La ley de Lambert-Beer explica la relación entre la concentración del cromóforo, c , el coeficiente de extinción, el grosor de la disolución, d , y la relación entre las intensidades de incidentes, I_0 , y emergentes, I :

$$\log \left[\frac{I_0}{I} \right] = c * d$$

Cuando la longitud de onda de la luz incidente es conocida para estudiar la concentración de un compuesto, el coeficiente de extinción y el grosor de la disolución pueden ser sustituidos en la ecuación de Lambert-Beer para conocer la concentración de la disolución.⁷

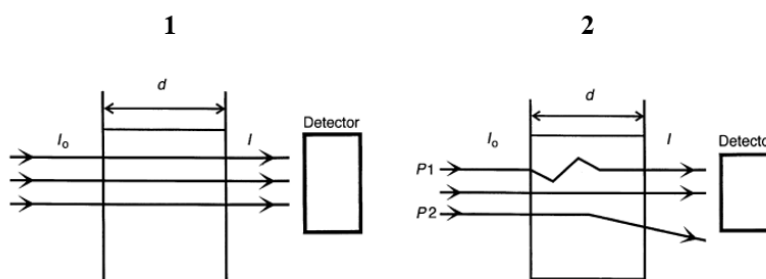


Figura 3: Interacción de la luz con la muestra. Imagen obtenida de ⁷

En la **Figura 3** (1), la muestra no dispersa la luz, el detector mide la diferencia de intensidad entre la luz incidente y la emergente. Si la distancia d es constante la concentración se puede calcular directamente con ecuación de Lambert-Beer. En el caso de la **Figura 3** (2), la muestra si dispersa la luz, el fotón 1, P1, recorre una distancia más larga, y el fotón 2, P2, se desvía no llegando al detector. En este caso no se podría usar la ley de Lambert-Beer debido a que la relación entre las intensidades de entrada y salida no es absoluta.

⁶ Ng, L. M., & Simmons, R. (1999). Infrared spectroscopy. *Analytical chemistry*, 71(12), 343-350.

⁷ Owen-Reece, H., Smith, M., Elwell, C. E., & Goldstone, J. C. (1999). Near infrared spectroscopy. *British journal of anaesthesia*, 82(3), 418-426.

La región de NIR está comprendida entre las longitudes de onda de 780-2500 nm, en esta región las bandas de absorción corresponden a los sobretonos y bandas de combinación de las vibraciones fundamentales. La intensidad de estas bandas es debido al cambio en el momento dipolar de los enlaces. Debido a que el hidrógeno (H) es el átomo más ligero y el que mayor longitud presenta, las principales bandas que son observadas en la región NIR son las correspondientes a este átomo unido a otros átomos ligeros (C-H, N-H, O-H y S-H), mientras que las bandas de los enlaces C=O, C-C y C-Cl son mucho menos intensas o incluso imperceptibles. La interacción entre las diferentes moléculas altera los estados energéticos permitiendo diferenciar formas cristalinas y propiedades físicas.

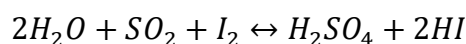
Los espectrofotómetros NIR pueden ser de dos tipos dependiendo de la región de longitud de onda seleccionada: longitud de onda discreta o espectro completo. En el primer caso los espectrofotómetros seleccionan la longitud de onda usando filtros o bien usando diodos emisores de luz (LED). Estos equipos no presentan partes móviles haciéndolos más robustos y directos. En el caso de los equipos NIR de espectro completo presentan rendijas de difracción y trabajan por transformada de Fourier. Son mucho más versátiles y pueden ser usados en una mayor variedad de situaciones.

La detección en el NIR se hace mediante semiconductores como son el PbS y el InGaAs. En los detectores multi-canal los elementos de detección están colocados en filas o en un plano con la finalidad de recoger la mayor cantidad de longitudes de onda de una sola vez permitiendo así incrementar la velocidad a la que se obtiene la información espectral. Otro factor que afecta a la velocidad de análisis es la capacidad que presenta el NIR de poder hacer trabajos de campo sin necesidad de almacenar muestras para posteriores análisis en el laboratorio.⁸

1.3. Karl- Fischer

El KF consiste en una valoración para la determinación cuantitativa de trazas de agua en muestras tanto sólidas como líquidas. El análisis se puede realizar mediante una coulombimetría o una valoración volumétrica.

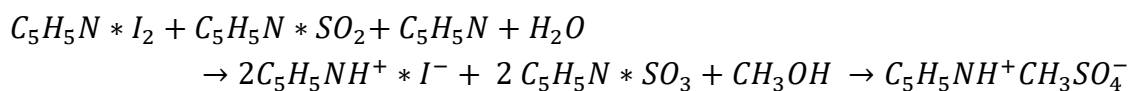
Se basa en la reacción de Bunsen mediante la cual se obtiene yoduro de hidrógeno y ácido sulfúrico a partir de yodo, agua y SO₂.



Durante la valoración se utiliza el conocido como reactivo de KF que consiste en una disolución de concentración conocida formada por SO₂, I₂ y una base (piridina o imidazol) en metanol seco (principalmente).⁹ La reacción entre el reactivo de KF y el agua es la siguiente reacción:

⁸ Blanco, M., & Villarroya, I. N. I. R. (2002). NIR spectroscopy: a rapid-response analytical tool. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 21(4), 240-250.

⁹ <https://cientisol.com/determinacion-agua-karl-fischer/>



Durante esta reacción se consume el agua por la oxidación del alquil-sulfito en alfil-sulfato. Al ser una reacción estequiométrica 1:1:1 entre el agua, el SO₂ y el I₂, esta depende directamente de la concentración de agua en la muestra.

La valoración puede hacerse mediante coulombimetría o volumetría, la diferencia se encuentra en la forma en la que se adiciona el I₂.

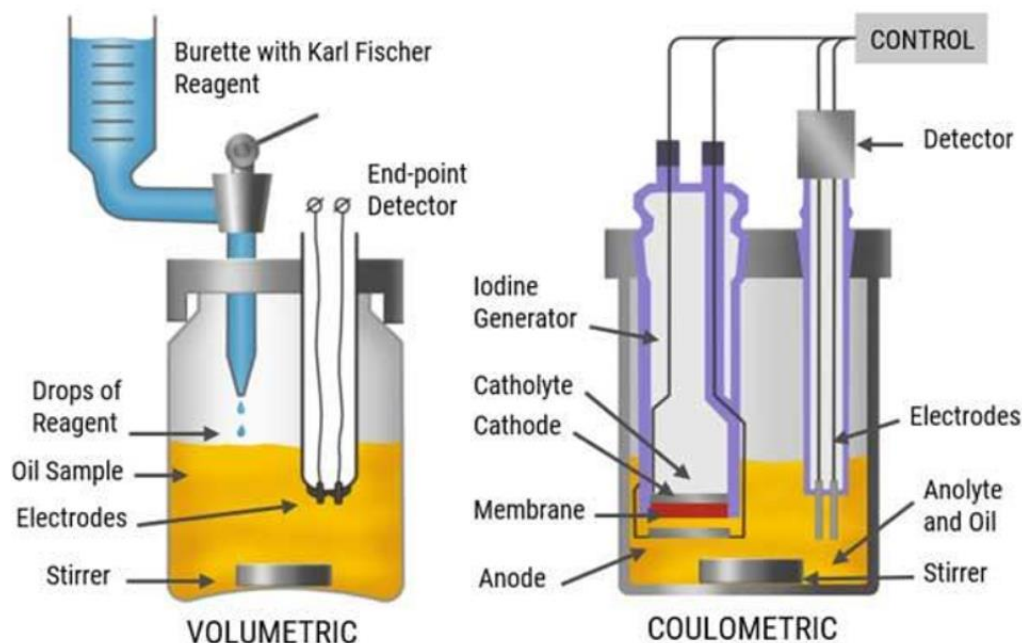


Figura 4: Comparativa entre un Karl-Fischer volumétrico (izquierda) y uno coulombimétrico (derecha). Imagen obtenida de ³

En una valoración coulométrica, **Figura 4** (derecha), el reactivo de KF se coloca junto a la disolución del analito. Estos reaccionan dando lugar a yodo por oxidación anódica en base a la ley de Faraday, $Q(C) = I(A) * s(t)$. La cantidad de agua se calcula en función de la cantidad de corriente que es necesaria para la formación de yodo. El punto final de la valoración se determina voltamétricamente con un electrodo de platino (Pt).

La valoración volumétrica, **Figura 4** (izquierda), se realiza por adición directa del reactivo de KF sobre la disolución del analito por medio de una bureta. En este caso la cantidad de yodo formado se calcula en función del volumen de reactivo de KF añadido.

La selección del método de medida se realiza en base a la cantidad de agua que se desea detectar: por debajo de un 0.1% de agua se utilizaría el método coulombimétrico, entre 0.1 y 1% de agua se podrían emplear ambos métodos, y por encima del 1% se emplearía el método volumétrico.

1.4. Isocianatos

Los isocianatos, también denominados poliuretanos, forman un grupo de derivados neutros de aminas primarias con la fórmula general $R-N=C=O$. Reaccionan espontáneamente con compuestos que contienen átomos de hidrógeno activo que migran al nitrógeno y con grupos hidroxilo forman ésteres de dióxido de carbono o uretanos sustituidos.

Las principales reacciones en las que el isocianato puede participar son las presentes en la siguiente figura:¹⁰

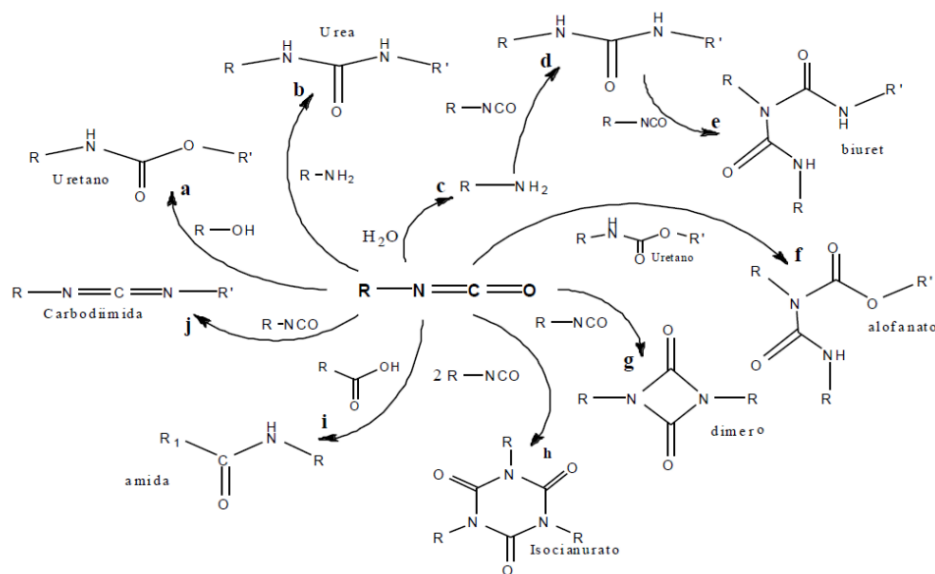


Figura 5: Reacciones del isocianato con diferentes reactivos

Uno de los principales usos de los isocianatos es en la síntesis de poliuretanos en producto industriales. Por ejemplo, el diisocianato de hexametileno (HDI) es un agente reticulante usado en materiales dentales, lentes de contacto y como ingredientes en la pintura de automóviles.¹¹

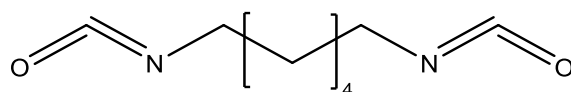


Figura 6: Diisocianato de hexametileno (HDI)

El HDI es un diisocianato alifático, presenta dos grupos $-NCO$ y una cadena central formada por metilenos. Estos compuestos no son degradados fácilmente por la luz solar dado que no presentan insaturaciones en su estructura. Por eso mismo se emplean en la formulación de recubrimientos con base de poliuretano como pueden ser los barnices y pinturas. La presencia de dos grupos funcionales en los extremos le aporta a este

¹⁰ Amin Ferril, R. C. A. (2016). Procesos para la síntesis de poliuretanos en base acuosa: modelado, validación y simulación.

¹¹ <https://www.iloencyclopaedia.org/es/part-xviii-10978/guide-to-chemicals/item/1055-isocyanates>

compuesto la capacidad de formar cadenas largas fundamentales en la formación de polímeros.

2. OBJETIVOS

Este trabajo fin de Máster tiene como objetivos:

- 1) Estudio de las causas de la pérdida de funcionalidad de los endurecedores con base de isocianatos ante la presencia de agua.
- 2) Estudio de la utilidad de los procedimientos de control de parámetros líquidos rutinarios usados en el laboratorio.
- 3) Selección de las mejores técnicas analíticas que permitan la detección de agua.
- 4) Establecimiento de métodos de prevención y control tanto en la etapa de fabricación como posteriores en el laboratorio para evitar complicaciones en futuros lotes en el departamento.

3. PLAN DE TRABAJO

1. En primer lugar, se comenzó por conocer los problemas por gelificación de los endurecedores en varias fabricaciones de diferentes lotes, así como la causa principal de su origen. Para seguidamente, proceder a realizar una búsqueda bibliográfica de posibles antecedentes y métodos de procedimiento.
2. Una vez establecido el tema de estudio, se planteó el modo de trabajo en el laboratorio y las técnicas de análisis que se iban a usar.
3. Se fabricó la matriz de estudio, endurecedor A-O520505, en el laboratorio siguiendo la formulación original proporcionada por la empresa.
4. Se realizaron las pruebas líquidas previamente seleccionadas. Posteriormente se procedió a realizar un análisis por NIR y KF.
5. A continuación, se sacaron las conclusiones pertinentes.
6. Por último, y en base a los resultados obtenidos, se realizaron ensayos posteriores para determinar otras posibles situaciones de estudio y otras

pruebas para comprobar las hipótesis que se plantearon tras el análisis de los resultados.

4. MATERIALES Y MÉTODOS

4.1. Fabricación de la matriz

Se fabricaron en el laboratorio 4 kg del endurecedor en una lata metálica de 20 kg. Es necesario pesar todos los componentes de forma individual previamente para tenerlos listos para llevar a cabo el proceso de fabricación. Esto tiene como finalidad reducir al mínimo el tiempo que está en contacto el endurecedor con el aire antes de ser envasado por completo.

Los componentes de la fórmula, aportada por la empresa, y sus proporciones usadas para fabricar 4 kg de endurecedor son los siguientes: 12.2% de Disolvente 1, 12.2% Disolvente 2, 0.10% de Aditivo y 75.5% de Amina. Todos estos reactivos presentan purezas superiores al 98%.

En una la lata metálica, previamente tarada en una balanza, se fueron incorporando sin agitación y con cuidado todos los componentes de la fórmula. Primero se añadieron los dos disolventes, después se adicionó el aditivo y por último la amina. Una vez estaba todo incorporado se procedió a la homogenización de la mezcla usando un agitador de palas. La agitación fue suave, para evitar la formación de burbujas y que aumentara el contacto del endurecedor con el aire, y se mantuvo durante 30 min. Pasado este tiempo se procedió a su almacenamiento en botes metálicos pequeños de 1 kg. Se separó la mezcla final en 5 botes de 0.8 kg cada uno y se almacenaron en el laboratorio hasta su posterior análisis.

4.2. Realización de los ensayos

Para la realización de todos los ensayos se partió de la matriz anterior (4.1. Fabricación de la matriz) Se realizaron 4 ensayos de 0.8 kg cada uno, todos ellos en botes de plástico transparente de 1 kg. Los ensayos fueron los siguientes:

- **Ensayo 1:** En un bote de plástico se añadieron los 0.8 kg de la matriz. A continuación, sobre ello se incorporó un 5% en peso del disolvente 1 pesado en una balanza y se procedió a la homogenización de la mezcla mediante agitación.

- **Ensayo 2:** Se procedió igual que en el ensayo 1 pero en este caso se añadió un 5% en peso del disolvente 2.

- **Ensayo 3:** En este ensayo se añadieron 0.1% en peso de agua destilada. Al ser una cantidad tan pequeña se usó una balanza analítica para realizar la adición. En un bote de plástico se echaron 0.1 kg de la matriz y después se añadió el 0.1% de agua. Sobre esta mezcla se terminó de adicionar la matriz restante hasta llegar a los 0.8 kg y se agitó la

mezcla. Se observó cómo al incorporar agua a la mezcla aparecían burbujas pequeñas por toda la mezcla que con el tiempo iban desapareciendo.

- **Ensayo 4:** Se trabajó de la misma manera que en el ensayo 3 pero añadiendo esta vez un 5% en peso de agua.

4.3. Parámetros líquidos

De forma rutinaria, y general para la mayor parte de los productos, se lleva a cabo una serie de controles de los parámetros líquidos. Dichos controles se llevaron a cabo tanto para la matriz como para cada uno de los ensayos. Los parámetros líquidos vienen explicados a continuación:

4.3.1. Viscosidad

La viscosidad se define como la resistencia que presenta un fluido a las deformaciones producidas por fuerzas de tensión. Tanto las pinturas como los endurecedores se engloban dentro de lo conocido como fluidos newtonianos en los que la relación entre la fuerza de tensión y el tiempo de deformación es lineal. A esta relación lineal se la conoce como ecuación constitutiva y viene expresada por la ecuación siguiente:¹²

$$\tau = \mu \dot{\gamma}$$

Una forma de medir la viscosidad en este tipo de fluidos es mediante la utilización de copas como son la copa FORD, DIN e ISO. Todas estas copas permiten el cálculo de la viscosidad, expresada en segundos (s) basándose en la relación directa entre la resistencia que presenta, en este caso el endurecedor, a la fuerza de la gravedad y el tiempo que tarda en vaciarse la copa.

¹² Pérez-Trejo, L., Sánchez, A. F. M., & Mercado, A. P. (2010). Determinación de la viscosidad de fluidos newtonianos y no newtonianos (una revisión del viscosímetro de Couette). *Latin-American Journal of Physics Education*, 4(1), 36.

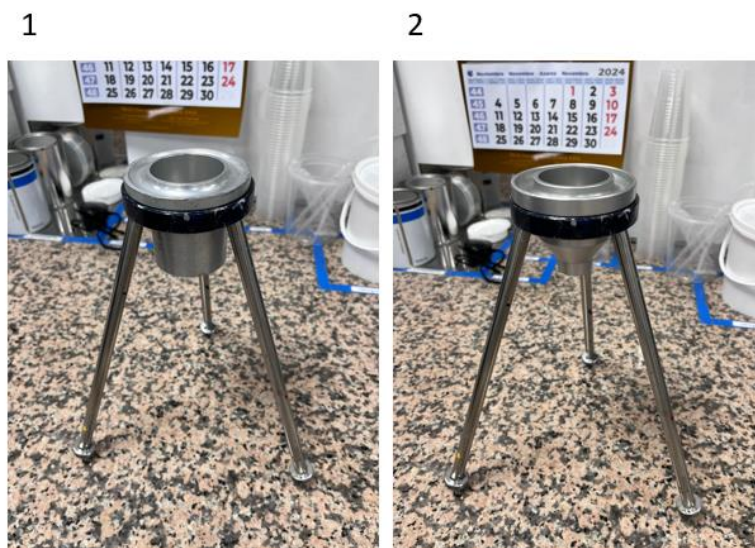


Figura 7: 1) Copa FORD, 2) Copa DIN

Todas las copas presentan un orificio en la parte inferior y su funcionamiento es el mismo. En este estudio se utilizó la copa DIN a una temperatura de 20°C. La viscosidad es sensible a la temperatura por lo que antes de realizar la medición se atemperó la muestra hasta que llegara a los 20°C. La relación entre la viscosidad y la temperatura viene dada en la ecuación de Arrhenius:

$$\mu = A * e^{E/RT}$$

; donde μ es la viscosidad, A es el factor preexponencial, E_a es la energía de activación, R la constante universal de los gases ($8.314 \text{ J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$) y T la temperatura absoluta (Kelvin, K)

Una vez alcanzada esta temperatura se tapaba el orificio inferior que presentaba la copa y se procedía a su llenado y posterior enrase. La medición se realizó usando un cronómetro que se activaba justo antes de destapar el orificio. La medición cesaba cuando el hilo, en este caso de endurecedor, dejaba de caer, siendo el tiempo expresado en s, la viscosidad de la muestra.

4.3.2. Densidad

La densidad (ρ) hace referencia al grado de compactación de un material, es decir, informa sobre la cantidad de materia que se encuentra comprendida en un espacio concreto. Esta se puede expresar en unidades de kg/m^3 , g/cm^3 o g/mL .

Al ser el endurecedor un líquido muy viscoso la medición de la densidad se realizó mediante un picnómetro cilíndrico de acero inoxidable con una tapa perforada en el centro. En una balanza se colocó el picnómetro vacío y la tapa y se taró el conjunto. Posteriormente se atemperó la muestra a 20°C y se vertió en el picnómetro hasta que este quedara enrasado. Después se colocaba la tapa y se apretaba hasta sacar todo el sobrante

de endurecedor del picnómetro. El excedente se limpiaba y una vez limpio se anotaba el peso siendo esta la densidad expresada en g/cm³.



Figura 8: Picnómetro

4.3.3. Extracto seco

El extracto seco hace referencia al porcentaje de materia de una sustancia que no se volatiliza ante unas determinadas condiciones físicas. La obtención del extracto seco se realizó en el laboratorio mediante el estufado en hornos usando cápsulas de aluminio.

Se utilizaron dos modos de estufado: uno lento a 105°C durante 3h, y uno rápido a 165°C durante 1,5h. En cuanto a las cápsulas de aluminio se utilizaron dos tipos con diámetros diferentes, una más grande de 8.5 cm y una pequeña de 5 cm. El procedimiento de trabajo para todos los casos y ensayos fue el mismo y se presenta a continuación:

- En una balanza analítica se pesó la cápsula vacía y se anotó su peso (C).
 - Posteriormente se taró y se le añadió una cantidad de muestra entre 1.0-1.3 g. Se anotó dicho peso añadido (M).
 - Finalmente se estufó la cápsula durante el tiempo requerido en función del método realizado y pasado dicho tiempo se volvió a pesar la cápsula y se anotó su peso (M').
- Este procedimiento se realizó por triplicado para cada uno de los métodos de estufado y tipo de cápsulas usadas.

Para calcular el extracto seco de cada repetición se utilizó la siguiente fórmula:

$$\%sólidos = \frac{(M' - C)}{M} * 100$$

Finalmente se promediaron los tres valores obtenidos, en cada uno de los casos, para obtener el valor final de extracto seco del ensayo.



Figura 9: Cápsulas de extracto seco: Pequeña (Izquierda)); Grande (Derecha)

4.3.4. Resistividad

La resistividad hace referencia a la resistencia eléctrica específica de un determinado material. Se define a partir de la densidad de corriente en el material causado por el campo eléctrico en un punto en particular. Todos los materiales cuentan con una resistividad específica a temperatura ambiente la cual viene dada por la siguiente expresión:

$$\rho = \frac{E}{J}$$

; siendo ρ la resistividad, E el campo eléctrico y J la densidad de corriente. La fórmula es semejante a la de la ley de Ohm:

$$V = R * I$$

; dónde V es la potencia, R es la resistencia e I es la intensidad de corriente.

Este comportamiento está relacionado con la forma en la que las partículas vibran y la composición atómica.¹³ Cuando se aumenta la temperatura los átomos ganan energía interna aumentando la cantidad de choques entre ellos. Esto da lugar a un aumento de la resistividad, que al ser el inverso de la conductividad, daría lugar a una disminución de la conductividad.

Los ensayos de resistividad se realizaron sin disolver previamente las muestras. En un vaso de plástico se adicionó directamente la muestra y se introdujo directamente el resistivímetro. La medición se repitió hasta obtener un valor estable para cada uno de los casos.

¹³ <https://www.sondagua.cl/blog/que-es-la-resistividad-electrica/>



Figura 10: Resestivímetro

4.3.5. Resistencia mecánica

La resistencia mecánica hace referencia a la capacidad que tiene el endurecedor para, una vez aplicado y seco, resistir condiciones adversas de desgaste.

Para la aplicación del endurecedor se usó un bote de pintura blanca usado en el departamento para validar endurecedores. En un vaso de plástico se añadieron 100 g de la pintura blanca y esta se mezcló con un 33% del endurecedor de estudio y un 33% de disolvente. Mientras se homogeneizaba la mezcla mediante agitación se prepararon las placas sobre las que se iba a pintar. Se usaron placas flexibles negras a las cuales se las colocó una pegatina de cubrición y cinta de carroceros en un lateral. Con más cinta de carroceros se pegaron a unas placas metálicas que actuarían de soporte durante la aplicación. Para la aplicación se usó una pistola neumática (aerógrafo) con una apertura de abanico de 2 y una apertura de caudal de 3. El rango de espesor (micras, μ) de aplicación fue de 35-40 μ . Una vez finalizada la aplicación se procedió a su estufado a 90°C durante 20 min.

Terminado el proceso anterior y con la placa fría se llevó a cabo la prueba mecánica sobre las placas. Para ello se impregnó un algodón en alcohol y se frotó la placa, en sentido ascendente y descendente, aproximadamente 30 veces y se comprobó si la zona afectada sufría alguna alteración (se levantaba la pintura, se decoloraba o empeoraba su aspecto). Imágenes presentes en el apartado ANEXO A.3. Pruebas funcionales.

4.3.6. Control Visual

Para el control visual lo que se hizo fue almacenar tanto la matriz como todos los ensayos en botes de plástico transparentes y se fue observando su progreso a lo largo del tiempo. Lo que se buscaba era determinar el tiempo que tardaban los ensayos en hincharse y, más adelante, generar geles (estado semisólido de un material en un estado coloidal con limitada capacidad para fluir).

Imágenes presentes en el apartado ANEXO A.5. Geles y botes hinchados.

4.3.7. KF

El equipo utilizado en este trabajo es el equipo Karl-Fischer 915 KF Ti-Touch de Metrohm. Este KF trabaja mediante el método volumétrico de forma automática.



Figura 11: Equipo Karl-Fischer 915 KF Ti-Touch¹⁴

El equipo que se muestra en la **Figura 11** cuenta con un soporte donde se encuentra el reactivo de KF, de color amarillo por la presencia de I_2 , y un depósito en el que se lleva a cabo la reacción que contiene los electrodos de medición, la bureta, un agitador magnético y metanol anhidro con el reactivo. Conectado a la botella que contiene el reactivo de KF hay una jeringuilla automática que mide la cantidad de volumen usado del mismo para neutralizar la reacción en el caso de que hubiera presencia de agua. Cuando la muestra problema presenta agua esta disolución pasa a ser transparente debido a la disminución de la concentración de I_2 y el consiguiente aumento de la concentración de

¹⁴ https://www.metrohm.com/es_es/products/2/9150/29150110.html

I. La información final, detectada por un electrodo de platino, viene expresada en % de agua.

El funcionamiento del equipo es el siguiente. Al comienzo del análisis se estudia un blanco para comprobar el estado de la mezcla de reacción y de los electrodos y comprobar así que no hay restos de agua de análisis anteriores. A continuación, se procede al acondicionamiento del equipo. El acondicionamiento cesa cuando no hay fluctuaciones en la deriva medido en $\mu\text{L}/\text{min}$, **Figura 12**:



Figura 12: 1) Acondicionamiento no OK; 2) Acondicionamiento OK. Imagen obtenida de ¹⁴

Después del acondicionamiento se tienen 8 s para introducir la muestra problema en la celda de valoración. Se debe introducir la cantidad en gramos de muestra adicionada, esta cantidad debe ser aquella que consuma entre un 10%-90% de reactivo KF. El análisis presenta una duración de aproximadamente 320 s. Durante el análisis se muestra en la pantalla la curva de titulación, **Figura 13**: volumen de agua (mL) vs tiempo (s). Este procedimiento se realiza por triplicado y mediante un promedio se obtiene el porcentaje de agua en la muestra problema.¹⁵

¹⁵ https://www.metrohm.com/es_es/products/8/9158/89158005.html (Manual 915 KF Ti-Touch- Metrohm.)

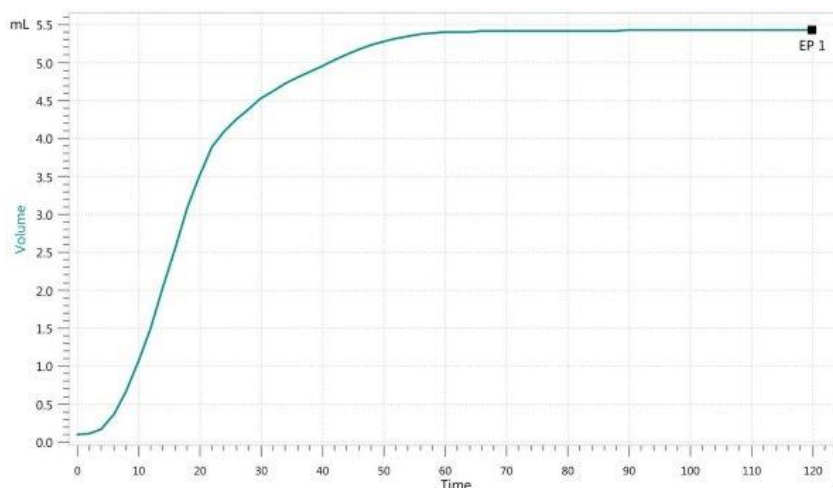


Figura 13: Curva de titulación

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A continuación, se muestran los resultados obtenidos para cada uno de los ensayos:

5.1. Parámetros líquidos y KF

Con el estudio de los parámetros líquidos lo que se buscaba era comprobar si estos permitían la detección previa de alguna anomalía en el producto final.

Los resultados obtenidos para cada una de las situaciones son los siguientes:

Tabla 1: Parámetros líquidos para la matriz

Viscosidad (CDIN/20°)	Densidad (20°C)	Extracto seco (%) (105°C, 3 h) (C.grande/C.pequeña)	Extracto seco (%) (165°C, 1.5 h) (C.grande/C.pequeña)	Resistencia mecánica	KF	Control Visual
18	1.07	68 / 68	67 / 67	Aceptable	0.000	Aceptable

Los resultados presentes en la **Tabla 1** hacen referencia a la matriz fabricada en (4.1. Fabricación de la matriz). Estos valores fueron usados de referencia para determinar si los resultados obtenidos en los ensayos habían variado o no y en su caso cómo variaban.

Únicamente para el caso de la matriz se llevaron a cabo los extractos secos por los dos métodos de estufado diferentes anteriormente explicados (4.3.3. Extracto seco): método lento (105°C, 3h) y método rápido (165°C, 1.5h). El motivo principal era determinar si la forma de estufado afectaba a los resultados finales. Comparando ambos resultados se comprobó cómo estos no variaban por lo que se concluyó que el método utilizado no tenía efectos significativos. A la par que se estudiaban los dos métodos anteriores se estudió también el efecto que podría tener el tamaño de las cápsulas de aluminio en los resultados. Se comprobó que el tamaño de las cápsulas tampoco afectaba al resultado ya que estos eran los mismos tanto con el método rápido como con el lento.

Tabla 2: Parámetros líquidos para cada ensayo realizado

	Viscosidad (CDIN/20°)	Densidad (20°C)	Extracto seco (%) (105°C, 3 h) (C.grande/C.pequeña)	Resistencia mecánica	KF	Control Visual
Ensayo 1	16	1.06	64 / 64	Aceptable	0.000	Aceptable (1 mes)
Ensayo 2	17	1.07	64 / 64	Aceptable	0.025	Aceptable (1 mes)
Ensayo 3	19	1.07	67 / 67	Aceptable	0.236	No Aceptable (15 días)
Ensayo 4	18	1.07	67/ 67	Aceptable	0.497	No Aceptable (48 horas)

A continuación, se comparan los parámetros líquidos de la matriz con los obtenidos para cada uno de los ensayos (**Tabla 2**).

La viscosidad, en todos los ensayos, varía unos pocos s, por encima o por debajo, con respecto a la matriz. Estas variaciones no pueden ser consideradas como representativas debido a que pueden estar asociadas al error en la toma de medida (tiempo de reacción al parar el cronómetro). La densidad, en cambio, no varía en ningunos de los casos y por tanto tampoco aportaría información relevante.

Después, se procedió a estudiar los extractos secos. Como se comprobó anteriormente con la matriz, el método de trabajo no afecta al resultado final por lo tanto para los ensayos únicamente se procedió con el método lento debido a que este es el que está establecido como norma. A pesar de que también se vio como con ambas cápsulas se conseguían los mismos resultados, se decidió volver a comparar ambas debido a la posibilidad de que al hacer variaciones en la matriz los resultados también variaran. Tras obtener los resultados se volvió a corroborar que estos no variaban de unas cápsulas a otras. A diferencia de lo que ocurría en los parámetros anteriores aquí sí se puede observar una diferencia con respecto a la matriz. Esta diferencia se encuentra presente cuando se aumenta la cantidad de disolvente. Cuando se estufan las cápsulas lo que se busca es que se evapore el disolvente y quede únicamente la parte no volátil. Al aumentar el porcentaje de disolvente se aumenta por tanto la proporción de componente volátil de la mezcla y a su vez que la cantidad de componente no volátil disminuya. Esto se refleja en una disminución de los extractos secos. El motivo por el que no hay variación cuando se adiciona agua puede estar debido a que los disolventes orgánicos son mucho más volátiles que el agua y por tanto esta última no consigue evaporarse tan rápido durante el mismo tiempo de estufado.

La resistencia mecánica fue aceptable en todos los casos tanto en el momento en el que se realizar la prueba como pasado un tiempo (la placa no evoluciona). Esto indica que si el endurecedor se utiliza al poco tiempo de haber sido fabricado no afectaría a los resultados finales en caso de que presentara agua o más disolvente.

Los resultados del KF muestran como la matriz no presentaba agua al igual que ocurre en el ensayo 1. Estos eran los resultados que se esperaban también conseguir para el caso del ensayo 2 pero con el KF se observó cómo este detectaba una pequeña cantidad de agua

(0.025%). Con estos resultados se presentó una nueva situación que previamente no se concebía y era la posibilidad de que el agua no procediera únicamente de fuentes externas, sino que viniera implícito en algunos de los componentes de la fórmula. En el ensayo 3 se adicionó un 0.1% (0.85 g) de agua, pero el KF detectó un 0.24%, el doble de lo deseado. La diferencia puede deberse a dos posibles motivos: uno sería un error en la pesada producido por el propio error de la balanza analítica, y otro sería causa del error de medida propio de la técnica. En cambio, cuando se analizó el ensayo 4 (0.5% agua) el KF detectó un 0.497%, en este caso los resultados fueron acordes con lo esperado.

Para finalizar se van a analizar los resultados del control visual. En ellos lo que se buscaba era observar la formación de geles y hacer una aproximación del tiempo de vida del producto en cada uno de los casos. Previa a la formación de los geles se observaba como las muestras se hinchaban lo cual indicaba la formación de un gas que aumentaba la presión del recipiente de plástico. La reacción que se estaría llevando a cabo sería la siguiente:

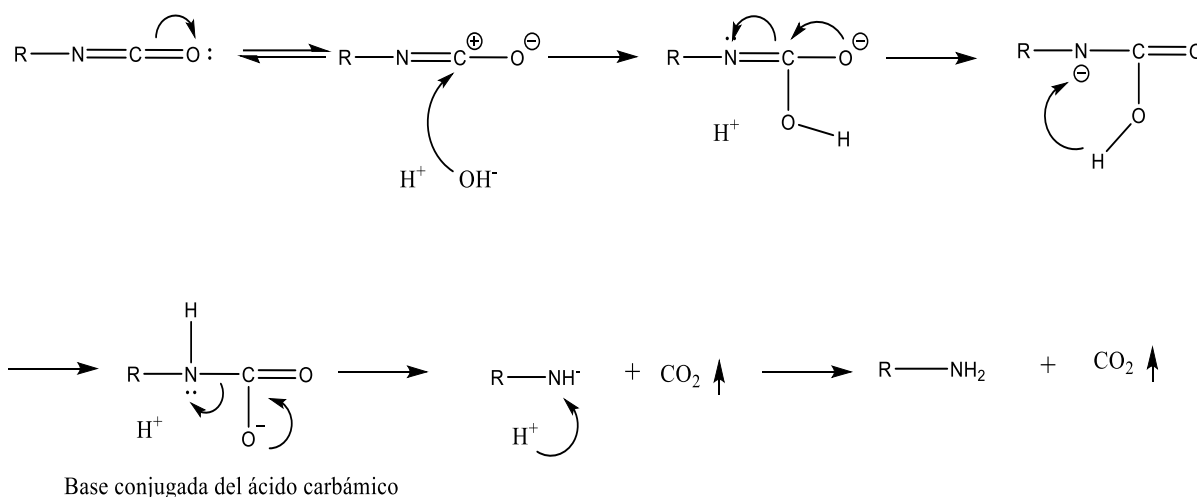


Figura 14: Reacción entre el isocianato y el agua

La reacción de la **Figura 14** muestra una descarboxilación de Hoffman en la que el isocianato reacciona con el agua para dar lugar a una amina primaria y a CO_2 , gas causante del aumento de presión e hinchazón de los botes y latas.

Con tiempo los ensayos 3 y 4 acabaron presentando geles. Para una misma cantidad de muestra a mayor cantidad de agua menor tiempo tardaban los geles en formarse (con un 0.025% agua tardaba 1 mes, con un 0.24% agua tardaba 15 días y con un 0.5% agua solo tardaba 48h). Estos geles podrían estar causados por una reacción secundaria entre el isocianato y la amina primaria, formada en la primera etapa (**Figura 14**), para dar lugar a urea (**Figura 15**).

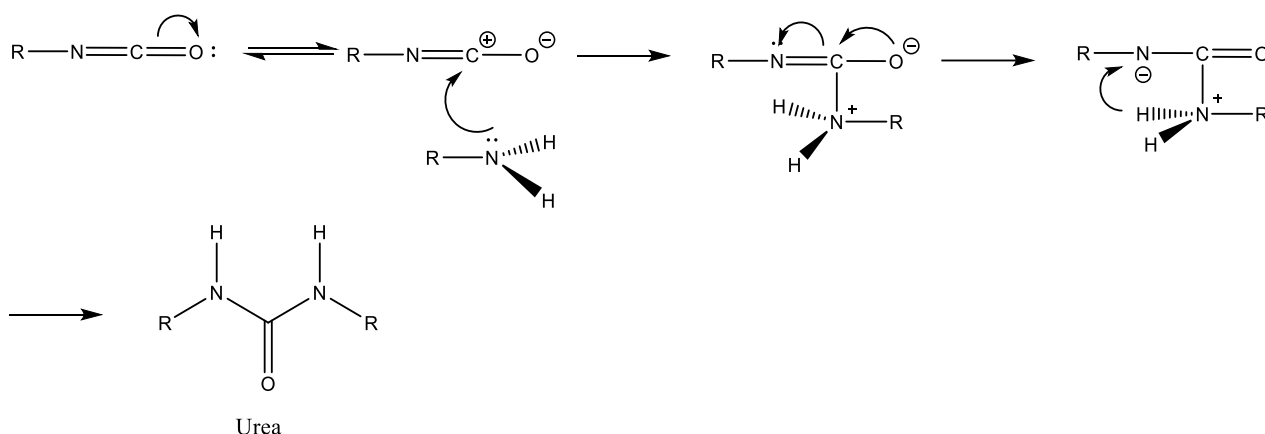


Figura 15: Reacción entre el isocianato y la amina primaria

Ambas reacciones son espontáneas por lo que el proceso no puede detenerse una vez ha comenzado.

La estequiometría de las reacciones mostradas es 1:1. En la reacción de la **Figura 14** se formarán tantos moles de amina y CO_2 como moles de agua haya, el reactivo limitante (RL) por tanto es el agua. A medida que esta reacción va avanzando la cantidad de agua disminuye aumentando la de la amina. A pesar de que la velocidad de reacción entre el isocianato y la amina es mucho mayor que la del isocianato y el agua la reacción de la **Figura 15** no comenzaría hasta que la concentración de amina en disolución sea mayor a la del agua.

5.2. NIR

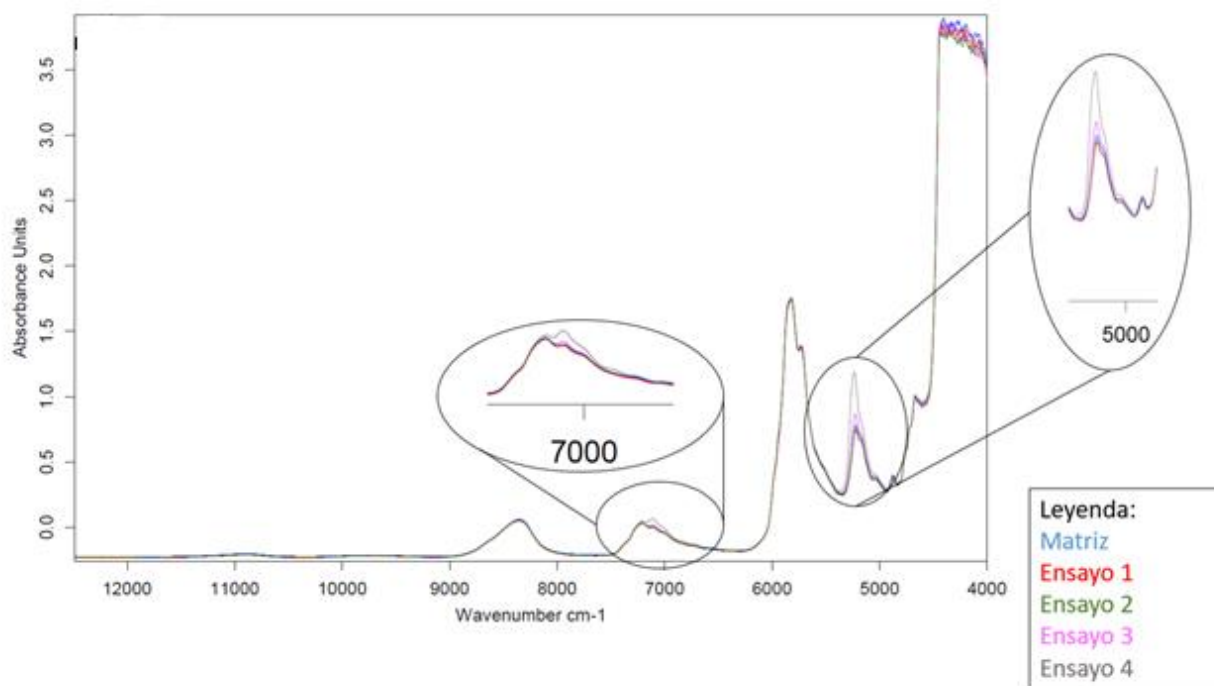


Figura 16: Comparativa de los espectros de NIR para cada uno de los ensayos realizados con la matriz

En la **Figura 16** se muestra la superposición de todos los espectros NIR de los ensayos y de la matriz. Como se dijo en el apartado (5.2. NIR) en esta región del espectro se observan principalmente los enlaces con átomos ligeros. La molécula de agua presenta un átomo de oxígeno unido a dos átomos de hidrógenos por lo que estos enlaces absorberán intensamente la radiación en dicha región del espectro siendo las señales observadas las correspondientes a las vibraciones de flexión del agua.

Cuando se superpusieron todos los espectros se observó cómo estos eran iguales menos en dos regiones concretas: de 6800 a 7300 nm y de 5500 a 5000 nm. Estas regiones son las correspondientes a la molécula de agua. Se observó un aumento apreciable en la intensidad y el área de las señales a medida que se aumentaba el porcentaje de agua. A partir de estos resultados se confirmó que el uso del NIR ayuda a detectar de forma cualitativa la presencia de agua. A diferencia de lo que ocurre en el KF, en el NIR se necesita tener un espectro de la matriz de la muestra a analizar con el que comparar los espectros ya que por sí solos los espectros son difíciles de analizar e interpretar. En el KF, en cambio, no se necesita tener ningún análisis previo de la matriz ya que el equipo proporciona directamente el porcentaje de agua en la muestra.

El siguiente análisis que se realizó fue usando los geles formados. Lo que se quería era confirmar la teoría de la formación de la urea tras la finalización de la reacción. Para ello lo que se hizo fue obtener el espectro de IR del gel y compararlo con los espectros de la matriz y de la urea.

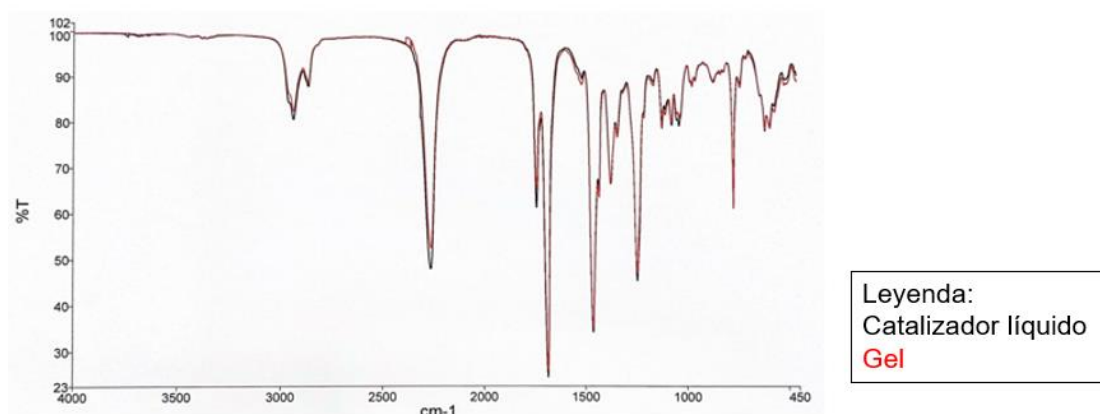


Figura 17: Comparativa del espectro de IR del gel con el espectro del endurecedor líquido

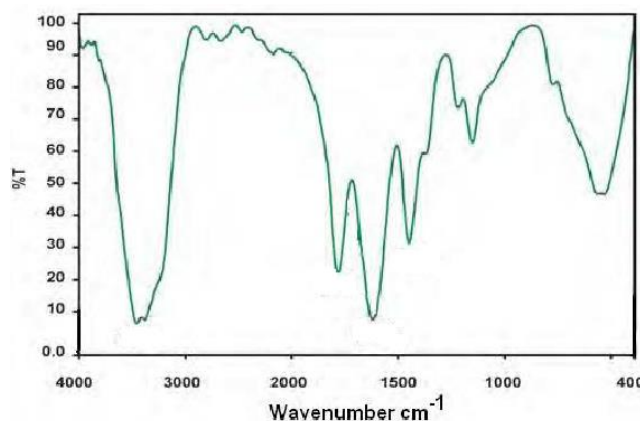


Figura 18: Espectro de IR de la urea

Lo que se observó, **Figura 17 y 18**, fue que el espectro del gel se parecía más al espectro del endurecedor que al de la urea. Esto dio cabida a dos hipótesis posibles para explicar este hecho: la primera consistió en pensar que el gel estaba impregnado o “impurificado” por el endurecedor y lo que realmente se estaba detectando con el IR era el endurecedor y no el gel; y la segunda consistió en pensar en la posibilidad de que no hubiera reacción entre el isocianato y la amina y que el gel obtenido fuera resultado de la evaporación de los disolventes y la solidificación de la amina formada en la reacción entre el isocianato y el agua.

Otro hecho que se observó fue que al colocar el gel en la termobalanza y calentarlo este se derretía volviendo a estado líquido. De este hecho surgen algunas ideas como: si el gel una vez enfriado volvería a solidificar o si en cambio se queda líquido, y en el caso de que no solidifique si las propiedades se verían afectas y de ser así como y cuáles.

Se procedió a comprobar las teorías anteriores colocando en una estufa a 90°C una muestra de gel durante aproximadamente 5h en un bote de metal de 1 kg. La muestra durante este tiempo fue pasando a estado líquido poco a poco. Pasadas las 5 h se sacó el bote y se dejó enfriar antes de taparlo. Al irse enfriando se observó como en poco tiempo algunas partes gelificaban estando completamente gelificado pasado un día. De esta forma se descartó la idea de poder recuperar y reutilizar el producto gelificado y de analizar qué propiedades variaban y cómo.

5.3. Ensayos posteriores

Tras observar la formación de geles en todas las muestras en las que se adicionaba agua se planteó la pregunta de cuál sería el límite inferior de porcentaje de agua en el que el producto no se vería afectado por geles, en el caso de que este límite existiera.

Para ello se plantearon los siguientes ensayos: 0.01%, 0.05%, 0.1% y 0.15% de agua. Las muestras se realizaron en 300g de matriz y se siguió, en todas ellas, el mismo procedimiento ya explicado en el apartado 4.2. Realización de los ensayos. En estas

pruebas solo se llevó a cabo el control visual, la resistividad y el análisis de KF debido a la poca cantidad de muestra que se tenía.

Tabla 3: Resultados de los ensayos adicionales

	KF (%)	Resistividad (K Ω)	Control visual
Matriz	0.000	2040	Aceptable
0.01% agua	0.160	1840	No aceptable (8 días)
0.05 % agua	0.188	1890	No aceptable (8 días)
0.1% agua	0.186	1910	No aceptable (8 días)
0.15% agua	0.215	1920	No aceptable (7 días)

En la **Tabla 3** se encuentran los resultados de todas las pruebas realizadas en los ensayos adicionales. Para todos los casos en los que se adicionó agua se observa la formación de geles a la semana de realizar el ensayo.

En estos ensayos el KF siempre detecta una cantidad parecida de agua y muy por encima de la cantidad de agua que se quería adicionar. Se plantearon varios motivos para explicar este hecho: el primero es que la matriz que se utilizó llevaba tiempo fabricada y ha podido absorber agua del medio, siendo esta cantidad mayor a la adicionada y por ello se detecta porcentajes de agua parecidos; la segunda podría deberse al rango de error de la balanza analítica usada; y la tercera podría deberse a la técnica de análisis usada en el KF, es decir, que la técnica usada no fuera capaz de detectar por debajo de un 0.1% de agua ya que valores por debajo del 0.1% no pueden ser considerados como fiables. El tercer motivo queda descartado dado que en los primeros ensayos se llegó a detectar hasta un 0.025% de agua, es decir, debería poder detectar por debajo de un 0.1%, aunque este no fuera fiable. Para poder aceptar o descartar la primera teoría se debería de haber vuelto a analizar por KF la matriz, pero no se pudo por falta de la misma. De esta forma las dos teorías más posibles serían la primera y la segunda.

Por último, se analizan los resultados obtenidos para la resistividad. Con estos ensayos se quería poner a prueba la idea de si el agua tenía efecto en la resistividad en este tipo de productos (endurecedores) y si fuera posible una detección previa de su presencia mediante su medida directa. Se observó cómo esta medición era muy inestable, es decir, los valores de resistividad variaban enormemente entre mediciones consecutivas tanto en la matriz como en cada uno de los ensayos. Los valores que se muestran en la **Tabla 3** son aproximados y corresponden a momentos en los que la diferencia entre medidas no era muy elevada. Si se comparan los valores de resistividad de los ensayos con los de la matriz vemos como estos no presentaron un comportamiento lógico. Lo que se esperaba era que en los ensayos la resistividad subiera o bajara respecto a la matriz y de forma proporcional a la cantidad de agua. En cambio, lo que se obtuvo fue una disminución de la resistividad en el ensayo de 0.01% agua y luego un aumento de la misma en el resto de los ensayos. La resistividad, por tanto, no puede usarse para controlar a los endurecedores.

6. CONCLUSIONES Y PRUEBAS FUTURAS

- La hinchazón de los botes y latas se determinó como consecuencia del CO₂ gas producido entre la reacción del isocianato y el agua. Otro producto que se obtuvo de esta reacción es una amina primaria, R-NH₂, la cual inicialmente se planteó que reaccionaba posteriormente con isocianato dando lugar a urea, posible causante de la gelificación del endurecedor. Este último hecho no pudo confirmarse con las técnicas empleadas.
- Se comprobó que únicamente la medición del extracto seco permite conocer la alteración en las proporciones de los disolventes, pero no informa ni sobre la magnitud de esta alteración ni indica qué disolvente es el alterado. Por otro lado, usando estos controles no se puede conocer la presencia de agua
- Para la determinación de la presencia de agua, de las técnicas analíticas empleadas, el KF es la técnica más apropiada dado que da resultados cuantitativos de la cantidad de agua en la muestra. El NIR, en cambio, solo confirma o niega la presencia de agua, aunque puede pasar de ser una técnica cualitativa a una cuantitativa si se analiza una cantidad suficiente de muestras (entre 50 y 100 muestras). Debido a esto y a que el NIR requiere de patrones y/o información bibliográfica o histórica, el KF es la técnica más adecuada.
- El análisis de la ficha técnica y de seguridad de los componentes del endurecedor demostró que el agua no solo puede proceder de fuentes externas, sino que este puede estar incluido en los componentes de fabricación.
- Es importante conocer, previo a fabricar, la cantidad de agua presente en los componentes que se van a usar y determinar si estos valores están dentro de los límites aceptables establecidos.
- A partir de los ensayos posteriores y de la experiencia de todo el trabajo se determina que la única cantidad aceptable de agua es de un 0%. Debido a que la mínima presencia de agua genera hinchazón en botes, bidones y latas, haciendo que el producto ya no pueda ser enviado al cliente.
- Otra posible vía de estudio sería determinar el efecto sobre el producto final de la alteración de los otros componentes de la fórmula, aditivo y amina.

7. BIBLIOGRAFÍA

[1] Carbonell, J. C. (2011). Pinturas y recubrimientos.: Introducción a su tecnología. Ediciones Díaz de Santos.

[2] <https://www.pintarmicoche.com/pintura-2k-vs-1k/> (12/08/2024)

[3] Giudice, C. A., & Pereyra, A. M. (2009). Tecnología de pinturas y recubrimientos: Componentes, formulación, manufactura y control de calidad.

[4] <https://sirventproductes.com/category/catalizadores> (12/08/2024)

[5] <https://quimicasthai.wordpress.com/2018/05/04/catalizador-vs-endurecedor/> (05/08/2024)

[6] Ng, L. M., & Simmons, R. (1999). Infrared spectroscopy. Analytical chemistry, 71(12), 343-350.

[7] Owen-Reece, H., Smith, M., Elwell, C. E., & Goldstone, J. C. (1999). Near infrared spectroscopy. British journal of anaesthesia, 82(3), 418-426.

[8] Blanco, M., & Villarroya, I. N. I. R. (2002). NIR spectroscopy: a rapid-response analytical tool. TrAC Trends in Analytical Chemistry, 21(4), 240-250.

[9] <https://cientisol.com/determinacion-agua-karl-fischer/> (22/07/2024)

[10] Amin Ferril, R. C. A. (2016). Procesos para la síntesis de poliuretanos en base acuosa: modelado, validación y simulación

[11] <https://www.iloencyclopaedia.org/es/part-xviii-10978/guide-to-chemicals/item/1055-isocyanates> (10/08/2024)

[12] Pérez-Trejo, L., Sánchez, A. F. M., & Mercado, A. P. (2010). Determinación de la viscosidad de fluidos newtonianos y no newtonianos (una revisión del viscosímetro de Couette). Latin-American Journal of Physics Education, 4(1), 36.

[13] <https://www.sondagua.cl/blog/que-es-la-resistividad-electrica/> (10/08/2024)

[14] https://www.metrohm.com/es_es/products/2/9150/29150110.html (23/09/2024)

[15] https://www.metrohm.com/es_es/products/8/9158/89158005.html (Manual 915 KF Ti-Touch- Metrohm.) (23/09/2024)

ANEXOS

A.1. Listado de Figuras

Figura 1: Secado por evaporación (Pintura 1k). Imagen obtenida de ²	10
Figura 2: Secado por polimerización (pinturas 2k) Imagen obtenida de ²	10
Figura 3: Interacción de la luz con la muestra. Imagen obtenida de ⁷	12
Figura 4: Comparativa entre un Karl-Fischer volumétrico (izquierda) y uno coulombimétrico (derecha). Imagen obtenida de ³	14
Figura 5: Reacciones del isocianato con diferentes reactivos	15
Figura 6: Diisocianato de hexametileno (HDI)	15
Figura 7: 1) Copa FORD, 2) Copa DIN	19
Figura 8: Picnómetro.....	20
Figura 9: Cápsulas de extracto seco: Pequeña (Izquierda)); Grande (Derecha)	21
Figura 10: Resestivímetro	22
Figura 11: Equipo Karl-Fischer 915 KF Ti-Touch	23
Figura 12: 1) Acondicionamiento no OK; 2) Acondicionamiento OK. Imagen obtenida de ¹⁴ ..	24
Figura 13: Curva de titulación	25
Figura 14: Reacción entre el isocianato y el agua	27
Figura 15: Reacción entre el isocianato y la amina primaria.....	28
Figura 16: Comparativa de los espectros de NIR para cada uno de los ensayos realizados con la matriz	28
Figura 17: Comparativa del espectro de IR del gel con el espectro del endurecedor líquido.....	29
Figura 18: Espectro de IR de la urea.....	30
Figura A 1: Pruebas funcionales de: Matriz (derecha) y Ensayo 1 (izquierda):	35
Figura A 2: Pruebas funcionales de: Ensayo 2 (derecha) y Ensayo 3 (izquierda)	35
Figura A 3: Prueba funcional del Ensayo 4.....	36
Figura A 4: Comparativa de los espectros NIR de la matriz y los ensayos con agua	36
Figura A 5: Comparativa de los espectros NIR de la matriz y los ensayos con los disolventes ..	37
Figura A 6: Botes de plástico hinchados.....	37
Figura A 7: Geles formados tras la adición de agua	38

A.2. Listado de tablas

Tabla 1: Parámetros líquidos para la matriz	25
Tabla 2: Parámetros líquidos para cada ensayo realizado	26
Tabla 3: Resultados de los ensayos adicionales.....	31

A.3. Pruebas funcionales

Matriz



Ensayo 1



Figura A 1: Pruebas funcionales de: Matriz (derecha) y Ensayo 1 (izquierda):

Ensayo 2



Ensayo 3



Figura A 2: Pruebas funcionales de: Ensayo 2 (derecha) y Ensayo 3 (izquierda)

Ensayo 4



Figura A 3: Prueba funcional del Ensayo 4

A.4. Espectros NIR

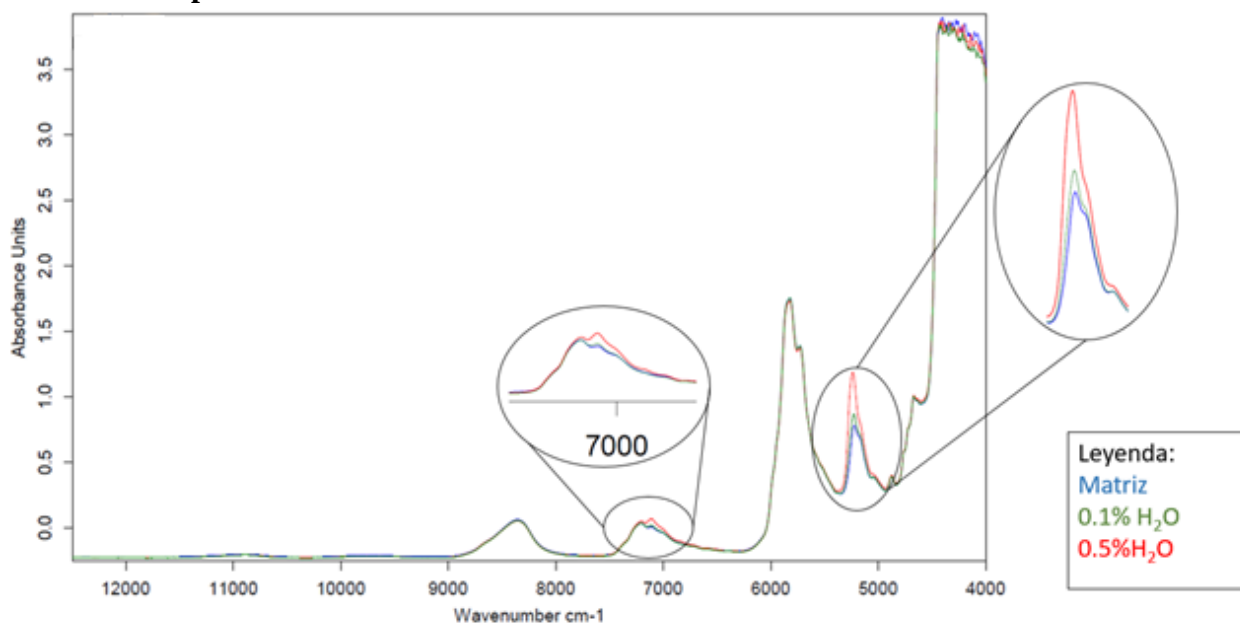


Figura A 4: Comparativa de los espectros NIR de la matriz y los ensayos con agua

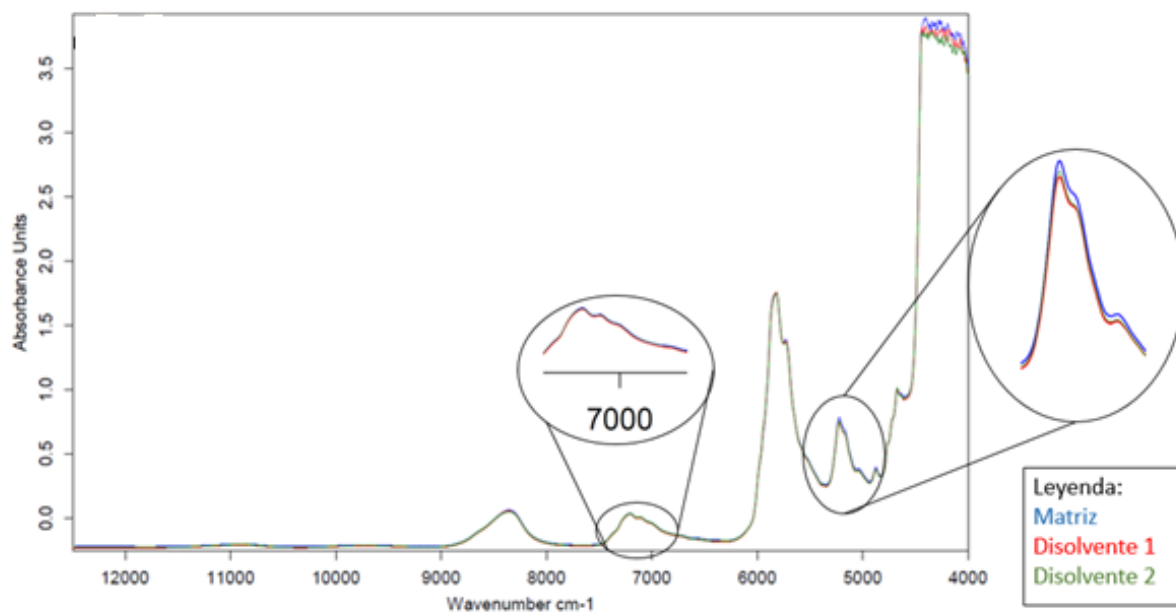


Figura A 5: Comparativa de los espectros NIR de la matriz y los ensayos con los disolventes

A.5. Geles y botes hinchados



Figura A 6: Botes de plástico hinchados



Figura A 7: Geles formados tras la adición de agua