

UNIVERSIDAD DE COSTA RICA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

**COMPARACIÓN DE LOS PROCESOS DE TRATAMIENTO SUPERFICIAL
PARA EL ETILENO-TETRAFLUOROETILENO (ETFE) UTILIZANDO
NAFTALURO DE SODIO E IONIZACIÓN DEL AIRE VÍA DESCARGA CORONA
PARA EL MEJORAMIENTO DE SUS PROPIEDADES ADHESIVAS EN LA
UNIÓN CON ACRILONITRILO-BUTADIENO-ESTIRENO (ABS) TENIENDO
COMO FASE MÓVIL UN ADHESIVO DE CIANOACRILATO**

PROYECTO DE GRADUACIÓN SOMETIDO A CONSIDERACIÓN DE LA ESCUELA DE
INGENIERÍA QUÍMICA COMO REQUISITO FINAL PARA OPTAR POR EL GRADO DE
LICENCIATURA EN INGENIERÍA QUÍMICA.

ANA LUCÍA JOHANNING SOLÍS

CIUDAD UNIVERSITARIA RODRIGO FACIO
SAN JOSÉ, COSTA RICA

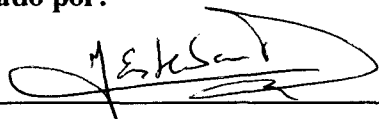
2013

Proyecto de graduación sometido a consideración de la Escuela de Ingeniería Química como requisito final para optar por el grado de Licenciatura en Ingeniería Química.

Sustentante:

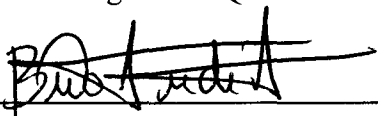
Ana Lucía Johanning Solís.

Aprobado por:



Dr. Esteban Duran Herrera.
Catedrático
Director
Escuela de Ingeniería Química

Presidente del Tribunal



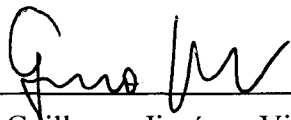
Dr. Benito Stradi Granados.
Catedrático
Escuela de Ingeniería Química

Director del Proyecto



M. Sc. Gerardo Chacón Valle.
Asociado
Escuela de Ingeniería Química

Lector del Proyecto



Dr. Guillermo Jiménez Villalta
Catedrático
Universidad Nacional, Costa Rica.

Lector del Proyecto



Ing. Erick Solano Carmona
Asociado
Escuela de Ingeniería Química

Miembro Invitado

Ciudad Universitaria Rodrigo Facio
2013

Agradecimientos

Primeramente quiero agradecer a Dios por darme la oportunidad y las facilidades para lograr esta meta en mi vida.

Quiero agradecer a mi familia por darme el apoyo emocional, espiritual y económico que necesite durante todos estos años. Espero poder honrarlos en mi vida y de alguna forma retribuir todo el amor, el cariño y la paciencia que me han tenido.

A mis amigos. Por esos que me ayudan a tener presente Quien me ha dado la vida. Por los que me han enseñado a ser mejor persona por medio de su ejemplo. Por los que estuvieron presentes en los momentos más duros de mi vida, jamás lo olvidaré. Por todos esos que con solo su compañía, me lo entregan todo. Por los que han compartido conmigo la risa, el llanto, las travesuras, las congojas, las alegrías, las sorpresas, las tristezas, las chichas, las aventuras...y mis loqueras. A todos, gracias.

Agradezco a mis profesores por construir conmigo las bases de lo que soy, de lo que seré y de lo que voy a ser. Gracias por su influencia en mí y por sus buenas intenciones para conmigo.

Quiero agradecer a mi supervisor del proyecto, por haberme abierto las puertas y por haberme enseñado tanto durante el tiempo en el que tuve el privilegio de tenerlo como mi supervisor y amigo.

A mi director del proyecto, por darme el apoyo necesario para lograr este documento con todas sus implicaciones.

Finalmente, agradezco a todos aquellos que de alguna u otra forma han marcado mi vida, que aunque no les puedo agradecer de uno por uno, siempre los tendré presentes en mi corazón.

Resumen

El presente proyecto compara los tratamientos superficiales del etileno-tetrafluoroetileno (ETFE) con naftaluro de sodio e ionización del aire vía descarga corona. Esto con el fin de observar el mejoramiento de las propiedades adhesivas del ETFE en la unión con acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) usando un adhesivo de cianoacrilato.

Inicialmente se ha realizado un diseño experimental para cada tratamiento con el fin de evaluar los efectos de las variables sobre la resistencia a la tensión de la unión adhesiva; y así determinar los valores de los parámetros operativos con los que se van a comparar ambos procesos.

A la comparación de ambos tratamientos superficiales se le ha añadido el caso en el que no se realiza ningún tratamiento al ETFE con el fin de evaluar sus propiedades adhesivas intrínsecas.

Los resultados obtenidos en el diseño experimental del tratamiento superficial con naftaluro de sodio han demostrado que los tres factores evaluados (secado inicial, temperatura del baño del reactivo y tiempo de inmersión en el reactivo), y su interacción, no tienen efecto significativo estadísticamente sobre la resistencia a la tensión de la unión adhesiva en los rangos de interés.

Los parámetros operativos para el tratamiento con naftaluro de sodio se han escogido conforme a lo recomendado en la literatura, y conforme al promedio más alto obtenido durante el diseño experimental (355,9 N), los cuales son:

- Secado inicial a temperatura ambiente por 15 minutos.
- Temperatura del baño del reactivo de 50 °C.
- Tiempo de inmersión en el reactivo de 60 segundos.

En el diseño experimental del tratamiento superficial con ionización del aire vía descarga corona se han evaluado dos factores: tiempo de exposición a la descarga y presión de salida del aire en el equipo. La evaluación se ha dividido en dos partes:

- 1- A una presión de salida de aire constante de 20 psi (138 kPa) se ha demostrado que dentro de los tres tiempos de exposición evaluados (2 minutos, 1 minuto y 30 segundos), el tiempo en el que se obtuvieron resistencias a la tensión más altas fue con 2 minutos de exposición (resistencias de hasta 238,4 N en promedio).
- 2- Para un tiempo de exposición constante de 2 minutos se evaluaron dos diferentes presiones de salida del aire, 10 y 20 psi (69 y 138 kPa), donde se ha determinado que a una presión de 10 psi (69 kPa) se obtienen valores relativamente altos de resistencia a la tensión (245,5 N en promedio) y una muy baja variabilidad de los datos. Mientras que para una presión de 20 psi (138 kPa) la variabilidad es muy alta.

Los parámetros operativos para el tratamiento con ionización del aire vía descarga corona se han escogido conforme a los mejores resultados de la evaluación del diseño experimental, por lo que se han determinado como:

- Presión de salida del aire de 10 psi (69 kPa).
- Tiempo de exposición a la descarga corona de 2 minutos.

En la comparación de ambos tratamientos, utilizando los parámetros operativos correspondientes, se ha determinado, mediante un análisis de varianza, que sí hay diferencias significativas entre ambos procesos, así como entre éstos y el proceso sin tratamiento. El tratamiento con naftaluro de sodio ha logrado alcanzar los valores de resistencia a la tensión más altos (276,6 N en promedio), luego viene el tratamiento con descarga corona que ha obtenido un promedio de 248,4 N; y por último, el proceso sin tratamiento que apenas ha logrado alcanzar una resistencia a la tensión de 53 N.

Esta comparación ha demostrado que el mejor tratamiento, en cuanto a resistencias a la tensión se refiere, es el tratamiento químico con naftaluro de sodio. También la literatura nos indica que este tratamiento permite una mayor uniformidad de aplicación en comparación con el tratamiento con descarga corona. Sin embargo, se deben tener en cuenta otros factores dentro del proceso como lo son: peligrosidad por manejo de químicos, mayores tiempos de proceso, se requiere de una disposición de los desechos adecuada y se deben tener ciertos cuidados con el reactivo ya que se degrada fácilmente al contacto con el aire, la humedad y otros contaminantes.

Índice General

	<i>Página</i>
AGRADECIMIENTOS	II
RESUMEN	III
ÍNDICE GENERAL	V
ÍNDICE DE CUADROS	VIII
ÍNDICE DE FIGURAS	X
CAPÍTULO 1	1
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPÍTULO 2	3
ETILENO-TETRAFLUOROETILENO (ETFE).....	3
2.1 <i>Propiedades físicas y mecánicas</i>	3
2.2 <i>Propiedades eléctricas</i>	3
2.3 <i>Propiedades químicas</i>	4
2.4 <i>Estabilidad térmica</i>	4
2.5 <i>Resistencia a la radiación</i>	4
2.6 <i>Resistencia a la llama</i>	4
CAPÍTULO 3	5
TEORÍAS DE ADHESIÓN	5
3.1 <i>Teoría mecánica</i>	5
3.2 <i>Teoría electrostática</i>	6
3.3 <i>Teoría de difusión</i>	6
3.4 <i>Teoría de humectabilidad</i>	6
3.5 <i>Enlace químico</i>	7
3.6 <i>Capa límite débil</i>	7
CAPÍTULO 4	8
TRATAMIENTOS SUPERFICIALES PARA MEJORAR ADHESIVIDAD	8
4.1 <i>Tratamiento químico con naftaluro de sodio</i>	9
4.2 <i>Tratamientos con plasma frío</i>	10
4.3 <i>Tratamiento con descarga corona</i>	11
CAPÍTULO 5	14
ADHESIVOS A BASE DE CIANOACRILATO.....	14

CAPÍTULO 6.....	18
MATERIALES, EQUIPO Y METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	18
6.1 <i>Materiales</i>	18
6.1.1 <i>Etileno-tetrafluoroetileno (ETFE)</i>	18
6.1.2 <i>Acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS)</i>	19
6.1.3 <i>Adhesivo de cianoacrilato</i>	19
6.1.4 <i>Reactivos</i>	19
6.1.5 <i>Otros materiales</i>	19
6.2 <i>Equipo experimental</i>	20
6.2.1 <i>Baño ultrasónico</i>	20
6.2.2 <i>Suministro de aire</i>	20
6.2.3 <i>Equipo de pruebas de tensión</i>	20
6.2.4 <i>Equipo general para el tratamiento químico</i>	21
6.2.5 <i>Equipo de ionización del aire vía descarga corona</i>	21
6.3 <i>Metodología experimental</i>	22
6.3.1 <i>Primera etapa experimental: selección de los parámetros operativos para cada tratamiento</i>	22
6.3.1.1 <i>Tratamiento químico con naftaluro de sodio</i>	22
6.3.1.2 <i>Tratamiento con ionización del aire vía descarga corona</i>	26
6.3.1.3 <i>Proceso de adhesión</i>	31
6.3.1.4 <i>Prueba de resistencia a la tensión</i>	32
6.3.2 <i>Segunda etapa experimental: Comparación entre el tratamiento químico con naftaluro de sodio y el tratamiento de ionización del aire vía descarga corona</i>	33
6.3.2.1 <i>Tratamiento químico con naftaluro de sodio</i>	33
6.3.2.2 <i>Tratamiento con ionización del aire vía descarga corona</i>	34
6.3.2.3 <i>Unión adhesiva del ETFE sin tratamiento superficial</i>	34
CAPÍTULO 7.....	36
ANÁLISIS DE RESULTADOS	36
7.1 <i>Primera etapa del análisis experimental para cada tratamiento: parámetros operacionales</i>	36
7.1.1 <i>Análisis del tratamiento químico con naftaluro de sodio</i>	36
7.1.2 <i>Análisis del tratamiento con ionización del aire vía descarga corona</i>	42
7.2 <i>Segunda etapa del análisis experimental: comparación de los resultados de los tratamientos superficiales para el ETFE</i>	47
CAPÍTULO 8.....	58
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	58
8.1 <i>Conclusiones</i>	58
8.1.1 <i>Diseño experimental del tratamiento químico con naftaluro de sodio</i>	58
8.1.2 <i>Diseño experimental del tratamiento con ionización del aire vía descarga corona</i>	58

8.1.3 Comparación de los tres procesos: tratamiento químico, tratamiento con descarga corona y sin tratamiento.....	59
8.2 Recomendaciones	60
BIBLIOGRAFÍA	61
NOMENCLATURA	63
APÉNDICES.....	64
APÉNDICE A. DATOS EXPERIMENTALES.....	64
APÉNDICE B. RESULTADOS INTERMEDIOS.....	66
APÉNDICE C. MUESTRA DE CÁLCULO	69
PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	70
A. Diseño experimental del tratamiento químico con naftaluro de sodio.	70
B. Diseño experimental del tratamiento con ionización del aire vía descarga corona.	71
B1. Tiempos de exposición a la descarga a una presión de salida de aire constante	71
B2. Presiones de salida del aire a un tiempo de exposición a la descarga constante.	72
C. Proceso de adhesión.....	73
D. Prueba de resistencia a la tensión.	73
E. Comparacion de los tres procesos: tratamiento químico con naftaluro de sodio, tratamiento con ionización del aire vía descarga corona y sin tratamiento	73
E1. Tratamiento químico con naftaluro de sodio.....	73
E2. Tratamiento de ionización del aire vía descarga corona.....	75
E3. Proceso sin tratamiento superficial.	76

Índice de Cuadros

	Página
Cuadro 2.1. Propiedades típicas del ETFE.	3
Cuadro 3.1. Teorías de adhesión.	5
Cuadro 5.1. Ventajas y desventajas de los adhesivos de cianoacrilato. (Dunn, 2003).	16
Cuadro 6.1. Composición del adhesivo de cianoacrilato utilizado.....	19
Cuadro 6.2. Especificaciones de los reactivos utilizados en el proyecto.	19
Cuadro 6.3. Especificaciones del baño ultrasónico utilizado.	20
Cuadro 6.4. Especificaciones del equipo para pruebas de tensión.	20
Cuadro 6.5. Especificaciones del equipo utilizado durante el tratamiento químico.....	21
Cuadro 6.6. Especificaciones del equipo de descarga corona.	21
Cuadro 6.7. Diseño factorial de 23 con una réplica para el tratamiento químico con naftaluro de sodio.	23
Cuadro 6.8. Parámetros operativos para el tratamiento químico del ETFE.	33
Cuadro 6.9. Parámetros operativos para el tratamiento con descarga corona del ETFE.....	34
Cuadro 7.1. Resumen del diseño factorial realizado para el análisis del tratamiento químico en la primera parte experimental.	36
Cuadro 7.2. Efectos, estadísticos de prueba y valores-P para la resistencia a la tensión del tratamiento químico según el diseño factorial.....	37
Cuadro 7.3. Mayor y menor promedio de los datos de resistencia a la tensión según cada corrida del diseño factorial para el tratamiento químico, observados en la Gráfica de cubos.	41
Cuadro 7.4. Valores de los parámetros operacionales escogidos para el proceso de tratamiento superficial químico para el ETFE.....	42
Cuadro 7.5. Descripción estadística y resumen del gráfico de cajas para el análisis de tiempos de exposición a presión de salida de aire constante (20 psi).....	44
Cuadro 7.6. Descripción estadística y resumen del gráfico de cajas para el análisis de presión de salida del aire a tiempo de exposición constante.	46
Cuadro 7.7. Valores de los parámetros operacionales escogidos para el tratamiento superficial con ionización del aire vía descarga corona.	47
Cuadro 7.8. Descripción estadística y resumen de los valores obtenidos en la gráfica de cajas de los tres procesos, tratamiento con descarga corona, tratamiento químico y sin tratamiento.....	53

Cuadro 7.9. Resumen de las ventajas y desventajas de cada tratamiento observadas durante este proyecto y según la información obtenida en la literatura (Capítulo 4).	57
Se recomienda realizar un estudio del impacto ambiental que tiene la utilización del tratamiento superficial con naftaluro de sodio con el fin de tener mayor noción en cuanto a la peligrosidad que tiene el manejo de este químico y sus repercusiones al ambiente.....	57
Cuadro A.1. Datos de resistencia a la tensión en libra fuerza obtenidos según el diseño factorial realizado para la evaluación de los efectos en el tratamiento químico con naftaluro de sodio.....	64
Cuadro A.2. Datos de resistencia a la tensión en libra fuerza obtenidos según el diseño experimental en el tratamiento con ionización del aire vía descarga corona con diferentes tiempos de exposición (2 minutos, 1 minuto y 30 segundos) a una presión de salida de aire constante de 20 psi.....	64
Cuadro A.3. Datos de resistencia a la tensión en libra fuerza obtenidos según el diseño experimental en el tratamiento con ionización del aire vía descarga corona con diferentes presiones de salida de aire a un tiempo de exposición constante de 2 minutos.	65
Cuadro A.4. Resistencias a la tensión en libra fuerza obtenidas en cada proceso (tratamiento químico con naftaluro de sodio, tratamiento con ionización del aire vía descarga corona y sin tratamiento) para su comparación.....	65
Cuadro A.4. (Continuación). Resistencias a la tensión en libra fuerza obtenidas en cada proceso (tratamiento químico con naftaluro de sodio, tratamiento con ionización del aire vía descarga corona y sin tratamiento) para su comparación.....	66
Cuadro B.1. Conversión de los datos de resistencia a la tensión al Sistema Internacional en Newton (N), obtenidos según el diseño factorial realizado para la evaluación de los efectos en el tratamiento químico con naftaluro de sodio.....	66
Cuadro B.2. Promedio de los datos de resistencia a la tensión obtenidos del diseño factorial para el tratamiento químico con naftaluro de sodio.	67
Cuadro B.3. Conversión datos de resistencia a la tensión a unidades de Newton (N), obtenidos del diseño experimental para el tratamiento con descarga corona a diferentes tiempos de exposición.	67
Cuadro B.4. Conversión de los datos de resistencia a la tensión a unidades de Newton (N), obtenidos del diseño experimental para el tratamiento con descarga corona con diferentes presiones de salida de aire a un tiempo de exposición constante.	67
Cuadro B.4. (Continuación) Conversión de los datos de resistencia a la tensión a unidades de Newton (N), obtenidos del diseño experimental para el tratamiento con descarga corona con diferentes presiones de salida de aire a un tiempo de exposición constante.....	68
Cuadro B.5. Conversión de los datos de resistencia a la tensión al Sistema Internacional en Newton (N), obtenidos en cada proceso (tratamiento químico con naftaluro de sodio, tratamiento con ionización del aire vía descarga corona y sin tratamiento) para su comparación.....	68

Índice de Figuras

Página

Figura 4.1. Clasificación de las técnicas utilizadas para los tratamientos superficiales de plásticos.....	8
Figura 4.2. Naftaluro de sodio.....	9
Figura 4.3. Posible mecanismo de la reducción C-F en el fluoropolímero.....	9
Figura 4.4. Configuración del sistema de tratamiento con descarga corona.....	12
Figura 4.5. Vía de reacción del plasma de aire, formado en la descarga corona, con la superficie del polímero (Wolf & Corporation, 2010).....	13
Figura 5.1. Estructura de 2-cianoacrilato donde R es un grupo alquilo: metilo, etilo y otros.....	14
Figura 6.1. Estructura molecular del etileno-tetrafluoroetileno.....	18
Figura 6.2. Representación del baño ultrasónico utilizado para el tratamiento superficial del ETFE. (Emerson Industrial Automation, 2013).....	20
Figura 6.3. Representación del equipo de pruebas de tensión utilizado en el análisis de los tratamientos superficiales del ETFE. (Instron, 2013).....	21
Figura 6.4. Representación del equipo para el suministro de energía en la descarga corona.....	22
Figura 6.5. Baño del ETFE en naftaluro de sodio utilizando un tubo de ensayo.....	25
Figura 6.6. Esquema del diseño experimental para el tratamiento químico del ETFE.....	26
Figura 6.7. Diagrama experimental del tratamiento superficial con descarga corona.....	29
Figura 6.8. Giro del material y barrido con la tierra sobre la superficie del ETFE durante el tratamiento de descarga corona.....	29
Figura 6.9. Esquema del diseño experimental para el tratamiento con descarga corona, según el análisis a presión de aire constante de 20 psi (primer paso experimental).....	30
Figura 6.10. Esquema del diseño experimental para el tratamiento con descarga corona, según el análisis a tiempo de exposición constante.....	31
Figura 6.11. Aplicación del adhesivo de cianoacrilato al área de adhesión en el material ABS.....	32
Figura 6.12. Colocación del ensamble en el equipo de pruebas de tensión.....	33

Figura 6.13. Esquema del proceso del tratamiento químico para el ETFE utilizando los parámetros operativos establecidos.	34
Figura 6.14. Esquema del proceso del tratamiento con ionización del aire vía descarga corona para el ETFE utilizando los parámetros operativos establecidos.	34
Figura 7.1. Gráfica normal de efectos estandarizados para la variable de respuesta de la resistencia a la tensión en el diseño factorial del tratamiento químico.	38
Figura 7.2. Gráfica de efectos normales (absolutos) estandarizados para la variable de respuesta de la resistencia a la tensión en el diseño factorial del tratamiento químico.	39
Figura 7.3. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados para la variable de respuesta de la resistencia a la tensión en el diseño factorial del tratamiento químico.	39
Figura 7.4. Gráfica de probabilidad normal del diseño factorial para el tratamiento químico con naftaluro de sodio.	40
Figura 7.5. Gráfica de cubos (medias de los datos) para la variable de respuesta de la resistencia a la tensión en el diseño factorial del tratamiento químico.	40
Figura 7.6. Análisis de varianza, estadísticas individuales e intervalos de confianza de cada tiempo de exposición a la descarga corona, a presión constante.	42
Figura 7.7. Gráfico de cajas para los diferentes tiempos de exposición a presión constante en el análisis del tratamiento de ionización del aire vía descarga corona.	43
Figura 7.8. Gráficas de residuos de los datos de resistencia a la tensión para los tres tiempos de exposición a la descarga corona, a presión constante.	44
Figura 7.9. Análisis de varianza, estadísticas individuales e intervalos de confianza de cada presión de salida de aire evaluada.	45
Figura 7.10. Gráfico de cajas para la presión de salida del aire a un tiempo de exposición constante de 2 minutos en el análisis del tratamiento de ionización del aire vía descarga corona.	46
Figura 7.11. Gráficas de residuos de los datos de resistencia a la tensión para las dos diferentes presiones de salida de aire evaluadas.	47
Figura 7.12. Cuadro de análisis de varianza de los tres diferentes procesos.	48
Figura 7.13. Estadísticas individuales e intervalos de confianza de cada proceso en el análisis de varianza.	48
Figura 7.14. Comparación múltiple mediante el método de Tukey para los tres diferentes procesos.	49
Figura 7.15. Comparación múltiple mediante el método de Fisher para los tres diferentes procesos.	50
Figura 7.16. Intervalos de confianza utilizando la comparación múltiple de Hsu para los tres diferentes procesos.	51
Figura 7.17. Gráfica de valores individuales de los tres procesos, tratamiento con descarga corona, tratamiento químico y sin tratamiento.	52

Figura 7.18. Gráfica de cajas de los tres procesos, tratamiento con descarga corona, tratamiento químico y sin tratamiento.	53
Figura 7.19. Gráficas de residuos de los datos de resistencia a la tensión de los tres procesos, tratamiento con descarga corona, tratamiento químico y sin tratamiento.	54
Figura 7.20. Cuadro de análisis de varianza de los procesos con tratamiento (químico y descarga corona).	55
Figura 7.21. Estadísticas individuales e intervalos de confianza de ambos tratamientos en el análisis de varianza.	55
Figura 7.22. Gráficas de residuos de los datos de resistencia a la tensión del tratamiento con descarga corona y el tratamiento químico.	56

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

El etileno-tetrafluoroetileno (ETFE) es un copolímero fluorado el cual provee una combinación de propiedades las que incluyen las resistencias a las temperaturas elevadas (soporta hasta los 150°C a servicio continuo), radiación ultravioleta y al ataque químico. Esto hace que el ETFE sea tradicionalmente considerado como esencialmente inerte. Adicionalmente es un polímero termo-formable (proceso en el que se logra dar una forma específica al material calentándolo hasta una temperatura de formación) y posee baja fricción, lo que lo hace ideal en una serie de aplicaciones.

Generalmente, este tipo de polímeros fluorados es utilizado para aplicaciones especializadas tales como, producción de partes automovilísticas, preparación de revestimientos resistentes a altas temperaturas, manufactura de antiadherentes y construcción de dispositivos médicos.

Estos polímeros fluorados requieren una buena adhesión para aplicaciones tales como estampado, impresiones y metalización.

Las uniones adhesivas son usadas de forma rutinaria debido a sus ventajas, entre las que destacan, un menor peso estructural que uniones que usan tornillos y tuercas, distribución uniforme de tensiones, control de la rigidez, buen sello de uniones, capacidad de aislamiento térmico y eléctrico, con el uso de un adhesivo con dichas propiedades, posibilidad de unir materiales de distinta naturaleza, menor costo de fabricación y posibilidad de automatizar el proceso. Sin embargo, se conoce que el ETFE es difícil de adherir, debido a sus propias propiedades que lo hacen esencialmente inerte, por lo que se debe recurrir a los procesos de pretratamiento de las superficies para mejorar sus propiedades de adhesión. (García, 2011).

Existen diferentes tipos de pretratamientos de las superficies de los polímeros para mejorar sus características de adhesión tales como tratamientos químicos húmedos, tratamientos

con plasma o descarga corona, tratamientos de reducción electroquímica directa, tratamientos fotoquímicos y otros similares. (Brewis & Dahm, 2005).

Dentro de los diferentes pretratamientos para el ETFE, este trabajo busca comparar dos procesos diferentes: el tratamiento con naftaluro de sodio y el tratamiento con descarga corona. El tratamiento con el naftaluro de sodio es el más conocido por ser de los primeros tratamientos desarrollados, mientras que el tratamiento con descarga corona ha venido a ser estudiado en forma creciente durante los últimos años. (Brewis & Dahm, 2005).

Con el fin de poder comparar ambos pretratamientos, se realizara un ensamble con ETFE y el acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) utilizando un adhesivo a base de cianoacrilato. Se realizará una prueba de tensión a la unión formada con el fin de analizar la efectividad de los pretratamientos en el mejoramiento de las propiedades adhesivas del ETFE. Se escoge este tipo de ensamble para el análisis ya que tanto el ETFE como el ABS tienen amplia aplicación en la industria médica y automovilística. El adhesivo es cianoacrilato porque es el tradicionalmente usado para unir este tipo de superficies en la industria ya que ha demostrado formar uniones fuertes con los fluoropolímeros. La expectativa es que el tratamiento incremente la capacidad adhesiva del ETFE por encima de la que ya se conoce cuando se usa solamente el adhesivo cianoacrilato. (Henkel Loctite Corporation, 2003).

CAPÍTULO 2

ETILENO-TETRAFLUOROETILENO (ETFE)

Copolímeros de ETFE se componen esencialmente de unidades alternadas de etileno y tetrafluoroetileno (TFE); comercialmente es un copolímero equimolar (razón 1:1) que contiene un grado de alternancia del 90%. Se espera que esta regularidad pueda resultar en una mayor cantidad de fase cristalina y punto de fusión más alto comparado con aquellos polímeros con una cristalinidad menor. (Ebnesajjad, 2002).

Los copolímeros ETFE presentan un balance de propiedades físicas, químicas, mecánicas y eléctricas resumidas en la Cuadro 2.1 y que se explican a continuación. (Drobny, 2006).

Cuadro 2.1. Propiedades típicas del ETFE.

Propiedad	Unidad	Valor
Fuerza de tensión	MPa	40-47
Elongación de ruptura	%	150-300
Fuerza de compresión	MPa	17
Módulo de flexión	MPa	1,2
Dureza (Shore D)	-	63-72
Coefficiente de fricción en acero	-	0,23
Gravedad específica	-	1,70-1,72
Absorción de agua, 24 hr	% en peso	0,005-0,007
Punto de fusión	°C	255-280
Fuerza dieléctrica, 0,25 mm espesor	kV/mm	64
Rango de temperatura de servicio continuo	°C	150

2.1 Propiedades físicas y mecánicas

ETFE exhibe excepcional tenacidad y resistencia a la abrasión en un amplio rango de temperaturas (de -60°C a 150 °C) y una buena combinación de alta resistencia a fuerzas de tensión, de impacto y de flexión. También presenta baja fricción y buena resistencia al desgaste. A temperaturas elevadas es posible que sea susceptible al agrietamiento por lo que esa característica debe tenerse en cuenta a la hora de diseños a temperatura elevada.

2.2 Propiedades eléctricas

ETFE exhibe excelentes propiedades eléctricas. Su constante dieléctrica es baja y esencialmente independiente de la frecuencia. El factor de disipación es bajo, pero

incrementa con la frecuencia y también puede ser incrementado por entrecruzamiento. Irradiación y entrecruzamiento en general incrementan la pérdida dieléctrica.

2.3 Propiedades químicas

ETFE modificado tiene excelente resistencia al ataque químico. No es hidrolizado por agua hirviendo y la ganancia en peso es menor que 0,03% en agua a temperatura ambiente. Ácidos fuertes oxidantes, como el ácido nítrico, y algunas bases orgánicas causan despolimerización a altas concentraciones y altas temperaturas (Doran & Bob, 2013).

2.4 Estabilidad térmica

ETFE tiene una buena estabilidad térmica; sin embargo para aplicaciones a altas temperaturas usualmente se deben agregar estabilizadores. Una gran variedad de compuestos, la mayoría sales metálicas, tales como óxido de cobre y haluros, óxidos de aluminio y sales de calcio pueden actuar como sitios para la oxidación del ETFE (Chen, Yuan, & Zhao, 2012).

2.5 Resistencia a la radiación

La radiación ionizante entrecruza el ETFE. Entrecruzamiento del ETFE es más probable que la rotura de la cadena principal por efecto de la energía de la radiación aplicada. A bajos niveles de radiación la velocidad de entrecruzamiento coincide aproximadamente con la velocidad de rotura, por lo que las propiedades determinadas en una prueba de tensión se espera que no sean afectadas significativamente.

2.6 Resistencia a la llama

Resinas de ETFE no son inflamables (*i.e.* no soportan combustión en el aire) y tienen típicamente un Índice de Oxígeno Limitante (LOI - limiting oxygen index) de aproximadamente 30-31% en volumen. El LOI proporciona una medida de la concentración mínima de oxígeno en el flujo de una mezcla de oxígeno y nitrógeno que dará soporte a la combustión con llama. (ASTM D2863-12e1; Drobny, 2006).

CAPÍTULO 3

TEORÍAS DE ADHESIÓN

La unión adhesiva no se puede acreditar a un solo mecanismo de adhesión sino que se le acredita a una combinación de ellos. Estos mecanismos describen los procesos responsables de que ocurra la unión; el alcance de la función de cada mecanismo puede variar para diferentes sistemas de unión adhesiva.

La formalización de los mecanismos de adhesión son asociados con teorías que describen partes del proceso por el que ocurre la adhesión. Las teorías de adhesión de interés están en la Cuadro 3.1 y se explican a continuación. (Ebnesajjad, 2010).

Cuadro 3.1. Teorías de adhesión.

Teoría	Escala de acción
Enclavamiento Mecánico	Microscópica
Electroestática	Macroscópica
Difusión	Molecular
Adsorción/reacción de superficie	Molecular
Humectabilidad (wettability)	Molecular
Enlace Químico	Atómica
Capa Limite Débil	Molecular

3.1 Teoría mecánica

Según esta teoría, la adhesión ocurre debido a la penetración del adhesivo dentro de poros, cavidades y otras irregularidades de la superficie del sustrato. El adhesivo desplaza el aire atrapado en la interfase, penetra la rugosidad de ambos sustratos y se forma la unión. Una contribución positiva a la fuerza de unión adhesiva resulta del enclavamiento mecánico (interlocking) del adhesivo y los adherentes. Los adhesivos generalmente forman uniones más fuertes con superficies erosionadas porosas que con superficies lisas. La adhesión mejorada después de la erosión de una superficie de una parte puede deberse a (1)

enclavamiento mecánico, (2) formación de una superficie limpia con exposición de grupos activos y (3) un incremento en el área superficial de contacto (Baldan, 2012).

3.2 Teoría electroestática

Esta teoría propone que la adhesión se debe a efectos electroestáticos entre el adhesivo y el adherente. Se supone que ocurre una atracción a nivel molecular entre el adhesivo y el adherente como resultado de las diferentes estructuras de banda electrónica. Fuerzas electroestáticas en forma de una doble capa eléctrica son por ende formadas en la interface adhesivo-adherente. Estas fuerzas representan la resistencia a la separación. Esta teoría es reforzada por el hecho de que descargas eléctricas han sido observadas cuando un adhesivo es separado de un sustrato. La contribución a la adhesión del mecanismo electrónico en sistemas no metálicos ha sido calculada y se determinó que es pequeña en comparación con la contribución de la unión química discutida en sección 3.5.

3.3 Teoría de difusión

Esta teoría sugiere que la adhesión es desarrollada por medio de la interdifusión relativa de moléculas entre el adhesivo y el adherente. La teoría de difusión es principalmente aplicable cuando ambos, el adhesivo y el adherente son polímeros con moléculas capaces de movimiento. La naturaleza de los materiales y las condiciones de unión determinaran si ocurre la difusión y hasta qué punto. No hay presencia de concentración de estreses en la interface generada en la frontera adhesivo-adherente porque no existe discontinuidad en las propiedades físicas.

3.4 Teoría de humectabilidad

Esta teoría propone que la adhesión ocurre debido a un contacto molecular entre dos materiales y las fuerzas de superficie que se desarrollan. El primer paso en la formación de una unión es desarrollar fuerzas interfaciales entre el adhesivo y el sustrato. El proceso de establecer contacto continuo entre el adhesivo y el adherente es llamado humectabilidad. Para que un adhesivo humedezca la superficie de un sólido, el adhesivo requiere una tensión superficial menor a la tensión superficial crítica del sólido. Esta es precisamente la razón para los tratamientos de superficies de plásticos, incrementar sus energías de superficie y su polaridad. Una alta humectabilidad resulta cuando el adhesivo fluye entre las irregularidades de la superficie del sustrato. Una baja humectabilidad resulta cuando

este flujo es bajo, o cuando se logran hacer puentes del adhesivo en las irregularidades de la superficie del sustrato con lo que se reduce el área de contacto real entre el adhesivo y el adherente obteniéndose una fuerza de adhesión baja.

3.5 Enlace químico

Este mecanismo atribuye la formación de una unión adhesiva a fuerzas químicas de superficie. Enlaces de hidrógeno, covalentes e iónicos formados entre el adhesivo y los adherentes son más fuertes que las fuerzas atractivas de dispersión. En general existen tres diferentes tipos de interacciones que actúan durante un enlace químico: enlaces covalentes, enlaces de hidrógeno y fuerzas de Van der Waals. La naturaleza exacta de la interacción para una unión adhesiva dada depende en la composición química de la interface.

3.6 Capa límite débil

Esta teoría establece que fallas de la unión en la interface son debidas a una capa límite débil. Capas límite débiles pueden originarse desde el adhesivo, el adherente, el ambiente, o una combinación de alguno de estos factores.

Una capa límite débil puede ocurrir en el adhesivo o el adherente si una impureza se concentra cerca de la superficie de unión y forma un apego débil al sustrato. Cuando la falla se da, es la capa límite débil la que falla, aunque la falla pareciera darse en la interface adhesivo-adherente.

CAPÍTULO 4

TRATAMIENTOS SUPERFICIALES PARA MEJORAR ADHESIVIDAD

Las superficies tienen un papel importante en el proceso de adhesión ya que rigen la calidad de la unión adhesiva. Por esta razón, es imprescindible un tratamiento superficial adecuado que permita optimizar la adhesión, modificando en muchos casos la superficie físico-químicamente para conseguir mejores resistencias mecánicas.

Una buena limpieza superficial es una condición necesaria para una buena adhesión, pero no es una condición suficiente para garantizar que la unión sea duradera. Lo óptimo es lograr una adhesión debida a fuerzas de adhesión intrínsecas y no solo a un anclaje mecánico.

Existen diferentes tratamientos para mejorar la adhesividad de los polímeros tales como los que se observan en el siguiente diagrama. (Ebnesajjad, 2010).

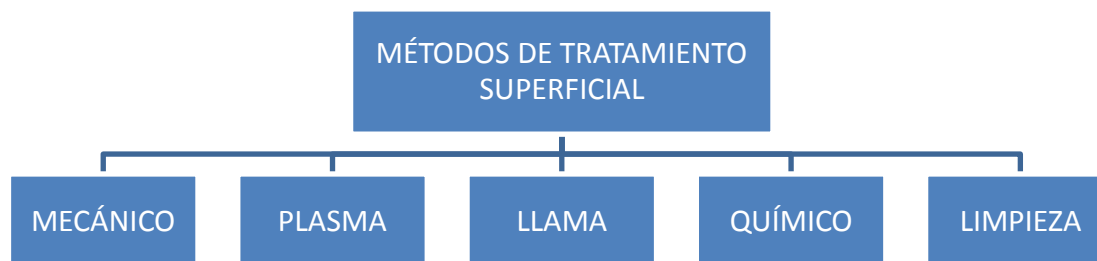


Figura 4.1. Clasificación de las técnicas utilizadas para los tratamientos superficiales de plásticos.

El tratamiento mecánico produce una rugosidad y un lijado a la superficie del plástico. Este método logra remover partículas sueltas e inestables de la superficie del material, lo que aumenta el área de superficie de contacto y mejora la adhesividad.

La descarga eléctrica en la superficie del plástico durante el tratamiento con descarga corona, parte de los métodos con plasma, reacciona con las moléculas del polímero generando radicales libres. Estos radicales libres reaccionan rápidamente con el oxígeno del ambiente y producen grupos peróxido que pueden descomponerse y formar una variedad de grupos polares. Estos grupos incluyen hidroxilo (OH), carbonilo (C=O) y ácido carboxílico (O=C=OH).

El mecanismo del tratamiento de llama es una oxidación térmica de la superficie del plástico. La temperatura de la llama puede exceder los 2000°C. (Ebnesajjad, 2010).

El tratamiento químico oxida la superficie plástica similar al método de plasma corona.

4.1 Tratamiento químico con naftaluro de sodio

El método original para los tratamientos superficiales de los fluoropolímeros para su unión adhesiva es el tratamiento químico con una solución de sodio metálico (naftaluro de sodio). La reacción se da a tan solo unos pocos angstroms de profundidad en la superficie, con lo que no se daña el cuerpo principal del polímero. Durante el tratamiento se da una desfluoronización de la superficie mientras que se aumenta el contenido de carbono y oxígeno (el flúor es remplazado por grupos hidroxilo, carbonilo y carboxilo) con lo que se logra incrementar sus propiedades adhesivas. (Ebnesajjad & Khaladkar, 2008).

El fluoropolímero requiere estar dentro de la solución por un corto lapso de tiempo que va de los treinta a los sesenta segundos. Una mayor prolongación en el baño puede debilitar la unión adhesiva del material. El sodio se puede remover realizando un lavado en alcohol. (Acton Technologies, 2003).

La composición con naftaluro de sodio es un fuerte agente reductor capaz de actuar como un donador de electrones. (Brewis & Dahm, 2005).

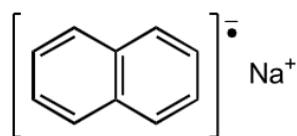


Figura 4.2. Naftaluro de sodio.

Un posible mecanismo de la reducción de la unión C-F en el fluoropolímero se observa a continuación (Brewis & Dahm, 2005):

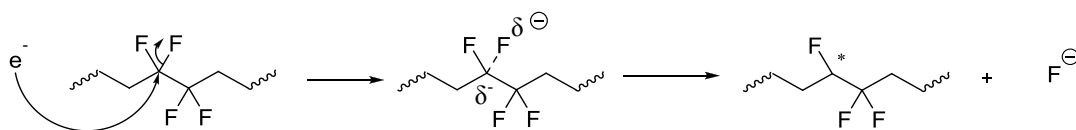


Figura 4.3. Posible mecanismo de la reducción C-F en el fluoropolímero.

Como se observa en la Figura 4.3, la molécula queda temporalmente desbalanceada luego de efectuada la reducción. Durante el resto del proceso, el lavado y el secado, hidrógeno y oxígeno empiezan a restaurar el equilibrio de la molécula con lo que se obtiene una estructura rica en grupos funcionales, mencionados anteriormente, responsables de la adhesión.

La solución con sodio metálico tiene un color azul oscuro y debe ser agitado vigorosamente antes de usarse. Se recomienda realizar la inmersión del polímero dentro de la solución a una temperatura entre 50°C a 60°C. La superficie del fluoropolímero debe limpiarse previamente para remover aceites o grasas y otras impurezas que pueden causar un mal tratamiento y una débil unión. Para evitar la degradación de la solución, ésta se debe mantener alejada de la humedad y estar debidamente sellada durante su almacenamiento.

La estructura de la capa desfluoronizada es altamente porosa. El mecanismo de adhesión sugerido es de enclavamiento mecánico del adhesivo con esta estructura porosa. (Ebnesajjad, 2010).

4.1.1 Desventajas del tratamiento químico con sodio metálico

Algunas desventajas de la utilización de un tratamiento químico con sodio metálico son:

- La superficie se degrada fácilmente.
- Existen problemas en cuanto a disposición de desechos.
- Se requieren enjuagues posteriores al tratamiento aumentando los tiempos de proceso y la utilización de más químicos.
- Peligros en cuanto al manejo de químicos debido a su toxicidad.

4.2 Tratamientos con plasma frío

El plasma usado para tratar la superficie de materiales es llamado Plasma Frío, lo que significa que su temperatura es aproximadamente temperatura ambiente. El plasma frío es creado al someter un gas, al vacío, a una excitación por medio de un campo eléctrico. La energía disocia el gas en electrones, iones, radicales libres, y productos metaestables (como el ozono). Prácticamente cualquier gas puede ser usado para los tratamientos de plasma. Los electrones y los radicales libres creados en el plasma chocan con la superficie del

polímero y rompen enlaces covalentes, creando así radicales libres en la superficie del polímero. Los radicales libres en el plasma pueden entonces recombinarse para generar un producto más estable. Luego que un tiempo o temperatura predeterminada es alcanzada se elimina el campo eléctrico, las partículas del gas se recombinan rápidamente, y el plasma se extingue. (Ebnesajjad, 2010).

4.3 Tratamiento con descarga corona

La descarga corona ocurre a presión atmosférica en contraste con el plasma a baja temperatura (frío) que requiere vacío. La corona es una corriente de partículas cargadas tales como electrones e iones que es acelerada por un campo eléctrico. Esta se genera cuando un espacio, lleno de aire u otros gases, es sometido a un voltaje suficientemente alto para establecer una reacción en cadena de colisiones de partículas a alta velocidad con moléculas neutras, resultando en la generación de más iones.

Esta excitación de los electrones provoca dos tipos de colisiones entre los elementos del gas:

- Colisiones elásticas: no modifican la energía interna de los elementos neutros, pero aumentan ligeramente su energía cinética.
- Colisiones inelásticas: se producen cuando la energía de los electrones es suficientemente alta. Modifican la estructura electrónica de los elementos neutros, generando elementos excitados o iones en caso de colisiones altamente energéticas.

La descarga corona ha sido aplicada en el tratamiento de superficies poliméricas para hacerlas adheribles. En este método, el polímero es expuesto a la energía de la descarga corona producida por una corriente alterna de alta frecuencia y alto voltaje, donde dicha energía se libera y proporciona propiedades superficiales características. (Ebnesajjad & Khaladkar, 2008).

Los efectos que produce el tratamiento con descarga corona sobre los substratos son principalmente (Wolf & Corporation, 2010):

- Limpieza superficial.
- Aumenta porosidad y reactividad de la superficie.

- Polimerización en la superficie del sustrato.
- Implantación iónica.
- Aumenta la energía de superficie como resultado de la incorporación de grupos polares. Para el caso de descarga corona con aire, se incorporan grupos funcionales hidrofílicos como: carbonilo ($-C=O$), hidroxilo ($-OH$), carboxilo ($-COOH$) y amidas ($-N-$).

La configuración del sistema de tratamiento consiste de un electrodo y una tierra. Alto voltaje opera a través del espacio lleno de aire o del gas a usar, ionizándolo y formando la descarga corona entre el electrodo y el material que va a ser tratado (Figura 4.4).

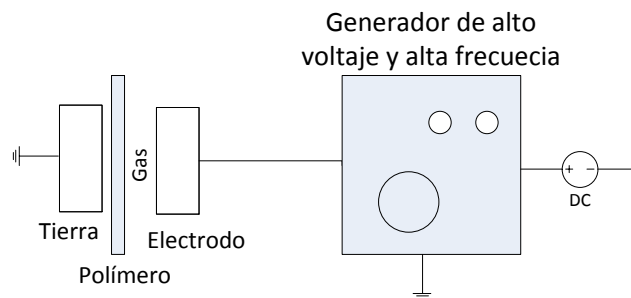


Figura 4.4. Configuración del sistema de tratamiento con descarga corona.

En el caso de descarga corona de aire con trazas de humedad, el mecanismo de reacción inicia con la formación de radicales de oxígeno, nitrógeno, OH e hidrógeno; los cuales, a la vez, reaccionan para formar muy bajas cantidades de subproductos como ozono, óxido nitroso, ácido nitroso y ácido nítrico. La vía de reacción de estos radicales con la superficie del polímero se observa en la Figura 4.5.

Para la mayoría de los sistemas de generación de plasma de aire se recomienda una brecha entre el electrodo y la tierra de aproximadamente 1,5 milímetros. (Wolf R. A., 2010). La amplitud de este espacio, entre el electrodo y la tierra, ayuda a mantener una densidad suficiente de especies activas necesarias para el tratamiento. (Gomez, 2011).

Asumiendo que la cantidad de potencia aplicada es fija, minimizar este espacio de aire (la brecha entre el electrodo y la tierra) reduce el voltaje necesario para producir la aceleración de los electrones hacia la tierra. Con esto se logra un nivel de energía relativamente bajo,

debido a que una menor aceleración de electrones e iones es necesaria para formar el puente entre la brecha. Aumentar esta brecha incrementa el voltaje necesario para la aceleración de los electrones y no produce una mayor frecuencia de bombardeo de estas partículas a la superficie del material. (Wolf R. A., 2010).

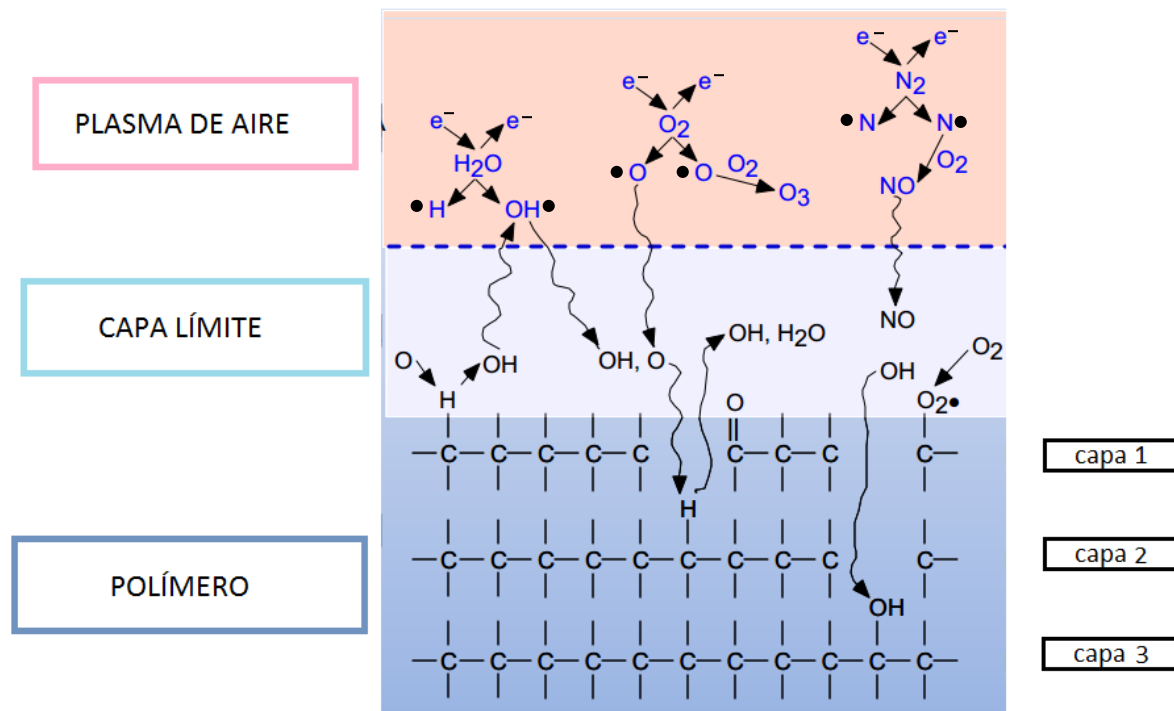


Figura 4.5. Vía de reacción del plasma de aire, formado en la descarga corona, con la superficie del polímero (Wolf & Corporation, 2010).

4.3.1 Desventajas del tratamiento con descarga corona

Algunas desventajas presentes en la utilización del tratamiento superficial con descarga corona son las siguientes:

- El tratamiento pierde efectividad con el tiempo en caso que el material no sea adherido.
- La descarga tiene baja uniformidad provocando un tratamiento localizado. Una vez que la corriente de iones toca un punto de la superficie del material, esta deja una descarga localizada la cual atrae la siguiente corriente de iones al mismo punto.
- Se requieren de altos voltajes para iniciar la descarga.

CAPÍTULO 5

ADHESIVOS A BASE DE CIANOACRILATO

Los cianoacrilatos fueron los primeros adhesivos “instantáneos” de un solo componente que podían unir casi cualquier cosa. Estos adhesivos se basan en un tipo especial de monómero acrílico. Estos son esteres de ácido 2-cianoacrílico:

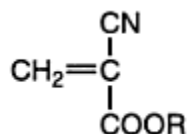


Figura 5.1. Estructura de 2-cianoacrilato donde R es un grupo alquilo: metilo, etilo y otros.

El grupo ciano, el cual es electrofílico, hace que estos monómeros sean muy susceptibles a la polimerización por especies nucleofílicas y por lo tanto, polimerizan de forma aniónica. Incluso grupos nucleofílicos muy débiles, como iones de OH de la humedad atmosférica en las superficies, son suficientes para polimerizar el monómero en segundos al estar confinado entre dos superficies (Hersee, Burns, & Barnes, 2013).

En la práctica, la polimerización de los cianoacrilatos se detiene cuando el monómero es agotado, cuando la alta viscosidad del sistema de polimerización dificulta la difusión molecular o cuando ácidos fuertes están presentes en la superficie que se desea unir. Los cianoacrilatos polimerizan espontáneamente hasta lograr pesos moleculares altos y además tienen una alta polaridad, lo cual los lleva a tener altas fuerzas de adhesión. (Dunn, 2003).

El cianoacrilato de metilo fue el primer monómero en ser usado y era particularmente útil para unir substratos metálicos. Este fue en gran medida sustituido por cianoacrilato de etilo tanto en productos industriales como comerciales, debido a la versatilidad del monómero de etilo para la unión de un amplio rango de metales y plásticos. (Plastic Design Library, 2008).

Lo que hace al cianoacrilato único es el hecho de que al colocarse entre superficies estrechamente unidas, éste curará para proporcionar una fuerte unión en cuestión de pocos

segundos. Además, presentan una muy alta resistencia a la tensión en una amplia variedad de metales y plásticos. (Hersee, Burns, & Barnes, 2013)

Los adhesivos de cianoacrilato son extremadamente sensibles a trazas de impurezas, por lo que deben ser almacenados y usados bajo condiciones controladas. Las impurezas pueden afectar seriamente la vida útil y la estabilidad del adhesivo. También lo que son materiales ácidos pueden atrasar o inhibir por completo el curado.

La vida útil del adhesivo es cerca de un año en contenedores de polietileno o metálicos; la exposición a la humedad y a la luz ultravioleta reduce su vida útil, mientras que la refrigeración la aumenta. (Plastic Design Library, 2008).

Las formulaciones más simples para los adhesivos de cianoacrilato comprenden:

- Monómero
- Espesante
- Estabilizador ácido
- Estabilizador de radicales libres

Los monómeros básicos de los adhesivos de cianoacrilato son líquidos poco viscosos. Estos adhesivos pueden ser espesados con polímeros acrílicos especialmente purificados o con sílice para producir materiales más viscosos.

Los estabilizadores ácidos están presentes en cantidades de partes por millón de ácidos fuertes como ácido sulfúrico o sulfónico. Cuando una gota de adhesivo de cianoacrilato cae sobre la superficie de la parte que se desea unir, las moléculas del estabilizador ácido reaccionan con las moléculas de agua presentes en la superficie de la parte debido a la humedad relativa. La reacción del agua y el ácido causa que se neutralice el estabilizador ácido. Luego las moléculas de cianoacrilato reaccionan entre sí y forman cadenas poliméricas. (Ebnesajjad, 2010)

El curado de los cianoacrilatos es catalítico y procede desde la superficie del material que se pretende unir. Esta característica crea una limitación para estos adhesivos en que

mientras la polimerización se lleva a cabo, la difusión de las especies que se están propagando es desacelerada y efectivamente se reduce a cero si se trata de grandes brechas de unión. Para mejorar la capacidad de llenado de estas brechas de unión y obtener mejor velocidad de secado, se utilizan lo que son iniciadores. Las aminas aromáticas son muy efectivas en cuanto a lo que son iniciadores.

Debido a que el curado es iniciado por la humedad en la superficie de la parte, el curado puede ser muy lento en ambientes muy secos, por lo que humedades relativas mayores al 40% son recomendadas para controlar la unión adhesiva. (Dunn, 2003).

Los cianoacrilatos polimerizados son termoplásticos rígidos y como tales, tienen muy bajas fuerzas de impacto y de pelado, particularmente a bajas temperaturas, y tienen limitada resistencia a altas temperaturas.

Debido a su naturaleza polar termoplástica, los cianoacrilatos no son normalmente recomendados para la exposición prolongada al ambiente o a la exposición de solventes polares agresivos, aunque la resistencia a varios solventes es suficientemente buena a temperatura ambiente. (Plastic Design Library, 2008).

Algunas ventajas y desventajas de la utilización de adhesivos de cianoacrilato se resumen en el Cuadro 5.1.

Cuadro 5.1. Ventajas y desventajas de los adhesivos de cianoacrilato. (Dunn, 2003).

Ventajas	Desventajas
Fácil de usar	Difícil de producir
Alta velocidad de curado	Produce vapores irritantes
Alta fuerza de unión adhesiva	Rendimiento a altas temperaturas a <100°C
Une una alta variedad de materiales	Quebradizo
Alto rango de viscosidades	Tiempo de curado es afectado por la humedad
	Resistencia limitada a solventes y al agua
	Limitada capacidad de llenado de brechas de unión
	Caro

Algunas de las áreas de aplicación más importantes de los cianoacrilatos están en electrónica, circuitos y componentes, y en tecnología médica para dispositivos médicos de

plástico desechable. Otras aplicaciones incluyen juguetes, electrodomésticos, automotores y empaques para cosméticos. (Ebnesajjad, 2010).

CAPÍTULO 6

MATERIALES, EQUIPO Y METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

El objetivo principal de este proyecto es comparar las aplicaciones de la ionización del aire vía descarga corona y del naftaluro de sodio como tratamientos superficiales del etileno-tetrafluoroetileno (ETFE), con el fin de mejorar sus propiedades adhesivas en la unión con acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) utilizando como fase móvil un adhesivo de cianoacrilato.

El presente capítulo contiene la descripción de la metodología, las especificaciones de los materiales, reactivos y equipos utilizados durante la etapa experimental.

En esta etapa experimental primero se establecen los parámetros operativos para cada tratamiento superficial mediante un diseño experimental. Posteriormente se aplica cada proceso, según los parámetros operativos establecidos, a un lote de piezas de ETFE con el fin de realizar una comparación de ambos tratamientos en cuanto al mejoramiento de sus propiedades adhesivas. En cada etapa experimental se analiza, como variable de respuesta, la resistencia a la tensión de la unión adhesiva entre el ETFE y el ABS utilizando un adhesivo de cianoacrilato. También se realiza una evaluación de la resistencia a la tensión de un lote de piezas de ETFE sin ningún tratamiento superficial, con el fin de observar sus propiedades adhesivas intrínsecas.

6.1 Materiales

A continuación se detallan los materiales utilizados en las distintas etapas de este proyecto.

6.1.1 Etileno-tetrafluoroetileno (ETFE)

Se utilizan tubos extruidos de ETFE con número CAS 25038-71-5 con la siguiente estructura molecular.

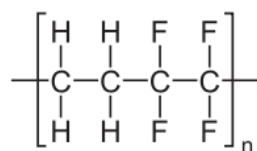


Figura 6.1. Estructura molecular del etileno-tetrafluoroetileno.

6.1.2 Acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS)

Se utilizan piezas de ABS con número CAS 9003-56-9.

6.1.3 Adhesivo de cianoacrilato

Se utiliza un adhesivo de cianoacrilato ya que es utilizado en un amplio rango de aplicaciones dentro de la industria debido a su alta velocidad de curado y sus altas fuerzas de unión. Además, los cianoacrilatos logran una unión adhesiva en una gran variedad de plásticos siendo este el material de interés del presente proyecto.

Más específicamente, los cianoacrilatos son recomendados en la unión adhesiva a la hora de utilizar ABS (Ebnesajjad, 2010) y han demostrado formar uniones fuertes con los fluoropolímeros (Henkel Loctite Corporation, 2003).

A continuación se especifica la composición del adhesivo de cianoacrilato que se utiliza.

Cuadro 6.1. Composición del adhesivo de cianoacrilato utilizado.

Compuesto	Numero CAS	Porcentaje
Etil 2-cianoacrilato	708585-0	60-100%
Espesante	Del propietario	5-10%

6.1.4 Reactivos

A continuación se especifican los reactivos utilizados en el tratamiento químico con naftaluro de sodio.

Cuadro 6.2. Especificaciones de los reactivos utilizados en el proyecto.

Reactivo	Composición	Número CAS	Porcentaje
Solución de naftaluro de sodio	Naftaluro de sodio	3481-12-7	10-30%
	Éter de 2-metoxietilo	111-96-6	70-90%
Solución de alcohol isopropílico	Alcohol Isopropílico	67-63-0	70%
	Agua desionizada	Del propietario	30%
Agua desionizada	-	Del propietario	100%

6.1.5 Otros materiales

Se debe de disponer de materiales tales como: equipo de seguridad personal, anteojos de seguridad, guantes y toallas libres de pelusa.

6.2 Equipo experimental

A continuación se detalla el equipo utilizado en las diferentes etapas de experimentación.

6.2.1 Baño ultrasónico

Se utiliza un baño ultrasónico con control digital y cronómetro según las siguientes especificaciones.

Cuadro 6.3. Especificaciones del baño ultrasónico utilizado.

Capacidad del Tanque	Tamaño del Tanque	Máxima Potencia de Entrada	Frecuencia
20 Litros	Largo: 19,5" Ancho: 11,5" Altura: 6"	320 Watts	40 kHz



Figura 6.2. Representación del baño ultrasónico utilizado para el tratamiento superficial del ETFE. (Emerson Industrial Automation, 2013).

6.2.2 Suministro de aire

Se dispone de un sistema de aire, sin humedad, comprimido, con un manómetro calibrado que trabaja con un rango de 10 a 70 psi (69 a 482,6 kPa)

6.2.3 Equipo de pruebas de tensión

El equipo de pruebas de tensión maneja una mordaza inferior neumática y una mordaza superior neumática y trabaja según las siguientes especificaciones.

Cuadro 6.4. Especificaciones del equipo para pruebas de tensión.

Parámetro	Valor
Carga de celda	500 N
Presión de mordaza neumática	60-65 psi (413,7 - 448,2 kPa)
Velocidad	5 pulgadas por minuto (12,7 cm/min)
Distancia entre mordazas	2 pulgadas (5,1 cm)



Figura 6.3. Representación del equipo de pruebas de tensión utilizado en el análisis de los tratamientos superficiales del ETFE. (Instron, 2013).

6.2.4 *Equipo general para el tratamiento químico*

Para realizar el tratamiento superficial químico al ETFE se utiliza equipo tal como cristalería de diferentes volúmenes: erlenmeyers de 250 ml con tapa, beakers de 250 a 500 ml y tubos de ensayo; así como otros equipos previamente calibrados que se especifican a continuación.

Cuadro 6.5. Especificaciones del equipo utilizado durante el tratamiento químico.

Unidad	Fabricante	Ámbito
Plantilla de laboratorio	Carl Roth	0-320°C
Horno de convección mecánica	Lindberg Blue M	0-300°C
Multímetro	Koban	-
Cronómetro	Shenzhen Tonglixing Technology Co.	-

6.2.5 *Equipo de ionización del aire vía descarga corona*

Se utiliza un equipo de suministro de energía de alta frecuencia y alto voltaje según las siguientes especificaciones.

Cuadro 6.6. Especificaciones del equipo de descarga corona.

Voltaje de salida	Frecuencia	Potencia
1-20 kV	20-50 kHz	30W

En la Figura 6.4 se muestra un diagrama del equipo de ionización del aire vía descarga corona.

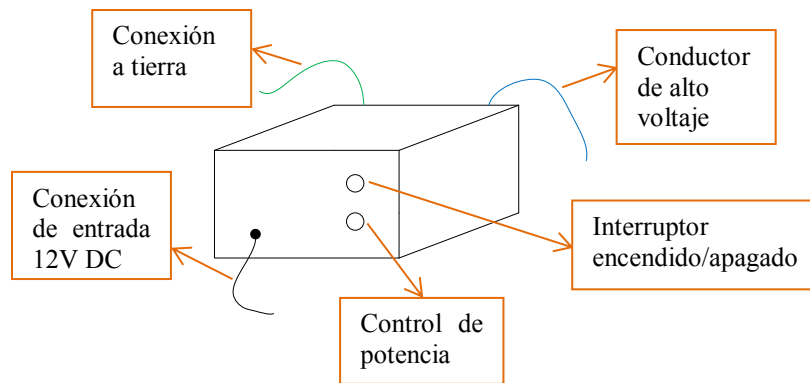


Figura 6.4. Representación del equipo para el suministro de energía en la descarga corona.

6.3 Metodología experimental

A continuación se detalla la metodología experimental que se lleva a cabo en este proyecto, la cual consiste de las siguientes dos etapas experimentales:

- Primera etapa: diseño experimental de ambos procesos para la escogencia de los parámetros operativos de cada tratamiento superficial.
- Segunda etapa: comparación de ambos procesos utilizando los parámetros escogidos para cada tratamiento. Además se realiza un tercer proceso, en el cual no se aplica ningún tratamiento superficial al ETFE con el fin de observar sus propiedades adhesivas intrínsecas.

6.3.1 Primera etapa experimental: selección de los parámetros operativos para cada tratamiento.

6.3.1.1 Tratamiento químico con naftaluro de sodio

Para la selección de los parámetros operativos del tratamiento químico con naftaluro de sodio, se realiza un diseño factorial de 2^3 con una réplica según las corridas que se muestran en el Cuadro 6.7. Para cada corrida se utilizan 5 muestras de ETFE y se evalúan los siguientes factores: secado inicial del material, tiempo de inmersión en el baño con el reactivo (naftaluro de sodio) y temperatura del baño con el reactivo.

El proceso para cada corrida se detalla a continuación.

a) Limpieza del material

Se realiza un lavado a las muestras de ETFE por 5 minutos en el baño ultrasónico utilizando agua desionizada a una temperatura de 50°C.

Este paso de limpieza es importante para asegurar la remoción de impurezas de la superficie del material las cuales puedan afectar la efectividad de los tratamientos según se recomienda en la literatura.

Cuadro 6.7. Diseño factorial de 2^3 con una réplica para el tratamiento químico con naftaluro de sodio.

Orden de corridas	Tiempo (s)	Temperatura del Reactivo (°C)	Secado Inicial
1	60	T _{ambiente}	I
2	60	T _{ambiente}	I
3	30	50	II
4	30	T _{ambiente}	I
5	60	50	II
6	60	T _{ambiente}	II
7	30	T _{ambiente}	II
8	60	50	II
9	60	50	I
10	30	50	I
11	60	50	I
12	30	50	II
13	30	T _{ambiente}	II
14	60	T _{ambiente}	II
15	30	50	I
16	30	T _{ambiente}	I

b) Secado inicial

El secado se realiza según cada corrida del diseño factorial como se detalla en el Cuadro 6.7, utilizando uno de los siguientes procedimientos:

I. Nivel bajo: secado a temperatura ambiente

El material es secado con toallas limpias libres de pelusa y se deja reposar a temperatura ambiente por aproximadamente 15 minutos.

II. Nivel alto: secado mediante horno de convección mecánica.

El material es secado con toallas limpias libres de pelusa y se introduce en el horno de convección mecánica precalentado a una temperatura de 50°C, por aproximadamente 10 minutos.

El procedimiento de secado se incluye dentro de los factores que se desean analizar en el diseño factorial ya que presenta un paso de interés para el tratamiento químico con naftaluro de sodio. Esto se refleja en cuanto a la necesidad de eliminar por completo residuos de agua en el material que puedan degradar el reactivo durante el siguiente paso del tratamiento. Por esta razón se analiza qué tan crítico debe ser este secado inicial durante el proceso.

El procedimiento de secado a temperatura ambiente presenta más riesgo en cuanto a la eliminación de residuos de agua con el fin de analizar sus posibles efectos sobre el tratamiento, mientras que el procedimiento mediante el horno de convección mecánica presenta un secado más riguroso.

El tiempo de secado para el proceso a temperatura ambiente se determina previamente mediante una inspección visual hasta verificar que no quede agua remanente en el material.

c) Procedimiento del tratamiento químico con naftaluro de sodio

Antes de iniciar el proceso, se recomienda la utilización de guantes de hule, anteojos de seguridad y ropa protectora a la hora del manejo de la solución de sodio metálico, además de una buena ventilación.

Para el procedimiento del tratamiento químico se introducen en un Erlenmeyer con tapa 20 ml de la solución de naftaluro de sodio, se cierra herméticamente y se introduce en un baño maría a aproximadamente 70°C. Se mantiene caliente el baño maría utilizando una plantilla de laboratorio. Se permite que el erlenmeyer con la solución reactivo se caliente hasta la temperatura deseada según cada corrida del diseño factorial monitoreando la solución mediante un multímetro. Se utiliza este mismo baño maría para calentar 150 ml de agua desionizada que se utilizarán al final del tratamiento como parte de los enjuagues posteriores.

Se debe de minimizar el área del reactivo expuesto al aire durante el tratamiento ya que el aire reacciona con el ingrediente activo (sodio) provocando que se debilite la solución para el tratamiento. (Acton Technologies, 2003).

La literatura recomienda que el reactivo (naftaluro de sodio) se encuentre a una temperatura de aproximadamente 50°C durante el tratamiento superficial, por lo que este valor se escoge como nivel alto para el factor de temperatura en el diseño factorial. Como nivel bajo se escoge una temperatura ambiente con el fin de analizar el riesgo que pueda implicar la utilización del baño sin calentamiento.

Se prepara un baño con alcohol isopropílico introduciendo 200 ml de este en un beaker de 500 ml y se sella con plástico adhesivo hasta que sea utilizado.

Una vez que se tienen listos los baños requeridos posteriores al tratamiento y que el reactivo (naftaluro de sodio) ha llegado a la temperatura deseada, se vierten 4 ml del reactivo en 5 diferentes tubos de ensayo. Rápidamente se introducen las 5 muestras de ETFE dentro de los tubos de ensayo y con el cronómetro se toma el tiempo requerido del baño según cada corrida.

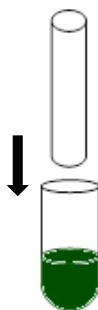


Figura 6.5. Baño del ETFE en naftaluro de sodio utilizando un tubo de ensayo.

La literatura (refiérase al Capítulo 4, sección 4.1) recomienda un tiempo de inmersión entre 30 a 60 segundos, e incluso se indica que un lapso mayor de inmersión puede debilitar la unión adhesiva del material, por lo que los niveles que se escogen para el factor del tiempo en el diseño factorial se limitan a estos valores: nivel bajo de treinta segundos y nivel alto de sesenta segundos de inmersión.

d) Enjuagues posteriores al tratamiento químico

Al finalizar el tiempo requerido en el baño con la solución de naftaluro de sodio, se remueven inmediatamente las muestras y se realizan los siguientes enjuagues:

Primer enjuague: Se introducen las muestras en un baño de alcohol isopropílico al 70% por un tiempo de 20 segundos.

Segundo enjuague: Se introducen las muestras en un baño de agua desionizada a una temperatura de 50 °C por un tiempo de 30 segundos.

e) Secado final

Se secan las muestras previamente tratadas utilizando toallas limpias sin pelusa y se dejan reposar a temperatura ambiente por aproximadamente 20 minutos.

Una vez finalizado el tratamiento químico con naftaluro de sodio, la totalidad de las muestras tratadas continúan con el proceso de adhesión que se describe en la sección 6.3.1.3; y posteriormente se evalúa la resistencia a la tensión de la unión adhesiva según la prueba de resistencia a la tensión desarrollada en la sección 6.3.1.4.

El procedimiento descrito anteriormente para el diseño experimental del tratamiento químico con naftaluro de sodio se resume en la Figura 6.6.

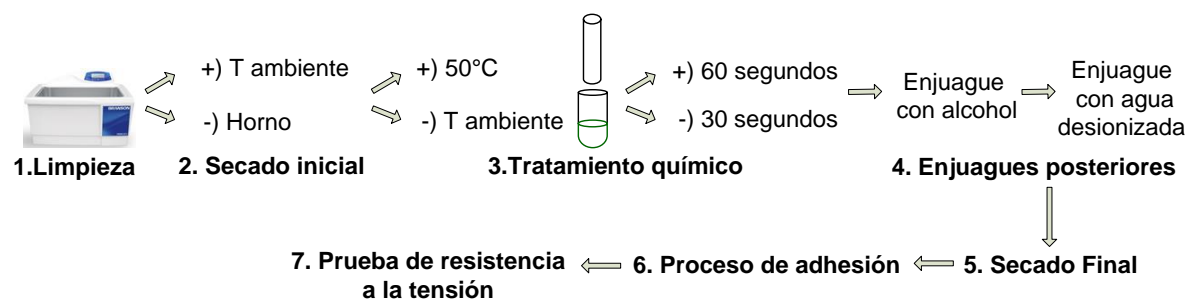


Figura 6.6. Esquema del diseño experimental para el tratamiento químico del ETFE.

6.3.1.2 *Tratamiento con ionización del aire vía descarga corona*

Para la selección de los parámetros operativos del tratamiento con ionización del aire vía descarga corona, se realiza un diseño experimental que consiste en dos pasos:

I. Análisis del tiempo de exposición a presión de salida de aire constante.

Se analiza la resistencia a la tensión del tratamiento para tres diferentes tiempos de exposición a la descarga corona (2 minutos, 1 minuto y 30 segundos) a una presión de

salida del aire contante de 20 psi (138 kPa). Se realizan 6 muestras por cada tiempo de exposición, es decir un total de 18 muestras.

II. Análisis de la presión de salida de aire con un tiempo de exposición constante.

Se analiza la resistencia a la tensión del tratamiento para dos diferentes presiones de salida del aire (20 psi y 10 psi o lo que es equivalente a 138 kPa y 69 kPa) a un tiempo de exposición constante. El tiempo de exposición se escoge según el resultado del análisis del primer paso descrito anteriormente. Se realizan 10 muestras por cada presión de salida del aire, es decir un total de 20 muestras.

Para ambos pasos del diseño experimental se llevan a cabo los siguientes procedimientos generales, por lo que estos se aplican a la totalidad de las muestras (38 tubos de ETFE).

a) Limpieza del material

Se realiza un lavado a las muestras de ETFE por 5 minutos en la baño ultrasónico utilizando agua desionizada a una temperatura de 50°C.

Como se mencionó anteriormente, un lavado inicial antes de cualquier tratamiento superficial es una buena práctica para evitar que impurezas y contaminación interfieran en el tratamiento.

b) Secado

El material es secado con toallas limpias libres de pelusa y se deja reposar a temperatura ambiente por aproximadamente 20 minutos.

c) Exposición a la descarga corona según cada paso

Para el tratamiento superficial con ionización del aire vía descarga corona se utiliza un equipo de alto voltaje y alta frecuencia que genera el campo eléctrico necesario para acelerar las partículas del aire e ionizarlas produciendo plasma y una descarga corona visible de un color relativamente morado. Ver Figura 6.7.

La energía contenida en el plasma en forma de electrones e iones libres se transfiere a la superficie del fluoropolímero produciendo efectos tales como (Gómez, 2011):

- Ionización de oxígeno y nitrógeno presentes en el aire, los cuales son reactivos con la superficie del material.
- Ionización de átomos neutros en la superficie del polímero.
- Ruptura de moléculas formando especies reactivas mediante la creación de grupos polares que contienen oxígeno e hidrogeno.
- Origina la generación de estados excitados en átomos.
- Produce una modificación de la superficie a escala nanométrica.
- Elimina impurezas volátiles en la superficie.

El equipo trabaja a una frecuencia de 40 kHz y un voltaje de 15 kV. Se establece un espacio de aproximadamente 1,5 mm entre el electrodo y la tierra según se recomienda en la literatura (refiérase al Capítulo 4, sección 4.3). Manteniendo esta distancia de 1,5 mm se logra obtener la aceleración de los electrones al voltaje establecido y se mantiene una baja temperatura al manejarse menores niveles de energía.

Los factores que se desea analizar son: el tiempo al que el material está expuesto a la descarga corona y la presión de salida del aire en el equipo de suministro de aire.

I. Análisis del tiempo de exposición a presión de salida de aire constante.

Inicialmente se establece una presión constante de 20 psi (138 kPa) en el manómetro de salida del aire, y se analizan tres diferentes tiempos de exposición del ETFE a la descarga corona: 30 segundos, 1 minuto y 2 minutos de exposición. Se realizan 6 muestras con cada tiempo de exposición. A continuación se presenta un diagrama del proceso (Figura 6.7).

El tiempo de exposición se restringe hasta los 2 minutos ya que el tratamiento presenta un calentamiento que puede dañar el material.

Durante el tiempo de exposición, el material es colocado en el electrodo de modo que los orificios de salida de aire queden en dirección al área que se desea tratar. En este caso el

área que se desea tratar es el diámetro interno a un extremo del tubo de aproximadamente un centímetro, según se muestra en la Figura 6.8.

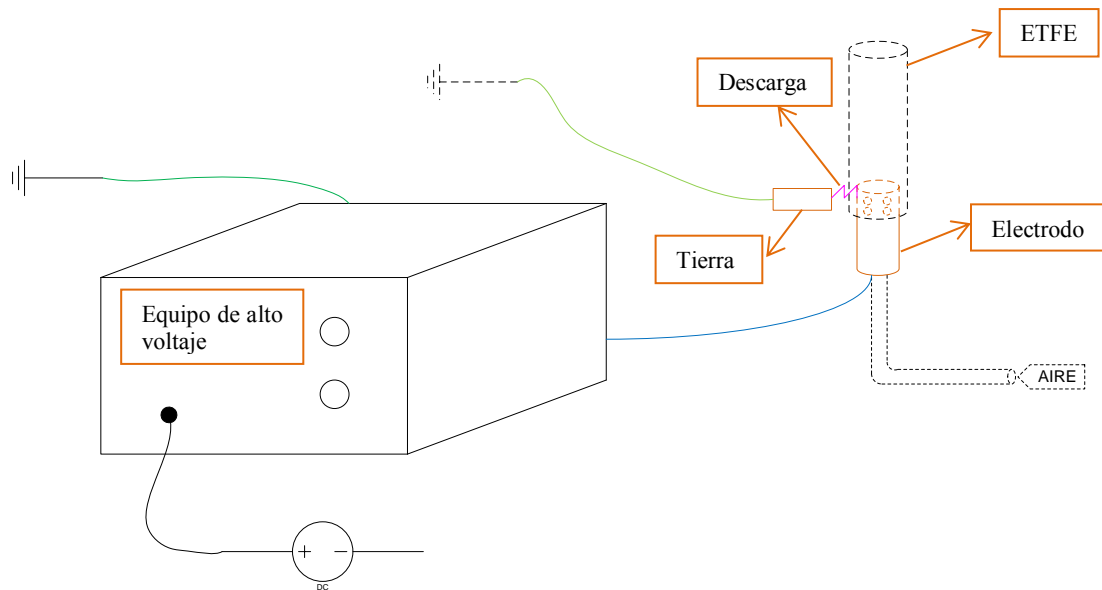


Figura 6.7. Diagrama experimental del tratamiento superficial con descarga corona.

El tubo se hace rotar manualmente en su eje vertical mientras que se hace el contacto entre la tierra y la superficie del material, de arriba hacia abajo, haciendo un barrido a una velocidad constante de 1 segundo. El arco se forma desde el electrodo hacia la tierra, por lo que esta última permite direccionar el plasma generado hacia el material.

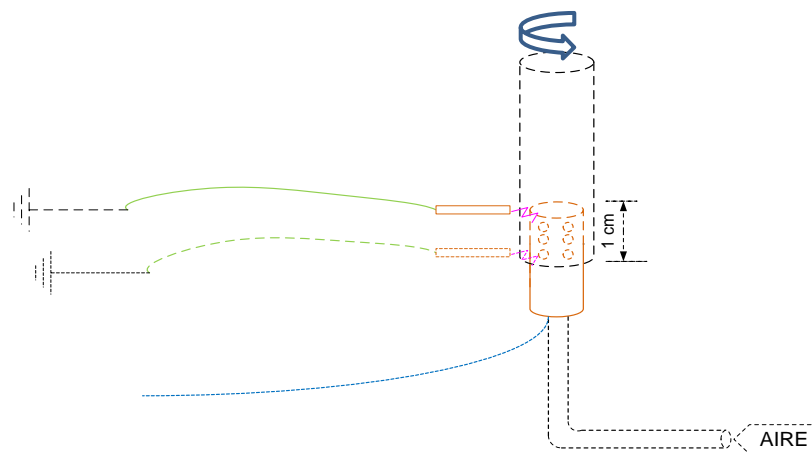


Figura 6.8. Giro del material y barrido con la tierra sobre la superficie del ETFE durante el tratamiento de descarga corona.

La tierra consiste en un trozo de metal, en este caso cobre, conectado a tierra, de geometría rectangular con las siguientes medidas: 3 centímetros de largo y 7 milímetros de ancho, con un espesor de un milímetro.

Una vez finalizado el tratamiento con descarga corona según este primer paso experimental, las 18 muestras tratadas continúan con el proceso de adhesión que se describe en la sección 6.3.1.3; y posteriormente se evalúa la resistencia a la tensión de la unión adhesiva según la prueba de resistencia a la tensión desarrollada en la sección 6.3.1.4.

El procedimiento descrito anteriormente para el diseño experimental del tratamiento con descarga corona, según este primer paso, se resume en la Figura 6.9.

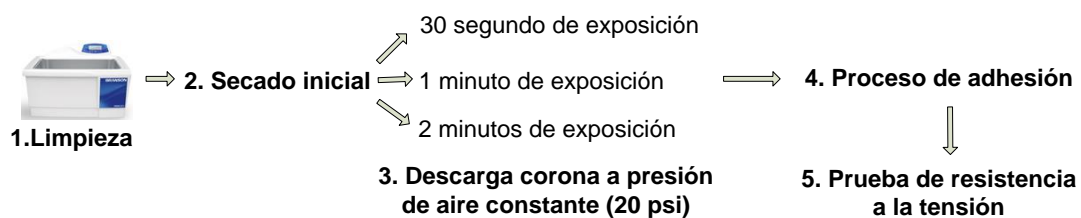


Figura 6.9. Esquema del diseño experimental para el tratamiento con descarga corona, según el análisis a presión de aire constante de 20 psi (primer paso experimental).

II. Análisis de la presión de salida de aire con un tiempo de exposición constante.

A partir de los resultados de la prueba de resistencia a la tensión del primer paso experimental descrito anteriormente, se escoge el mejor tiempo de exposición para el proceso del tratamiento con descarga corona. Con ese tiempo constante se realizan pruebas a las siguientes presiones de salida del aire: 20 psi y 10 psi (138 y 69 kPa). Para cada prueba se analizan 10 muestras.

A presiones de salida del aire mayores a 20 psi (138 kPa), el flujo de aire es muy fuerte para el equipo utilizado por lo que no se estudian presiones mayores a esta. La menor capacidad de presión en la que se obtiene un flujo de aire según el manómetro utilizado es de 10 psi (69 kPa), por lo que se escoge este valor para el análisis. El flujo de aire ayuda a mantener una baja temperatura durante el tratamiento.

El proceso se realiza según se explicó anteriormente con las Figuras 6.7 y 6.8, pero utilizando los parámetros establecidos en este segundo paso experimental.

Una vez finalizado el tratamiento con descarga corona según este paso experimental, las 20 muestras tratadas continúan con el proceso de adhesión que se describe en la sección 6.3.1.3; y posteriormente se evalúa la resistencia a la tensión de la unión adhesiva según la prueba de resistencia a la tensión desarrollada en la sección 6.3.1.4.

El procedimiento de esta segunda etapa experimental para el tratamiento con descarga corona se resume en el esquema de la Figura 6.10.

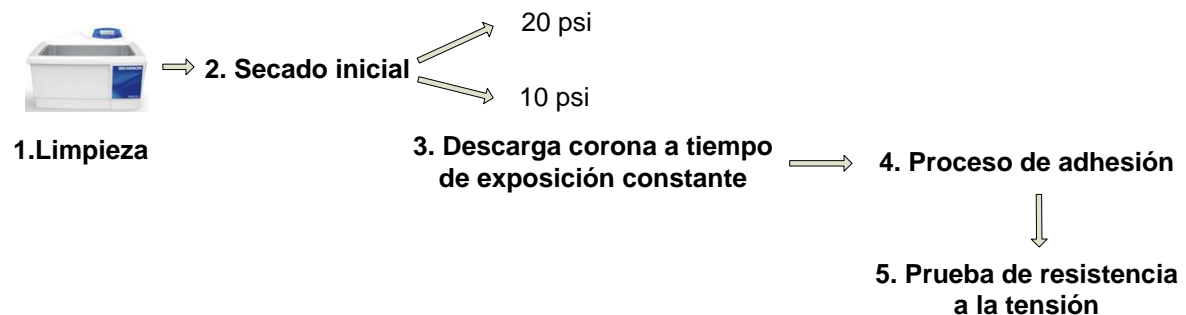


Figura 6.10. Esquema del diseño experimental para el tratamiento con descarga corona, según el análisis a tiempo de exposición constante.

6.3.1.3 Proceso de adhesión

En el proceso de adhesión, el adhesivo de cianoacrilato se aplica sobre el plástico ABS en un extremo, cubriendo con una capa uniforme y delgada aproximadamente un tercio del área de adhesión según se muestra en la Figura 6.11. El adhesivo debe cubrir por completo el área por toda la circunferencia del material y siempre se debe aplicar la misma cantidad.

Inmediatamente que se aplica la película del adhesivo en el ABS, se introduce el ABS dentro del ETFE y se permite que se dé un curado a temperatura ambiente por un lapso de 24 horas. Se coloca el ensamble en posición vertical durante el tiempo de curado.

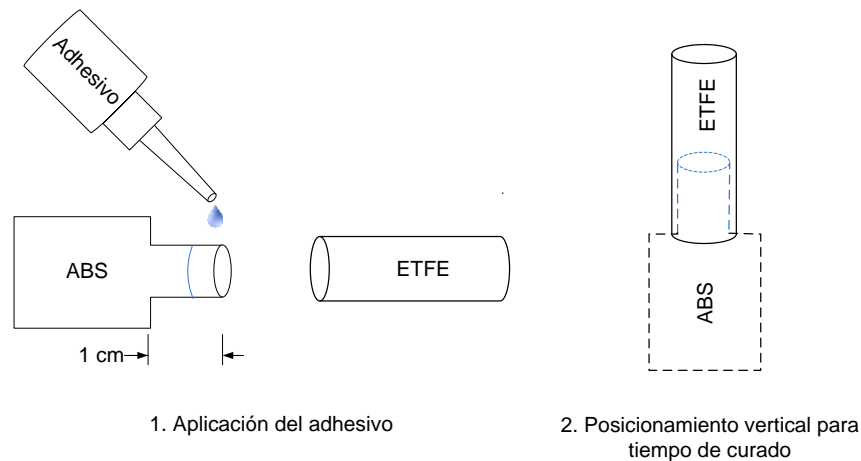


Figura 6.11. Aplicación del adhesivo de cianoacrilato al área de adhesión en el material ABS.

A pesar de que una fuerza funcional completa es desarrollada en un lapso corto de tiempo, el curado continúa por al menos unas 24 horas para que se desarrolle una resistencia químico/solvente completa. (Henkel Loctite Corporation, 2003).

El adhesivo de cianoacrilato se debe mantener en refrigeración mientras no esté en uso.

6.3.1.4 Prueba de resistencia a la tensión

Al completar las 24 horas de curado que requiere el ensamble, se procede a llevar a cabo la prueba de resistencia a la tensión. Esta prueba se enfoca en el fallo que ocurre debido a la tensión, específicamente sobre el área de interés, el sello entre el ABS y el ETFE, donde se aplica el cianoacrilato para crear la unión adhesiva.

Se verifica que la configuración del equipo esté conforme a los parámetros establecidos en el Cuadro 6.4.

Se coloca el material ABS en las mordazas manuales inferiores y se cierran las mordazas superiores de forma manual hasta ajustar fuertemente el material de ETFE. Una vez que todo este ajustado se presiona el botón inicio del equipo para comenzar con la prueba (Figura 6.12).

Los datos de resistencia a la tensión obtenidos en esta prueba de tensión deben ser registrados con el fin de analizar los resultados. El equipo proporciona valores de resistencia a la tensión en unidades de libra fuerza.

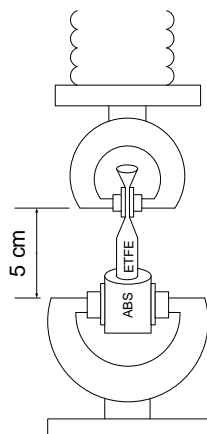


Figura 6.12. Colocación del ensamble en el equipo de pruebas de tensión.

6.3.2 Segunda etapa experimental: Comparación entre el tratamiento químico con naftaluro de sodio y el tratamiento de ionización del aire vía descarga corona.

Para realizar una comparación de ambos tratamientos superficiales, se toma un lote de 30 muestras del material para cada tratamiento. Cada proceso se aplica utilizando los parámetros de operación escogidos según el análisis de la resistencia a la tensión realizada en las secciones anteriores conforme al diseño experimental (sección 6.3.1).

Un proceso adicional es realizado con el fin de observar las propiedades de adhesión intrínsecas del material de ETFE. Para este proceso se toman 30 muestras de ETFE sin tratar y se analiza su resistencia a la tensión en la unión adhesiva con ABS.

6.3.2.1 Tratamiento químico con naftaluro de sodio

Los parámetros operativos escogidos para el tratamiento químico según lo recomendado en la literatura y los resultados del análisis que se realiza en la sección 6.3.1.1 son los resumidos en el Cuadro 6.8.

Cuadro 6.8. Parámetros operativos para el tratamiento químico del ETFE.

Parámetro Operativo	Descripción
Secado inicial	T_{ambiente}
Temperatura del baño con naftaluro de sodio	50°C
Tiempo de inmersión en el baño con naftaluro de sodio	60 segundos

El proceso se efectúa según el esquema de la Figura 6.13. Los detalles de cada paso en el proceso se especifican en el punto E1 del procedimiento experimental.

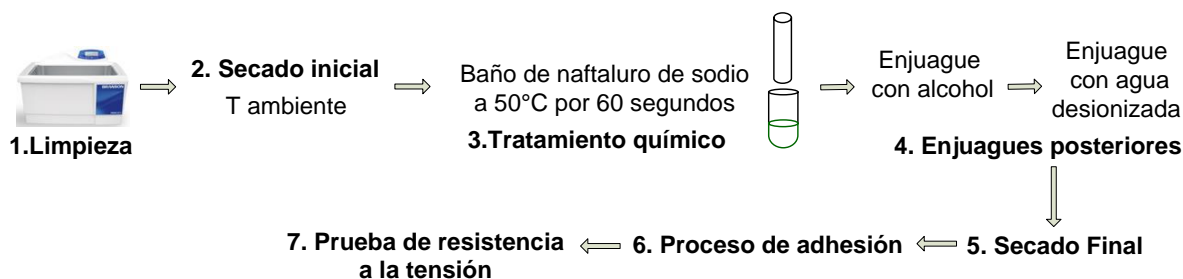


Figura 6.13. Esquema del proceso del tratamiento químico para el ETFE utilizando los parámetros operativos establecidos.

6.3.2.2 Tratamiento con ionización del aire vía descarga corona

Los parámetros de operación escogidos para el tratamiento con descarga corona según lo recomendado en la literatura y los resultados del análisis que se realiza en la sección 6.3.1.2 son los resumidos en el Cuadro 6.9.

El proceso se efectúa según el esquema de la Figura 6.14. Los detalles de cada paso en el proceso se especifican en el punto E2 del procedimiento experimental.

Cuadro 6.9. Parámetros operativos para el tratamiento con descarga corona del ETFE.

Parámetro Operativo	Descripción
Tiempo de exposición	2 minutos
Presión de aire	10 psi (69 kPa)

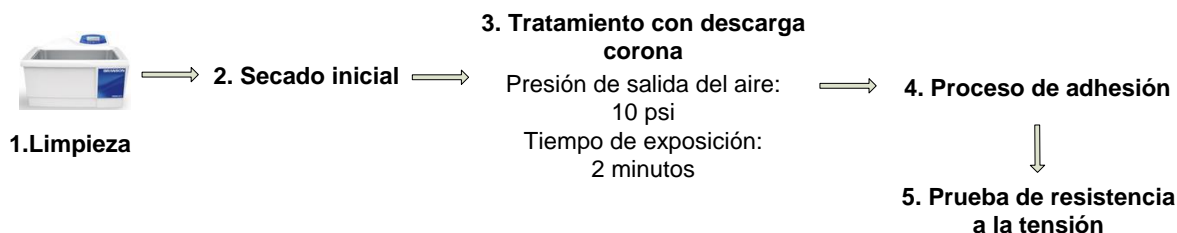


Figura 6.14. Esquema del proceso del tratamiento con ionización del aire vía descarga corona para el ETFE utilizando los parámetros operativos establecidos.

6.3.2.3 Unión adhesiva del ETFE sin tratamiento superficial

Con el fin de tener un grupo de control en cuanto al comportamiento de las propiedades adhesivas del ETFE con y sin tratamiento superficial, se lleva a cabo el siguiente proceso para treinta muestras del material.

a) Limpieza del material

Se realiza un lavado a las muestras de ETFE por 5 minutos en la bañó ultrasónico utilizando agua desionizada a una temperatura de 50°C.

b) Secado

El material es secado con toallas limpias libres de pelusa y se deja reposar a temperatura ambiente por aproximadamente 20 minutos.

Una vez finalizado el procedimiento anterior, se procede a realizar el ensamble de ETFE con ABS según se explica en el proceso de adhesión de la sección 6.3.1.3. Posteriormente se lleva a cabo la prueba de resistencia a la tensión según se detalla en la sección 6.3.1.4.

CAPÍTULO 7

ANÁLISIS DE RESULTADOS

En el presente capítulo se analizan los resultados obtenidos en la comparación de los dos diferentes tratamientos superficiales, tratamiento químico con naftaluro de sodio y tratamiento con ionización del aire vía descarga corona, para mejorar las propiedades adhesivas del ETFE en la unión con ABS usando un adhesivo de cianoacrilato. El análisis se dividió en dos etapas:

- Primera etapa: análisis del diseño experimental de cada tratamiento para establecer los parámetros operativos del proceso según la resistencia a la tensión de la unión adhesiva del material.
- Segunda etapa: comparación de los resultados de ambos procesos utilizando los parámetros establecidos en la primera etapa del análisis, según la resistencia a la tensión de la unión adhesiva. También se obtienen resultados de resistencia a la tensión usando ETFE sin tratar para la unión adhesiva, con el fin de observar sus propiedades adhesivas intrínsecas.

7.1 Primera etapa del análisis experimental para cada tratamiento: parámetros operacionales

En esta primera etapa del análisis experimental se evalúan los parámetros que puedan ocasionar algún efecto sobre el tratamiento superficial. Esto con el fin de poder establecer un valor operacional con el cual llevar a cabo cada proceso para su posterior comparación.

7.1.1 Análisis del tratamiento químico con naftaluro de sodio

Para el análisis del tratamiento químico se evaluaron tres diferentes factores mediante un diseño factorial el cual se resume el Cuadro 7.1.

Cuadro 7.1. Resumen del diseño factorial realizado para el análisis del tratamiento químico en la primera parte experimental.

Nivel	Secado inicial	Temperatura del baño	Tiempo de inmersión
Alto	Horno	50°C	60 segundos
Bajo	T _{ambiente}	T _{ambiente}	30 segundos

Se analizan los resultados obtenidos de la resistencia a la tensión según el diseño factorial realizado para el tratamiento químico.

En total se hicieron 16 corridas (8 corridas, más su repetición), en donde por cada corrida se hicieron 5 muestras. El promedio de la resistencia a la tensión obtenido en estas 5 muestras es lo que se analiza en el estudio factorial para las 16 corridas.

En el Cuadro de efectos, estadísticos de prueba y valores-P (Cuadro 7.2), ningún valor de P de los factores o de las interacciones es menor o igual al valor α escogido de 0,05. Por esta razón se puede determinar que estadísticamente ningún factor y ninguna interacción tienen efecto significativo sobre la variable de respuesta de resistencia a la tensión.

En este mismo Cuadro 7.2 se pueden observar los valores obtenidos del estadístico de prueba (columna T), así como la columna de Efectos donde se determina el valor relativo de cada efecto. El valor de S corresponde a la desviación estándar de la población.

Cuadro 7.2. Efectos, estadísticos de prueba y valores-P para la resistencia a la tensión del tratamiento químico según el diseño factorial.

Término	Efecto	T	P
Tiempo	3,503	0,35	0,737
Temperatura	8,018	0,80	0,449
Secado	-2,502	-0,25	0,810
Tiempo*Temperatura	4,259	0,42	0,683
Tiempo*Secado	-8,218	-0,82	0,438
Temperatura*Secado	-5,438	-0,54	0,604
Tiempo*Temperatura*Secado	-1,501	-0,15	0,885
S			20,142

En la gráfica de efectos normales (Figura 7.1) se puede comparar la magnitud relativa y la significancia estadística de los factores como de las interacciones. La línea azul indica donde deberían estar ubicados los puntos si todos los efectos fueran cero. Al estar todos los puntos cercanos a la línea azul vemos que no hay factores ni interacciones con efectos significativos.

De igual forma, se observa que en la gráfica de efectos normales (absolutos) todos los puntos están cercanos a la línea ajustada, por lo tanto no se determinan factores ni interacciones con efectos significativos. (Figura 7.2)

Otra forma de observar estos resultados es utilizando el diagrama de efectos de Pareto (Figura 7.3). La línea de referencia (roja) indica cuales efectos son significativos. Como ningún efecto, de factores o de interacciones, cruza la línea de referencia, se puede determinar que no hay efectos significativos.

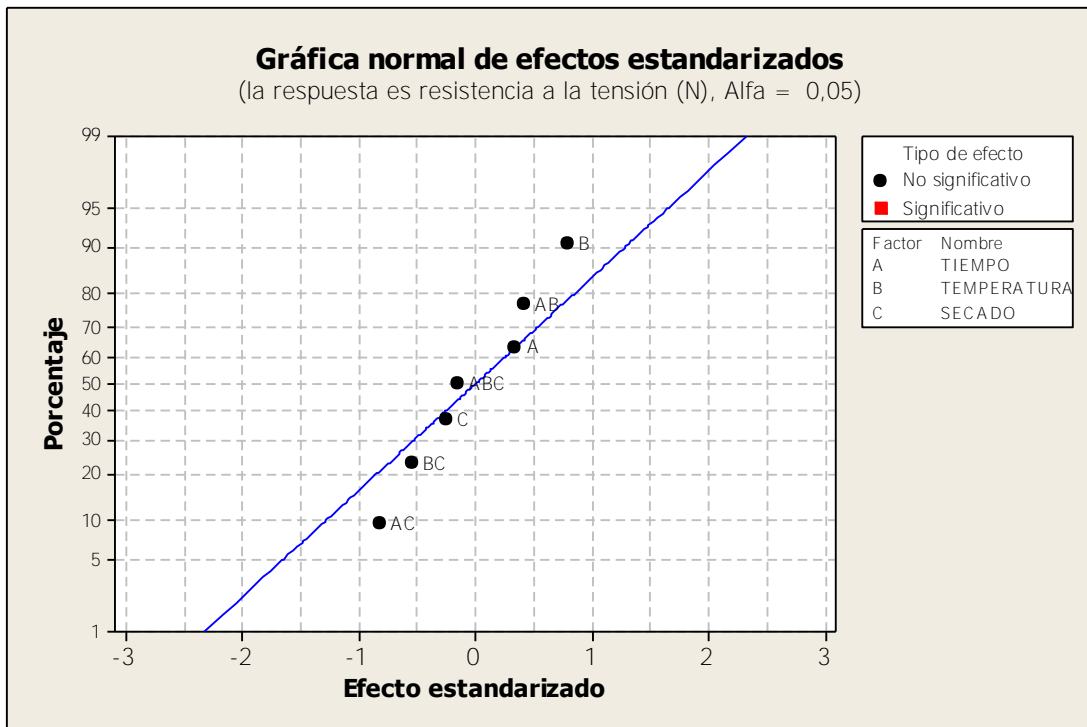


Figura 7.1. Gráfica normal de efectos estandarizados para la variable de respuesta de la resistencia a la tensión en el diseño factorial del tratamiento químico.

Para los datos de resistencia a la tensión, los residuos siguen la línea de tendencia de normalidad según la gráfica de probabilidad normal (Figura 7.4). No existe evidencia de no normalidad, asimetría o valores atípicos.

En la gráfica de cubos (Figura 7.5), utilizando el promedio de los datos de resistencia a la tensión según cada repetición, se observa la combinación de factores, y sus niveles, en donde se obtiene el mayor y menor promedio de resistencia a la tensión observado. Esto se resume en el Cuadro 7.3.

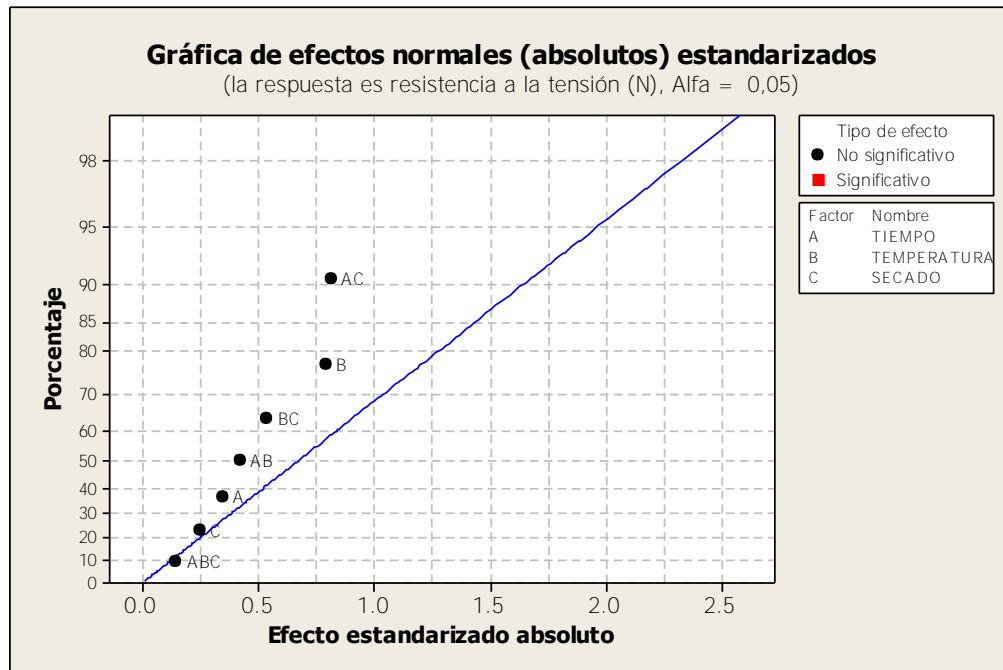


Figura 7.2. Grafica de efectos normales (absolutos) estandarizados para la variable de respuesta de la resistencia a la tensión en el diseño factorial del tratamiento químico.

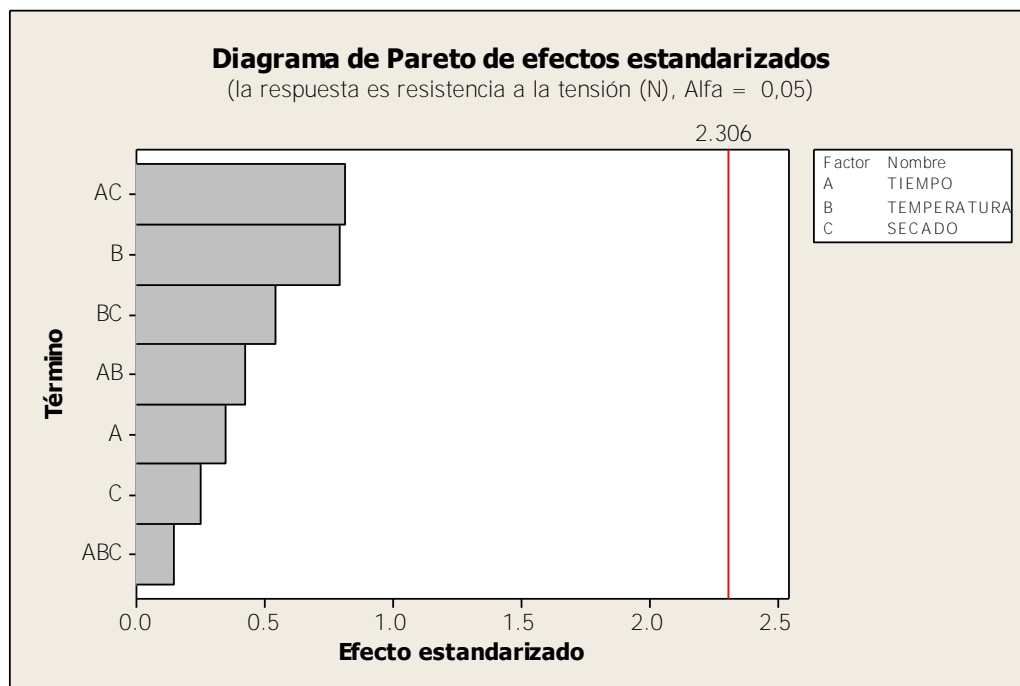


Figura 7.3. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados para la variable de respuesta de la resistencia a la tensión en el diseño factorial del tratamiento químico.

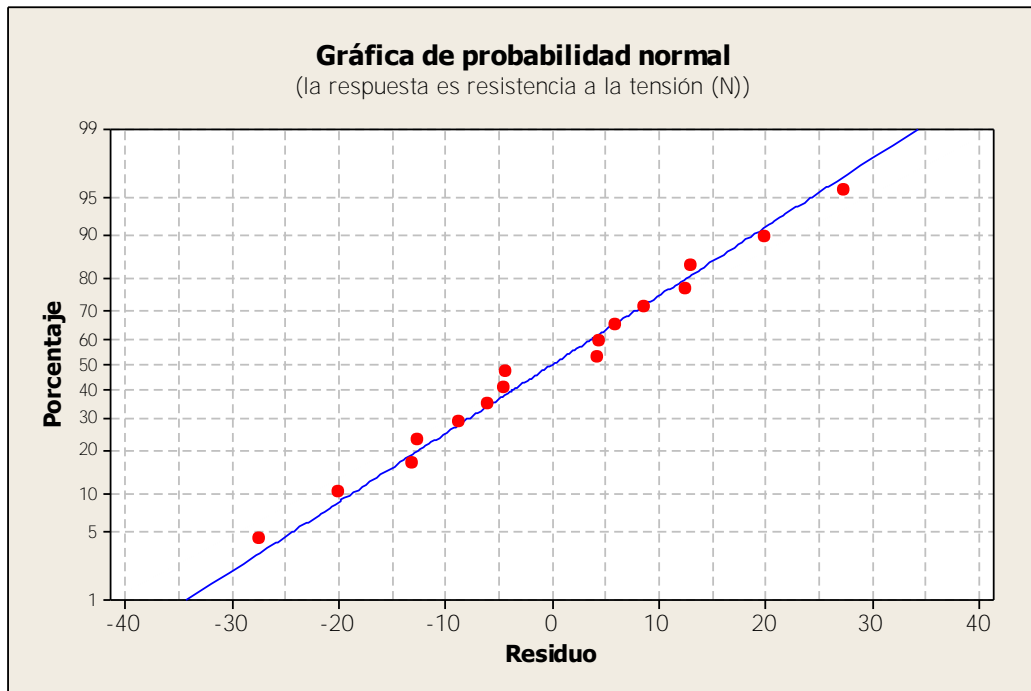


Figura 7.4. Gráfica de probabilidad normal del diseño factorial para el tratamiento químico con naftaluro de sodio.

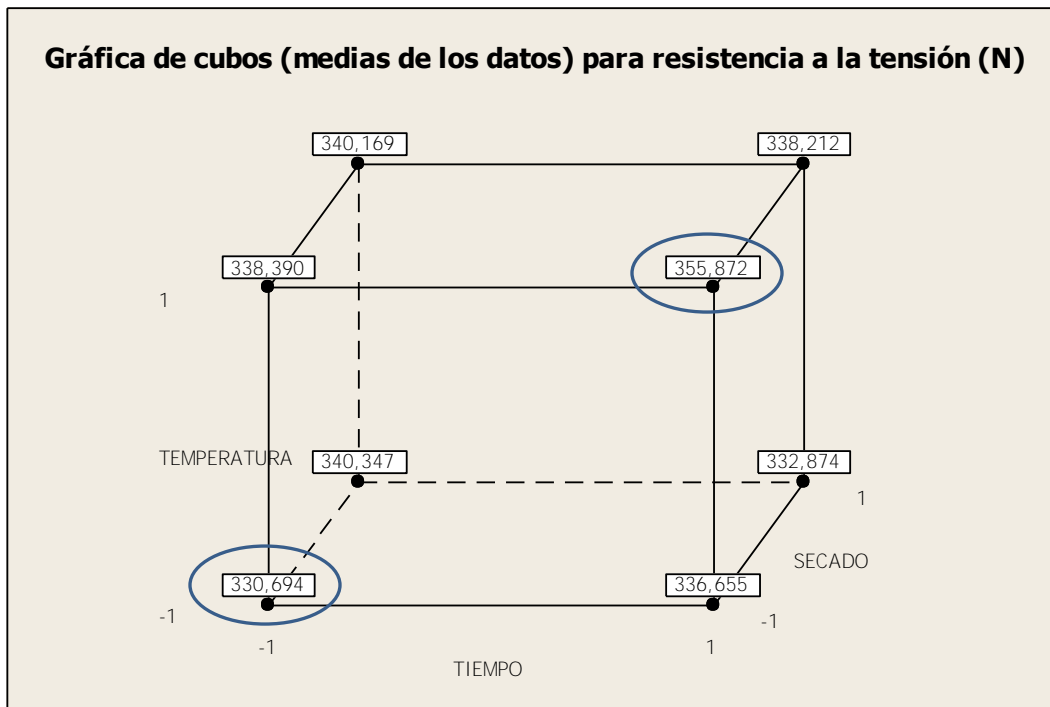


Figura 7.5. Gráfica de cubos (medias de los datos) para la variable de respuesta de la resistencia a la tensión en el diseño factorial del tratamiento químico.

Cuadro 7.3. Mayor y menor promedio de los datos de resistencia a la tensión según cada corrida del diseño factorial para el tratamiento químico, observados en la Gráfica de cubos.

Promedio	Secado inicial	Temperatura del baño	Tiempo de inmersión	Resistencia a la tensión promedio
Mayor	T _{ambiente}	50°C	60 segundos	355,9 N
Menor	T _{ambiente}	T _{ambiente}	30 segundos	330,7 N

Con estos resultados se puede determinar que el secado inicial, ya sea utilizando el horno o permitiendo un secado a temperatura ambiente, no afecta significativamente la resistencia a la tensión que adquiere la unión adhesiva entre el ETFE y el ABS con el adhesivo de cianoacrilato.

Se escoge como parámetro operacional un secado a temperatura ambiente por 15 minutos, ya que este secado es parte de la combinación de factores que obtiene el mayor promedio de resistencia a la tensión del diseño factorial. Sin embargo, se recomienda profundizar más entre la escogencia de estas dos opciones de secado, ya que la utilización del horno podría mejorar los tiempos de proceso, así como asegurar la eliminación de agua en el material evitando la degradación del reactivo y aumentando su vida útil para el proceso.

Entre una temperatura de baño a 50°C y a temperatura ambiente, se escoge una temperatura de baño de 50°C ya que es la recomendada en la literatura (refiérase al Capítulo 4, sección 4.1) y según la gráfica de cubos (Figura 7.5) es parte de la combinación de factores que muestra el mayor promedio de resistencia a la tensión (355,9 N).

Para la determinación del parámetro operativo de tiempo de inmersión, se tiene que la literatura recomienda tiempos entre los 30 y los 60 segundos (refiérase al Capítulo 4, sección 4.1), y según el gráfico de cubos se tiene que el tiempo de inmersión de 60 segundos es parte de la combinación de factores que muestra un mayor promedio de resistencia a la tensión. Por esta razón, el parámetro operativo de tiempo de inmersión se escoge para un valor de 60 segundos.

Los parámetros operativos que se escogen para el proceso de tratamiento superficial químico para el ETFE se resumen en el Cuadro 7.4.

Cuadro 7.4. Valores de los parámetros operacionales escogidos para el proceso de tratamiento superficial químico para el ETFE.

Secado inicial	Temperatura del baño	Tiempo de inmersión
T _{ambiente}	50°C	60 segundos

7.1.2 Análisis del tratamiento con ionización del aire vía descarga corona

En esta sección se evalúan dos diferentes factores: tiempo de exposición del ETFE a la descarga corona y la presión de salida del aire del equipo. En ambos casos se analizan los datos de resistencia a la tensión obtenidos. El análisis se divide en dos etapas:

- I. Análisis de resultados para el tiempo de exposición a presión de salida de aire constante.
- II. Análisis de resultados para la presión de salida del aire a un tiempo de exposición constante.

I. Análisis de resultados para el tiempo de exposición a presión de salida de aire constante.

Se evalúan tres diferentes tiempos de exposición: 2 minutos, 1 minuto y 30 segundos; mientras que se mantiene una presión de salida del aire de 20 psi (138 kPa). La evaluación se efectúa mediante un análisis de varianza (Figura 7.6).

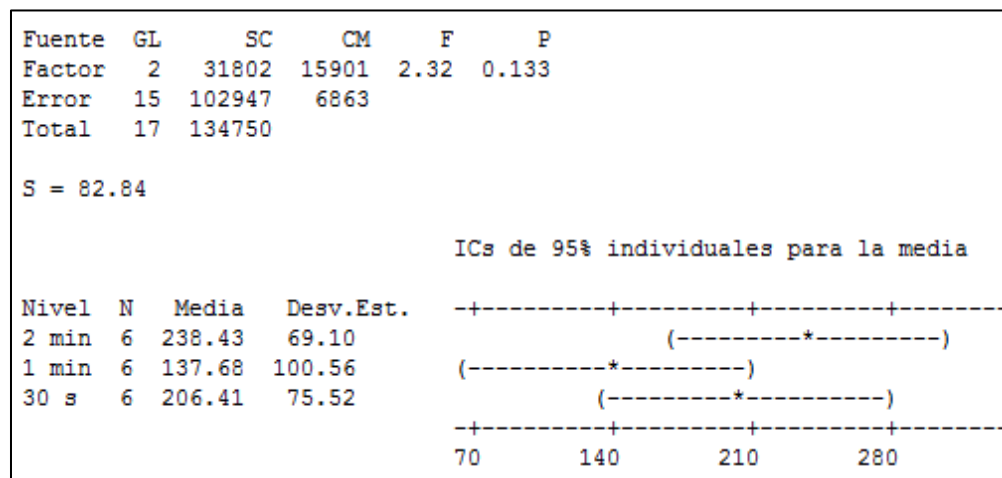


Figura 7.6. Análisis de varianza, estadísticas individuales e intervalos de confianza de cada tiempo de exposición a la descarga corona, a presión contante.

Como se observa en la Figura 7.6, se obtiene un valor-P (0,133) mayor al valor escogido de α (0,05), con lo que se determina que los promedios obtenidos de resistencia a la tensión para cada tiempo de exposición no tienen diferencia significativa estadísticamente. Los

intervalos de confianza de cada tiempo de exposición se traslapan entre sí, con lo que se muestra gráficamente que sus promedios no tienen diferencia significativa.

El gráfico de cajas para los diferentes tiempos de exposición (Figura 7.7) muestra que para un tiempo de 2 minutos se obtiene el mayor promedio de 238,4 N y la menor variabilidad con un rango intercuartil de 113,9 N. Para el tiempo de exposición de un minuto se obtiene el menor promedio de 137,7 N y la mayor variabilidad con un rango intercuartil de 203,0 N. El gráfico de cajas para el tiempo de exposición de 30 segundos muestra un promedio de 206,4 N y un rango intercuartil de 142,2 N.

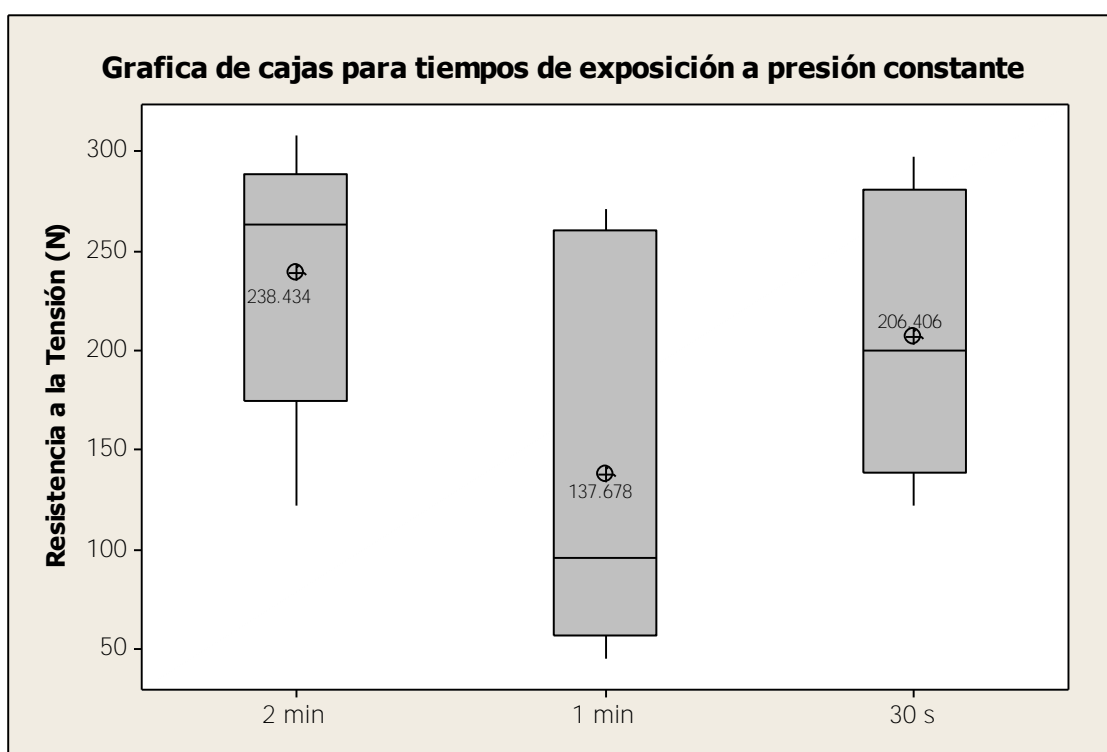


Figura 7.7. Gráfico de cajas para los diferentes tiempos de exposición a presión constante en el análisis del tratamiento de ionización del aire vía descarga corona.

Un resumen de la descripción estadística de cada tiempo de exposición y el análisis que proporciona el gráfico de cajas se muestra en el Cuadro 7.5.

Las Gráficas de residuos, según la Figura 7.8, muestran que los datos tienen simetría, siguen la línea de tendencia de normalidad y tienen una varianza constante de los errores.

Conforme a la descripción estadística de los tres diferentes tiempos de exposición, se puede determinar que el que muestra los mayores datos de resistencia a la tensión es el tiempo de

2 minutos, con un promedio de 238,4 N. Por esta razón, y por su baja variabilidad, este es el valor operacional que se escoge para el tiempo de exposición con el fin de continuar con nuestra segunda etapa del análisis de resultados para el tratamiento con descarga corona.

Se recomienda analizar mayores tiempos de exposición, controlando la descarga, con el fin de estudiar si se pueden obtener mejores datos de resistencia a la tensión en la unión adhesiva. En este estudio no se incrementó el tiempo de exposición ya que bajo las condiciones de operación del equipo, el material presentaba quemaduras.

Cuadro 7.5. Descripción estadística y resumen del gráfico de cajas para el análisis de tiempos de exposición a presión de salida de aire constante (20 psi).

Descripción	2 minutos (N)	1 minuto (N)	30 segundos (N)
Promedio (N)	238,4	137,7	206,4
Rango Inter cuartil (N)	113,9	203,0	142,2

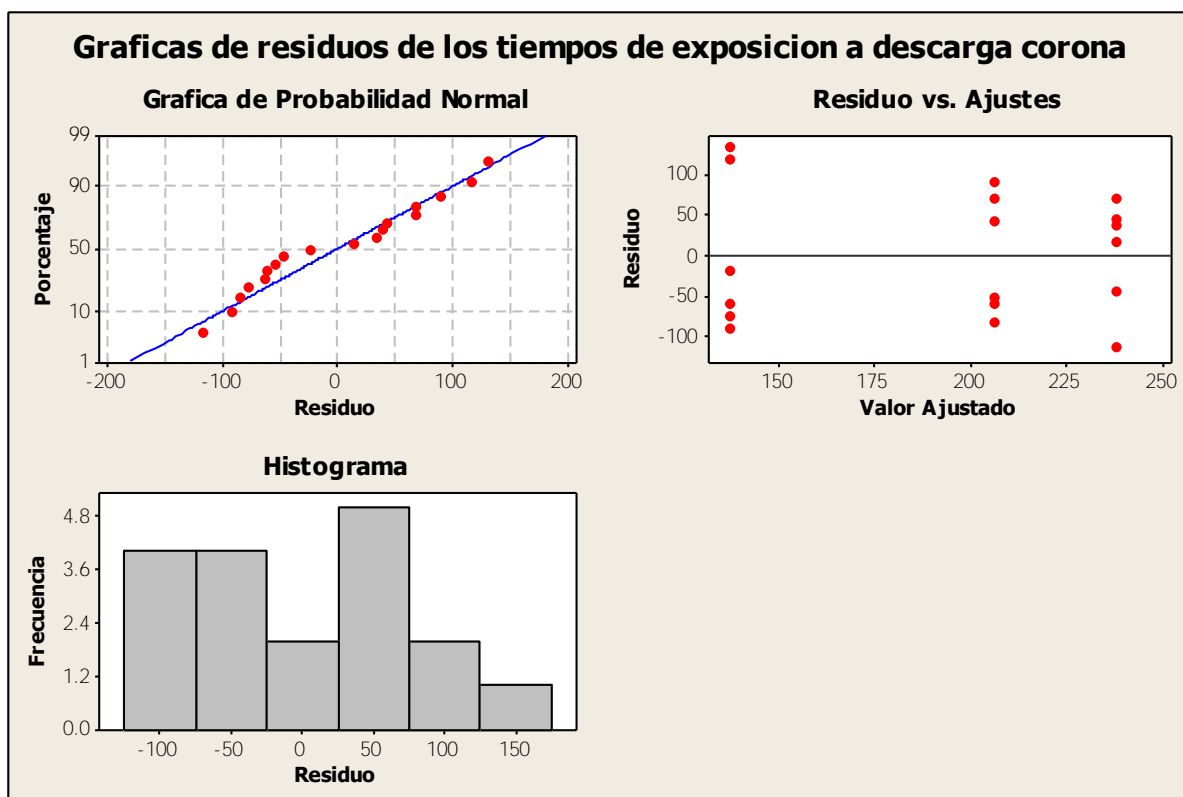


Figura 7.8. Gráficas de residuos de los datos de resistencia a la tensión para los tres tiempos de exposición a la descarga corona, a presión constante.

II. Análisis de resultados para la presión de salida del aire a un tiempo de exposición constante.

Se evalúan dos diferentes presiones de salida de aire, 10 psi y 20 psi (69 y 138 kPa), mientras que se mantiene un tiempo de exposición a la descarga de 2 minutos. La evaluación se efectúa mediante un análisis de varianza (Figura 7.9).

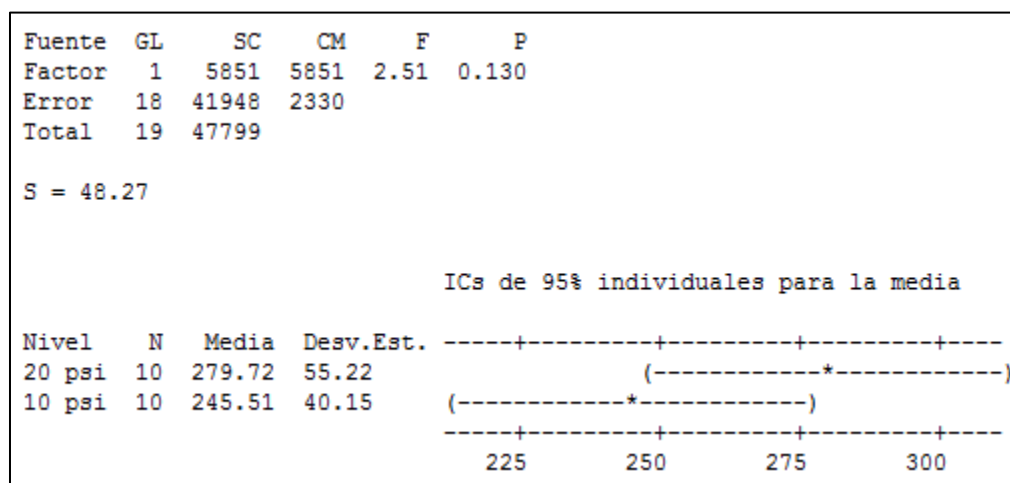


Figura 7.9. Análisis de varianza, estadísticas individuales e intervalos de confianza de cada presión de salida de aire evaluada.

Como se observa en la Figura 7.9, se obtiene un valor-P (0.130) mayor al valor escogido de α (0.05), con lo que se determina que los promedios obtenidos de resistencia a la tensión para cada presión de salida de aire no tienen diferencia significativa estadísticamente. Los intervalos de confianza de cada presión de salida de aire se traslapan entre sí, con lo que se muestra gráficamente que sus promedios no tienen diferencia significativa.

En el gráfico de cajas para la presión de salida del aire (Figura 7.10), se observa que a una presión de 10 psi (69 kPa) se obtiene una muy baja variabilidad con un rango intercuartil de 16,1 N, su promedio se encuentra a 245,5 N y solo se muestra un valor atípico de 133,5 N; mientras que para una presión de 20 psi (138 kPa) se obtiene el mayor promedio de 279,7 N pero su variabilidad es mucho mayor con un rango intercuartil de 89,1 N.

El valor atípico (133,5 N) que se encuentra a una presión de 10 psi (69 kPa) puede haberse presentado debido a otros factores los cuales no fueron determinados en este estudio. Se recomienda realizar más estudios bajo estas condiciones para identificar las razones de este comportamiento en los resultados del proceso.

Una descripción estadística y el resumen del análisis que proporciona el gráfico de cajas se muestra en el Cuadro 7.6.

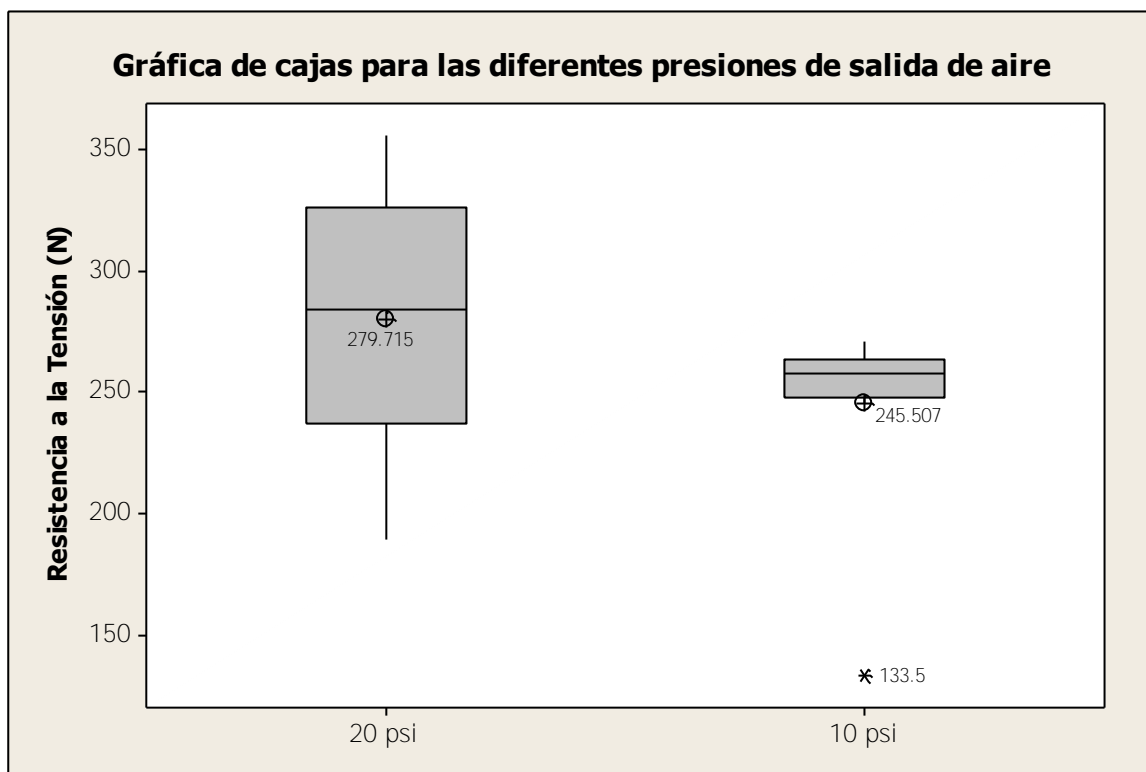


Figura 7.10. Gráfico de cajas para la presión de salida del aire a un tiempo de exposición constante de 2 minutos en el análisis del tratamiento de ionización del aire vía descarga corona.

Cuadro 7.6. Descripción estadística y resumen del gráfico de cajas para el análisis de presión de salida del aire a tiempo de exposición constante.

Descripción	20 psi (N)	10 psi (N)
Promedio (N)	279,7	245,5
Rango Intercuartil (N)	89,1	16,1

Las Gráficas de residuos, según la Figura 7.11, muestran que los datos tienen simetría, siguen la línea de tendencia de normalidad y tienen una varianza constante de los errores.

A pesar de que con una presión de 20 psi (138 kPa) se observan los valores más altos de resistencia a la tensión, también se observan los valores más bajos, además de una alta variabilidad; por esta razón se escoge como parámetro operacional una presión de 10 psi (69 kPa) de salida del aire ya que muestra datos de resistencia a la tensión relativamente altos, y además una muy baja variabilidad proporcionando un mayor control del proceso.

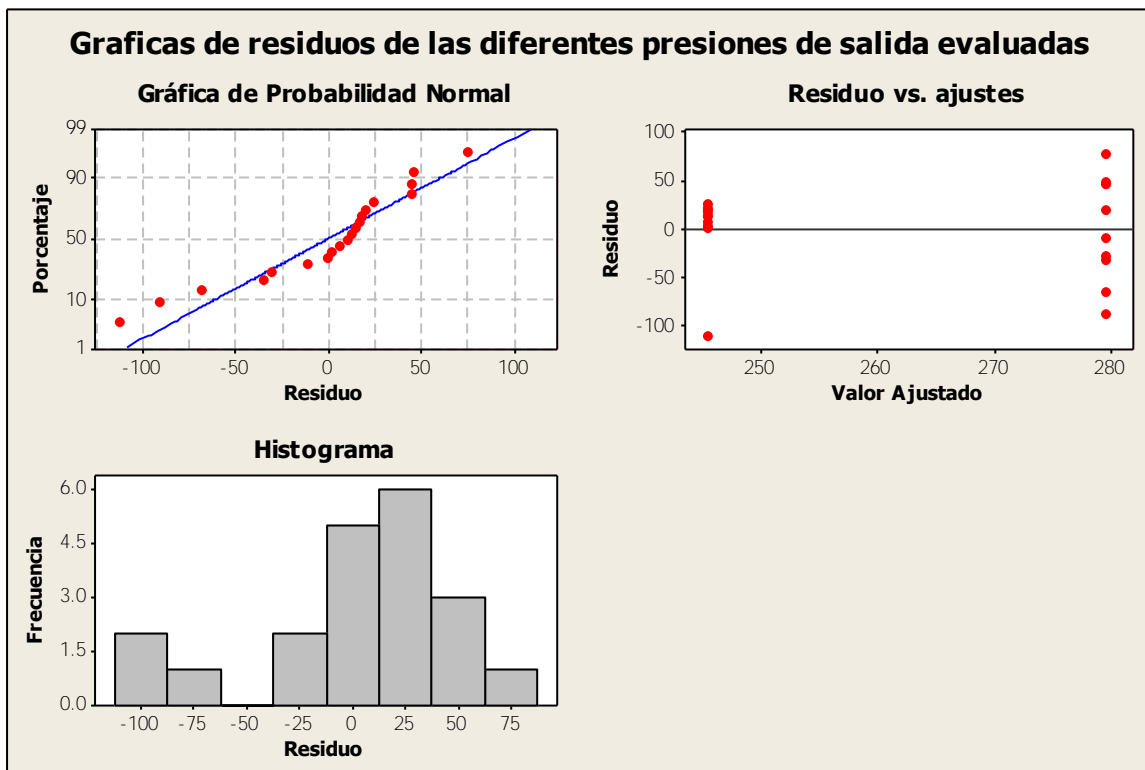


Figura 7.11. Gráficas de residuos de los datos de resistencia a la tensión para las dos diferentes presiones de salida de aire evaluadas.

Los valores de los parámetros operacionales escogidos para el proceso de tratamiento superficial del ETFE con ionización del aire vía descarga corona, según el análisis realizado en ambas etapas, se resumen en el Cuadro 7.7.

Cuadro 7.7. Valores de los parámetros operacionales escogidos para el tratamiento superficial con ionización del aire vía descarga corona.

Tiempo de Exposición	Presión de salida del aire
2 minutos	10 Psi (69 kPa)

7.2 Segunda etapa del análisis experimental: comparación de los resultados de los tratamientos superficiales para el ETFE.

En esta segunda etapa de análisis se evalúan los dos diferentes procesos para el tratamiento superficial del ETFE, el tratamiento con ionización del aire vía descarga corona y el tratamiento químico. Además, se evalúa un tercer proceso en el que no se realiza ningún tratamiento superficial al material. En los tres casos se analiza específicamente la resistencia a la tensión con el fin de observar el comportamiento de las propiedades adhesivas del ETFE en la unión con ABS utilizando un adhesivo a base de cianoacrilato.

La evaluación se realiza mediante un análisis de varianza donde se obtienen los siguientes resultados.

Según el análisis de varianza de los procesos, al obtener un valor-P menor o igual al valor escogido de α (0,05), se puede determinar que uno o más promedios entre los diferentes procesos tienen diferencia significativa estadísticamente. Esto según el valor-P de la Figura 7.12.

Fuente	GL	SC	CM	F	P
Factor	2	889403	444702	954,71	0,000
Error	87	40524	466		
Total	89	929928			

S = 21,58

Figura 7.12. Cuadro de análisis de varianza de los tres diferentes procesos.

En el cuadro de estadísticas individuales e intervalos de confianza (Figura 7.13) se observa que el tratamiento químico tiene el mayor promedio de resistencia a la tensión con un valor de 276,6 N. La desviación estándar de los tres tratamientos no muestra alta diferencia entre sí. La menor desviación estándar se observa para el tratamiento con descarga corona (12,8 N). El intervalo de confianza de cada proceso no se traslapa con otro intervalo de confianza, con lo que se determina gráficamente que los tres tratamientos tienen promedios con diferencias significativas estadísticamente.

Nivel	N	Media	Desv.Est.
Descarga Corona	30	248,37	12,84
Químico	30	276,57	22,92
Sin Tratamiento	30	53,01	26,60

ICs de 95% individuales para la media

Nivel	-----+-----+-----+-----+-----
Descarga Corona	(*-)
Químico	(*)
Sin Tratamiento	(*)
	-----+-----+-----+-----+-----
	60 120 180 240

Figura 7.13. Estadísticas individuales e intervalos de confianza de cada proceso en el análisis de varianza.

Comparación múltiple-método de Tukey

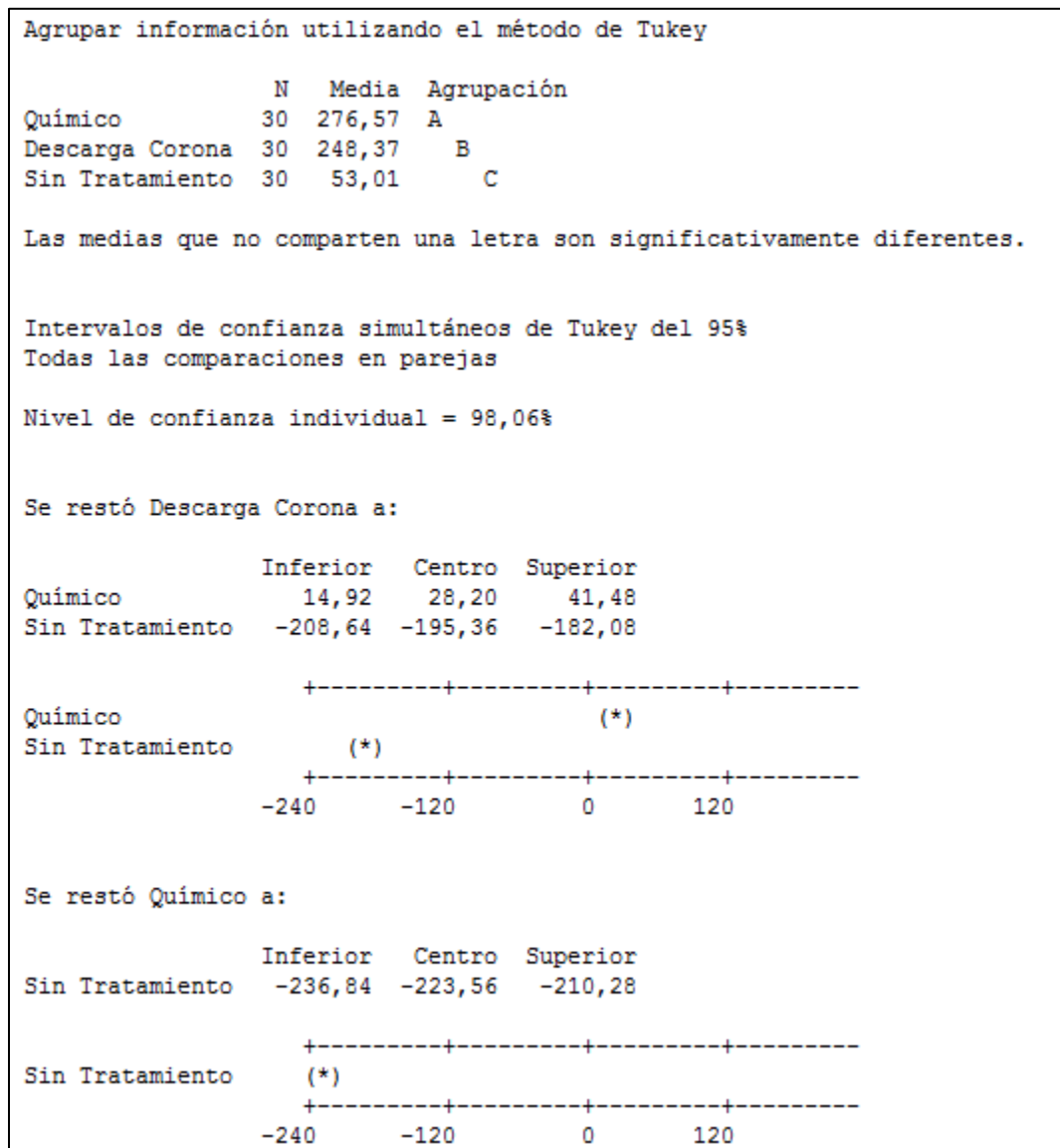


Figura 7.14. Comparación múltiple mediante el método de Tukey para los tres diferentes procesos.

La información de agrupamiento que muestra el método de Tukey indica que el promedio de cada proceso tiene una diferencia significativa estadísticamente. Esto quiere decir que el promedio del tratamiento químico es significativamente mayor que el promedio del tratamiento con descarga corona ya que ambos tienen una letra de agrupamiento diferente, A y B respectivamente. Para el proceso sin tratamiento, el promedio es significativamente menor que los promedios de los procesos en que sí se realiza algún tratamiento ya que no se comparte una letra de agrupamiento; es decir que el promedio del proceso sin tratamiento

presenta una letra de agrupamiento C. Al observar los intervalos de confianza del método de Tukey, se puede observar que ningún intervalo incluye el cero. Esto indica de forma gráfica que sí hay diferencia significativa estadísticamente entre los 3 diferentes promedios de cada proceso.

Comparación múltiple-Mínima diferencia significativa de Fisher

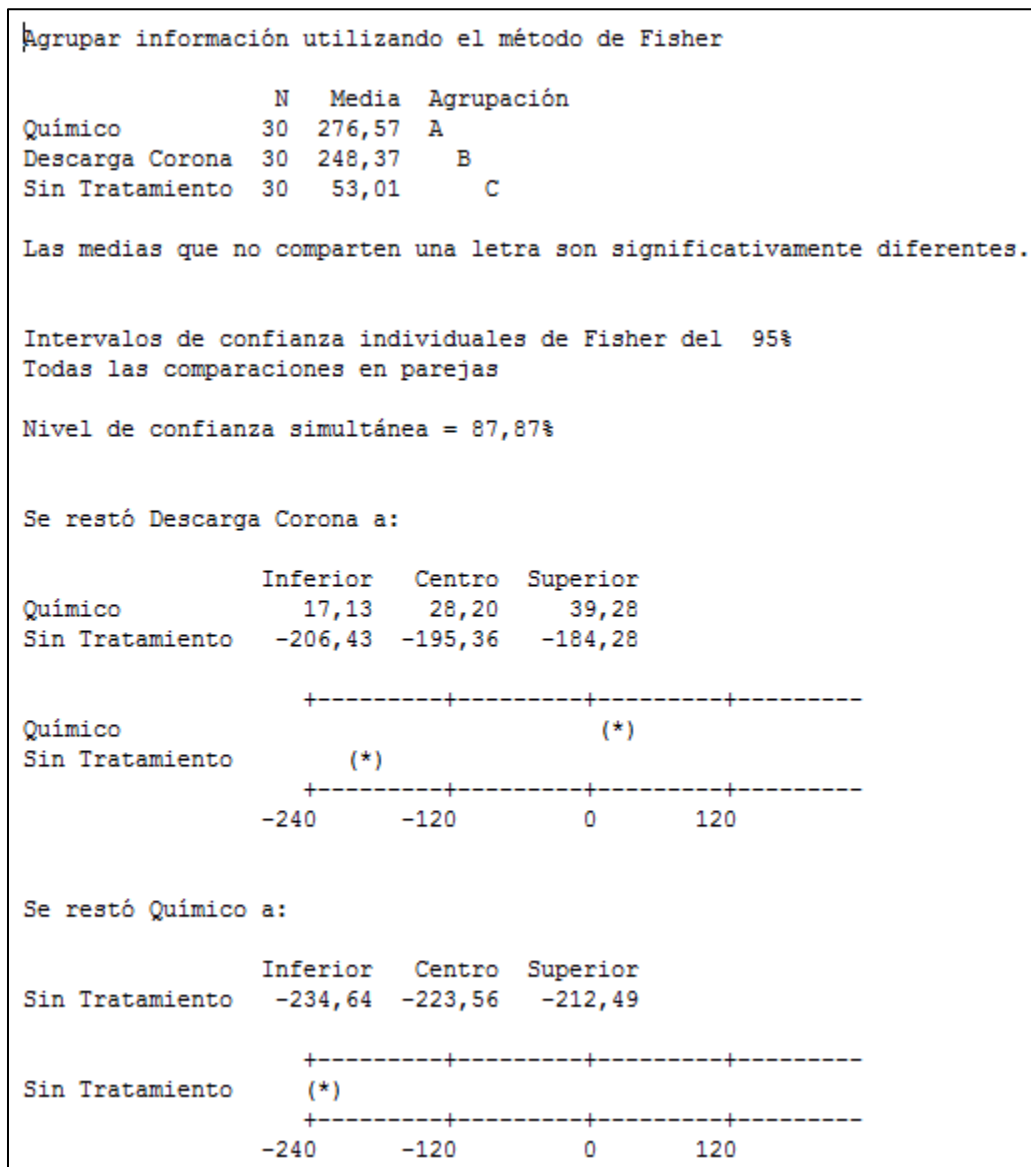


Figura 7.15. Comparación múltiple mediante el método de Fisher para los tres diferentes procesos.

La información de agrupamiento que muestra el método de Fisher ratifica lo que se determinó con el método de Tukey: el promedio de cada proceso muestra diferencia significativa estadísticamente entre sí. Cada proceso tiene una letra de agrupamiento diferente. De igual forma, los intervalos de confianza del método de Fisher no incluyen el cero indicando de forma gráfica que existen diferencias entre los promedios de cada proceso.

Comparación múltiple de Hsu

Para el análisis de los tres procesos utilizando el método de Hsu, se especifica que el promedio mayor es el mejor. Por esta razón, los promedios del proceso con tratamiento de descarga corona (248,4 N) y el proceso sin tratamiento (53,0 N) se comparan con el promedio del proceso con tratamiento químico (276,6 N). En los intervalos de confianza del método de Hsu, los tres procesos tienen cero como valor extremo, con lo que se determina que los promedios tienen diferencias significativas estadísticamente.

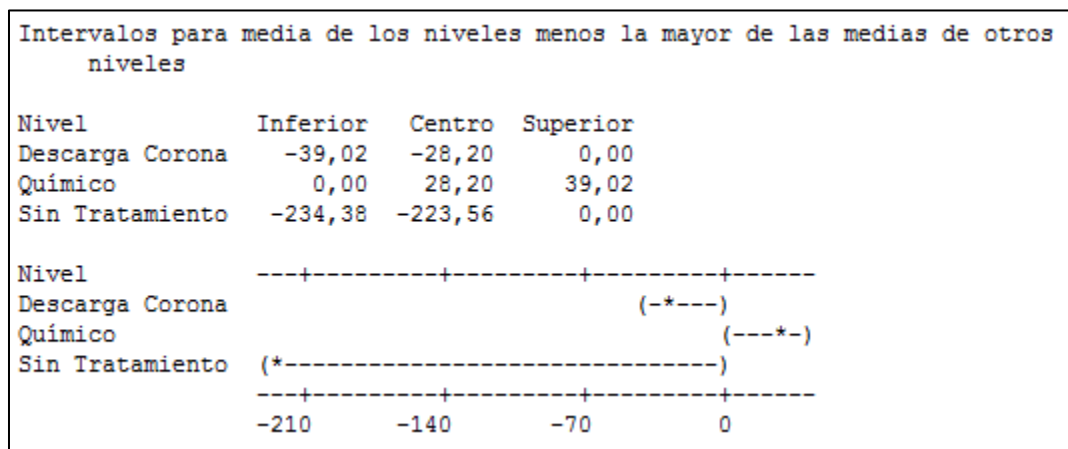


Figura 7.16. Intervalos de confianza utilizando la comparación múltiple de Hsu para los tres diferentes procesos.

Según la gráfica de valores individuales (Figura 7.17), el proceso con tratamiento químico muestra valores generalmente más altos. La mayor dispersión la tiene el proceso sin tratamiento, mientras que la menor dispersión se observa en el proceso con tratamiento de descarga corona.

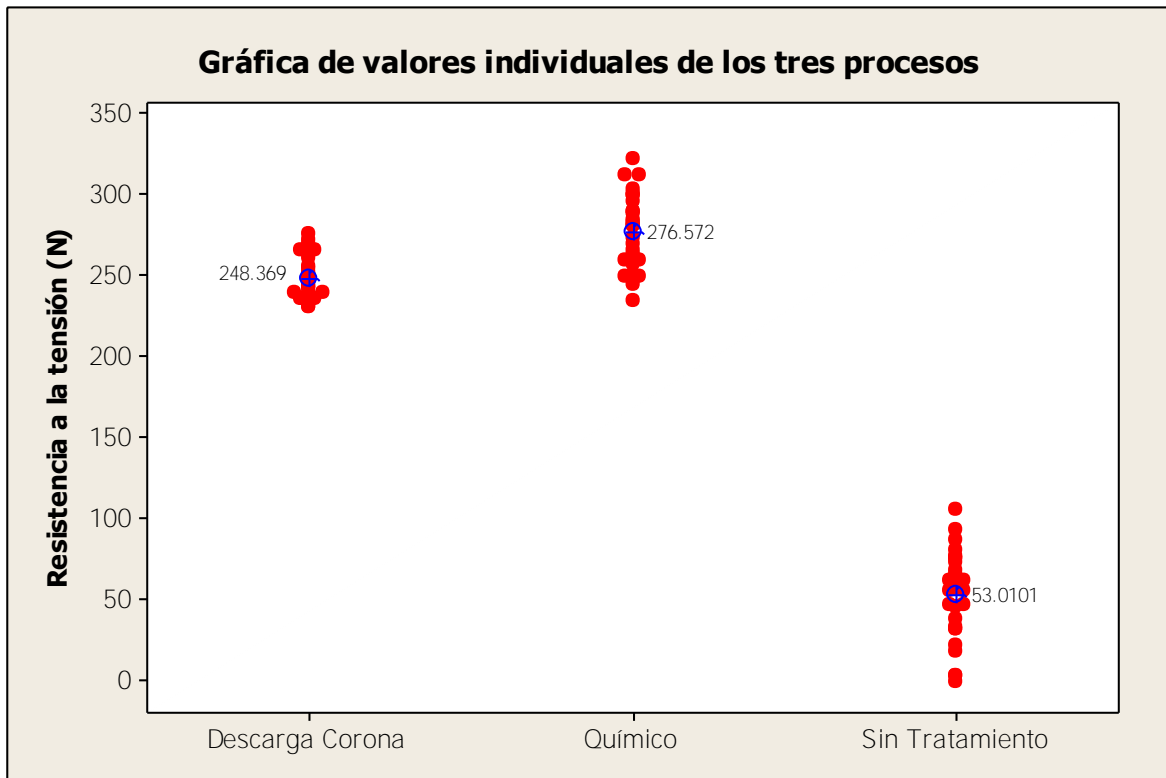


Figura 7.17. Gráfica de valores individuales de los tres procesos, tratamiento con descarga corona, tratamiento químico y sin tratamiento.

Como se observa en el gráfico de cajas para la comparación de los tratamientos superficiales para el ETFE (Figura 7.18), el tratamiento químico tiene los mayores valores de resistencia a la tensión, el mayor promedio (276,6 N) y una variabilidad con un rango intercuartil de 38,2 N. El tratamiento de descarga corona tiene la menor variabilidad con un rango intercuartil de 17,8 N y un promedio de 248,4 N. Por último, se observa que el proceso sin tratamiento superficial tiene los menores valores de resistencias a la tensión, el menor promedio (53,0 N) y la mayor variabilidad con un rango intercuartil de 40,1 N.

Una descripción estadística de los tres procesos y un resumen de los resultados obtenidos en el gráfico de cajas se presenta en el Cuadro 7.8.

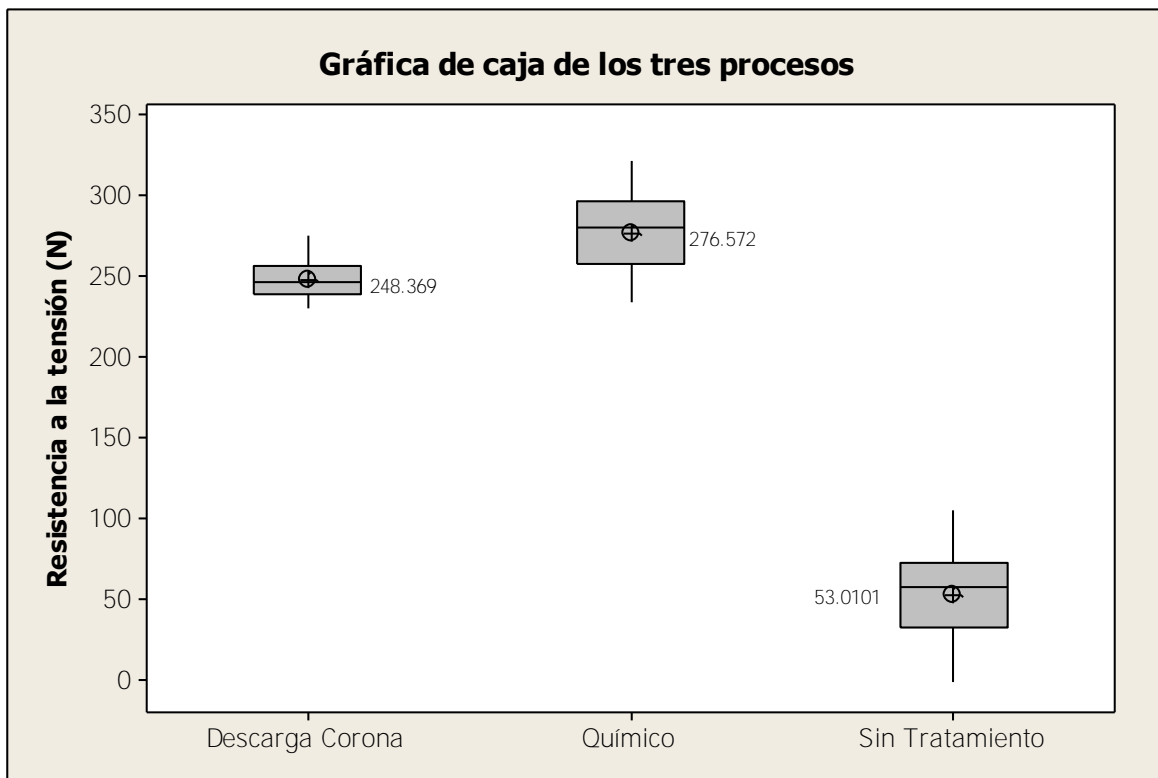


Figura 7.18. Gráfica de cajas de los tres procesos, tratamiento con descarga corona, tratamiento químico y sin tratamiento.

Cuadro 7.8. Descripción estadística y resumen de los valores obtenidos en la gráfica de cajas de los tres procesos, tratamiento con descarga corona, tratamiento químico y sin tratamiento.

Descripción	Tratamiento Químico	Tratamiento con Descarga Corona	Sin Tratamiento
Promedio (N)	276,6	248,4	53,0
Rango Intercuartil (N)	38,2	17,8	40,1

Los datos de resistencia a la tensión de los tres procesos muestran simetría según el histograma y los residuos siguen la línea de tendencia de normalidad según el gráfico de normalidad (Figura 7.19).

Observando la gráfica de residuos en función del valor ajustado, los residuos parecen estar dispersos aleatoriamente alrededor de cero con lo que se demuestra una varianza constante de los errores, lo cual es una de las suposiciones para la utilización del análisis de varianza.

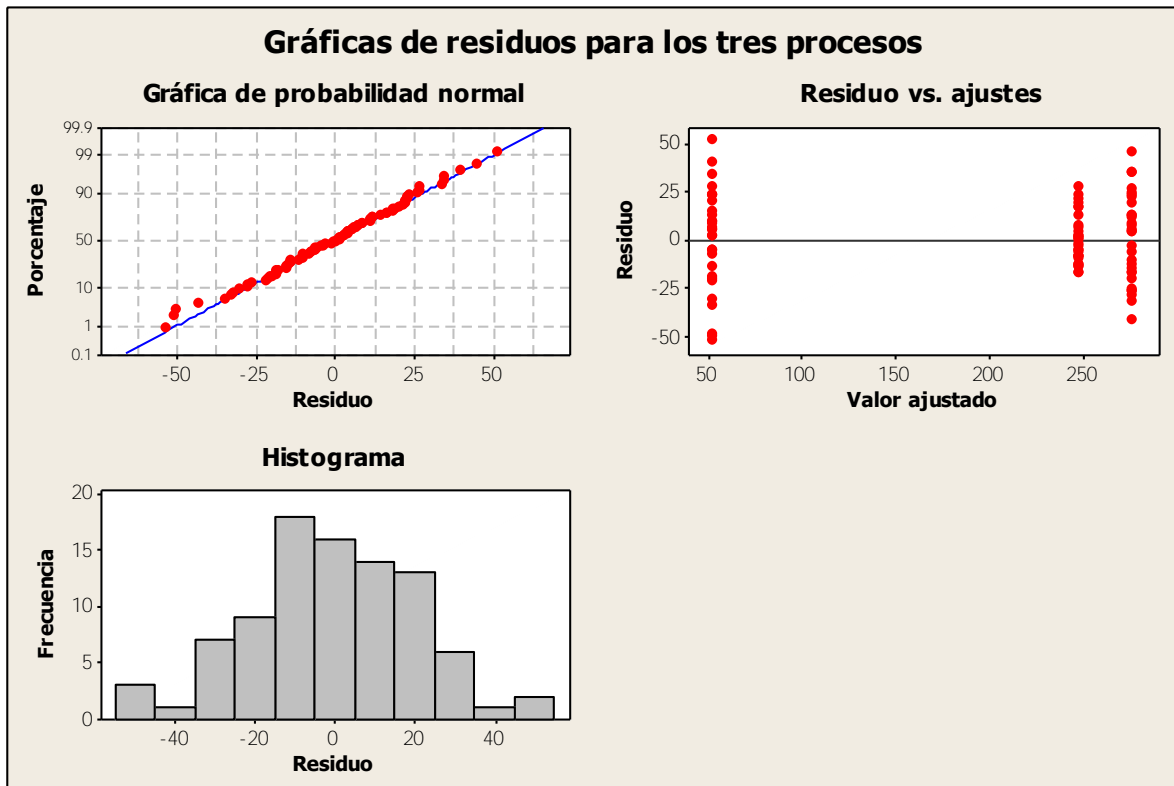


Figura 7.19. Gráficas de residuos de los datos de resistencia a la tensión de los tres procesos, tratamiento con descarga corona, tratamiento químico y sin tratamiento.

Como se determinó en el análisis anterior, existen grandes diferencias entre la resistencia a la tensión del ETFE con tratamiento y el ETFE sin tratamiento. Ya que esta diferencia es mucho mayor que la diferencia entre los procesos con tratamiento (químico y descarga corona), la comparación entre los tratamientos puede verse afectada, por lo que se decide realizar el análisis de varianza de los procesos que sí llevan tratamiento por separado, como se observa a continuación.

En el cuadro de análisis de varianza de ambos procesos con tratamiento (Figura 7.20), se obtiene un valor-P menor o igual al valor escogido de α (0,05), con lo que se puede determinar que los promedios entre los tratamientos, químico y descarga corona, tienen diferencia significativa estadísticamente.

Fuente	GL	SC	CM	F	P
Factor	1	11931	11931	34.58	0.000
Error	58	20009	345		
Total	59	31940			

S = 18.57

Figura 7.20. Cuadro de análisis de varianza de los procesos con tratamiento (químico y descarga corona).

En el cuadro de estadísticas individuales e intervalos de confianza (Figura 7.21) se verifica gráficamente que existe diferencia significativa entre los promedios de ambos tratamientos ya que sus intervalos de confianza no se traslapan entre sí.

				ICs de 95% individuales para la media					
Nivel	N	Media	Desv.Est.	-----+-----+-----+-----+					
Descarga Corona	30	248.37	12.84	(----*---)					
Químico	30	276.57	22.92	(----*---)					
				-----+-----+-----+-----+					
				252	264	276	288		

Figura 7.21. Estadísticas individuales e intervalos de confianza de ambos tratamientos en el análisis de varianza.

Los datos de resistencia a la tensión de los dos tratamientos muestran simetría según el histograma y los residuos siguen la línea de tendencia de normalidad según el gráfico de normalidad. Observando la gráfica de residuos en función del valor ajustado, los residuos parecen estar dispersos aleatoriamente alrededor de cero con lo que se demuestra una varianza constante de los errores, lo cual es una de las suposiciones para la utilización del análisis de varianza utilizado. Ver Figura 7.22.

Con el análisis de varianza entre los dos tratamientos se confirma que efectivamente existen diferencias significativas entre ambos tratamientos, así como se determinó en el análisis de varianza de los tres procesos.

A partir de los análisis de varianza, se puede determinar que estadísticamente sí se presentan mejoras en las propiedades adhesivas del ETFE a la hora de realizar un tratamiento superficial, ya sea mediante ionización del aire vía descarga corona o con un tratamiento químico utilizando naftaluro de sodio. También se puede determinar que entre

ambos tratamientos, el que tiene mejores resultados en cuanto a la resistencia a la tensión de la unión adhesiva, es el tratamiento químico con naftaluro de sodio teniendo un promedio de resistencia a la tensión de 276,6 N.

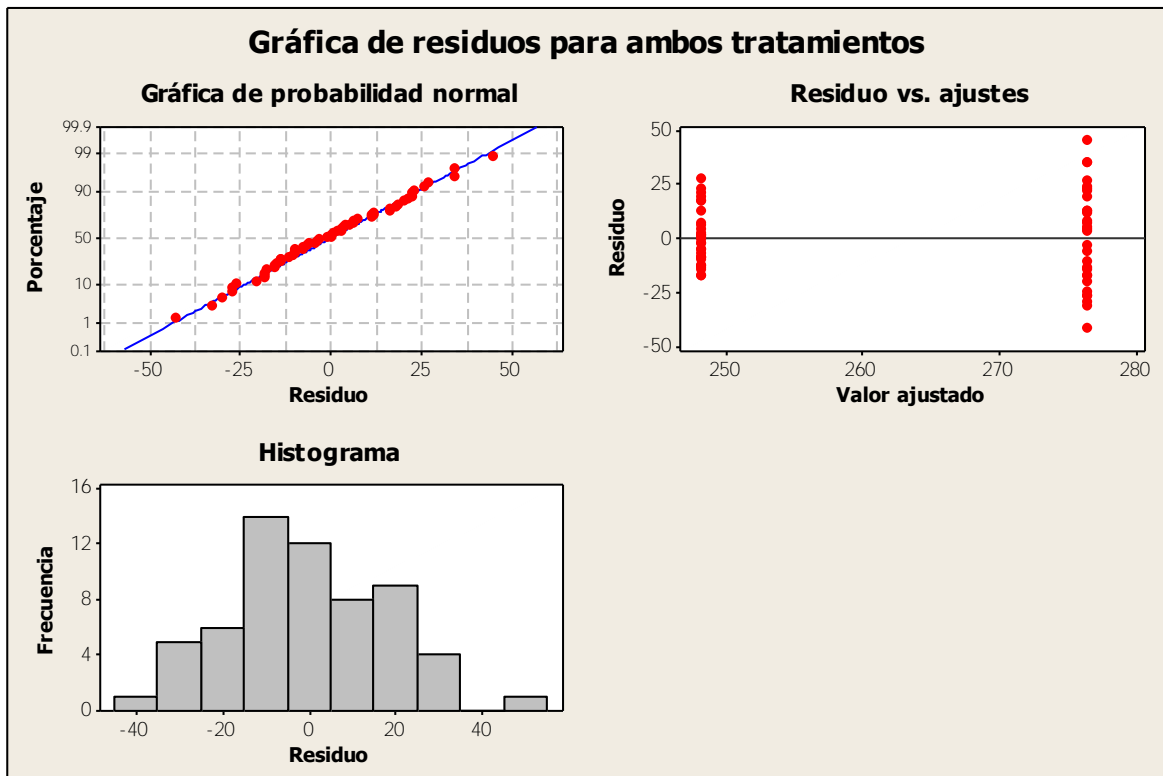


Figura 7.22. Gráficas de residuos de los datos de resistencia a la tensión del tratamiento con descarga corona y el tratamiento químico.

Sin embargo, se debe realizar un análisis más profundo en cuanto a las ventajas y desventajas que cada tratamiento presenta a la hora de querer implementar el tratamiento dentro de un proceso industrial. El Cuadro 7.9 resume algunas de las ventajas y desventajas según se observaron durante la etapa experimental de este trabajo y según la información obtenida en la literatura (Capítulo 4).

Para el tratamiento de descarga corona, se recomienda estudiar la utilización de diferentes gases, a parte del aire, tales como oxígeno y nitrógeno. Esto con el fin de evaluar la posibilidad de obtener mayores resistencias a la tensión a la hora de mejorar las propiedades adhesivas del ETFE.

Cuadro 7.9. Resumen de las ventajas y desventajas de cada tratamiento observadas durante este proyecto y según la información obtenida en la literatura (Capítulo 4).

Tratamiento	Ventajas	Desventajas
Ionización del aire vía descarga corona	<ul style="list-style-type: none"> • Menor tiempo de proceso • No se manejan químicos 	<ul style="list-style-type: none"> • Menores resistencias a la tensión • No uniforme • Pierde efectividad con el tiempo • Se requieren altos voltajes
Naftaluro de sodio	<ul style="list-style-type: none"> • Mayores resistencias a la tensión • Uniformidad 	<ul style="list-style-type: none"> • Peligrosidad por manejo de químicos • Se requieren enjuagues posteriores • Mayor tiempo de proceso • Reactivo se degrada fácilmente • Disposición de desechos

Se recomienda realizar un estudio del impacto ambiental que tiene la utilización del tratamiento superficial con naftaluro de sodio con el fin de tener mayor noción en cuanto a la peligrosidad que tiene el manejo de este químico y sus repercusiones al ambiente.

Así mismo, se recomienda realizar un estudio de los efectos de las condiciones de almacenamiento, o tiempos de espera, entre los procesos de aplicación de los tratamientos y el proceso de adhesión del material, para cuantificar la pérdida de efectividad del tratamiento debida al tiempo.

CAPÍTULO 8

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

En el presente capítulo se detallan las conclusiones más importantes y las recomendaciones para lograr mejoras en el proceso.

8.1 Conclusiones

8.1.1 Diseño experimental del tratamiento químico con naftaluro de sodio

- De los tres factores evaluados para el tratamiento químico (secado inicial, temperatura del baño y tiempo de inmersión) y sus interacciones, se determinó que ninguno tiene efectos significativos estadísticamente sobre la resistencia a la tensión de la unión adhesiva entre el ETFE y el ABS utilizando un adhesivo de cianoacrilato.
- Los parámetros operacionales para el tratamiento químico se escogieron según lo recomendado en la literatura y según el promedio más alto de resistencia a la tensión obtenido entre las corridas evaluadas en el diseño factorial (355,9 N).
- Los parámetros operacionales para el tratamiento químico escogidos son: secado inicial a temperatura ambiente, temperatura del baño de 50°C y un tiempo de inmersión de 60 segundos.

8.1.2 Diseño experimental del tratamiento con ionización del aire vía descarga corona

- Para los tiempos de exposición evaluados (2 minutos, 1 minuto y 30 segundos) a una presión de salida de aire constante de 20 psi (138 kPa), se determinó que no existe diferencia significativa estadísticamente entre sus promedios. A pesar de esto, se escogió un tiempo de 2 minutos ya que presenta los datos de resistencia a la tensión más altos, el mayor promedio (238,4 N) y la menor variabilidad.
- De las dos presiones de salida de aire evaluadas (10 y 20 psi, es decir 69 y 138 kPa respectivamente), se determinó que no existe diferencia significativa estadísticamente entre sus promedios. Sin embargo, se escogió una presión de 10 psi (69 kPa) al no presentar valores menores a los 245,6 N y al tener una muy baja variabilidad en los datos.

- A una presión de salida de aire de 10 psi (69 kPa) se presenta un valor atípico de 133,5 N. En este estudio no se determinaron las causas que produjeron este valor atípico.
- Los parámetros operacionales para el tratamiento con ionización del aire vía descarga corona son: un tiempo de exposición a la descarga de 2 minutos y una presión de salida del aire de 10 psi (69 kPa).

8.1.3 Comparación de los tres procesos: tratamiento químico, tratamiento con descarga corona y sin tratamiento

- A partir del análisis de varianza de los tres procesos (tratamiento con descarga corona, tratamiento químico y sin tratamientos), se determinó que existe diferencia significativa estadísticamente entre cada uno de sus promedios de resistencia a la tensión.
- El tratamiento químico obtuvo el mayor promedio con 276,6 N de resistencia a la tensión, el tratamiento con descarga corona obtuvo un promedio de 248,4 N y el proceso sin tratamiento obtuvo el menor promedio de 53,0 N de resistencia a la tensión.
- El mejor tratamiento superficial para mejorar las propiedades adhesivas de ETFE se escogió como el tratamiento químico con naftaluro de sodio ya que este presenta los datos con mayor resistencia a la tensión en la unión adhesiva con ABS usando un adhesivo de cianoacrilato.
- Las ventajas del tratamiento químico con naftaluro de sodio son: mayores resistencias a la tensión de la unión adhesiva y mayor uniformidad de aplicación. Las desventajas son: manejo de químicos, mayores tiempos de proceso, desestabilidad del reactivo y problemas por disposición de desechos.
- Las ventajas del tratamiento con ionización del aire vía descarga corona son: menor tiempo de proceso y no se manejan químicos. Las desventajas son: menores resistencias a la tensión de la unión adhesiva, baja uniformidad de aplicación, se pierde efectividad con el tiempo y requiere altos voltajes.

8.2 Recomendaciones

- Para el tratamiento químico con naftaluro de sodio se recomienda evaluar el efecto del secado inicial sobre la vida útil del reactivo ya que, a pesar de que en cuanto a resistencia a la tensión no muestra efecto alguno, el reactivo puede verse afectado al degradarse con trazas de humedad presentes en el material.
- En el diseño experimental del tratamiento con ionización del aire vía descarga corona, se recomienda analizar tiempos de exposición a la descarga mayores a los 2 minutos con control de temperatura para evitar daños del material.
- Se recomienda utilizar diferentes gases para la ionización vía descarga corona como lo son: oxígeno, nitrógeno, y otros.
- Se recomienda realizar más estudios bajo las condiciones de ionización del aire vía descarga corona a 10 psi (69 kPa) de presión de salida del aire y 2 minutos de exposición a la descarga. Esto con el fin de identificar la causa del valor atípico obtenido bajo estas condiciones durante este estudio.
- Se recomienda evaluar el impacto ambiental que tiene el proceso del tratamiento químico con naftaluro de sodio.
- Para cuantificar la pérdida de efectividad del tratamiento debida al tiempo, se recomienda realizar un estudio de los efectos de las condiciones de almacenamiento, o tiempos de espera, entre los procesos de aplicación de los tratamientos y el proceso de adhesión del material.

Bibliografía

- Acton Technologies. (2003). *Fluoroetch*. Recuperado el 15 abril de 2012, de <http://www.actontech.com/fluor1.htm>
- ASTM International. (2013). *ASTM D2863 - 12e1 Standard Test Method for Measuring the Minimum Oxygen Concentration to Support Candle-Like Combustion of Plastics (Oxygen Index)*.
- Baldan, A. (2012). Adhesion phenomena in bonded joints. *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 95-116.
- Brewis, D., & Dahm, R. (2005). Adhesion to Fluoropolymers. *Rapra Review Reports*, 3-27.
- Chen, X.-Y., Yuan, W. Z., & Zhao, J. (2012). Thermal-mechanical stability of ethylene tetrafluoroethylene alternating copolymer, and modification thereof. *Springer Science and Business Media*.
- Doran, D., & Bob, C. (2013). *Construction Materials Reference Book*. New York: Routledge.
- Drobny, J. (2006). *Fluoroplastics*. Shropshire: iSmithers Rapra Publishing.
- Dunn, D. (2003). *Adhesives And Sealants: Technology, Applications And Markets*. iSmithers Rapra Publishing.
- Ebnesajjad, S. (2002). *Fluoroplastics, Volume 2: Melt Processible Fluoroplastics: The Definitive User's Guide*. New York: William Andrew Inc.
- Ebnesajjad, S. (2010). *Handbook of Adhesives and Surface Preparation: Technology, Applications and Manufacturing*. New York: William Andrew Inc.

- Ebnesajjad, S., & Khaladkar, P. (2008). *Fluoropolymer Applications in the Chemical Processing Industries: The Definitive User's Guide and Databook*. Nueva York: William Andrew.
- Emerson Industrial Automation. (2013). *Branson*. Recuperado el Agosto de 2012, de www.branson.com
- García, A. G. (2011). *Influencia del Tratamiento Superficial con Plasma Atmosférico en la Unión Estructural de Materiales Compuestos (GRP) Empleando un adhesivo Acrílico*. Madrid: Universidad Pontificia Comillas.
- Gomez, A. G. (2011). *Influencia del tratamiento superficial con plasma atmosférico en la unión estructural de materiales compuestos (GRP) empleando un adhesivo acrílico*. Madrid: Universidad Pontificia Comillas.
- Henkel Loctite Corporation. (2003). *Adhesive Technologies for the Assembly or Hard-to-Bond Plastics*. Adhesives and Sealants Industry.
- Hersee, R., Burns, B., & Barnes, R. (2013). *Patente n° US20130178560 A1*. United States.
- Instron. (2013). *Sistemas de ensayo de una sola columna de la serie 3340 para ensayos de baja fuerza*. Recuperado el agosto de 2012, de <http://www.instron.com.es/wa/product/3300-Single-Column-Testing-Systems.aspx>
- Loctite. (2011). Design Guide for Bonding Plastics. *Henkel*, 1-96 Volumen 6.
- Plastic Design Library. (2008). *Handbook of Plastics Joining: A Practical Guide*. New York: William Andrew.
- Wolf, R. A. (2010). *Plastic Surface Modification: Surface Treatment, Decoration and Adhesion*. Hanser Gardner Publications.
- Wolf, R. A., & Corporation, E. I. (2010). Plastic surface modification: cleaning, adhesion and functionalization. *ANTEC*.

Nomenclatura

Abreviatura	Concepto	Unidad
ABS	Acrilonitrilo-butadieno-estireno	
ETFE	Etileno-tetrafluoroetileno	---
kHz	Kilo Hertz	kHz
kV	Kilo Voltios	kV
lbf	Libra fuerza	lbf
LOI	Índice de Oxígeno Limitante	---
min	minutos	min
ml	Militros	ml
mm	milímetros	mm
N	Newton	N
nm	nanómetro	nm
MPa	Mega Pascales	MPa
psi	Unidades de presión	psi
s	segundos	s
TFE	Tetrafluoretileno	---
THF	Tetrahidrofurano	---
V	Voltios	V
W	Watts	W
Subíndice		
n	Muestra número n	---
1	Muestra número 1	---
2	Muestra número 2	---
Superíndice		
“	Pulgadas	in

Apéndices

Apéndice A. Datos Experimentales.

Cuadro A.1. Datos de resistencia a la tensión en libra fuerza obtenidos según el diseño factorial realizado para la evaluación de los efectos en el tratamiento químico con naftaluro de sodio.

Orden de Corrida	Secado inicial	Temperatura (°C)	Tiempo (s)	Muestra				
				1	2	3	4	5
1	T _{ambiente}	T _{ambiente}	60	68	76,2	81,9	69,2	78,2
2	T _{ambiente}	T _{ambiente}	60	72,8	81,6	84,6	75,6	68,7
3	Horno	50	30	79,4	69,8	82,9	88,4	68,5
4	T _{ambiente}	T _{ambiente}	30	82,3	85,1	62,1	80	67,2
5	Horno	50	60	72	71,3	70,3	71,8	72,4
6	Horno	T _{ambiente}	60	73,1	64,9	72,3	67,3	65,7
7	Horno	T _{ambiente}	30	77,2	81,3	70,8	75,7	63,5
8	Horno	50	60	71,5	86,1	82,6	74,7	87,6
9	T _{ambiente}	50	60	85,6	80,5	82,9	81,8	83,8
10	T _{ambiente}	50	30	85,6	68,7	83,8	84,5	67,5
11	T _{ambiente}	50	60	70,3	80,4	76,3	88,2	70,2
12	Horno	50	30	75,2	79,9	67	80,7	72,9
13	Horno	T _{ambiente}	30	78,6	73,3	87,6	77,1	80
14	Horno	T _{ambiente}	60	83,6	80,6	77	81,9	81,9
15	T _{ambiente}	50	30	72	82,7	66,5	69,4	80
16	T _{ambiente}	T _{ambiente}	30	66,6	81,3	83,3	65,1	70,4

Cuadro A.2. Datos de resistencia a la tensión en libra fuerza obtenidos según el diseño experimental en el tratamiento con ionización del aire vía descarga corona con diferentes tiempos de exposición (2 minutos, 1 minuto y 30 segundos) a una presión de salida de aire constante de 20 psi.

Muestra	Dos Minutos	Un Minuto	Treinta Segundos
1	69,2	57,6	55,4
2	57,0	13,7	62,0
3	61,4	26,0	27,4
4	63,4	17,2	34,3
5	27,4	61,0	66,8
6	43,2	10,2	32,5

Cuadro A.3. Datos de resistencia a la tensión en libra fuerza obtenidos según el diseño experimental en el tratamiento con ionización del aire vía descarga corona con diferentes presiones de salida de aire a un tiempo de exposición constante de 2 minutos.

Muestra	Presión de 20 psi	Presión de 10 psi
1	55,1	60,9
2	79,9	56,6
3	73,4	55,8
4	60,5	30,0
5	42,6	59,1
6	73,2	55,2
7	56,2	58,7
8	73,2	57,7
9	67,1	59,8
10	47,6	58,1

Cuadro A.4. Resistencias a la tensión en libra fuerza obtenidas en cada proceso (tratamiento químico con naftaluro de sodio, tratamiento con ionización del aire vía descarga corona y sin tratamiento) para su comparación.

Muestra	Tratamiento con Descarga Corona	Tratamiento Químico	Sin Tratamiento
1	57,4	70,0	14,0
2	51,8	63,1	13,3
3	55,9	61,3	19,6
4	52,5	72,4	7,5
5	51,9	58,1	0,7
6	53,7	63,9	0,6
7	53,7	59,7	0,0
8	52,6	62,9	17,1
9	59,6	64,8	12,9
10	62,0	56,1	13,0
11	53,7	70,0	18,0
12	55,1	52,6	14,6
13	52,8	60,6	17,0
14	59,6	63,2	17,2
15	61,0	58,8	21,0
16	56,1	56,4	15,2
17	56,6	64,9	16,3
18	52,8	65,0	23,6
19	55,2	67,3	4,8
20	54,2	56,1	7,3
21	60,0	67,1	10,6
22	60,5	54,9	12,4
23	57,1	67,5	14,0
24	58,5	68,1	10,6

Cuadro A.4. (Continuación). Resistencias a la tensión en libra fuerza obtenidas en cada proceso (tratamiento químico con naftaluro de sodio, tratamiento con ionización del aire vía descarga corona y sin tratamiento) para su comparación.

Muestra	Tratamiento Químico	Tratamiento con Descarga Corona	Sin Tratamiento
25	56,0	58,1	13,7
26	53,6	66,4	10,2
27	56,3	59,1	8,6
28	55,7	55,5	4,2
29	54,6	63,7	12,4
30	54,5	57,6	7,1

Apéndice B. Resultados Intermedios.

Cuadro B.1. Conversión de los datos de resistencia a la tensión al Sistema Internacional en Newton (N), obtenidos según el diseño factorial realizado para la evaluación de los efectos en el tratamiento químico con naftaluro de sodio.

Orden de Corrida	Secado inicial	Temperatura (°C)	Tiempo (s)	Muestra				
				1	2	3	4	5
1	T _{ambiente}	T _{ambiente}	60	302,5	339,0	364,3	307,8	347,9
2	T _{ambiente}	T _{ambiente}	60	323,8	363,0	376,3	336,3	305,6
3	Horno	50	30	353,2	310,5	368,8	393,2	304,7
4	T _{ambiente}	T _{ambiente}	30	366,1	378,6	276,2	355,9	298,9
5	Horno	50	60	320,3	317,2	312,7	319,4	322,1
6	Horno	T _{ambiente}	60	325,2	288,7	321,6	299,4	292,3
7	Horno	T _{ambiente}	30	343,4	361,7	314,9	336,7	282,5
8	Horno	50	60	318,1	383,0	367,4	332,3	389,7
9	T _{ambiente}	50	60	380,8	358,1	368,8	363,9	372,8
10	T _{ambiente}	50	30	380,8	305,6	372,8	375,9	300,3
11	T _{ambiente}	50	60	312,7	357,7	339,4	392,3	312,3
12	Horno	50	30	334,5	355,4	298,0	359,0	324,3
13	Horno	T _{ambiente}	30	349,6	326,1	389,7	343,0	355,9
14	Horno	T _{ambiente}	60	371,9	358,5	342,5	364,3	364,3
15	T _{ambiente}	50	30	320,3	367,9	295,8	308,7	355,9
16	T _{ambiente}	T _{ambiente}	30	296,3	361,7	370,6	289,6	313,2

Cuadro B.2. Promedio de los datos de resistencia a la tensión obtenidos del diseño factorial para el tratamiento químico con naftaluro de sodio.

Orden de Corrida	Secado inicial	Temperatura (°C)	Tiempo (s)	Promedio de la Resistencia a la Tensión (N)
1	T _{ambiente}	T _{ambiente}	60	332,3
2	T _{ambiente}	T _{ambiente}	60	341,0
3	Horno	50	30	346,1
4	T _{ambiente}	T _{ambiente}	30	335,1
5	Horno	50	60	318,3
6	Horno	T _{ambiente}	60	305,4
7	Horno	T _{ambiente}	30	327,8
8	Horno	50	60	358,1
9	T _{ambiente}	50	60	368,9
10	T _{ambiente}	50	30	347,1
11	T _{ambiente}	50	60	342,9
12	Horno	50	30	334,3
13	Horno	T _{ambiente}	30	352,8
14	Horno	T _{ambiente}	60	360,3
15	T _{ambiente}	50	30	329,7
16	T _{ambiente}	T _{ambiente}	30	326,2

Cuadro B.3. Conversión datos de resistencia a la tensión a unidades de Newton (N), obtenidos del diseño experimental para el tratamiento con descarga corona a diferentes tiempos de exposición.

Muestra	Dos Minutos	Un Minuto	Treinta Segundos
1	307,8	256,2	246,4
2	253,6	60,9	275,8
3	273,1	115,7	121,9
4	282,0	76,5	152,6
5	121,9	271,4	297,2
6	192,2	45,4	144,6

Cuadro B.4. Conversión de los datos de resistencia a la tensión a unidades de Newton (N), obtenidos del diseño experimental para el tratamiento con descarga corona con diferentes presiones de salida de aire a un tiempo de exposición constante.

Muestra	Presión de 20 psi	Presión de 10 psi
1	245,1	270,9
2	355,4	251,8
3	326,5	248,2
4	269,1	133,5
5	189,5	262,9
6	325,6	245,6
7	250,0	261,1

Cuadro B.4. (Continuación) Conversión de los datos de resistencia a la tensión a unidades de Newton (N), obtenidos del diseño experimental para el tratamiento con descarga corona con diferentes presiones de salida de aire a un tiempo de exposición constante.

Muestra	Presión de 20 psi	Presión de 10 psi
8	325,6	256,7
9	298,5	266,0
10	211,7	258,5

Cuadro B.5. Conversión de los datos de resistencia a la tensión al Sistema Internacional en Newton (N), obtenidos en cada proceso (tratamiento químico con naftaluro de sodio, tratamiento con ionización del aire vía descarga corona y sin tratamiento) para su comparación.

Muestra	Tratamiento con Descarga Corona	Tratamiento Químico	Sin Tratamiento
1	255,3	311,4	62,3
2	230,4	280,7	59,2
3	248,7	272,7	87,2
4	233,5	322,1	33,4
5	230,9	258,5	3,1
6	238,9	284,3	2,7
7	238,9	265,6	0,0
8	234,0	279,8	76,1
9	265,1	288,3	57,4
10	275,8	249,6	57,8
11	238,9	311,4	80,1
12	245,1	234,0	64,9
13	234,9	269,6	75,6
14	265,1	281,1	76,5
15	271,4	261,6	93,4
16	234,9	289,1	105,0
17	245,6	299,4	21,4
18	241,1	249,6	32,5
19	266,9	298,5	47,2
20	269,1	244,2	55,2
21	254,0	300,3	62,3
22	260,2	302,9	47,2
23	249,1	258,5	60,9
24	238,4	295,4	45,4
25	250,4	262,9	38,3
25	247,8	246,9	18,7
27	242,9	283,4	55,2
28	242,4	256,2	31,6
29	234,9	289,1	105,0
30	245,6	299,4	21,4

Apéndice C. Muestra de Cálculo

C1. Conversión de libra fuerza a Newton

Para la conversión de las unidades de fuerza de libras a Newton se tiene que:

$$1 N = 0,2248 \text{ lbf} \quad (\text{C1})$$

Utilizando la ecuación C1 y el dato del Cuadro A.1, fila 1, columna 5, se realiza la conversión según la siguiente ecuación:

$$\frac{68 \text{ lbf} \cdot 1N}{0,2248 \text{ lbf}} = 302,5 N \quad (\text{C2})$$

Esta conversión se registra en el Cuadro B.1, fila 1, columna 5.

C2. Promedio (\tilde{x})

Los promedios enlistados en el Cuadro B1 se calculan mediante la siguiente ecuación:

$$\tilde{x} = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_n}{x_n} \quad (\text{C3})$$

Utilizando la ecuación C3 y los datos del Cuadro B1, fila 1, se calcula el promedio de las cinco muestras para la primera corrida según se observa a continuación:

$$\tilde{x} = \frac{302,5 + 339,0 + 364,3 + 307,8 + 347,9}{5} = 332,3 N \quad (\text{C4})$$

Este promedio se registra en el Cuadro B2, fila 1, columna 5.

Procedimiento experimental

- A. *Diseño experimental del tratamiento químico con naftaluro de sodio.*
1. Precaliente en un beaker aproximadamente 2 litros de agua desionizada hasta los 50°C en una plantilla de laboratorio.
 2. Encienda el baño ultrasónico y configúrela usando el panel de control para que trabaje a una temperatura de 50°C y a un tiempo de 5 minutos.
 3. Introduzca el agua desionizada caliente dentro del baño ultrasónico hasta la marca de nivel.
 4. Inmediatamente introduzca dentro del baño ultrasónico los 80 tubos de etileno-tetrafluoroetileno que se van a tratar.
 5. Una vez finalizado el lavado ultrasónico, lleve a cabo el secado inicial de las piezas según cada corrida del diseño experimental (refiérase al Cuadro 6.7), ya sea:
 - I. Secado a temperatura ambiente: Seque el material con toallas libres de pelusa y luego deje reposar las piezas sobre las toallas por aproximadamente 15 minutos.
 - II. Secado mediante horno de convección mecánica: Seque el material con toallas libres de pelusa e introdúzcalo en el horno de convección mecánica precalentado a 50 °C, por aproximadamente 10 minutos.
 6. Precaliente en un baño maría 20 ml de la solución de naftaluro de sodio usando un Erlenmeyer con tapa. Permita que la solución llegue a la temperatura deseada según cada corrida del diseño factorial (50°C o temperatura ambiente). Mantenga cerrado el Erlenmeyer. Monitoreé la temperatura usando un multímetro.
 7. Precaliente hasta 50°C agua desionizada la cual se utilizara en los enjuagues finales del tratamiento.
 8. Prepare el baño con alcohol isopropílico al 70% introduciendo 200 ml en un beaker de 500 ml y selle con plástico adhesivo hasta que sea utilizado. Este baño forma parte de los enjuagues finales del tratamiento.
 9. Una vez que la solución de naftaluro de sodio ha llegado a su temperatura deseada, introduzca 4 ml del reactivo en 5 tubos de ensayo e inmediatamente introduzca las 5 muestras de ETFE en cada uno de los tubos de ensayo. El tiempo de inmersión debe

realizarse según el tiempo establecido e cada corrida del diseño factorial (30 ó 60 segundos respectivamente). Tome el tiempo utilizando un cronómetro.

10. Luego de la inmersión en el reactivo, realice los enjuagues posteriores al tratamiento:
 - Primer enjuague: alcohol isopropílico al 70% por un tiempo de 20 segundos.
 - Segundo enjuague: agua desionizada a una temperatura de 50 °C por un tiempo de 30 segundos.
11. Seque las muestras utilizando toallas limpias libres de pelusa y deje reposar a temperatura ambiente por aproximadamente 20 minutos.
12. Realice el proceso de adhesión entre el ETFE y el ABS al finalizar cada corrida del diseño factorial según el punto C de este procedimiento.
13. Desarrolle la prueba de tensión para cada muestra según la prueba de tensión que se describe en el punto D de este procedimiento.

B. Diseño experimental del tratamiento con ionización del aire vía descarga corona.

1. Precaliente en un beaker aproximadamente 2 litros de agua desionizada hasta los 50°C en una plantilla de laboratorio.
2. Encienda el baño ultrasónico y configúrela usando el panel de control para que trabaje a una temperatura de 50°C y a un tiempo de 5 minutos.
3. Introduzca el agua desionizada caliente dentro del baño ultrasónico hasta la marca de nivel.
4. Inmediatamente introduzca dentro del baño ultrasónico los 28 tubos de etileno-tetrafluoroetileno que se van a tratar.
5. Seque el material con toallas libres de pelusa y luego deje reposar las piezas sobre las toallas por aproximadamente 20 minutos.

B1. Tiempos de exposición a la descarga a una presión de salida de aire constante

6. Configure el manómetro de salida de aire del suministro de aire del equipo de plasma para una presión de 20 psi (138 kPa).
7. Tome 18 muestras secas y aplique los siguientes tiempos de descarga: 2 minutos, 1 minuto y 30 segundos. Realice 6 muestras por cada tiempo de descarga.

8. Encienda el equipo y compruebe que se da una descarga acercando la tierra al electrodo.
9. Introduzca un centímetro del extremo del material en el electrodo e inicie la descarga.
10. Realice un barrido de arriba hacia abajo utilizando la tierra que dure aproximadamente un segundo y luego gire el material para continuar con los barridos por toda la circunferencia del área que se desea tratar.
11. Continúe hasta finalizar el tiempo de descarga establecido.
12. Realice el proceso de adhesión entre el ETFE y el ABS al finalizar cada tiempo de exposición a la descarga establecido según el punto C de este procedimiento.
13. Desarrolle la prueba de tensión para cada muestra según la prueba de tensión que se describe en el punto D de este procedimiento.

B2. Presiones de salida del aire a un tiempo de exposición a la descarga constante.

6. Aplique el tratamiento de descarga corona a un tiempo de exposición constante de 2 minutos pero utilizando dos diferentes presiones de salida del aire: 10 y 20 psi (69 y 138 kPa).
7. Tome 10 muestras para cada una de las corridas con las dos diferentes presiones de salida del aire.
8. Configure el manómetro según la presión de salida de aire que se va a aplicar.
9. Encienda el equipo y compruebe que se da una descarga acercando la tierra al electrodo.
10. Introduzca un centímetro del extremo del material en el electrodo e inicie la descarga para un tiempo de exposición de 2 minutos.
11. Realice un barrido de arriba hacia abajo utilizando la tierra que dure aproximadamente un segundo y luego gire el material para continuar con los barridos por toda la circunferencia del área que se desea tratar.
12. Continúe hasta finalizar el tiempo de descarga establecido.
13. Realice el proceso de adhesión entre el ETFE y el ABS al finalizar cada corrida según la presión de salida del aire establecido. El proceso de adhesión se detalla en el punto C de este procedimiento.

14. Desarrolle la prueba de tensión para cada muestra según la prueba de tensión que se describe en el punto D de este procedimiento.

C. Proceso de adhesión

1. Aplique el adhesivo de cianoacrilato sobre 1/3 de la superficie del extremo del inserto de la pieza de ABS, cubriendo con una película delgada toda la circunferencia.
2. Inmediatamente introduzca el inserto de la pieza de ABS dentro del tubo de ETFE.
3. Coloque el ensamble en posición vertical teniendo como base la pieza de ABS.
4. Permita que se dé un curado a temperatura ambiente por un lapso de 24 horas.

D. Prueba de resistencia a la tensión.

1. Configure el equipo de pruebas de tensión para trabajar con una celda de 500 Newtons.
2. Configure el manómetro de presión de las mordazas neumáticas para trabajar entre 60 a 65 psi (414 - 448 kPa).
3. En el panel de control seleccione una velocidad de 5 pulgadas por minuto para la prueba.
4. Ajuste una separación entre las mordazas inferiores y superiores de 2 pulgadas.
5. Coloque el ensamble del ETFE con el ABS en el equipo prensando la pieza de ABS en las mordazas neumáticas inferiores.
6. Cierre las mordazas superiores de forma manual hasta ajustar fuertemente el tubo de ETFE.
7. Presione el botón inicio del equipo para comenzar con la prueba de tensión.
8. Registre los datos de la prueba de tensión o la carga máxima en libra fuerza que proporciona el equipo.

E. Comparacion de los tres procesos: tratamiento químico con naftaluro de sodio, tratamiento con ionización del aire vía descarga corona y sin tratamiento

E1. Tratamiento químico con naftaluro de sodio

14. Precaliente en un beaker aproximadamente 2 litros de agua desionizada hasta los 50°C en una plantilla de laboratorio.

15. Encienda el baño ultrasónico y configúrela usando el panel de control para que trabaje a una temperatura de 50°C y a un tiempo de 5 minutos.
16. Introduzca el agua desionizada caliente dentro del baño ultrasónico hasta la marca de nivel.
17. Inmediatamente introduzca dentro del baño ultrasónico los 30 tubos de etileno-tetrafluoroetileno que se van a tratar.
18. Seque el material con toallas libres de pelusa y luego deje reposar las piezas sobre las toallas por aproximadamente 15 minutos.
19. Precaliente en un baño maría 120 ml de la solución de naftaluro de sodio usando un Erlenmeyer con tapa. Permita que la solución llegue a una temperatura de 50°C. Mantenga cerrado el Erlenmeyer. Monitoreé la temperatura usando un multímetro.
20. Precaliente hasta 50°C agua desionizada la cual se utilizara en los enjuagues finales del tratamiento.
21. Prepare el baño con alcohol isopropílico al 70% introduciendo 1500 ml en un beaker de 3000 ml y selle con plástico adhesivo hasta que sea utilizado. Este baño forma parte de los enjuagues finales del tratamiento.
22. Una vez que la solución de naftaluro de sodio ha llegado a su temperatura deseada, introduzca el reactivo en el contenedor de vidrio abierto e inmediatamente introduzca las 30 muestras de ETFE.
23. Realice un tiempo de inmersión en el reactivo de 60 segundos. Tome el tiempo utilizando un cronómetro.
24. Luego de la inmersión en el reactivo, realice los enjuagues posteriores al tratamiento:
 - Primer enjuague: alcohol isopropílico al 70% por un tiempo de 20 segundos.
 - Segundo enjuague: agua desionizada a una temperatura de 50 °C por un tiempo de 30 segundos.
25. Seque las muestras utilizando toallas limpias libres de pelusa y deje reposar a temperatura ambiente por aproximadamente 20 minutos.
26. Realice el proceso de adhesión entre el ETFE y el ABS al finalizar el tratamiento según el punto C de este procedimiento.

27. Desarrolle la prueba de tensión para cada muestra según la prueba de tensión que se describe en el punto D de este procedimiento.

E2. Tratamiento de ionización del aire vía descarga corona.

1. Precaliente en un beaker aproximadamente 2 litros de agua desionizada hasta los 50°C en una plantilla de laboratorio.
2. Encienda el baño ultrasónico y configúrela usando el panel de control para que trabaje a una temperatura de 50°C y a un tiempo de 5 minutos.
3. Introduzca el agua desionizada caliente dentro del baño ultrasónico hasta la marca de nivel.
4. Inmediatamente introduzca dentro del baño ultrasónico los 30 tubos de etileno-tetrafluoroetileno que se van a tratar.
5. Seque el material con toallas libres de pelusa y luego deje reposar las piezas sobre las toallas por aproximadamente 20 minutos.
6. Configure el manómetro de salida de aire del suministro de aire del equipo de plasma para una presión de 10 psi.
7. Encienda el equipo y compruebe que se da una descarga acercando la tierra al electrodo.
8. Introduzca un centímetro del extremo de cada muestra en el electrodo e inicie la descarga.
9. Realice un barrido de arriba hacia abajo utilizando la tierra que dure aproximadamente un segundo y luego gire el material para continuar con los barridos por toda la circunferencia del área que se desea tratar.
10. Continúe hasta finalizar un tiempo de descarga de 2 minutos para cada una de las 30 muestras.
11. Realice el proceso de adhesión entre el ETFE y el ABS al finalizar muestra según el punto C de este procedimiento.
12. Desarrolle la prueba de tensión para cada muestra según la prueba de tensión que se describe en el punto D de este procedimiento.

E3. Proceso sin tratamiento superficial.

1. Precaliente en un beaker aproximadamente 2 litros de agua desionizada hasta los 50°C en una plantilla de laboratorio.
2. Encienda el baño ultrasónico y configúrela usando el panel de control para que trabaje a una temperatura de 50°C y a un tiempo de 5 minutos.
3. Introduzca el agua desionizada caliente dentro del baño ultrasónico hasta la marca de nivel.
4. Inmediatamente introduzca dentro del baño ultrasónico los 30 tubos de etileno-tetrafluoroetileno que se van a tratar.
5. Seque el material con toallas libres de pelusa y luego deje reposar las piezas sobre las toallas por aproximadamente 20 minutos.
6. Realice el proceso de adhesión entre el ETFE y el ABS al finalizar el punto anterior según el punto C de este procedimiento.
7. Desarrolle la prueba de tensión para cada muestra según la prueba de tensión que se describe en el punto D de este procedimiento.