

## NUCLEACION DE PET Y NYLON 6 CON AGENTES INORGANICOS. ANALISIS DEL IMPACTO EN LAS PROPIEDADES FISICOMECHANICAS

Martínez-Vázquez, D.G.<sup>1</sup>, Sánchez-Valdés, S.<sup>1</sup>, Medellín-Rodríguez, F.J.<sup>2</sup>F.J

<sup>1</sup> CIQA, Blvd. Enrique Reyna Hermosillo #140 C.P. 25100 Saltillo Coahuila.

<sup>2</sup> CIEP/FCQ, Av. Dr. Manuel Nava No. 6. Zona Universitaria, C.P. 78210 San Luis Potosí, S.L.P.

E-mail: [dgmartin@polimex.ciqa.mx](mailto:dgmartin@polimex.ciqa.mx)

La nucleación heterogénea de polímeros semicristalinos es el nacimiento de pequeñas regiones ordenadas sobre una superficie heterogénea que se encuentra dispersa aleatoriamente en la masa del polímero. A dicha heterogeneidad se le denomina agente de nucleación [1].

La presencia de los agentes nucleantes en el polímero puede modificar su grado de cristalinidad, así como el tiempo de inducción de la cristalización dando lugar a un incremento en la formación de núcleos a tiempos globales de cristalización más bajos y, por consecuencia, los cristales resultantes son mucho más pequeños. El efecto anterior modifica varias propiedades del polímero como por ejemplo sus propiedades mecánicas [2].

En el presente trabajo se eligieron compuestos inorgánicos como posibles agentes nucleantes en función de sus propiedades térmicas (capacidad calorífica, conductividad térmica y expansión térmica) puesto que el proceso de nucleación es afectado principalmente por la temperatura. La selección de los compuestos se llevó a cabo en función de la variación en cada una de las propiedades térmicas de interés permaneciendo constantes las demás como función de la temperatura. Cada compuestos se molió a un tamaño de partícula  $\leq 38\mu\text{m}$  (malla +400) y se secó antes de incorporarlo en la masa del polímero.

De los compuestos seleccionados como agentes nucleantes potenciales se analizaron tres de ellos (ver tabla 1), uno representativo para cada propiedad térmica, y se prepararon mezclas con las concentraciones de 0.5 y 3.0% en peso de nucleante. El método de incorporación fue mediante un reómetro de torque, marca Brabender.

**Tabla 1.** Agentes nucleantes potenciales para PET y Nylon 6

PROPIEDAD TERMICA	COMPUESTO
Capacidad Calorífica	NiO
Conductividad Térmica	KBr
Expansión Térmica	KCl

Posteriormente, se determinó de manera cualitativa el grado de dispersión del nucleante en la masa del polímero mediante la técnica de microscopía óptica de luz polarizada (POM). En la figura 1 se presentan las micrografías de una película amorfa de PET conteniendo NiO a dos concentraciones diferentes, así como la del polímero puro a manera de comparación.



a)PET sin nucleante



b)PET + NiO (0.5%)



c)PET + NiO (3.0%)

**Fig.1** Dispersión del Agente Nucleante en PET

En esta figura se observa una dispersión homogénea del NiO en la matriz polimérica, lo cual favorecerá una distribución más homogénea del tamaño de los cristales poliméricos comparados con aquellos que se formará en ausencia de heterogeneidades [2].

Por otro lado, la caracterización de la actividad del nucleante de los compuestos inorgánicos en el polímero se llevó a cabo por medio de la técnica de calorimetría de barrido diferencial (DSC). El principio básico de esta técnica consiste en analizar el tiempo de inducción (o temperatura) para que se lleve a cabo la cristalización enfriando una masa de polímero desde el estado fundido [3]. De existir poder nucleante, el pico exotérmico característico de una curva de enfriamiento se desplazará a temperaturas más elevadas al enfriar el fundido ya que la heterogeneidad contribuye con su energía libre a disminuir la energía necesaria para formar las especies nucleantes primarias. Esto también daría lugar a una distribución más homogénea de cristales cerrando la curva de cristalización. En la tabla 2 se muestra el valor de  $T_c$  (temperatura de cristalización) tanto para el polímero puro como del nucleado con cada uno de los compuestos inorgánicos.

**Tabla 2.** Tc de la mezcla polímero-nucleante determinada mediante DSC.

	<b>PET</b>		<b>Nylon 6</b>	
<b>Virgen</b>	173.9		169.0	
<b>Mezclado</b>	213.40		188.0	
<b>Nucleante</b>	<b>0.5%</b>	<b>3.0%</b>	<b>0.5%</b>	<b>3.0%</b>
<b>NiO</b>	216.3	213.9	186.7	188.1
<b>KCl</b>	216.6	218.2	184.2	184.9
<b>KBr</b>	216.7	217.6	184.7	178.0

En esta tabla se puede observar una desplazamiento mayor de la temperatura del polímero mezclado con respecto al virgen, (39.5°C para PET y 19°C para Nylon 6), comparado con el desplazamiento observado en presencia de los agentes de nucleación. Esto puede deberse al fenómeno conocido como memoria cristalina originado durante la preparación de la mezcla [4]. Sin embargo, en este trabajo no se pretende descubrir nuevos agentes de nucleación para PET y Nylon 6, si no determinar la correlación entre las propiedades térmicas de los nucleantes y el fenómeno de nucleación de polímeros semicristalinos

De la Tabla 2 también se puede observar un mayor efecto nucleante en las mezclas de PET+KCl y de Nylon 6+NiO, lo cual podría indicar que para el caso del PET los compuestos con expansión térmica variable favorecen el fenómeno de nucleación; mientras que para el Nylon 6 los compuestos con capacidad calorífica variable actúan como agentes de nucleación efectivos. En el primer caso, la variación de las dimensiones del compuesto inorgánico incorporado en la masa polimérica en función de la temperatura, da lugar a una contribución de superficie de la heterogeneidad lo que origina una mayor contacto con el polímero y, por consiguiente, una mayor facilidad para la formación de núcleos poliméricos estables. Por otro lado, una variación en la capacidad calorífica en función de la temperatura durante el proceso de enfriamiento del fundido, ocasiona una liberación de energía que puede ser utilizada por las cadenas de polímero lo que facilita su movilidad y, por consiguiente, el ordenamiento de éstas para la formación de cristales.

Finalmente se evaluó el efecto que tiene la presencia de los agentes nucleantes en el comportamiento mecánico del polímero. Las propiedades medidas fueron la resistencia a la tensión, resistencia al impacto y dureza “Shore”. Cada una de estas propiedades se determinaron bajo las especificaciones de las normas de la Sociedad Americana para el Análisis de Materiales (ASTM en Inglés) La medición de cada propiedad se obtuvo a partir de probetas moldeadas por compresión. Los resultados de muestran en la tabla 3 para PET y en la tabla 4 para Nylon 6.

**Tabla 3.** Propiedades Mecánicas de PET

<b>Muestra</b>	<b>Tensión (Kg/mm<sup>2</sup>)</b>	<b>Impacto (ft-lbf/in)</b>	<b>Dureza Shore</b>
<b>PET virgen</b>	6.51	0.44	73.13
+ NiO (0.5%)	6.83	0.56	76.38
+ NiO (3.0%)	8.06	1.06	76.35
+ KCl (0.5%)	3.08	0.30	77.29
+ KCl (3.0%)	5.66	0.37	76.63
+ KBr (0.5%)	6.95	0.28	77.67
+ KBr (3.0%)	5.09	0.47	77.92

**Tabla 4.** Propiedades Mecánicas de Nylon 6

<b>Muestra</b>	<b>Tensión (Kg/mm<sup>2</sup>)</b>	<b>Impacto (tf-lbf/in)</b>	<b>Dureza Shore</b>
<b>Ny6 virgen</b>	7.80	0.93	75.54
+ NiO (0.5%)	7.32	0.41	76.88
+ NiO (3.0%)	7.40	1.39	77.10
+ KCl (0.5%)	7.68	0.83	77.35
+ KCl (3.0%)	7.65	0.62	77.60
+ KBr (0.5%)	7.86	0.75	76.95
+ KBr (3.0%)	7.92	0.57	77.75

En los resultados anteriores se observa una mayor resistencia tensil y al impacto en muestras de PET conteniendo NiO, mientras que para Nylon 6, la presencia de cualquiera de los agentes inorgánicos mejora ligeramente a ambas propiedades mecánicas. La determinación de la dureza “Shore” tanto en PET como en Nylon 6 indicó un incremento gradual en presencia de cualquiera de los compuestos inorgánicos en función de la concentración.

#### AGRADECIMIENTOS

Al CIQA y al CIEP de la UASLP por la disponibilidad sus instalaciones y se equipo para llevar a cabo el trabajo experimental de esta investigación.

#### REFERENCIAS

1. Mercier, J.P., *Polym. Eng. Sci.*, **30**, 5 (1990)
2. Gächter, R. y Müller, H. *Plastics Additives Handbook*, Hanser Publisher (1987)
3. Wunderlich, B. *Thermal Analysis*, Academic Press, Inc (1990)
4. Khanna, Y.P. y Reimschuessel, A.C., *J. Appl. Polym. Sci.*, **35**, 2259 (1988)