

# EFFECTO DEL MÉTODO DE INCORPORACIÓN DE NEGRO DE HUMO EN LA CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA Y PROPIEDADES DE FLUJO DE COMPOSITES SEBS/NH/GRAFITO

Iván Estrada, Rigoberto Ibarra, Alfredo Marquez  
Centro de Investigación en Materiales Avanzados  
Miguel de Cervantes 120 Chihuahua, Chih, México  
E-mail: [rigoberto.ibarra@cimav.edu.mx](mailto:rigoberto.ibarra@cimav.edu.mx)

## 1 INTRODUCCIÓN

La conductividad eléctrica de los compuestos de negro de humo ha sido estudiada ampliamente, observando su relación con parámetros del procesamiento, características del polímero y del negro de humo. Sin embargo, se ha considerado poco la influencia que tiene el método de incorporación de las partículas conductoras sobre esta propiedad eléctrica. En este sentido, además de los diversos métodos de mezclado por fundido del polímero, se emplea también el mezclado en disolución, el cual, supone el uso de un disolvente afín al polímero y donde los esfuerzos de corte desarrollados durante el mezclado son inferiores a otros métodos. Es de esperarse que la estructura de las partículas conductoras se mantenga casi intacta hasta llegar a la etapa del procesamiento donde se alterará significativamente por los altos esfuerzos que el equipo de transformación imparte en el material. Sin embargo, este método de mezclado tiene como inconveniente que se necesitan grandes cantidades de disolvente, que, además, del alto costo, requiere un equipo especial para su recuperación.

Por otra parte, el método convencional de mezclado, que emplea una cámara de mezclado interno, es más sencillo de realizar e implica un tiempo total de obtención del compuesto que es muy inferior al mezclado en medio disolvente. Proporciona buena dispersión de las partículas conductoras, lo que conduce a buenas propiedades mecánicas, pero con la desventaja de disminuir en especial su conductividad eléctrica.

El trabajo propuesto consiste en el estudio de la conductividad eléctrica de un compuesto polimérico cargado con negro de humo y grafito, obtenido por dos métodos de mezclado diferentes, mezclado en disolución y mezclado mecánico.

## 2 EXPERIMENTAL

Como matriz polimérica se utilizó el copolímero SEBS, con nombre comercial de Kraton G 1652, adicionándose: a) **negro de humo** (NH) altamente conductor, Vulcan XC-72 de CABOT Inc; y b) **grafito** tipo "O" (G) como cargas conductoras a distintas concentraciones, como son: 10, 20, 30, 40, 50, y 60% en peso a una relación en peso G/NH de 1.4, y a diferentes relaciones G/NH, 1, 1.4 y 3 para una concentración de cargas del 50%. Los procedimientos de mezclado con las anteriores condiciones son: en el **mezclado mecánico** (MM), se llevó a cabo en un mezclador tipo Brabender. La temperatura de la cámara fue de 235°C y se utilizó una velocidad de mezclado de 30 rpm, mientras que en el **mezclado en disolución** (MD), empleando un agitador mecánico, después de disolver el SEBS en gasolina y agregar el grafito, se adicionó el NH. La temperatura de mezclado fue de  $22 \pm 2^\circ\text{C}$  a una velocidad del agitador de 200 rpm.

El cálculo de la conductividad eléctrica se obtuvo a través de la medición de la resistencia, para lo cual se usó un multímetro Hewlett Packard modelo 344014 acorde

con la norma ASTM C 611-98 para probetas con dimensiones de 5x110 mm y de 1-3 mm espesor preparadas por moldeo por compresión en una prensa hidráulica.

Para conocer el comportamiento reológico de las muestras que presentaron mejor conductividad, en este caso la A3C4 y la B2C8, se utilizó un reómetro capilar con una relación de dado  $L/R \approx 8$ . La temperatura de prueba fue 235°C. La prueba se realizó a diferentes velocidades del émbolo, como son: 10, 15, 18, 20, 25 y 300 mm/min para A3C4 y 18, 20, 25, 30 y 40 mm/min para la muestra B2C8.

El MFI (Melt Flow Index) fue medido utilizando un *plastómetro* Tinius Olsen modelo MP993 y el método B descrito en la norma ASTM D 1238. La temperatura de prueba fue 190°C y un peso de 10 kg.

Con el fin de conocer la cantidad de polímero enlazado a la carga se llevó a cabo una extracción Soxhlet. La muestra fue sometida a reflujo continuo durante 24 horas usando gasolina “Magna Sin” como disolvente.

### 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El efecto de la adición de partículas conductivas, G y NH, en la conductividad eléctrica del compuesto se visualiza en la Figura 1, donde se utilizó una relación G/NH de 1.4. Las curvas de ambos métodos de mezclado son similares, al incrementar la concentración de partículas conductivas se pasa de un material aislante ( $\approx 10^{-16}$  S/cm) a uno semiconductor ( $\approx 10^{-1}$  S/cm). El transporte de cargas por debajo de una concentración crítica, alrededor de 20-30% de las partículas, es ineficiente, pero por arriba de esta concentración se comienzan a formar aglomerados que sirven como caminos de conducción eléctrica denominados cadenas percolativas. Los valores de conductividad para compuestos con una concentración de partículas conductivas de 40% en adelante, si bien, no llegan a los de un conductor representan valores de un semiconductor.

Además, en esta figura se muestra que la conductividad en muestras del mezclado por disolución es mayor que la obtenida por mezclado mecánico a una misma concentración. A bajas concentraciones las diferencias de la conductividad entre los compuestos preparados con ambos mezclados son mínimas. Esto es debido a que no se ha alcanzado la concentración del umbral de percolación, de esta manera, las diferencias en la morfología de las partículas de ambos mezclados no se reflejan en su conductividad. A medida que la concentración se incrementa, la diferencia se hace significativa. La viscosidad del polímero fundido, del MM, es 1394 Pa s, que respecto a la viscosidad de la solución SEBS-gasolina, 148.2 Pa s, influye en generar mayores esfuerzos de corte que en MD. Esta mayor viscosidad provoca que los agregados de NH se rompan y puedan ser dispersados con facilidad [1], evitando la floculación de las partículas conductivas que se refleja en una menor conductividad que MD, donde es difícil lograr la estabilización de la suspensión.

El comportamiento anterior se observa también entre las Figuras 2 y 3, las muestras del MD tienen una mayor conductividad que las del MM a una concentración de 50% de partículas. También se observa que disminuyendo la relación G/NH, de 3 a 1, la conductividad aumenta. Esto es debido a que se aumenta la cantidad de NH. El NH por ser una partícula de tamaño coloidal tiende a formar estructuras secundarias que facilitan el transporte de las cargas eléctricas. Por el contrario, el G tiene una estructura hexagonal que consiste de capas apiladas unas con respecto a otras con un enlace entre capas débil

[2]. La alta conductividad que posee el G se pierde al ser sometido a esfuerzos de corte. Además, por su gran tamaño de partícula, en forma de hojuela, no tiende a formar agregados.

Diferente a literatura clásica [3], la conductividad no varía respecto al tiempo de mezclado en el MM. El grado de dispersión alcanzado en los primeros tiempos de mezclado no se modifica, Figura 3, tanto por la influencia de una alta concentración de cargas, como, un reforzamiento de G al NH. En la Figura 2 los diferentes comportamientos entre curvas respecto al tiempo muestran la gran aleatoriedad, características de este mezclado, en la formación de los caminos conductivos y donde el tiempo no es significativo.

Las interacciones polímero-partícula son ligeramente diferentes en los métodos de mezclado empleados. En ambos casos las moléculas poliméricas pueden ser adsorbidas sobre la superficie de la carga, conduciendo a la formación de hule enlazado sobre la superficie de las partículas de NH. El contenido de hule enlazado se incrementa con el área superficial de la carga, aumentando las interacciones polímero-partícula. Los resultados muestran que el MM tiene un porcentaje mayor de hule enlazado, con 29.3%, que el MD con 23.5% para un compuesto de 50% de partículas a una relación G/NH de 1.4. El resultado obtenido en MM se explica por el aumento del área superficial de la carga por una mayor ruptura de agregados de NH y que, por la mejor dispersión, se evita la formación de una estructura secundaria que decrezca el área superficial de los agregados por contacto directo entre ellos. En el mezclado en disolución, además de no lograr la misma ruptura de las partículas, por la menor viscosidad del sistema, también, se ha encontrado que las moléculas poliméricas no penetran los microporos sino sólo se adsorben en su superficie [4], disminuyendo las interacciones polímero-partícula.

Estas interacciones se ve reflejadas en el mayor grado de reforzamiento observado, por parte del MM, en sus propiedades de flujo. El MFI, Fig 4, para las muestras de MD es de 1 y de 0.76 g/10 min para MM a una misma concentración al 10 %. Interacciones como: la interfacial entre el polímero y la carga, la oclusión del polímero en los espacios internos del agregado y la aglomeración de agregados en la matriz polimérica [5], influyen en la viscosidad y finalmente en su MFI. El comportamiento altamente pseudoplástico de la muestra de MM se debe al mayor hule enlazado y su rápida disminución al rompimiento de los enlaces cadena-partícula, que son más que en el MD, y permiten una deformación plástica.

#### 4 BIBLIOGRAFÍA

1. J Janzen . *J Appl Phys.* (1975), 46:966.
2. M S Dresselhaus, G Dresselhaus, P C Eklund. ***Science of Fullerenes and Carbon Nanotubes***. San Diego: Academic Press; 1996, cap 2.
3. R J Cembrola. *Pol Eng Sci* (1982); 22: p. 601.
4. P Aboytes, A Voet. *Rubber Chem Technol.* (1970); 43:464
5. S Wolff, M-J Wang. ***Carbon Black***. J B Donnet, R C Bansal, M-J Wang. New York: Marcel Decker, Inc. p. 27

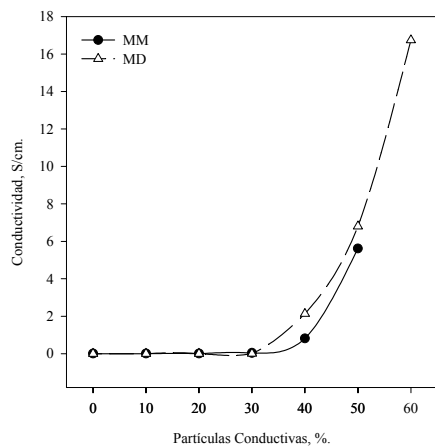


Figura 1. Conductividad del compuesto SEBS-G-NH a una relación G/NH de 1.4.

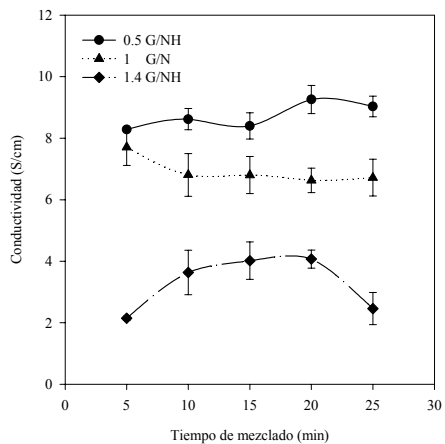


Figura 2. Muestras obtenidas por mezclado en disolvente a 50% de cargas.

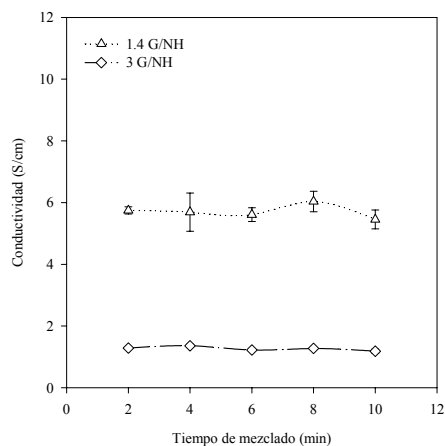


Figura 3. Conductividad en muestras obtenidas por mezclado mecánico a 50% de carga.

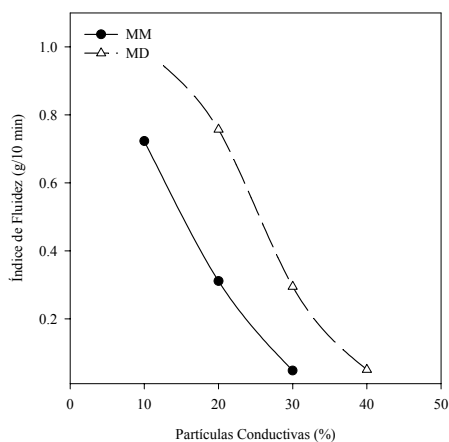


Figura 4. Índice de fluidéz del compuesto SEBS-G-NH a una relación de G/NH 1.4; 190/10.

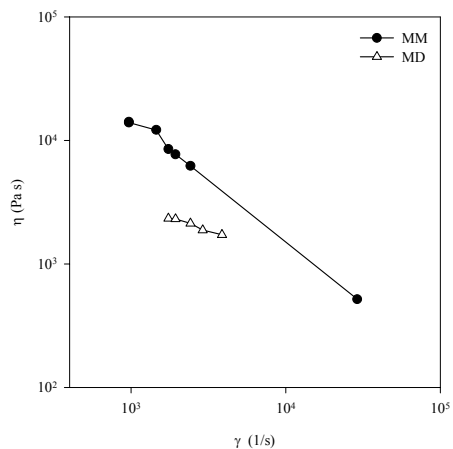


Figura 5. Curva de viscosidad en muestras de MD y MM.