

#### CP-I-4

### AVANCES EN LA CARACTERIZACIÓN DE LA TOPOGRAFÍA DE SUPERFICIE DE *i*-PP CRISTALIZADO ISOTÉRMICAMENTE

Leonardo Chávez Guerrero, Virgilio Ángel González González\*, Moisés Hinojasa Rivera, Carlos Guerrero Salazar y Adela del Carmen Morales Salazar

Universidad Autónoma de Nuevo León. Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica

Pedro de Alba S/N, Cd. Universitaria, San Nicolás de los Garza N.L. C.P. 66450

e-mail: vigonzal@ccr.dsi.uanl.mx

**Resumen:** Considerando la importancia que tienen las características de las superficies de los materiales en sus propiedades y sabiendo que las condiciones dinámicas de cristalización afectan a la topografía de la superficie del polipropileno (*i*-PP), se analizó el efecto de la temperatura de cristalización isotérmica ( $T_c$ ) sobre la topografía de la superficie en películas de este polímero. Se utilizaron las técnicas de calorimetría diferencial de barrido (DSC) y microscopía de fuerza atómica (AFM) para describir el efecto de  $T_c$  en la morfología de superficie y, aplicando geometría de fractales se caracterizó la rugosidad de la superficie.

**Antecedentes:** Brillo, fricción y permeabilidad son algunas de las propiedades que se ven afectadas por las características superficiales de polímeros como la morfología y la rugosidad. La cristalización de los polímeros es un fenómeno fuertemente dependiente de la temperatura<sup>1</sup> en cuanto a cinética y morfología, y al menos bajo condiciones dinámicas la cristalización determina la rugosidad de superficies de *i*-PP<sup>2</sup>. Mediante DSC es posible determinar las isotérmicas de cristalización de polímeros<sup>1</sup> utilizando las entalpías de fusión. La técnica de AFM nos permite determinar la topografía de superficies. Los datos brindados por el AFM pueden ser tratados mediante métodos<sup>3,4</sup> de geometría de fractales<sup>5</sup> para analizar su característica autoafín y calcular el coeficiente de rugosidad ( $\zeta$ ). El *i*-PP cristaliza en forma de esferulitas cuyo diámetro y espesor laminar incrementan con la temperatura al mismo tiempo que disminuye la rapidez de cristalización. El grado de cristalización se obtiene al dividir la entalpía de fusión entre la entalpía de fusión al equilibrio ( $\Delta H^\circ = 198 \text{ J/g}$ ). El método más exacto y preciso para determinar el  $\zeta$  a partir de imágenes de AFM es el método de la covarianza<sup>3</sup>, en el cual  $\zeta$  se calcula de la pendiente de una gráfica logarítmica del promedio de las varianzas “ $W(r)$ ” de las alturas ( $Z$ ) comprendidas en bandas de magnitud “ $r$ ” v.s. dicha magnitud o escala.

**Experimental:** Se termoformaban por compresión películas delgadas de forma de discos, de diámetro  $\sim 5$  mm y peso de 10 mg las cuales se trataban en el calorímetro a una temperatura por encima de la de fusión al equilibrio durante 3 min. En seguida se enfriaban rápidamente hasta la temperatura de cristalización ( $T_c = 118, 119, 120, 143$ , y  $145$  ) manteniendo esta temperatura durante 7 Hrs. Las muestras así obtenidas se analizaban por AFM en modo de contacto. Otro conjunto de muestras se utilizaron para determinar la cinética de cristalización a cada temperatura a partir de las trazas DSC a  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ .

**Resultados:** El DSC mostró que la cristalización fue prácticamente completa a las 7 Hrs. para las muestras cristalizadas a  $T_c < 143^\circ\text{C}$ , resultando en exponentes de Avrami ( $n \cong 2$ ) de acuerdo a lo esperado, mientras que a  $143$  y  $145^\circ\text{C}$  no se apreció cristalización significativa. De las imágenes de AFM como la mostrada en la Fig. 1, se determinaron los  $\zeta$  para un mínimo de 3,500 perfiles de cada muestra y se determinó la distribución de  $\zeta$  como lo muestra la Fig. 2, encontrando que distribuciones bi y trimodales. Se observaron morfologías que muestran estructuras laminares, nodulares, material amorfo presumiblemente rechazado y poros. El carácter autoafín de las superficies es limitado, ya que  $\zeta$  cambia con el tamaño del barrido (Fig. 3).

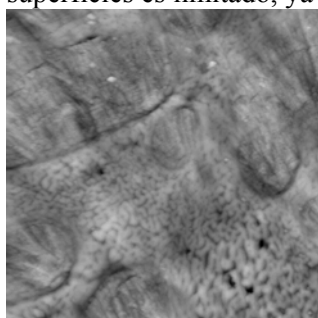


Fig. 1- Imagen AFM de *i*-PP cristalizado a  $119^\circ\text{C}$  por 7 Hrs

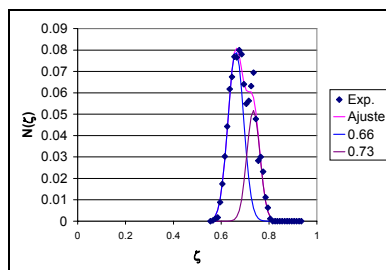


Fig. 2- Distribución de  $\zeta$  para 3,500 perfiles de *i*-PP cristalizado a  $119^\circ\text{C}$

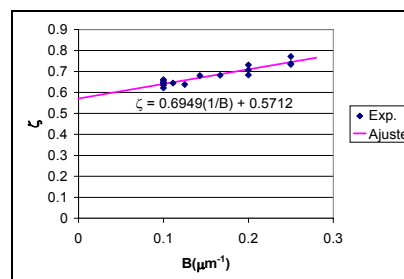


Fig. 3- Exponente de rugosidad en función de la escala de barrido,  $T_c = 119^\circ\text{C}$

**Conclusiones:** La técnica de AFM es útil en la caracterización de superficies de *i*-PP cristalizado isotérmicamente, el cual presenta un comportamiento autoafín limitado en donde  $\zeta$  es función de la escala de análisis. las superficies de *i*-PP muestran morfologías provenientes de la fase cristalina, de la fase amorfa y de una combinación de ambas. Una descripción más detallada será reportada en siguientes publicaciones.

#### Bibliografía:

- 1- Lauritzen, J.I.; Joffman, J.D. Appl. Phys. V44, 4340, (1973)
- 2- V.A. González, M, Alanís, C. Guerrero, and U. Ortiz, J. of Poly. Sci. Part B, Polym. Phys. (In revision)
- 3- V. A. González, O. Chacón, M. Hinojosa, C. Guerrero, Fractals, in Press
- 4- Schmittbuhl J; Vilotte J.P.; Roux S. Phys. Rev. E, V51(1), 131, (1995).
- 5- Mandelbrot B. B; Passoja D.E.; Paullay A.J., Nature V721,308, (1984).