

UN ESTUDIO MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISION (TEM) DE LOS CRISTALES DE POLI (NAFTALATO DE ETILO) OBTENIDOS DEL FUNDIDO



*Fernando Novillo Logroño,
Facultad de Ciencias Químicas,
Universidad Central del Ecuador
Masahiro FUJITA, Masaki TSUJI,
Shinzo KOHJIYA
Instituto de Investigaciones Químicas,
Universidad de Kyoto, Japón.*

ÁREA HISTÓRICA
DEL CENTRO DE INFORMACIÓN INTEGRAL

1. El poli (naftalato de etilo) (PEN) cristaliza en dos modificaciones cristalinas diferentes: La forma $-\alpha$ y $-\beta$ dependiendo de las condiciones termales¹). De acuerdo a Mencik²), la celda unitaria triclinico (P_1) de la forma α contiene una cadena y los parámetros de la celda unitaria son: $a = 0.651\text{nm}$; $b = 0.575\text{nm}$; $c(\text{eje de la cadena}) = 1.32\text{nm}$, $\alpha = 81.83^\circ$; $\beta = 144.0^\circ$ y $\gamma = 100.0^\circ$.

En esta presentación, reportamos la morfología de esferulitas de la forma α

las cuales crecieron isotermalmente a partir del fundido de una lámina delgada de PEN, y también demostramos brevemente la orientación "epitaxial" de PEN sobre capa ultra delgada, transferida por fricción, de politetrafluoroetileno (PTFE) la misma es altamente orientada.

2. Unas láminas delgadas (0.05-0.08 mm. de espesor) fueron cortadas a partir de pellets de PEN ($M_n=17,000$; Teijin Co. Ltd.). Las láminas fueron

fundidas hasta 300° C y mantenidas a esta temperatura por 5 minutos, enfriadas hasta 190° C, manteniéndose a esta temperatura por 24 horas. Una vez finalizado el tiempo de cristalización se enfría bruscamente hasta temperatura ambiente. Durante este proceso, cambios morfológicos fueron observados con un microscopio de luz polarizada (PLM).

Una solución (0.1% P/P) de PEN fue preparada a temperatura ambiente disolviéndole en 1,1,1,3,3,3-hexafluoro-2-propanol. Una lámina de mica cubierta con carbón, previamente evaporado, fue sumergida en la solución caliente del polímero. La lámina de mica con una película delgada seca de PEN fue colocada en una plancha de calentamiento (Mettler FP-82) y la cristalización de PEN se llevó a cabo bajo las mismas condiciones térmicas mencionadas arriba. Entonces, la película delgada de PEN separada de la lámina delgada de mica fue montada en una rejilla de cobre para TEM, y cubierta con oro.

Una placa de vidrio fue cubierta con una capa ultra delgada, transferida

por fricción de PTFE y la cristalización de PEN sobre esta capa se hizo bajo los mismos procedimientos de la placa de mica, pero en este caso el tiempo de cristalización fue de una hora.

3. Las esferulitas de PEN, crecidas a 190° C, fueron claramente identificadas por PLM. En esta sección delgada de PEN cristalizada sobre la placa de mica, fueron observadas texturas esferulíticas mediante TEM.

La figura 1 muestra el patrón de difracción electrónica (ED) de una esferulita cristalizada en la placa de mica. Los anillos exteriores en el patrón ED son del oro, los cuales fueron usados como una referencia para calibrar la longitud de la cámara, y por lo tanto, el anillo interior fue vinculado como la reflexión 010 de la forma α , la cual es la reflexión más característica para identificar esta forma. Las esferulitas así cristalizadas a partir del fundido, fueron consecuentemente, la forma α de PEN. Además por una inclinación de la muestra, reflexiones en anillos (o arcos) algo anchas también aparecie-

ron además de la reflexión 010 dependiendo de los ángulos de inclinación.

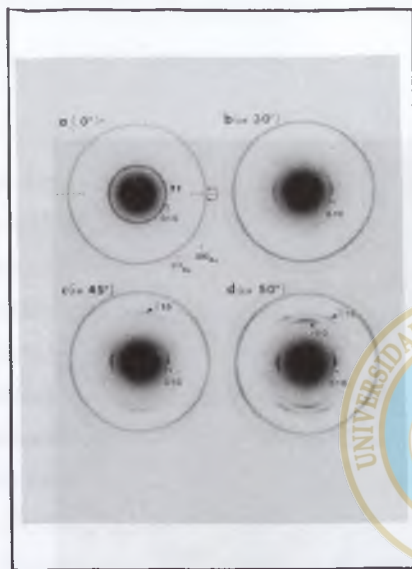


Figura 1

te de nucleación, porque el tiempo de cristalización puede ser acortado por el uso de capas como un sustrato.

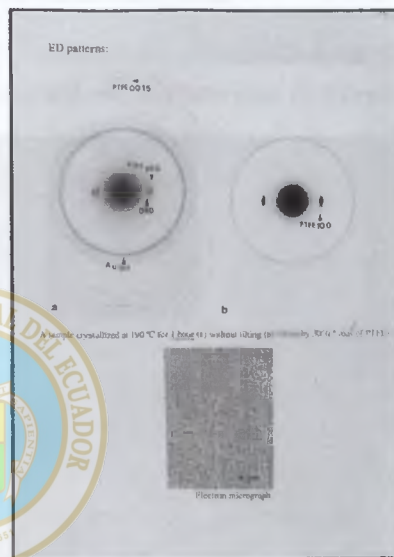


Figura 2

La figura 2 muestra el patrón ED de los cristales crecidos en una capa ultra delgada, transferida por fricción, de PTFE. Las reflexiones 0015 y 100 de PTFE aparecen en la zona meridional y ecuatorial respectivamente. La reflexión 010 de PEN en la forma alfa aparece en zona ecuatorial. Esto sugiere que el eje c (eje de la cadena) de la forma alfa parece ser paralela al eje de la cadena de PTFE. Además, se dedujo que las capas de PTFE funcionan como un agen-

Bibliografía

- 1) S. Buchner, et al., Polymer, 30, 480 (1989).
- 2) Z. Mencik, Chem. Prum., 17,78 (1967).
- 3) J.C. Wittmann, et al., Nature, 352, 414 (1991).

