Fibras de nylon 6 reforzadas con plaquetas de grafenos: caracterización completa por HRTEM

*Leyva–Porras C.¹, Carlos E. Ornelas–Gutiérrez C.², Miki–Yoshida M.², Ávila Y.¹, Macosay–Torres J.³ y Bonilla–Cruz J.¹

¹CIMAV, Nuevo León, México. Centro de Investigación en Materiales Avanzados S.C. (CIMAV). Alianza Norte # 202 Autopista Mty–Aeropuerto Km. 10. PIIT Apodaca, C.P. 66600. N.L. México. ²CIMAV, Chihuhua, México; ³Chemistry Department, University of Texas-Pan American, EUA.

*cesar.leyva@cimav.edu.mx

Sin duda alguna, el estudio de los grafenos ha despertado un gran interés en la comunidad científica, lo cual ha generado una gran cantidad de trabajos relacionados con este material. Esto es debido en gran parte a las altas propiedades de este material y a su potencial aplicación en diversos campos de la ciencia e industria. La estructura 2D del grafeno esta compuesta por átomos de carbón (sp²) acomodados en forma de panal. Estas capas pueden acomodarse en distintas maneras y formar así las diferentes aleótropos del carbón grafitizado. Por ejemplo, al apilarse una capa sobre otra se forma el grafito con una distancia intercapas de 3.37Å. Sin embargo, el grafito se utiliza como material de partida para obtener los grafenos. Este proceso de obtención de los grafenos involucra oxidar y exfoliar el grafito hasta obtener capas de grafeno. La ventaja de este tratamiento es que se producen gran cantidad de plaquetas suspendidas en un líquido, lo que lo hace atractivo para formar compuestos poliméricos [1].

En este trabajo se presenta la caracterización por microscopia electrónica de transmisión (HRTEM) de un compuesto polimérico reforzado con grafito oxidado y exfoliado. Se utilizo Nylon 6 como matriz y el compuesto se preparó mediante la técnica de electro-hilado. El contenido de plaquetas de grafito en el polímero es de 0.1% en peso. Para el análisis por HRTEM, las muestras se prepararon por sonificacion en alcohol etílico, depositando un par de gotas sobre una rejilla de cobre con carbón con hoyos. El equipo utilizado es un HRTEM JEOL JEM–2200FS con corrector de aberración esférica en la lente condensadora, voltaje de aceleración de 200 KV y filtro Omega en la columna. Las técnicas de microscopia utilizadas fueron HRTEM, STEM, EDS, PD e EELS.

Una vez localizadas las plaquetas dentro de las fibras, se analizaron por EELS para comprobar que realmente estén dentro de la fibra y que su estructura no haya sufrido cambios. La resolución del espectro de EELS fue de 1.09 eV. La imagen 1 muestra un par de fibras donde se encontró el grafeno, así como las zonas donde se adquirieron los espectros de EELS. La imagen 2 muestra los EELS adquiridos en la región del plasmón. Aquí se observa solamente una variación en el número de cuentas, el cual esta relacionado con la interacción de los electrones del haz con los electrones de las capas externas de los átomos de carbón. En este sentido, las fibras con varios grafenos interactúan más con el haz de electrones. La imagen 3 muestra el borde característico del Carbón para todas las zonas analizadas.

Aquí se observa claramente que tanto el C amorfo como la fibra de Nylon son similares, esto debido a su parecido estructural. Por otro lado, en las fibras con grafenos los espectros muestran un comportamiento diferente. Este comportamiento puede ser causado por el acomodo organizado de los átomos de C en el grafeno y por la diferencia en la estructura electrónica entre los distintos aleótropos [2].



Figura 1: Imagen STEM (contraste Z) de fibras de Nylon 6 conteniendo plaquetas de grafeno. En la fibra horizontal, el grafeno se encuentra de forma paralela al haz de electrones. Se alcanza a observar las diferentes capas de grafeno y que estas están un poco distorsionadas. En la fibra vertical, se observa una capa de grafeno localizada perpendicular al haz de electrones. Los puntos blancos sobre este grafeno corresponden a elementos mas pesados que el C. Estos se utilizaron durante la oxidación y exfoliación del grafito.

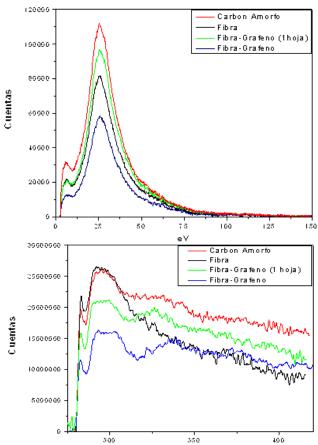


Figura 2: Espectros de EELS en la zona correspondiente al plasmón. En esta zona se dan las interacciones entre los electrones del haz y los electrones de las capas externas del Carbón.

Figura 3: Espectros de EELS en la zona correspondiente al borde de Carbón. Las diferencias en el comportamiento del espectro son debidas a las diferencias estructurales en las distintas formas del Carbón.

Referencias:

[1] H. Kim, A. A. Abdala and C. W. Macosko. Macromolecules, 43 (2010) 6515-6530.

[2] D. B. Williams, C. B. Carter. Transmission Electron Microscopy: Spectrometry IV. Springer (1996), page 655.

Agradecimientos:

Se agradece al Laboratorio Nacional de Nanotecnología (NaNoTech) por el uso del microscopio HRTEM.