

# Uso de la picnometría de gas para determinar la cristalinidad del polímero

Relevante para: polímeros, porosidad, cristalinidad, densidad, picnometría

La cristalinidad de los polímeros juega un papel clave en sus propiedades. La picnometría de gas se puede utilizar para evaluar la densidad esquelética de los materiales poliméricos, que luego se puede relacionar con la cristalinidad. Las mediciones de volumen extremadamente precisas, como las realizadas con el Ultrapyc 5000, son requeridas al determinar la cristalinidad relativa.



## 1 Introducción

Nylon es una designación genérica para una familia de polímeros sintéticos que se pueden fundir en fibras, películas o formas. [1, 2]. Los laboratorios de control de calidad en la fabricación de nylon requieren que la caracterización del material se realice de la manera más rápida y precisa posible. Para muchos materiales poliméricos, propiedades como la densidad esquelética y el porcentaje de cristalinidad son cruciales para que los fabricantes se aseguren de que sus materiales sean consistentes en todos los lotes.

La cristalinidad afecta al volumen de un material y el grado de cristalinidad se puede detectar mediante una técnica como la picnometría de gases. La masa y el volumen medido de la muestra se utilizan para calcular la densidad esquelética. Esto se correlaciona con la cristalinidad de un material, donde cuanto mayor es la densidad esquelética, más cristalino es el material. Si se conocen densidades esqueléticas de las formaciones completamente amorfas y completamente cristalinas, también es posible calcular el porcentaje de cristalinidad de una muestra dada.

A menudo, las diferencias de densidad esquelética entre materiales de cristalinidad variable pueden ser diminutas. Para detectar con confianza cualquier pequeño cambio o diferencia en la cristalinidad entre muestras, se utilizó el Ultrapyc 5000, con control de temperatura Peltier incorporado.

El control de la temperatura es crucial cuando solo se esperan diferencias limitadas en la densidad. Para ilustrar el uso del Ultrapyc 5000 para esta aplicación, se midieron una serie de materiales de nylon disponibles comercialmente (grado 6.6 y 6.10) con diferente cristalinidad.

## 2 Porcentaje de cristalinidad

El Ultrapyc 5000 se utilizó para medir la densidad esquelética del nylon disponible comercialmente. Las desviaciones de la densidad teórica del nylon cristalino 6.6 y 6.10 (1.24 g/cm<sup>3</sup> y 1.19 g/cm<sup>3</sup>, respectivamente) pueden indicar que hay diferentes impurezas presentes en la muestra. Los parámetros de medición de la muestra se dan en la Tabla 1 y las densidades esqueléticas resultantes se muestran en la Tabla 2. Se observó una excelente repetibilidad. La cristalinidad se calculó utilizando la siguiente ecuación:

$$P_c = \frac{\frac{1}{D} - \frac{1}{D_a}}{\frac{1}{D_c} - \frac{1}{D_a}} \times 100\%$$

donde D es la densidad medida del material, D<sub>a</sub> es la densidad amorfa (1,07 g/cm<sup>3</sup> y 1,04 g/cm<sup>3</sup> para nylon 6,6 y 6,10, respectivamente), y D<sub>c</sub> es la densidad cristalina.

Tenga en cuenta que, como se muestra en la Tabla 1, se utilizó gas nitrógeno para la medición de la densidad del polímero. Para la mayoría de las muestras, se recomienda / prefiere el helio.

Sin embargo, el nitrógeno es el gas de elección para el polímero.

muestras porque el helio puede difundirse en la estructura sólida de los polímeros, lo que lleva a resultados erróneos.

Table 1: Ultrapyc 5000 measurement parameters

Parameter	Setting
Cell size	Medium
Gas type	Nitrogen
Target pressure	18 psig
Flow direction mode	Sample first
Equilibration	Pressure
Preparation mode	Flow, 1 minute
Maximum runs	15
Runs to average	3

### 3 Discusión

Table 2: Nylon polymer density measurements

Sample	Density (g/cm <sup>3</sup> )				Repeatability (%)
	Run 1	Run 2	Run 3	Average	
1	1.1195	1.1191	1.1188	1.1191	0.03
2	1.1115	1.1113	1.1112	1.1113	0.01
3	1.0564	1.0558	1.0556	1.0559	0.03

Los datos de la Tabla 2 muestran que la densidad se puede medir con una excelente repetibilidad, mucho menos del 1% para todas las muestras. Se sabe que el aumento de la cristalinidad se correlaciona con un aumento en la densidad esquelética, por lo que se espera que la Muestra 1 sea la más cristalina de estas tres muestras de nylon. De hecho, se descubrió que esto era cierto. Aunque tanto las muestras 1 como 2 eran de nylon 6.6, se encontró que la muestra 1 era la más cristalina, con un 32%. La muestra 2 fue 27% cristalina, y la muestra 3, el nylon 6.10, fue solo 12% cristalina.

### 4 Conclusiones

El Ultrapyc 5000 es ideal para medir la densidad de los polímeros porque sus mediciones altamente precisas y repetibles aseguran que los investigadores puedan medir las densidades esqueléticas de manera fácil y segura. La correlación resultante permite evaluar rápidamente la densidad esquelética y examinar la cristalinidad de nuevos materiales.



### 5 Referencias

1. <https://en.wikipedia.org/wiki/Nylon>
2. Kohan, Melvin (1995). Nylon Plastics Handbook. Munich: Carl Hanser Verlag. ISBN 1569901899.
3. Anton Paar Application Report I17IA001EN-A: Measuring Geometric Density without Mercury

#### Analytical Technologies S.A.

Argentina: Tel. +54 11 4509 9000 [info@analytical.com](mailto:info@analytical.com)  
 Uruguay: Tel. +598 2904 0176 [uruguay@analytical.com](mailto:uruguay@analytical.com)

DISTRIBUIDOR EXCLUSIVO DE ANTON PAAR EN  
 ARGENTINA, BOLIVIA, PARAGUAY y URUGUAY  
[www.analytical.com](http://www.analytical.com)