



DESENVOLVIMENTO DE NANOCOMPÓSITOS DE POLIAMIDA 6.6/ARGILA BENTONÍTICA NACIONAL

Luana Rodrigues Kojuch, luanakojuch@yahoo.com.br¹
Keila Machado de Medeiros, keilamm@ig.com.br¹
Alana Mendonça de Farias, alanamendonca@yahoo.com.br¹
Edcleide Maria Araújo, edcleide@dema.ufcg.edu.br¹
Hélio de Lucena Lira, helio@dema.ufcg.edu.br¹

¹Universidade Federal de Campina Grande-UFCG. Av. Aprígio Veloso, 882, Bodocongó. Cep: 58.109-970, Campina Grande – PB.

Resumo: Neste trabalho, foram obtidos nanocompósitos de poliamida 6.6 e argila bentonítica proveniente da Paraíba, para serem aplicados em membranas microporosas. A argila utilizada foi tratada com um sal quaternário de amônio (Cetremide) e esta foi caracterizada por Fluorescência de Raios-X (FRX) e Termogravimetria (TG). Os nanocompósitos com matriz polimérica de poliamida 6.6 foram obtidos pelo método de intercalação por fusão, no qual a mistura foi processada em um misturador interno, com concentrações de 1 e 3% em peso de argila bentonítica. Os nanocompósitos foram caracterizados por reometria de torque e por DRX. Os resultados de FRX das argilas indicaram a possível troca de cátions nos espaços interlamelares da argila, tornando-a organofílica, enquanto que nos resultados de TG foi visto que o sal Cetremide apresentou uma maior estabilidade térmica se comparada com argilas organofilizadas com outros sais, reportados na literatura. Para os nanocompósitos, pôde-se evidenciar o aumento do torque com a argila organofilizada, que pode ter sido influenciado pela presença do sal orgânico na mesma, que favorece a maiores interações com o polímero, aumentando assim a viscosidade do sistema. Pelos difratogramas de DRX, foi possível observar que os nanocompósitos com 1% de argila apresentaram uma estrutura provavelmente esfoliada e que devido ao baixo teor de argila, esta pode ter agido como agente nucleante. A partir dos resultados obtidos, foi verificada uma eficiente organofilização da argila e que esta se apresentou estável na temperatura de processamento utilizada. Aparentemente, os nanocompósitos com 1% de argila terão melhores propriedades de barreira, devido a sua estrutura esfoliada, podendo ser, portanto, aplicados em membranas microporosas.

Palavras-chave: Nanocompósitos, Poliamida 6.6, Argila bentonítica, Membranas.

1. INTRODUÇÃO

Nanocompósitos poliméricos podem ser definidos como materiais em que pelo menos uma de suas fases tem uma ou mais dimensões na escala de tamanho nanométrico, desde dimensões atômicas até o comprimento de onda da luz visível. Interações entre materiais inorgânicos em camadas e substâncias orgânicas têm atraído o interesse tanto do meio científico quanto do industrial, isto por que numa dispersão nanométrica pode-se alcançar melhores resultados em propriedades mecânicas, de barreira e inflamabilidade (Pinnavaia, 2000).

A poliamida 6.6 é um polímero polar que combina diversas propriedades tais como: estabilidade dimensional, boa resistência ao impacto e excelente resistência química (Canevarolo, 2002). Além disso, a poliamida 6.6 possui alto desempenho e vasta aplicação. A argila bentonítica é constituída essencialmente por um argilomineral montmorilonítico, que possui um reticulado de estrutura em camadas (lamelar). Os maiores depósitos dessa argila são encontrados no Nordeste do Brasil (DNPM, 2001). Como as argilas são materiais naturalmente polares, é de se esperar que os nanocompósitos da bentonita com a poliamida 6.6 sejam obtidos mais facilmente, por terem boas interações químicas, já que a intercalação dos polímeros depende da existência de interações polares entre argila modificada organicamente e a matriz polimérica (Bhattacharya, 2008).

2. METODOLOGIA

2.1 Materiais

Para esta pesquisa, foram utilizados os seguintes materiais: a argila BRASGEL PA (sódica ativada), fornecida pela Indústria Bentonit União Nordeste (BUN), localizada na cidade de Campina Grande – PB. Para produção das argilas organofílicas, e torná-las, assim, compatível com o polímero, foi realizado um tratamento específico com o sal Cetremide® (brometo de hexadeciltrimetil amônio), fabricado pela Vetec, São Paulo/SP. A matriz polimérica utilizada foi a poliamida 6.6, comercialmente conhecida como Technyl A216, fornecida em grânulos pela Rhodia/SP.

2.2 Preparação da argila organofílica

Segundo metodologia utilizada por Barbosa (2005), um Becker contendo 1200ml de água destilada foi aquecido com temperatura controlada em $80^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$. Atingida essa temperatura, a argila (24g) foi inicialmente adicionada e, logo em seguida, adicionou-se o Cetremide disperso em água (7,8g do sal+ 23,6g de água) aos poucos e com agitação mecânica concomitante e contínua onde permaneceram por 20 minutos. Passado este tempo, os recipientes foram fechados e mantidos à temperatura ambiente por 24 horas. Após filtração, os aglomerados obtidos foram secados em estufa a $60^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, por um período de 48 horas. Por fim, os aglomerados secos foram desagregados com o auxílio de almofariz até a obtenção de materiais pulverulentos, os quais foram passados em peneira ABNT nº 200 ($D = 0,074\text{mm}$). As argilas sem tratamento e organofilizadas com o sal cetremide foram caracterizadas por Fluorescência de Raios-X (FRX) e Termogravimetria (TG).

2.3 Obtenção dos nanocompósitos

Os nanocompósitos foram obtidos pelo método de intercalação por fusão, no qual a mistura foi processada em misturador interno acoplado a um Reômetro de Torque da Haake Büchler. Os nanocompósitos com matriz polimérica de poliamida 6.6 foram preparados com 1% e 3% em peso de argila bentonítica sem tratamento e tratada com o sal Cetremide, e caracterizados por reometria de torque e por DRX.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Tabela 1, observa-se uma análise semiquantitativa por Fluorescência de Raios-X, onde consta uma composição característica das argilas. Para a argila sem tratamento (AST), observa-se a presença de óxido de sódio (Na_2O), uma vez que a argila utilizada é sódica ativada. Após o tratamento com o sal, a argila (ACT), apresenta o elemento Bromo como componente. Estes resultados indicam que possivelmente ocorreu a troca de cátions nos espaços interlamelares da argila, tornando-a organofílica.

Tabela 1: Análise química semiquantitativa por FRX.

Óxidos	AST (%)	ACT (%)
SiO_2	62,412	65,202
Al_2O_3	19,608	16,598
Fe_2O_3	9,907	11,081
CaO	1,559	1,121
MgO	3,036	3,185
Br	–	0,702
TiO_2	0,861	1,101
Na_2O	1,572	–
K_2O	0,511	0,541

A Figura 1 ilustra as curvas de TG para as argilas sem tratamento (AST) e organofílicas (ACT) obtidas em atmosfera de ar. Observa-se que para a argila organofílica com o sal cetremide, a faixa de 200°C a 380°C aproximadamente corresponde à decomposição inicial do sal quaternário de amônio. A partir dessa faixa de temperatura inicia-se a decomposição final do sal. Com base nos resultados obtidos é possível confirmar a organofilização da argila

pela pequena perda de massa de água adsorvida em relação à argila não modificada. E que aparentemente a argila tratada com o sal Cetremide apresenta maior estabilidade comparada com argilas organofilizadas com outros sais, reportados na literatura (Barbosa, 2005).

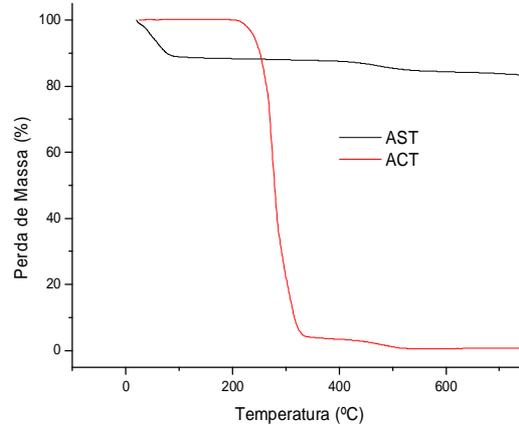


Figura 1: Curvas de TG da argila sem tratamento (AST) e da argila organofílica (ACT) em atmosfera de ar.

A Figura 2 apresenta o torque em função do tempo para as composições da Poliamida 6.6 (PA 6.6) pura e com 1% e 3% em peso de argila sem (AST) e com tratamento (ACT), indicados por a) e b), respectivamente. Pode ser observado que para todas as composições, os maiores valores de torque encontram-se para o nanocompósito de PA 6.6 com argila organofilizada, em comparação com o torque da PA 6.6 pura. O aumento do torque nesse caso pode ter sido influenciado pela presença do sal orgânico na argila, que favorece a maiores interações com o polímero, aumentando assim a viscosidade do sistema.

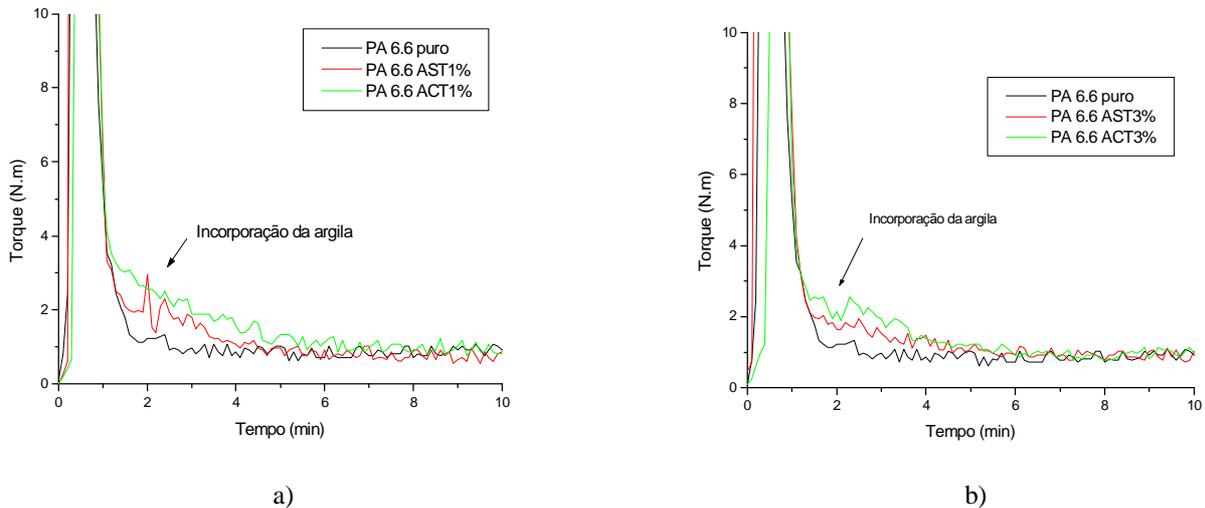


Figura 2: Curvas de torque da Poliamida 6.6 e dos nanocompósitos com a) 1% de argila AST e ACT e b) 3% de argila AST e ACT

A Figura 3 ilustra os Difratrogramas de Raios-X para as composições da Poliamida 6.6 (PA 6.6) pura e com 1% e 3% em peso de argila sem (AST) e com tratamento (ACT), indicados por a) e b) respectivamente. Pode-se observar que os nanocompósitos com 1% de argila apresentam uma estrutura provavelmente esfoliada e que devido ao baixo teor de argila, esta pode ter agido como agente nucleante. A partir dos resultados obtidos, foi verificada uma eficiente organofilização da argila e que esta se apresentou estável na temperatura de processamento utilizada. Aparentemente, os nanocompósitos com 1% de argila terão melhores propriedades de barreira, devido a sua estrutura esfoliada.

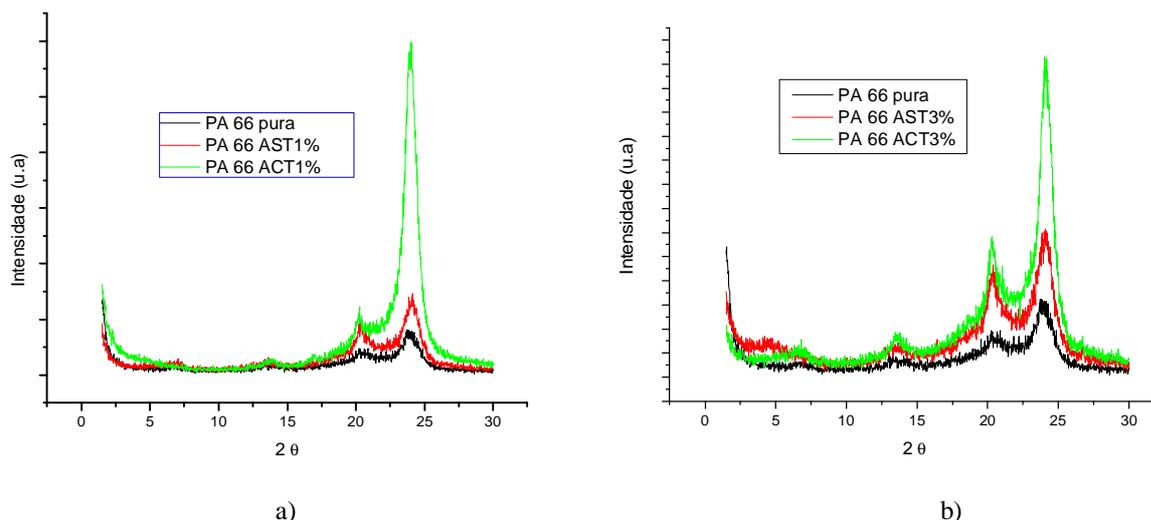


Figura 3: Difratogramas de Raios-X da Poliamida 6.6 pura e dos nanocompósitos com 1% de argila AST e ACT e b) 3% de argila AST e ACT

4. CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos, podemos concluir que a Fluorescência de Raios-X das argilas foi um contribuinte para a confirmação da presença do sal, uma vez que esta mostrou a ausência do óxido de sódio provavelmente devido à troca catiônica. Pela termogravimetria, observou-se que a argila tratada com o sal Cetremide apresentou maior estabilidade térmica se comparada com a argila sem tratamento. As curvas reológicas dos nanocompósitos com argila tratada apresentaram um torque um pouco mais pronunciado em relação às outras composições, comprovando que a organofilização das argilas tem importância fundamental no processo de obtenção de nanocompósitos, e que a presença do sal na argila favoreceu a maiores interações com o polímero, aumentando a viscosidade do sistema. Já nos Difratogramas de Raios-X, também foi verificada uma eficiente organofilização da argila. Aparentemente, os nanocompósitos com 1% de argila terão melhores propriedades de barreira, devido a sua estrutura esfoliada, podendo ser, portanto, aplicados em membranas microporosas.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Bentonit União Nordeste (BUN) pelo fornecimento da argila, à Rhodia/SP pela doação da poliamida 6.6, ao LabMat (Laboratório de Engenharia de Materiais/CCT/UFPG), ao MCT/CNPq, à CAPES/PROCAD-NF e ao PRH-25/ANP pelo auxílio financeiro.

6. REFERÊNCIAS

- Barbosa, R., 2005, Efeito de Sais quaternários de Amônio na Organofilização de uma Argila Bentonita Nacional para o Desenvolvimento de Nanocompósitos de PEAD. Dissertação de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Campina Grande-PB.
- Bhattacharya, S.N., Gupta, R. K., Kamal, M.R., 2008, "Polymeric Nanocomposites", Hanser, Munich, 383 p.
- Canevarolo, S.V.J., 2002, "Ciência dos Polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros." São Paulo: Artliber Editora.
- Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM), 2001, Bentonita, Sumário Mineral Brasileiro.
- Pinnavaia, T.J., Beall, G.W., 2000, "Polymer Clay Nanocomposites", John Wiley & Sons, Ltd, New York, 349 p.

7. DIREITOS AUTORAIS

DEVELOPMENT NANOCOMPOSITES POLYAMIDE 6.6/BENTONITE CLAY NATIONAL

Luana Rodrigues Kojuch, luanakojuch@yahoo.com.br¹

Keila Machado de Medeiros, keilamm@ig.com.br¹

Alana Mendonça de Farias, alanamendonca@yahoo.com.br¹

Edcleide Maria Araújo, edcleide@dema.ufcg.edu.br¹

Hélio de Lucena Lira, helio@dema.ufcg.edu.br¹

¹Universidade Federal de Campina Grande-UFCG. Av. Aprígio Veloso, 882, Bodocongó. Cep: 58.109-970, Campina Grande – PB.

Abstract. In this work, we obtained nanocomposites of polyamide 6.6 and bentonite clay from the Paraíba, to be applied in microporous membranes. The clay used was treated with a quaternary ammonium salt (Cetremide) and this was characterized by fluorescence X-ray (XRF) and Thermogravimetry (TG). The nanocomposites with polymer matrix of polyamide 6.6 were obtained by the melt intercalation, in which the mixture was processed in an internal mixer, with concentrations of 1 and 3% by weight of bentonite clay. The nanocomposites were characterized by torque rheometry and by XRD. The results of XRF clays indicate a possible exchange of cations in the interlamellar spaces of clay, making it an organic, while the results of TG was seen that the salt was presented greater thermal stability compared to organoclays with other salts, reported literature. For the nanocomposites, we could show an increase in torque with organoclays, which may have been influenced by the presence of organic salt in it, which encourages further interaction with the polymer, thus increasing the viscosity of the system. By diffraction XRD, we observed that the nanocomposites with 1% clay showed an exfoliated structure and probably due to the low clay content, this may have acted as nucleating agents. From the results obtained, there was an efficient organophilization clay and this is presented in the stable processing temperature used. Apparently, the nanocomposites with 1% clay will have better barrier properties, due to its exfoliated structure and can therefore be applied in microporous membranes.

Keywords: *Nanocomposites, Polyamide 6.6, Bentonite Clay, Membrane.*

Todos os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído neste trabalho.