



PRPG
Pró-Reitoria de
Pós-Graduação
PIBIC/CNPq/UFPG-2009



ORGANOFILIZAÇÃO DE ARGILA BENTONITA E APLICAÇÃO COMO CARGA NANOMÉTRICA EM POLÍMEROS

Akidauana D. B. de Oliveira¹, André W. B. Rodrigues², Pankaj Agrawal³, Edcleide Maria Araújo⁴, Tomás J. A. Mélo⁵

RESUMO

Este trabalho consistiu na modificação da argila Brasgel PA com tensoativo iônico Praepagen WB e sua incorporação em matriz polimérica de PP com 20% em peso de compatibilizante. Os resultados obtidos foram: o inchamento de Foster indicou que o caráter hidrofóbico da argila foi melhorado após a modificação com o tensoativo; as técnicas utilizadas de FTIR e DRX demonstraram que o processo de organofilização utilizado foi eficiente, transformando a argila sódica hidrofílica em argila organofílica; o tensoativo Praepagen WB promoveu aumentos significativos na distância $d_{(001)}$ da argila até a concentração de 200% e saturou a 300% da CTC; a TG indicou para o PP e para os sistemas com argila modificada que o início da perda de massa foi em torno de 250°C, sendo que para os sistemas com argila modificada houve maior estabilidade; a DRX da mistura polímero/compatibilizante/argila mostrou que houve a formação de nanocompósitos com estrutura intercalada; e as propriedades mecânicas sob tração (módulo e resistência a tração máxima) foram reduzidas e a resistência ao impacto aumentou dos sistemas quando comparadas com o PP puro.

Palavras-chave: polipropileno, nanocompósitos, argila organofílica.

ORGANOPHILIZATION OF BENTONITE CLAY AND APPLICATION AS NANOMETRIC FILLER IN POLYMERS

ABSTRACT

This work consisted in the modification of Brasgel PA clay with Praepagen WB ionic surfactant and its incorporation into PP with 20% (wt) of compatibilizer. The results obtained were: Foster Swelling indicated that the hydrophobic character of the clay was improved after the modification with the surfactant; FTIR and XRD techniques demonstrated that the organophilization process used was effective, transforming the hydrophilic sodic clay into organophilic clay; Praepagen WB surfactant led to a significant increase in the $d_{(001)}$ basal spacing of the clay at concentrations up to 200% and saturated at 300% of CEC; TG analysis indicated that for PP and other systems containing modified clay the weight loss started at around 250°C. The systems containing the modified clay were more stable. XRD results for polymer/compatibilizer/clay mixture indicated that nanocomposites with intercalated structure were formed; when compared to neat PP there occurred a reduction in modulus and tensile strength and an increase in impact strength of the systems.

Keywords: polypropylene, nanocomposites, organoclay.

¹ Aluna de Curso de Engenharia de Materiais, Depto. de Engenharia de Materiais, UFPG, Campina Grande, PB, E-mail: akidauanabrito@hotmail.com

² Engenheiro de Materiais, Doutor, Depto. de Engenharia de Materiais, UFPG, Campina Grande, PB, E-mail: andrewesley@bol.com.br

³ Engenheiro de Materiais, Depto. De Engenharia de Materiais, UFPG, Campina Grande, PB, E-mail: pankaj@ig.com.br

⁴ Engenheira de Materiais, Depto. De Engenharia de Materiais, UFPG, Campina Grande, PB, E-mail: edcleide@dema.ufcg.edu.br

⁵ Engenheiro de Materiais, Prof.Doutor, Depto. De Engenharia de Materiais, UFPG, Campina Grande, PB, E-mail: tomas@dema.ufcg.edu.br

INTRODUÇÃO

O Estado da Paraíba tem uma das maiores fontes de argilas bentonitas do Brasil, onde as principais jazidas estão localizadas no Município de Boa Vista que representam a maior produção nacional de bentonita bruta e beneficiada (AMORIM, 2004). As bentonitas possuem uma diversidade de aplicações industriais com alto valor agregado, tais como: *cosméticos, fármacos, tintas, vernizes, fertilizantes de solos, descoramento de óleos e graxas, como aglomerantes para areias de fundição, como agente catalítico de craqueamento, e na indústria de exploração de petróleo, como constituinte dos fluidos de perfuração* (SANTOS, 2004). Recentemente, estas argilas estão sendo aplicadas como carga nanométrica em matrizes poliméricas, visando obter materiais com alto desempenho, denominados de nanocompósitos devido às partículas de argila se encontrar na escala de nanômetros, aproximadamente com 1nm de espessura e 70 a 150 nm de comprimento (LEBARON & WANG, 1999; MÉLO et al., 2004; MÉLO et al., 2005).

A maioria destes trabalhos utiliza argilas bentonitas organofílicas comerciais do tipo Cloisite® e Nanofil® vendidas pela empresa americana Southern Clay Products, Inc. que domina o mercado, pois há pouco registro de publicações com outros tipos de argilas comerciais, principalmente no Brasil. A mistura de argilas bentonitas organofílicas com polímeros para formação de nanocompósitos tem recebido atenção especial devido às inúmeras vantagens em comparação com os compósitos tradicionais.

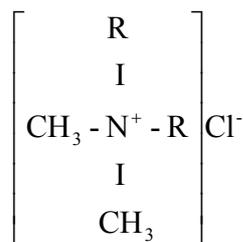
Usualmente os compósitos tradicionais são compostos por um alto teor de carga inorgânica (maior que 10% em peso) para se ter uma melhora nas propriedades. Todavia, o teor elevado de carga pode deteriorar outras propriedades, como o aumento na densidade do produto e perda na tenacidade devido à incompatibilidade entre o polímero orgânico e a carga inorgânica. Além do mais, a processabilidade e a dispersão da carga são dificultadas pelo aumento na viscosidade que também contribui para elevar o nível de torque durante o processo, aumentando o consumo de energia e o desgaste dos equipamentos. Por outro lado, os nanocompósitos formados com argilas bentonitas modificadas, em teores menores que 5% em peso, apresentam uma estrutura física que favorece diversas propriedades como: a) temperatura de distorção térmica (HDT) mais alta; b) elevado módulo elástico e resistência à tração máxima no escoamento; c) baixa inflamabilidade; d) alta resistência química; e) barreira contra a permeação de líquidos e gases, por exemplo, em aplicações de filmes para embalagens, sem comprometer a densidade (LEBARON & WANG, 1999; MÉLO et al., 2004; MÉLO et al., 2005, MÉLO et al., 2007).

Este trabalho teve como objetivo a modificação da argila Brasgel PA sódica comercial com três teores de tensoativo iônico Praepagen WB e sua incorporação em matriz polimérica de polipropileno e compatibilizante. O efeito do tratamento e a variação da concentração de tensoativo na organofilização da argila Brasgel PA foram avaliados por Inchamento de Foster, espectroscopia no infravermelho (FTIR), difração de raios-X (DRX) e análise termogravimétrica (TG). A formação de nanocompósitos foi avaliada por difração de raios-X(DRX), análise termogravimétrica (TG) e, ensaios mecânicos de resistência à tração e ao impacto.

MATERIAIS E MÉTODOS

Materiais

- Polipropileno (PP), código H103, em grânulos. Com IF=40g/10 min fabricado pela Brasken S.A.
- Argila Bentonita Brasgel PA (sódica ativada), fornecida pela Indústria Bentonit União Nordeste (BUN), localizada na cidade de Campina Grande-PB. A CTC (Capacidade de Troca de Cátions) da argila é de 72 meq/100g, valor calculado pelo método de azul de metileno de acordo com o descrito na literatura (MÉLO, et al., 2004)
- Tensoativo orgânico do tipo Praepagen WB, com 75% de matéria ativa, fornecido pela Clariant Recife/PE.



Onde: R – contém principalmente C₁₈
Estrutura do Tensoativo

- Compatibilizante, fornecido pela Arkema.

Métodos

Modificação da argila Brasgel PA

Determinação das concentrações de sal com base na CTC da argila Brasgel PA.

O número total de cátions trocáveis que uma argila pode reter (a quantidade de sua carga negativa) é chamado de sua capacidade de troca de cátions (CTC). Quanto maior a CTC da argila, maior o número de cátions que esta pode reter. Ao adicionar os tensoativos iônicos a dispersões aquosas de bentonitas sódicas, os cátions orgânicos do tensoativo substituem os cátions sódio da bentonita sódica, passando-a de hidrofílica para organofílica. A parte catiônica das moléculas do tensoativo ocupa os sítios onde anteriormente estavam os cátions de sódio e as longas cadeias orgânicas se situam entre as camadas da argila organofílica. Em geral, utilizam-se teores de tensoativos em proporções em torno de 1:1 com relação à capacidade de troca de cátions (CTC) da argila.

Porém nesse trabalho, as proporções utilizadas foram de 1:1, 1:2, 1:3 com relação à CTC da argila. O azul de metileno foi o processo utilizado pra obtenção do cálculo da CTC da argila Brasgel PA utilizada, onde foram obtidos 72meq para cada 100g de argila (MÉLO et. al., 2005). O sal utilizado no processo de organofilização foi o Praepagen WB que possui peso molecular de 585,4g/mol. A partir dessas informações foram realizados cálculos da proporção entre o peso molecular do sal para 1.000 meq. Portanto, 585,4g/mol do sal equivalem a 1.000 meq, 72 meq equivale a 42,14g/mol para cada 100g de argila. A partir deste calculo desenvolveu-se outro calculo referente à quantidade de sal necessária para 20,8g de argila Brasgel PA. O resultado obtido foi de 8,76g de sal. Sabendo que 8,76g de sal correspondem a 75% de matéria ativa, efetuou-se cálculo semelhante para 100, 200 e 300% de sal, cujos valores foram 11,68g, 23,36g, 35,04g, respectivamente.

Organofilização

Para a preparação da argila organofílica tratada com o sal iônico "Praepagen WB[®]", foram preparadas dispersões contendo 500 ml de água destilada e 20,8g de argila. A argila foi adicionada aos poucos com agitação mecânica concomitante e após a adição de toda a argila a agitação foi mantida por 20 minutos. Em seguida, adicionaram-se a solução, concentrações distintas de sal quaternário de amônio (11,68g; 23,36g; 35,04g) referentes a 100, 200 e 300 % em relação à CTC da argila. A agitação foi mantida por mais 20 minutos. Terminado essa etapa as soluções, foram neutralizadas (pH=7,0) com HCl. Após essa neutralização, os materiais obtidos foram filtrados para ser retirado o excesso de sal, empregando-se Funil de Buchner com kitassato, acoplado a uma bomba de vácuo com pressão de 635 mmHg. Os aglomerados obtidos foram secados em estufa a 60°C ± 5°C, por um período de 48 horas e por fim, foram desagregados com o auxílio de almofariz elétrico até a obtenção de materiais pulverulentos os quais foram passados em peneira ABNT n°. 200 (D = 0,074mm) e posteriormente caracterizados.

Caracterização da argila após modificação (organofilização)

Inchamento de Foster

Para a determinação do teste de inchamento de Foster, foi utilizada uma proveta graduada de 100mL de volume, 1g de argila Brasgel PA organofilizada em concentrações distintas de sal, passada em uma peneira malha ABNT#200. A argila modificada foi adicionada lentamente e, em pequenas quantidades individuais de mais ou menos 0,10 ou 0,15g de material na proveta graduada contendo 25mL de óleo diesel. Adição de argila entre uma porção e outra foi repetida em intervalos de 5 minutos até que toda a argila tivesse sido adicionada. A massa adicionada na proveta foi deixada em repouso por 24 horas, e efetuada uma leitura "sem agitação", após esse tempo cada solução foi agitada durante 1 minuto, e novamente deixada em repouso por mais 24 horas, e efetuada uma nova leitura "com agitação".

Este procedimento tem como objetivo verificar o grau de compatibilidade com compostos orgânicos.

Espectroscopia no Infravermelho (FTIR)

As análises de FTIR das bentonitas organofilizadas foram realizadas em um espectrômetro de infravermelho de marca AVATAR TM 360ESP Nicolet e com varredura de 4000 a 400 cm⁻¹ do laboratório de DEMA/CCT/UFMG. As amostras de bentonita foram caracterizadas na forma de pastilhas feitas a partir de 0,01g de argila e 0,1 de KBr prensadas a 5 toneladas durante 30 segundos. Esta técnica foi utilizada para avaliar a intercalação do tensoativo na argila.

Difração de Raios-X (DRX)

As análises de DRX foram conduzidas em aparelho XRD-6000 Shimadzu utilizando radiação $K\alpha$ do cobre, tensão de 40KV, corrente de 30mA, varredura entre 2θ de 2 a 30° e velocidade de varredura de $2^\circ/\text{min}$. Estas análises foram realizadas no Laboratório de Engenharia de Materiais/ CCT/UFMG e teve como objetivo avaliar o grau de intercalação do tensoativo na argila.

Análise Termogravimétrica (TG)

As análises foram conduzidas em aparelho TGA 50 da Shimadzu na CCT/UFMG/Laboratório de reciclagem e resíduos sólidos, empregando-se cerca de 5 mg de amostra e taxa de aquecimento $12,5^\circ\text{C}/\text{min}$, de 25 a 800°C , utilizando atmosfera de nitrogênio. Este ensaio foi realizado para avaliar a estabilidade térmica do tensoativo.

Preparação das Misturas do Polímero/Compatibilizante/Bentonita Modificada

Para favorecer uma melhor dispersão na extrusora, um concentrado foi produzido na proporção de 1:1 (compatibilizante/argila) em um misturador interno acoplado a um reômetro de torque da Haake. As condições de preparo do concentrado foram: 200°C , velocidades de rotores de 60 rpm, por 10 minutos. Após este procedimento a argila foi incorporada na concentração de 3 pcr (partes por cem de resina) em peso ao sistema PP/Compatibilizante (80/20 % em peso) em uma extrusora dupla rosca contra-rotativa, acoplada a um reômetro de torque da Haake. As condições de processamento na extrusora foram: 200°C em todas as zonas, velocidade de roscas de 50 rpm e alimentação constante. Os materiais extrusados foram em seguida moldados por injeção, em uma Injetora modelo Fluidmec 30/40 a 200°C , ciclo de 20s e temperatura de molde de 25°C .

Caracterização dos nanocompósitos obtidos

Difração de Raios-X (DRX)

As análises de DRX foram conduzidas em aparelho XRD-6000 Shimadzu utilizando radiação $K\alpha$ do cobre, tensão de 40KV, corrente de 30mA, varredura entre 2θ de 2 a 100° e velocidade de varredura de $2^\circ/\text{min}$. Tal análise teve como objetivo avaliar o tipo de nanocompósito formado.

Análise Termogravimétrica (TG)

As análises foram conduzidas em aparelho TGA 50 da Shimadzu na CCT/UFMG/Laboratório de reciclagem e resíduos sólidos, empregando-se cerca de 5 mg de amostra e taxa de aquecimento $12,5^\circ\text{C}/\text{min}$, de 25 a 800°C , utilizando atmosfera de nitrogênio. Este ensaio foi realizado para avaliar a estabilidade térmica dos nanocompósitos.

Resistência a Tração (RT)

Os ensaios de resistência à tração foram realizados em um equipamento Modelo AG-IS 100 Kn da SHIMADZU, operando a uma velocidade de deformação de 50 mm/min, de acordo com a norma ASTM D 638, na temperatura ambiente. Os resultados foram obtidos a partir de uma média de pelo menos dez (10) corpos de prova.

Resistência ao Impacto (RI)

O ensaio de resistência ao impacto IZOD foi realizado em uma máquina tipo RESIL 5, 5 J da CEAST, segundo a norma ASTM D256. Os corpos de prova foram entalhados com entalhe com profundidade de 2,5mm antes de serem submetido ao impacto. Para os ensaios mecânicos foram obtidos resultados de uma média de pelo menos dez (10) corpos de prova.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Caracterização da argila após modificação (organofilização)

Inchamento de Foster

Para a argila Brasgel PA, sem modificação (valor não apresentado na Fig. 1), praticamente não houve inchamento, isto porque a argila apresenta caráter hidrofílico e não tem afinidade com óleo diesel utilizado (composto orgânico) resultando numa separação de fases. Na Figura 1 estão ilustrados os resultados dos valores referentes ao inchamento de Foster da argila organofílica com diferentes concentrações de tensoativos 100, 200 e 300% na presença de óleo diesel. Observou-se que houve um aumento no inchamento quando a argila foi modificada com 100% de tensoativo e um aumento mais significativo quando a concentração do tensoativo foi duplicada, entretanto, com o aumento da concentração para 300%, o inchamento permaneceu o mesmo da concentração de 200%.

O aumento no inchamento demonstra que o caráter hidrofóbico da argila foi melhorado após a modificação. O aumento mais expressivo com 200% de tensoativo pode ser explicado pela maximização de troca iônica do cátion de sódio presente entre as lamelas da argila com o tensoativo. A explicação para a não mudança no valor de inchamento obtido com a concentração de 300%, provavelmente nessa concentração tenha atingido a saturação de tensoativo e não ter havido mais troca iônica.

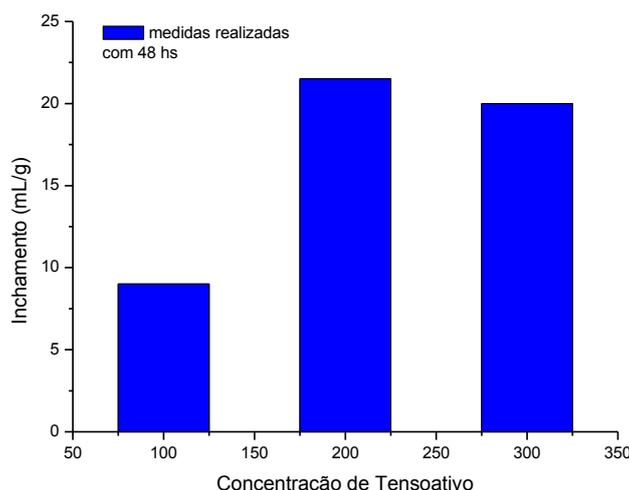


Figura 1 – Valores de inchamento de Foster

Espectroscopia no Infravermelho (FTIR)

O espectro de absorção na região do infravermelho da argila Brasgel PA e após o tratamento com o tensoativo Praepagen WB em três concentrações, revela a presença de novas bandas (vistas nas Figuras 2 e 3): a 2930 cm^{-1} , referente às vibrações de deformação axial assimétrica dos grupos CH_3 e CH_2 ; a 2850 cm^{-1} , referente às vibrações de deformação axial simétrica dos grupos CH_3 e CH_2 e a 1480 cm^{-1} , referente às vibrações de deformação angular assimétrica e simétrica dos grupos CH_3 e CH_2 , respectivamente. Estes grupos fazem parte da estrutura química do tensoativo, conforme mostrado na Figura 2 (b). A presença destas bandas indica que houve intercalação do sal nos espaços interlamelares da argila. As bandas a 3600 e 3400 cm^{-1} indicam a presença de hidroxilas da argila. Em 1630 cm^{-1} , corresponde à banda característica de água adsorvida. E as bandas entre 1040 e 800 cm^{-1} indicam os picos característicos das ligações $\text{Si} - \text{O} - \text{Si}$, e, na faixa de 530 a 470 cm^{-1} , bandas características das camadas octaédricas presentes nos silicatos.

Na Figura 3 foram destacados os picos a 2930 e 2850 cm^{-1} , observou-se que ocorreu um pequeno deslocamento de ambos com o aumento da concentração de tensoativo até 200%, mas não a 300%. Esse comportamento pode está relacionado à mudança nas vibrações moleculares quando ocorre maior troca iônica entre os cátions e as moléculas do tensoativo.

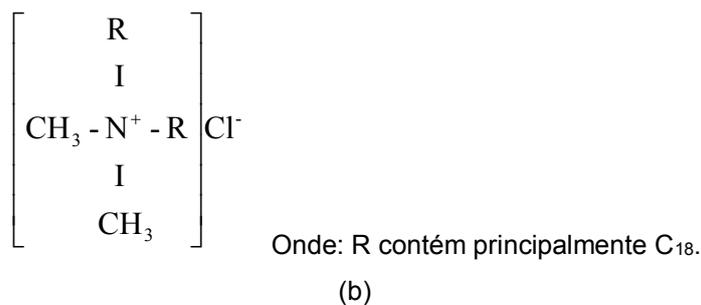
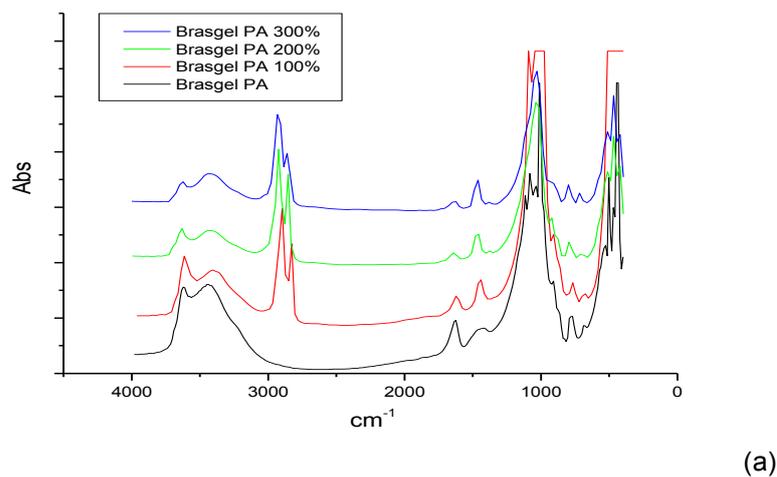


Figura 2 – Espectros de infravermelho das argilas modificadas (a) e estrutura do tensoativo Praepagen WB (b).

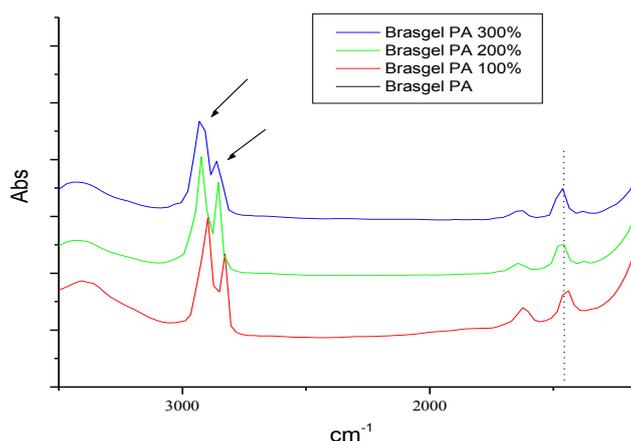


Figura 3 – Destaque da região dos espectros de infravermelho das argilas modificadas

Difração de raios X (DRX)

Na Figura 4 estão apresentados os espectros de difração de raios-X da argila Brasgel PA e modificadas com diferentes concentrações de tensoativos 100, 200 e 300%. Dos espectros de DR-X foram extraídos os valores das distâncias interplanar basal referentes às reflexões dos planos cristalinos d(001) que estão apresentados na Tabela 1. Observou-se na Figura 4 que para a argila Brasgel PA, surgiu um único pico de reflexão entre 0 a 10 de 2θ , referente à distância interplanar basal do plano (001) do argilomineral montmorilonita presente na argila. Para a argila Brasgel PA modificada com 100, 200 e 300% de tensoativo, houve além do aparecimento do pico característico da montmorilonita em $2\theta \sim 6,9^\circ$, outros dois picos em $2\theta \sim 4,6^\circ$ e $2\theta \sim 2,3^\circ$, ou seja, distância interplanar basal do plano (001) de 19,21 e 38,41 Å, respectivamente. Esses picos deslocados para ângulos menores indicam que houve intercalação das moléculas do tensoativo Praepagen WB entre as lamelas da argila bentonita Brasgel PA com diferentes orientações moleculares e

consequentemente gerando distâncias basais distintas. O aumento da concentração de tensoativo de 100 para 200% promoveu um pequeno deslocamento dos dois novos picos para ângulos de reflexão menores, conforme apresentado na Figura 4 e Tabela 1. Isto pode ter ocorrido devido à maximização da troca iônica dos cátions de sódio presentes entre as lamelas da argila com as moléculas do tensoativo. Já com a concentração de 300% não houve diferenças nos ângulos de reflexão, apenas na intensidade. Esses resultados corroboram o que foi observado por meio do inchamento de Foster e espectroscopia no infravermelho, ou seja, em concentrações elevadas de tensoativos não ocorrem mudanças de comportamento, indicando que houve saturação.

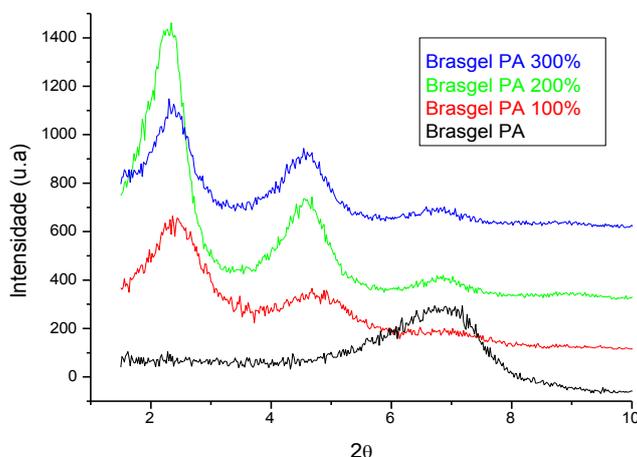


Figura 4 – Difração de raios-X das argilas modificadas

Tabela 1 - Valores da distância interplanar basal $d_{(001)}$ das argilas modificadas

Argila	2θ			d(Å)		
Brasgel PA	6,9	-	-	12,80	-	-
Brasgel PA com 100%	7,0	4,8	2,4	12,63	18,41	36,81
Brasgel PA com 200%	6,8	4,6	2,3	13,00	19,21	38,41
Brasgel PA com 300%	6,8	4,6	2,3	13,00	19,21	38,41

Análise Termogravimétrica (TG)

A Figura 5 ilustra o resultado de TG do tensoativo Praepagen WB. Observou-se que ocorreu uma perda de massa de 5 % até a temperatura de 100 °C, essa perda é devido à evaporação de moléculas de água presentes na composição do tensoativo. Já a perda de massa ocorrida no intervalo de temperatura de 100 - 210 °C é referente a outros elementos que fazem parte da composição do tensoativo. A massa perdida acima de 210 °C se refere principalmente à perda do tensoativo, pois este possui 75% de matéria ativa, conforme informações técnicas do fabricante.

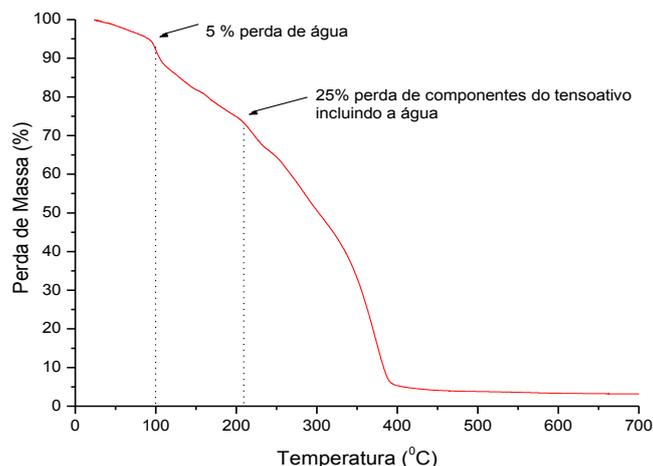


Figura 5 – Curva termogravimétrica do tensoativo Praepagen WB.

A Figura 6 ilustra o resultado de TG da argila Brasgel PA e modificada com 100, 200 e 300% de tensoativo Praepagen WB. Observou-se para a Brasgel PA que ocorreu uma primeira perda de massa de 10 % até a temperatura de 140 °C, essa perda é devido à evaporação de moléculas de água que são adsorvidas nos cátions interlamelares da argila bentonita. A segunda perda de massa foi de 8% na faixa de 450 a 1000°C referente à desidratação de moléculas de água presentes no retículo cristalino. Para a argila Brasgel PA modificada com 100, 200 e 300 % de tensoativo, observou-se que ocorreu pequena perda de água até 100°C em torno de 4%. Somente após 210°C é que houve maior perda de massa para as três composições de argila modificada, sendo a perda maior para concentrações maiores de tensoativo utilizado na modificação da argila, como já esperado.

A perda maior para a argila com 300% implica numa quantidade maior de tensoativo presente, ou seja, após a organofilização esse resultado sugere que deve ser feita uma lavagem mais eficiente para remover o excesso de tensoativo não inserido entre as lamelas de argila. Outra observação importante extraída desses resultados é que a temperatura de processamento do polímero polipropileno com a argila organofílica foi de 200°C abaixo, portanto, da temperatura onde inicia a degradação do tensoativo.

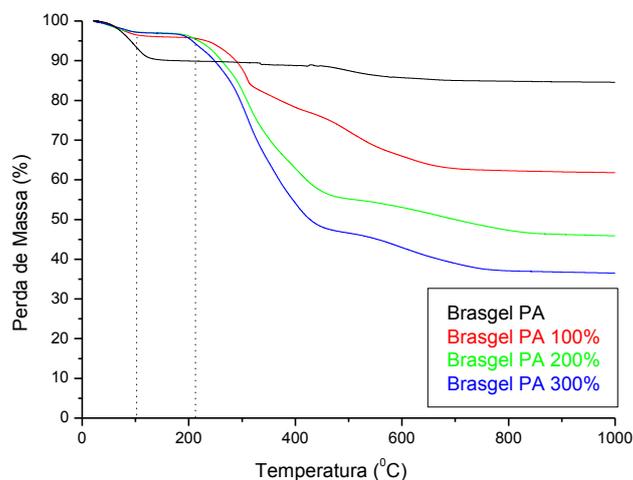


Figura 6 – Curvas termogravimétricas das argilas modificadas

Caracterização dos nanocompósitos obtidos

Difração de Raios-X (DRX)

Na Figura 7 estão apresentados os espectros de difração de raios-X do PP e dos nanocompósitos com a argila Brasgel PA e modificada com concentrações de tensoativos 100 e 200%. Dos espectros de DR-X

foram extraídos os valores das distâncias interplanar basal referentes às reflexões dos planos cristalinos d(001) que estão apresentados na Tabela 2. Observou-se na Figura 7 que houve o desaparecimento do pico de reflexão da montmorilonita em torno de $2\theta \sim 6,9^\circ$ e o deslocamento dos outros dois picos para ângulos menores, quando comparados com a argila Brasgel PA modificada com as duas concentrações de tensoativo, conforme o comparativo feito com os valores calculados e apresentados na Tabela 1 e Tabela 2. O desaparecimento do pico a $2\theta \sim 6,9^\circ$ e o deslocamento dos outros dois picos para ângulos menores e, por conseguinte distancias d(001) maiores (ver Tabela 2), indicam que ocorreu inserção das cadeias do polímero entre as lamelas o que sugere que o tipo de nanocompósito formado e predominante com estrutura intercalada. Uma investigação da morfologia por microscopia eletrônica de varredura e transmissão será feita posteriormente para avaliar o grau de dispersão da argila na matriz polimérica.

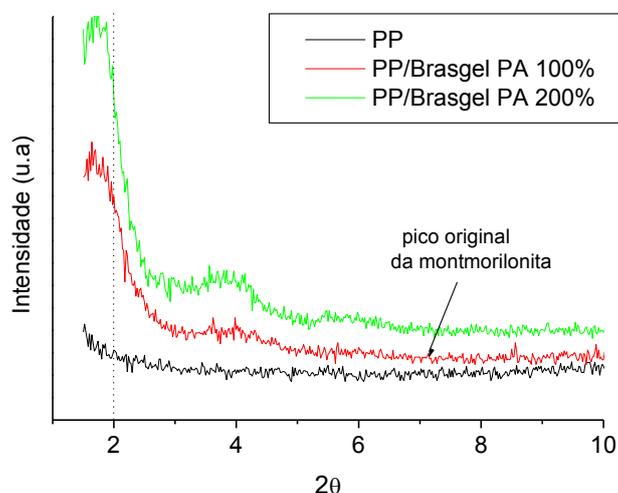


Figura 7 – Difração de raios-X do PP puro e dos nanocompósitos de PP com as argilas modificadas com o tensoativo.

Tabela 2 - Valores da distancia interplanar basal d(001) dos nanocompósitos

Nanocompósitos	2θ		d(Å)			
	-	-	-	-	-	-
PP/Brasgel PA 100%	-	3,9	1,7	-	22,6	>44
PP/Brasgel PA 200%	-	3,8	1,6	-	23,2	>44

Análise Termogravimétrica (TG)

A Figura 8 apresenta as curvas termogravimétricas do PP puro e dos sistemas PP/Brasgel PA com 100 e 200% de tensoativo com relação à CTC da argila. As análises foram realizadas em uma faixa de temperatura de 25 a 800°C com taxa de aquecimento de 12,5°C/min, em atmosfera de nitrogênio. Por meio desse estudo foi possível analisar o comportamento térmico do PP e dos sistemas PP/Brasgel PA com 100 e 200% de tensoativo. Observa-se que o início da perda de massa para o PP e para os sistemas, foi em torno de 250°C, ou seja, 50°C acima da temperatura utilizada em todas as etapas de processamento. Para os sistemas com argila modificada houve maior estabilização, onde a perda de massa total ocorreu em temperaturas mais elevadas. A presença e a dispersão da argila favoreceram uma maior estabilidade térmica para o sistema com 100% de tensoativo. Provavelmente, concentrações maiores de tensoativo levam a redução da estabilidade térmica devido a uma maior perda de massa do tensoativo, conforme se observa no comportamento da estabilidade do tensoativo na Figura 5.

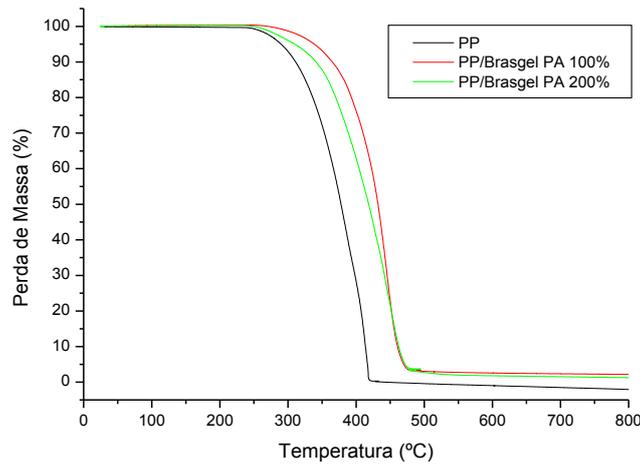


Figura 8 - Curvas Termogravimétricas dos sistemas PP e PP com Brasgel org WB, com variação na concentração do tensoativo (WB).

Propriedades Mecânicas

Resistência a Tração (RT)

As Figuras 9 e 10 apresentam os resultados dos módulos de elasticidade e resistência à tração máxima do PP e dos nanocompósitos com as argilas modificadas. Observa-se que os módulos dos nanocompósitos reduziram em torno de 30% em relação ao PP puro, contradizendo os resultados que se obtém normalmente para o módulo em nanocompósitos ou compósitos convencionais. Provavelmente, a incorporação de 20% de compatibilizante, com características elastoméricas, tenha contribuído para redução desta propriedade. O mesmo comportamento foi observado em relação à resistência à tração máxima, onde os valores foram inferiores ao do PP, conforme observado na Figura 10. A concentração de tensoativo não influenciou nestas propriedades.

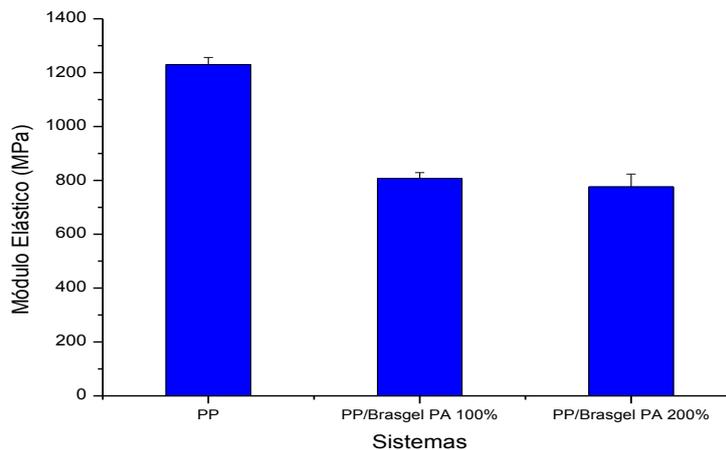


Figura 9 – Módulo de Elasticidade do PP puro e dos nanocompósitos com as argilas modificadas com o tensoativo.

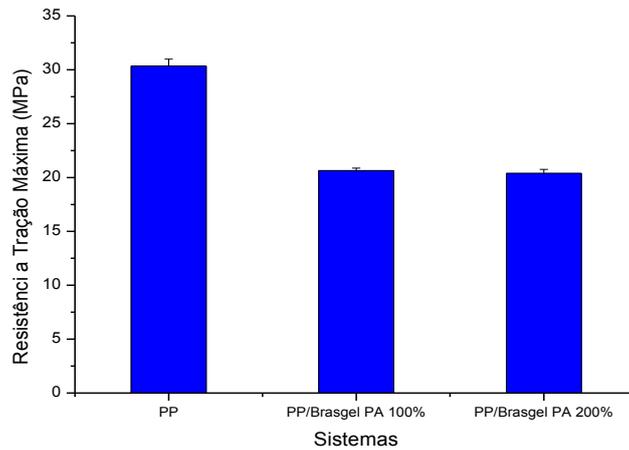


Figura 10 - Resistência à Tração Máxima do PP puro e dos nanocompósitos com as argilas modificadas com o tensoativo.

Resistência ao Impacto (RI)

Na Figura 11 estão apresentados os resultados de resistência ao impacto do PP e dos nanocompósitos com a argila Brasgel PA modificada com concentrações de tensoativos 100 e 200%. Os resultados mostram que houve um ganho nesta propriedade com a incorporação de argila modificada. O aumento na resistência ao impacto pode estar relacionado à presença do compatibilizante com características elastoméricas, provocando um aumento na tenacidade dos sistemas. O ganho foi maior para o sistema com argila modificada com 200% da CTC da argila.

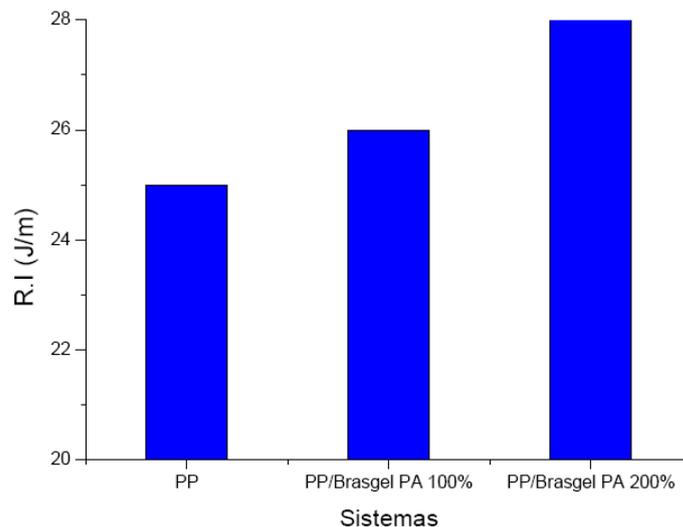


Figura 11 - Resistência ao Impacto do PP puro e dos nanocompósitos com as argilas modificadas com o tensoativo.

CONCLUSÕES

- O inchamento de Foster demonstrou que o caráter hidrofóbico da argila foi melhorado após a modificação com o tensoativo.
- As técnicas utilizadas de espectroscopia no infravermelho e difração de raios-X demonstraram que o processo de organifilização utilizado foi eficiente, transformando a argila sódica hidrofílica em argila organofílica;

- O tensoativo Praepagen WB promoveu aumentos significativos na distância interplanar basal da argila até a concentração de 200% e saturou a 300% da CTC;
- A análise termogravimétrica indicou que o tensoativo inicia a degradação a aproximadamente 210°C e acima dessa temperatura o percentual de perda de massa é maior com o aumento da concentração de tensoativo; Para o PP e os sistemas com argila modificada o início da perda de massa foi em torno de 250°C o que é favorável já o processamento dos sistemas foi a 200°C. Para os sistemas com argila modificada houve maior estabilização ;
- A difração de raios-X da mistura polímero/argila mostrou que houve a formação de nanocompósitos com estrutura intercalada;
- As propriedades mecânicas sob tração (módulo e resistência a tração máxima) foram reduzidas e a resistência ao impacto aumentou dos sistemas quando comparadas com o PP puro.

AGRADECIMENTOS

A Brasken, a Clariant e a Bentonit pelo fornecimento dos materiais; Ao PIBIC/CNPq/UFCG; Aos financiadores de projetos que deram suporte a esta pesquisa: CNPq, CNPq/FAPESQ-PB, CNPq/Universal 2008, RENAMI/CNPq, Bolsa de Produtividade PQ-2/CNPq.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AMORIM, L.V, 2004; DANTAS, J.D.; FARIAS, K.V.; BARBOSA, M.I.R.; FERREIRA, H.C.; **Anais do Congresso em Ciência de Materiais do Mercosul – Sulmat** , Joinville, Vol. 1, 1-11., 2004.
- SANTOS, P.S. **Tecnologia de Argilas**, Ed. Edgard Blucher Ltda, São Paulo; Vols. 1 e 2,1975.
- LEBARON, P. C.; WANG, Z. P. **Applied Clay Science**,15, 11. 1999.
- MÉLO, T.J.A.; ARAÚJO, E.M.; FERREIRA, H.C.; CARVALHO, L.H.; LIRA, H.L.; SANTANA, L.N.L.; NEVES, G.A.; JUNIOR, M.M.; PONTES, M.K.G.; ARAÚJO, I.S. **Materials Science and Engineering B-Solid State Materials for Advanced Technology**. 112, 175, 2004.
- MÉLO, T.J.A.; FILHO, F.G.; RABELLO, M.S.; SILVA, S.M.L. **Polymer Degradation and Stability**, 89, 383. 2005.
- MÉLO, T.J.A.; ARAÚJO, E.M., BARBOSA, R.; RODRIGUES, A.W.B.; ITO, E.N. **Materials Science & Engineering. A, Structural Materials: properties, microstructure and processing**, 445, 141. 2007.