

## **SÍNTESE DE ARGILAS MONTMORILONÍTIICAS ORGANOFUNCCIONALIZADAS E FÍBRAS CERÂMICAS UTILIZANDO SiO<sub>2</sub> COMO PERCURSOR EM SOLUÇÃO E EVAPORAÇÃO DE RÉPLICAS ORGÂNICAS**

**BARROS, Guilherme Duarte; GOUVEA, Rogério Almeida; PAGANOTTO, Gian Francesco; CAVA, Sergio da Silva.**

Universidade Federal de Pelotas / Engenharia de Materiais. [guilherme\\_carpediem@hotmail.com](mailto:guilherme_carpediem@hotmail.com)

### **1 INTRODUÇÃO**

O aprofundamento dos conhecimentos da ciência dos materiais proporcionou ao homem o desenvolvimento de novas tecnologias e aprimoramento das existentes nas mais diferentes áreas, como aeroespacial, eletrônica, nuclear e muitas outras e que passaram a exigir materiais com qualidade excepcionalmente elevada. As propriedades dos materiais, da maneira pela qual as conhecemos, são fortemente dependentes do tamanho de suas partículas. Em outras palavras, todas as propriedades dos materiais (ópticas, eletrônicas, magnéticas, de transporte, catalíticas etc.), manifestam-se a partir de um determinado tamanho. Vários métodos de síntese química podem ser utilizados para a fabricação de novos materiais, tais como: sol-gel, precursores poliméricos, método da réplica, técnicas hidrotermais, método da bolha, técnicas de recobrimento, organofuncionalização entre outros (Ratmann, C.W.R. 2010).

Este projeto tem como finalidade a síntese e caracterização de materiais cerâmicos porosos constituídos de fibras cerâmicas e a síntese de argila montmorilonita organofílica com a finalidade de se obter posteriormente materiais com partículas nanométricas para posterior obtenção de nanocompósitos intercalando esses reforços, fibras cerâmicas e argilas organofílicas, à matrizes poliméricas. No caso das fibras cerâmicas a síntese irá ocorrer por intermédio de processos químicos e a síntese das argilas montmoriloníticas ocorrerá por solução com sais quarternários de amônio. O desenvolvimento destes materiais pode guiar o surgimento de novas propriedades tecnológicas com aplicações diversas, na área de materiais compósitos e proteção térmica, possibilitando ganho de desempenho de vasos de pressão de motores-foguete e maior eficiência na proteção térmica, no caso das fibras cerâmicas, e pode expandir os conhecimentos a respeito de nanocompósitos de polímero e argila organofílicas.

### **2 METODOLOGIA (MATERIAL E MÉTODOS)**

foram sintetizadas argilas montmoriloníticas organofuncionalizadas juntamente com fibras cerâmicas de SiO<sub>2</sub>, através do método dos precursores poliméricos.

Para funcionalização das argilas, foram adicionados 32 g. de argila montmorilonita a 768 mL de H<sub>2</sub>O destilada, e a solução resultante foi agitada mecanicamente por 20 minutos. Após agitação, a cada amostra foi adicionado um diferentes tipos de sal quarternário de amônio (Amostra 1 - 26 mL. AMAQUAT 50; Amostra 2 - 23,46 mL. QUAT AP – 50; Amostra 3 - 22,65 mL. BAC QUAT 50) e mais 20 mL de H<sub>2</sub>O destilada. A solução foi misturada por 20 minutos e filtrada à vácuo.

Após a filtragem as amostras foram secas em estufa a 60 °C durante 48 horas, moídas e peneiradas em peneira ABNT 200. As amostras obtidas foram caracterizadas através de DRX, EDX e MEV. Na análise de DRX, 4 gramas de amostra foram analisadas em um equipamento marca XDR – 6000 da marca Shimadzu. O EDX foi realizado para determinar o percentual de elementos químicos existentes nas amostras, o ensaio foi realizado em um equipamento EDX – 720 Ray ny, da marca Shimadzu. A microscopia eletrônica de varredura não foi concluída, mas estará até a data de apresentação do trabalho.

A síntese de SiO<sub>2</sub> inicia-se através da síntese de nanopartículas de SiO<sub>2</sub>. Para obtenção de 10 gramas de SiO<sub>2</sub> nanopartículas de sílica, foram adicionados 96,05 g de Ácido Cítrico C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> previamente derretidos em chapa de aquecimento a 190°C. Posteriormente são adicionados 57,9 mL de Etilenoglicol C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>(OH)<sub>2</sub> e a solução resultante é aquecida a 90° C e misturada por agitação magnética. Ao final desta etapa, adicionou-se solução 18,55 mL de TEOS tetraetilortossilicato SiC<sub>8</sub>H<sub>2</sub>OO<sub>4</sub> e novamente a solução foi aquecida a 90° C e misturada até se tornar um gel, isso conclui a etapa dos precursores poliméricos. depois pre-calcinação do precursor polimérico que ocorre a 300°C por 2 horas em mufla (modelo FL – 1300, marca Fornos INTI), em seguida, pré-calcinação o corpo carbonoso que é moído em moinho de bolas gerando um pó fino que é calcinado a temperatura de 700°C permanecendo nanopartículas de SiO<sub>2</sub> amorfa. Então é preparada uma solução para impregnar nas fibras. As nanopartículas são dispersas em uma solução de ácido cítrico com ultrassom de ponta (da marca Sonics Vibra Cell, modelo CV33 Probe), gerando uma dispersão de nanopartículas de SiO<sub>2</sub> na qual uma fibra de algodão é imersa e em seguida prensada em cadinho e levada para calcinação a 1200°C (4h) e sinterização a 1600°C(4h). As amostras obtidas serão caracterizadas através de DRX, EDX e MEV.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As amostras estão identificadas conforme a Tab. 1

Tabela 1 – Identificação e composição das amostras.

Amostra	Composição
1	Argila montmorilonita
2	Argila montmorilonita + AMAQUAT - 50
3	Argila montmorilonita + BACQUAT - 50
4	Argila montmorilonita + QUAT AP - 50

As análises de DRX estão demonstradas nas Fig. 1, 2 e 3:

Dentre as várias técnicas de caracterização de materiais, a técnica de difração de raios - X e a mais indicada na determinação das fases cristalinas presentes em materiais cerâmicos. Dentre as vantagens da técnica de difração de raios X para a caracterização de fases, destacam-se a simplicidade rapidez do método (SOUZA, M. A. 2006). A Fig. 1 mostra o difratograma da argila montmorilonita sódica não modificada. No difratograma é possível observar alguns picos característicos do quartzo na argila (2 Theta = 21° e 27°).

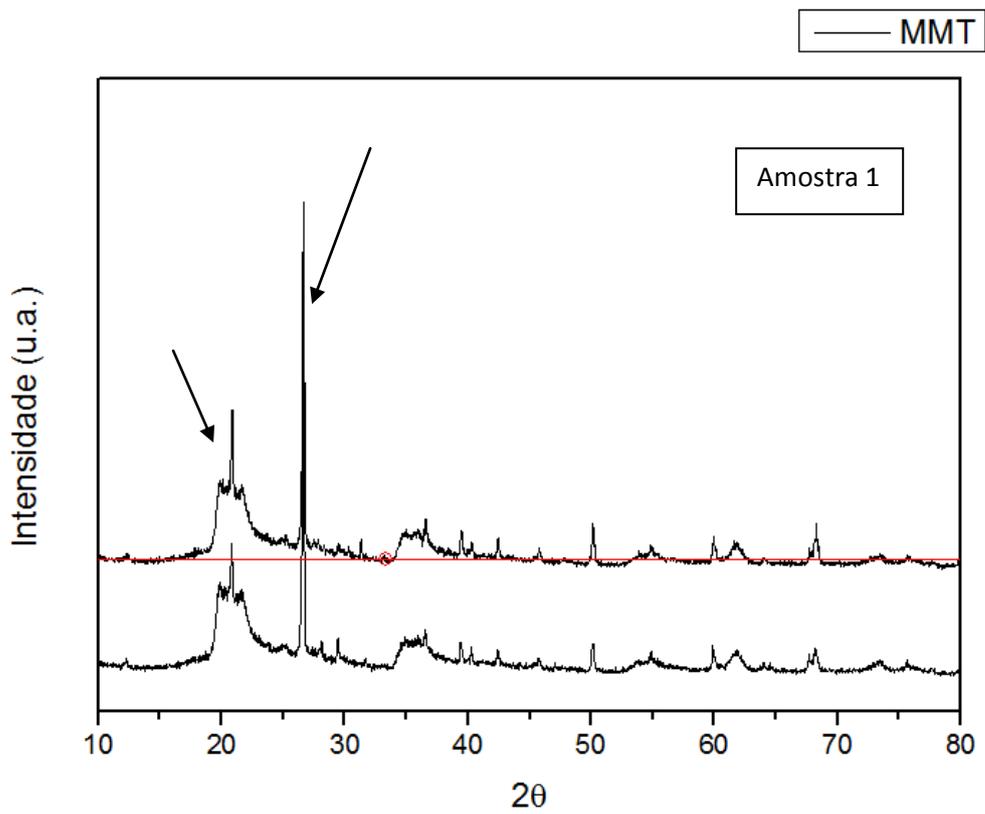


Figura 1 - Difratoograma da argila (amostra 1), sem tratamento com  $2e$  variando de  $10^\circ$  à  $80^\circ$ . Realizado em equipamento XDR – 6000 da marca Shimadzu.

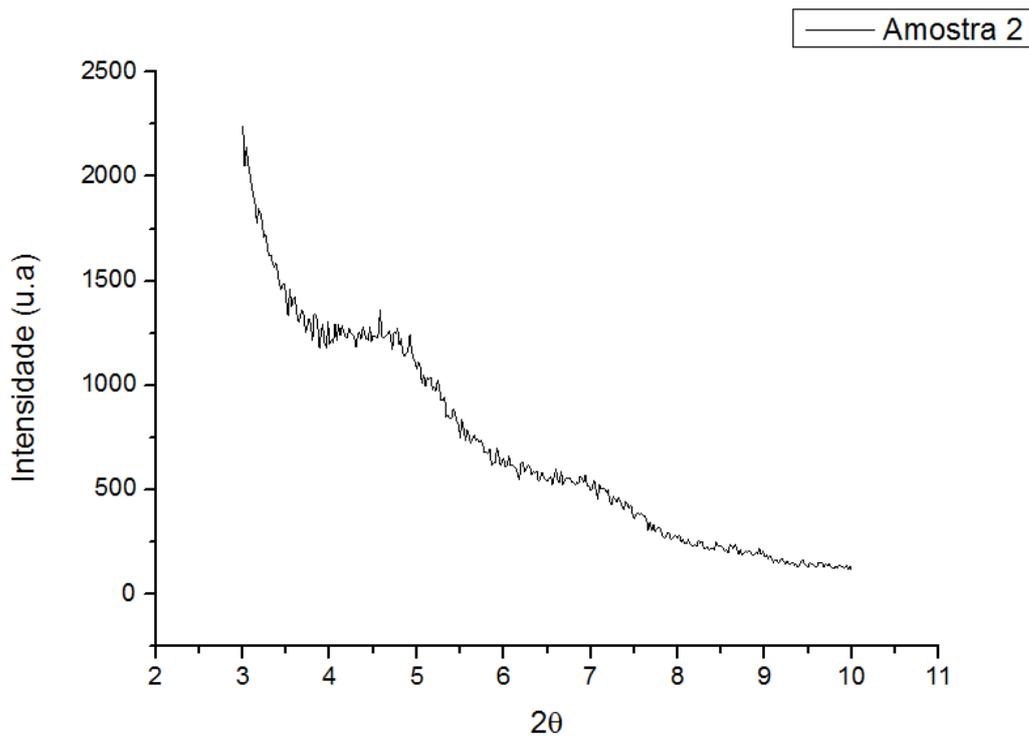


Figura 2- Difratoograma da argila (amostra 2), funcionalizada com  $2e$  variando de  $3^\circ$  à  $10^\circ$ . Realizado em equipamento XDR – 6000 da marca Shimadzu.

Na Fig. 3 podemos observar a  $\text{SiO}_2$  sintetizada, o que nos deu indícios de que a síntese é viável, também observamos boa estabilidade dimensional das fibras e um baixo índice de retração volumétrica. Demais análises estão sendo realizadas.



Figura 3:  $\text{SiO}_2$  sintetizada no laboratório da Engenharia de materiais UFPel.

#### 4 CONCLUSÃO

Através das análises de DRX podemos concluir que as argilas orgânofuncionalizadas apresentam resultados similares aos da bibliografia. Porém ainda são necessárias análises de MEV e B.E.T. para uma caracterização mais coerente e a determinação de se as amostras poderão gerar nanocompósitos satisfatoriamente.

Em relação as amostras de  $\text{SiO}_2$  a síntese é viável porém para determinarmos se as amostras atingiram os resultados esperados devemos concluir todas as análises.

Para ambos os casos os devemos enfatizar o grande potencial tecnológico para futuras aplicações nos setores aeroespacial, automobilístico e etc. como possíveis compósitos ligados à uma matriz polimérica. Também ressaltamos o alto grau inovador em relação aos métodos utilizados para a obtenção dos materiais.

#### 5 REFERÊNCIAS

CAVA, S. S., TEBCHERANI, S. M., PIANARO, S. A., PASKOCIMAS, C. A., LONGO, E., and VARELA, J.A. Structural and spectroscopic analysis of  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  to  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CoAl}_2\text{O}_4$  phase transition. **Materials Chemistry and Physics**, 97:102–108, 2006.

GONELLA, L. B. **Nanocompósitos de poliamida 6 com montmorilonitas e xisto**. Tese de doutorado, Instituto de engenharia de materiais, UFRGS, Porto Alegre, RS, 2007.

RATMANN, C. W. R. **Obtenção de cerâmicas estruturais com propriedades ópticas, baseadas em métodos químicos, processo de réplica (biotemplates) e recobrimento tipo core-shell**. Dissertação de Mestrado em química – UFPel, Pelotas, RS, 2010.

SOUZA, M. A. **Obtenção de nanocompósitos de poliamida 6 / argila nacional com diferentes agentes compatibilizantes**. Dissertação de mestrado, Faculdade de engenharia de materiais, UFSCAR, São Carlos, SP, 2006.