

# ESTUDO COMPARATIVO DE DIFERENTES ROTAS DE MODIFICAÇÃO IÔNICA DE MONTMORILONITA SÓDICA COM SAIS DE CÉRIO PARA POSTERIOR OBTENÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS POLIMÉRICOS

Isabel B. Maino, Diego Piazza, Lisete C. Scienza, Ademir J. Zattera (Orientador)

## 1. INTRODUÇÃO

A troca iônica da montmorilonita (MMT Na<sup>+</sup>) vem despertando interesse científico e tecnológico por proporcionar melhorias significativas quando incorporadas em materiais poliméricos puros e compósitos convencionais.

O processo de modificação das argilas ocorre preferencialmente através da troca iônica dos cátions trocáveis da sua estrutura cristalina. Sua estrutura pode ser observada na Figura 1.

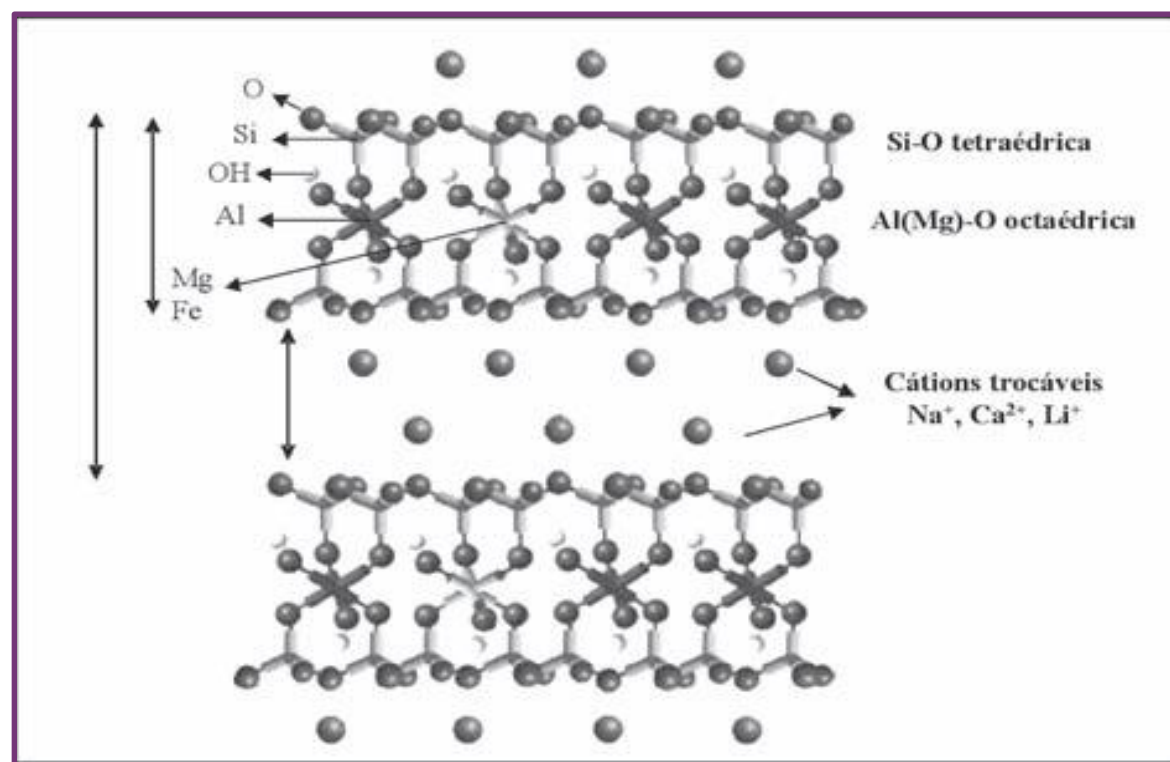
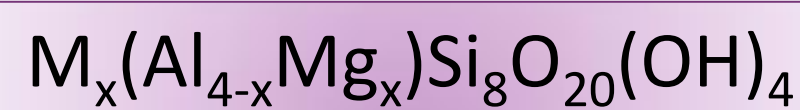


Figura 1: Estrutura da montmorilonita.

→ Suas placas são constituídas por duas folhas tetraédricas de sílica com uma folha central octaédrica de alumina, que são unidas entre si por átomos de oxigênio comuns a ambas folhas.

Fórmula geral:



## 2. OBJETIVOS

O principal objetivo deste estudo é a modificação superficial da MMT Na<sup>+</sup>, com sais de cério.

## 3. MATERIAIS E MÉTODOS

### 3.1 Materiais utilizados:

- ▶ Montmorilonita sódica do tipo Cloisite® Na<sup>+</sup> (MMT Na<sup>+</sup>) fornecida pela Southern Clay Products;
- ▶ Água deionizada;
- ▶ Nitrato de cério IV e amônia P.A. ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Ce(NO<sub>3</sub>)<sub>6</sub>) da empresa Vetec Química Fina;
- ▶ Cloreto de cério (III) hidratado (CeCl<sub>3</sub>) da Sigma-Aldrich Co;
- ▶ Ácido sulfúrico P.A. (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) da F. Maia Indústria e Comércio Ltda.

### 3.2 Métodos de modificação:

#### Rota I

Solução 10<sup>-4</sup> M de nitrato de cério IV e amônia P.A



3 g de MMT Na<sup>+</sup>



Mantidos em agitação mecânica por 1 hora.

Utilizando centrífuga da marca Novatecnica, modelo NT820, com velocidade de 5500 rpm, durante 10 minutos, foi separado o sobrenadante da argila da solução, e seco em estufa por 24 horas a 60 °C.

#### Rota II

Solução de 0,2 M de cloreto de cério (III) hidratado, 0,5 M de ácido sulfúrico



3g de MMT Na<sup>+</sup>



Mantidos em agitação mecânica por 24 horas.

A solução foi posteriormente filtrada em papel filtro (Double Rings 203 Ashless). A argila foi lavada em água deionizada e seca em estufa por 24 horas a 60 °C.

### 3.3 Métodos de caracterização:

▶ Difração de Raios-X (DRX) em um difratômetro SHIMADZU XRD-6000, utilizando radiação de cobre, com ângulo de difração Theta – 2 Theta (θ-2θ), varredura entre 1 e 12° e tempo fixo de varredura com passo de 0,05° / 5 s;

▶ Análise de energia dispersiva de raios-X (EDS), utilizando detector de raios-X no microscópio SHIMADZU SSX-550 Superscan, com tensão de aceleração de 15 kV.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Difração de Raios-X (DRX):

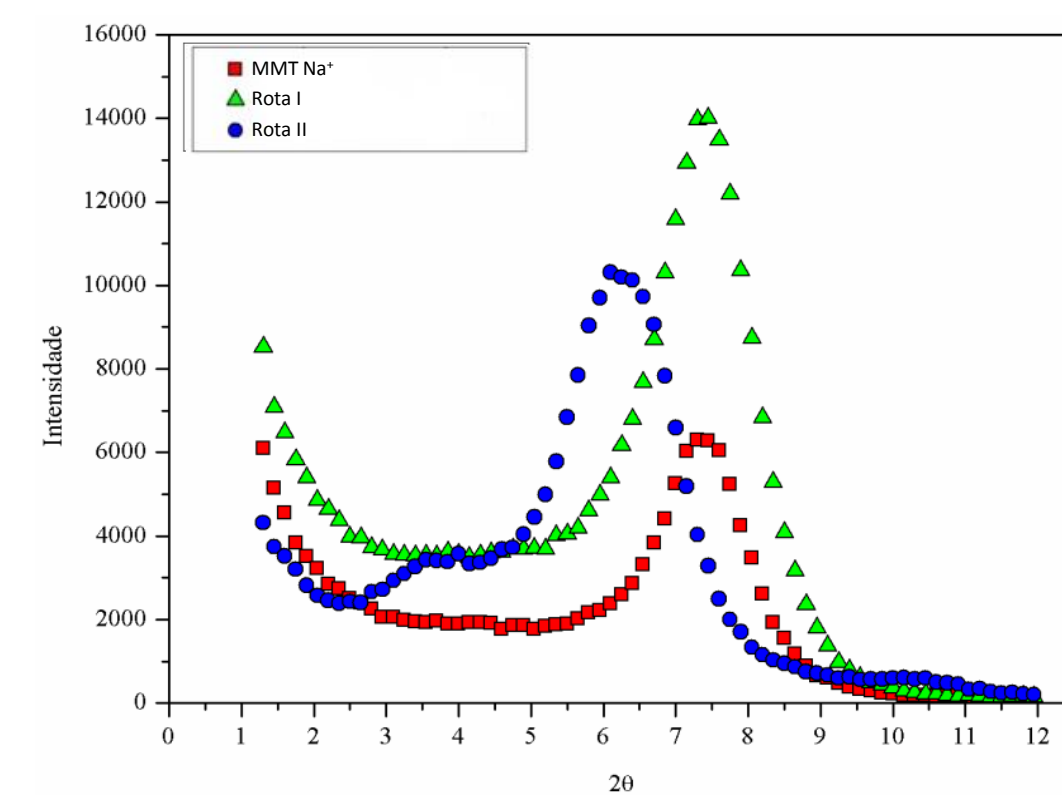


Figura 2 – Sobreposição dos espectros de raios-X da MMT Na trocada ionicamente com sais de cério através da Rota I e Rota II.

Tabela 1: Valores do espaçamento “d<sub>001</sub>” calculados pela Lei de Bragg

Amostra	2θ (°)	Distância d <sub>001</sub> (nm)
MMT Na <sup>+</sup>	7,4	1,19
Rota I	7,4	1,19
Rota II	6,1	1,45

Os espectros de DRX das amostras obtidas pela Rota II apresentam deslocamento do pico da montmorilonita sódica (2θ = 7,4°) para ângulos inferiores a 6,1°, indicando um aumento do espaçamento basal “d<sub>001</sub>” de 1,19 nm para valores superiores a 1,45 nm, calculados com base na equação de Bragg (nλ=2dsenθ), Tabela 1. A amostra obtida pela Rota II, apresentou um pico de maior intensidade, característico do espaçamento basal “d<sub>001</sub>”, porém os valores deste espaçamento (“d<sub>001</sub>” = 1,19 nm) não alteraram em comparação com os da amostra MMT Na<sup>+</sup>.

### 4.2 Análise de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS)

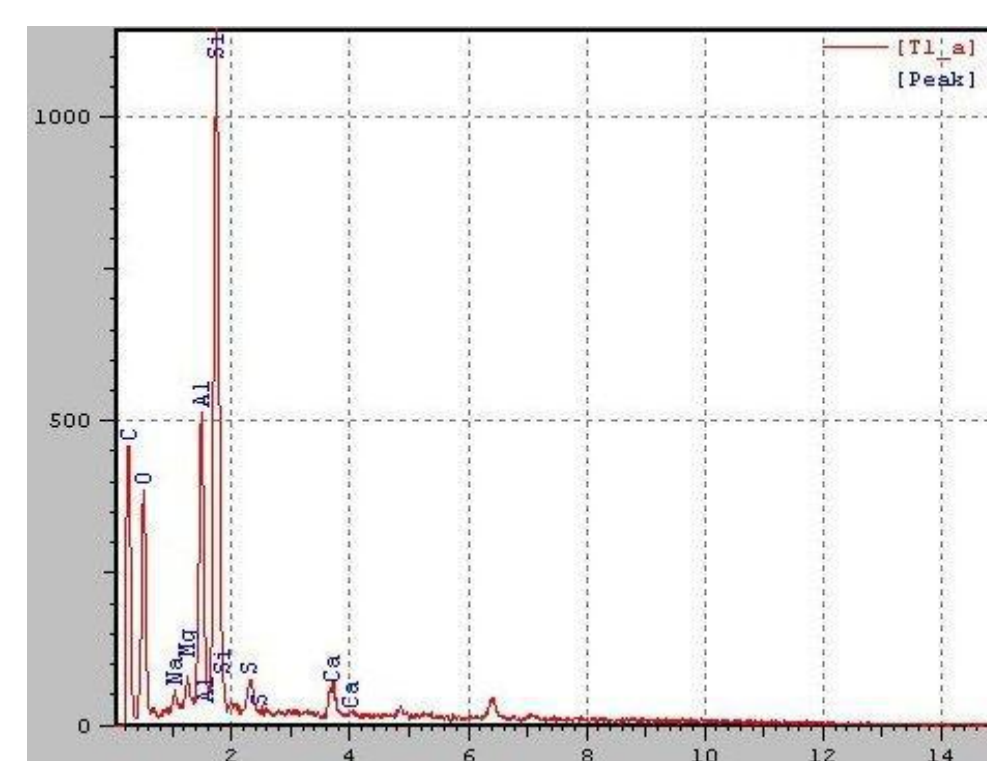


Figura 3- Espectro de EDS da amostra obtida pela Rota I

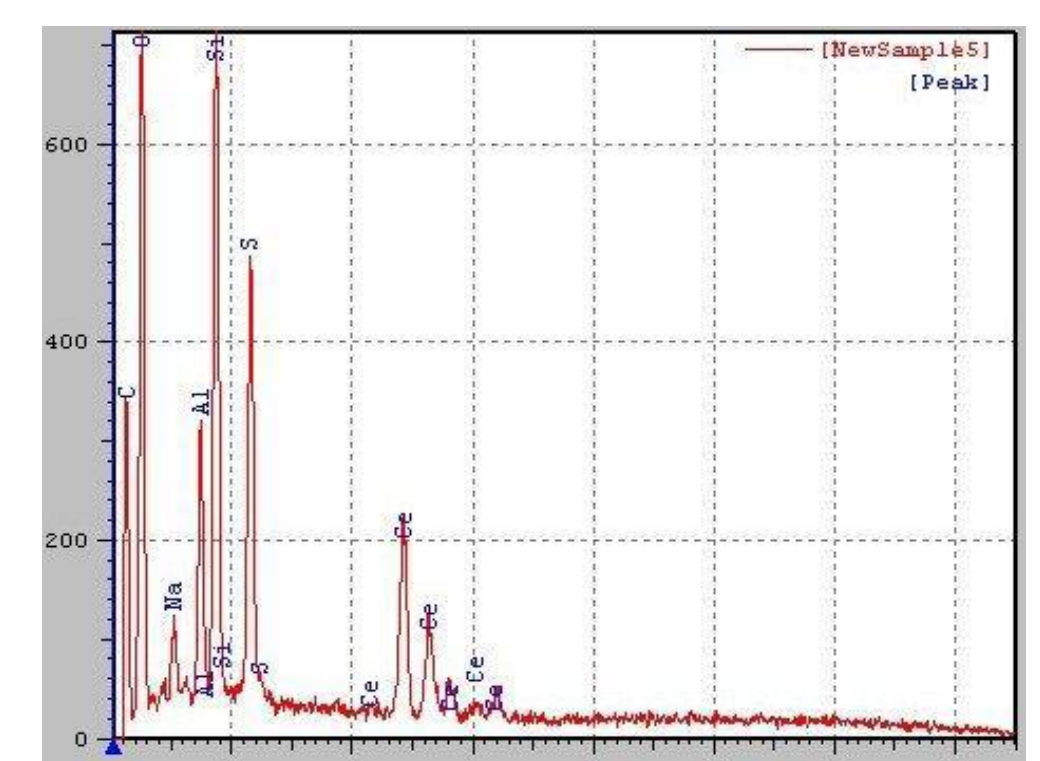


Figura 4- Espectro de EDS da amostra obtida pela Rota II

As Figuras 3 e 4 mostram que não houve troca iônica dos sais de sódio (Na) pelos sais de cério (Ce), podendo ser observada a presença do sódio em ambos os espectros. Porém que há existência de sais de cério na amostra, indicando uma tendência à saturação do cério na amostra de argila obtida através da Rota II (Fig. 4).

## 5. CONCLUSÕES

A amostra obtida pela Rota II apresentou aumento do espaçamento basal da argila, através da análise de DRX, indicando a impregnação de sais de cério na estrutura cristalina da MMT Na, sendo corroborado pela análise de EDS.

## REFERÊNCIAS

- A.A. Silva; F.R.V. -Diaz; G.S.V. Martins; M G.F. Rodrigues *Cerâmica* 2007, 53, 417  
 A.R.V. Silva; H.C. Ferreira *Rev. Eletr. Mater. Process.* 2008, 3,2, 26.  
 D.Zhang; C.-H. Zhou; C.-X.Lin; D.-S. Tong; W.-H Yu. *Appl. Clay Sci.* 2010, 50, 1.

## AGRADECIMENTOS