

MODIFICACIÓN QUÍMICA DE SILICATOS LAMINARES PARA LA OBTENCIÓN DE NANOCOMPUESTOS

T. Varela, C. Guerrero, V. González, J. Rivera⁽¹⁾

División de Estudios de Posgrado, Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica

⁽¹⁾Departamento de Ingeniería Química, Facultad de Ciencias Químicas

Universidad Autónoma de Nuevo León (UANL),

C.P. 66450, San Nicolás de los Garza, Nuevo León, México.

e-mail: teresavago@yahoo.com.mx

Introducción

Los nanocompuestos híbridos son materiales que están basados en la combinación de un componente inorgánico a escala nanométrica con otro de origen orgánico [1]. Estos materiales constituyen un sistema prometedor para una gran variedad de aplicaciones, *eg.* en la industria electrónica, la automotriz, la aeroespacial, [2]

Los componentes inorgánicos más usados en estos nuevos materiales son los silicatos laminares, ya que poseen una buena Capacidad de Intercambio Catiónico (CIC), y su alto radio de aspecto. Sin embargo, la dispersión de las láminas del silicato en el componente orgánico se ve afectada por la incompatibilidad entre ambos, ya que el primero es hidrofílico, mientras que el segundo es hidrofóbico. Se ha tratado de resolver este inconveniente mediante la modificación de la superficie de las láminas de silicatos por medio de una reacción de intercambio iónico [3], en la cual la superficie de las láminas se modifica con un surfactante de alquilamonio, compatibilizándola con la matriz hidrofóbica de polímero. Esto favorece además la separación de las láminas de arcilla, incrementando el espacio entre ellas y facilitando así la exfoliación de las láminas o la intercalación de la matriz polimérica entre ellas.

Objetivo:

Teniendo en mente lo anterior, este trabajo pretende modificar químicamente la superficie de silicatos laminares tipo montmorillonita con la intención de mejorar su compatibilización con una matriz polimérica tipo poliamida.

Materiales

El silicato laminar usado fue una bentonita purificada, Kunipia F (Montmorillonita-Na), de Kunimine Industries Co., Tokio, Japón. El 70% de este material tiene un tamaño de grano menor de 74 μm . El surfactante utilizado fue Bromuro de Trimetil(tetra-decil)amonio de Sigma-Aldrich Co., y la matriz plástica fue una Poliamida en forma de pellets, de BASF Corporation Plastic Materials.

Experimentación.

Preparación de la organo-arcilla. Ésta se preparó por medio de una reacción de intercambio catiónico entre las láminas de la arcilla y el surfactante tipo amonio. La organoarcilla fue preparada según el método utilizado por Asongu [4]. La montmorillonita sodio (90 meq:100 gr C.I.C.) fue mezclada en agua destilada-deionizada, con una proporción de 50gr/2.5L H_2O , separándose la parte sedimentada de la mezcla. La montmorillonita obtenida fue tratada con CaCl_2 acuosa (5 veces en exceso de la

C.E.C. de la arcilla), mezclándose en 2 lts. de agua. La suspensión obtenida se lavó en agua destilada y centrífugo repetidamente, hasta obtener una prueba negativa de Cl^- usando AgNO_3 . La Ca-montmorillonita, MMT-Ca, obtenida se congeló y se secó en un liofilizador, siendo después pulverizada. En seguida fue equilibrada con el alquil-amonio durante 24 horas, mezclándose este último en proporción 1-1 con el CIC de la arcilla en 50 ml de agua destilada, hasta disolverse completamente. La MMT-Ca se mezcló en agua destilada-deionizada, hasta obtener una mezcla uniforme, entonces se le añadió la solución de agua-alquil-amonio. Al final del periodo de intercambio, se obtuvo la organoarcilla, MMT-ORG, la cual fue separada por centrifugación y lavada en agua destilada, repetidamente. De nuevo fue congelada y secada en el liofilizador.

Caracterización de la organoarcilla.

Las técnicas utilizadas para comprobar el éxito de la modificación de la organoarcilla con el surfactante de amonio, fueron Difracción de Rayos X y Análisis Calorimétrico (TGA).

Resultados

Dado que la distancia entre las láminas de la arcilla es un factor importante para la exfoliación de las mismas [5] se realizó un análisis de Difracción de Rayos X, Figura 1, con el cual se puede obtener el espacio basal de las arcillas utilizando la ley de Bragg ($\lambda = 2d \sin \theta$). Los valores obtenidos fueron de 14.89\AA para la MMT-Ca y de 17.88\AA para la organoarcilla. En principio este espaciamiento obtenido deberá favorecer la delaminación

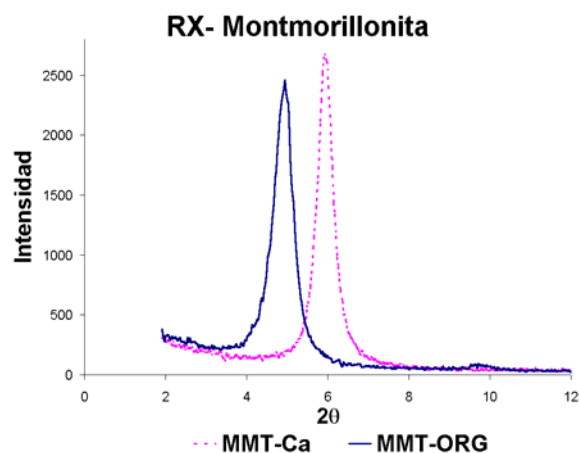


Figura.1 Análisis de difracción de Rayos X, de la MMT-Ca y de la MMT-ORG

Del análisis calorimétrico (TGA), se observaron notoriamente los cambios entre la MMT-Ca y la MMT-ORG. Como se observa en la Fig. 2, la MMT-ORG, ha perdido en gran parte su capacidad hidrofílica, comparada con la MMT -Ca. La MMT-Ca mostró un 13.13% de pérdida de su peso original, y la MMT-ORG tan solo un 2.14% de peso perdido a la temperatura de 100°C (ver Tabla 1). La MMT-ORG presenta un cambio de pendiente drástico a una temperatura 235°C , siendo ésta aproximadamente la temperatura de degradación del surfactante, reportada como 245°C . La pérdida en peso de la MMT-ORG a partir de los 235°C es del 23% de su peso.

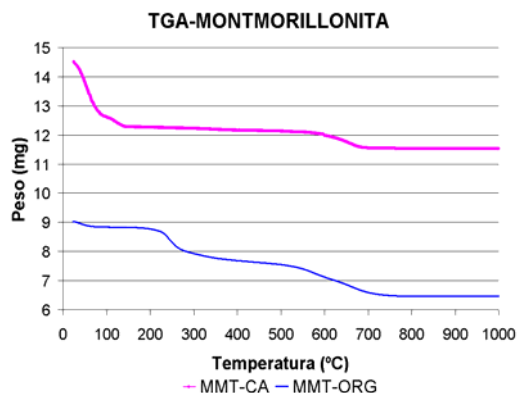


Figura 2.- TGA de MMT-Ca y de MMT-ORG, realizadas a una velocidad de calentamiento de $3^\circ\text{C}/\text{min}$ en una atmósfera de aire.

Tabla 1. Resultados del análisis calorimétrico de la MMT-Ca y de la MMT-ORG

	MMT-Ca	MMT-ORG
W inicial	14.5232	9.03177
W a 100°C	12.6155	8.83764
% W Perdido	13.13553	2.14941

Conclusiones

De los resultados obtenidos al caracterizar la organoarcilla, se demuestra la presencia de cambios significativos en referencia a la arcilla natural, perdiendo ésta parte de su comportamiento hidrofóbico. Dichos cambios se espera sean favorables en la compatibilización de este material con la matriz de poliamida, cuyo mezclado se hará en una segunda etapa del proyecto.

Referencias

1. Kickelbick Guido, "Concepts for the incorporation of inorganic building blocks into organic polymerd on a nanoscale" Elsevier Science, 2002
- 2.- Ramanan Krishnamoorti, Derek M. Lincoln and Richard A. Vaia, " Isothermal Crystallization of Nylon-6/Montmorillonite Nanocomposites", *Macromolecules* **2004**
- 3.-Peter C. Le Baron, Zhen Wang, Thomas Pinnavia, "Polymer layered silicate nanocomposites: an overview", *Applied Clay Science* 15 (1999) 11-29.
- 4.- Valentine Asongu, Thesis "Organoclays as sorbents for organic contaminants in aqueous end mixed-solvent systems", Georgia Institute of Technology, 1993.
5. Kyung Min Lee, Chang Dae Han, "Rheology of Organoclay Nanocomposites: Effects of Polymer Matrix/Organoclay Compatibility and the Gallery Distance of Organoclay", *Macromolecules* **2003**