

Preparação e caracterização de amostras de ABS dopados com argila organofílica

Preparation and characterization of doped ABS samples with organophilic clay

RESUMO

Argilas montmoriloníticas ou bentonitas são argilominerais abundantes na natureza cuja origem está relacionada às modificações de cinzas vulcânicas. Os compostos poliméricos alterados quimicamente com essas argilas criam um tecido de argila-polímero que pode ser projetado para fornecer alternativas atrativas para sistemas de contenção ou aplicações estruturais. Este estudo tem como o objetivo dopar acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) com argila organofílica e investigar a variação da difusividade térmica em relação à concentração dos surfactantes presentes na argila. Para determinar a difusividade foi utilizada a técnica fotoacústica. Para tanto, desenvolvemos uma prensa com controle de temperatura e pressão para produzir as amostras com espessuras entre 100 μm a 250 μm para produzir as amostras. O ensaio fotoacústico mostrou uma grande variação da difusividade em amostras com baixas concentrações de surfactantes, atingindo uma saturação em concentrações acima de 5%. Tal comportamento pode estar associado à forma com a qual a bentonita percolou na matriz polimérica.

PALAVRAS-CHAVE: ABS, Argila Organofílica, Prensa, Difusividade térmica.

ABSTRACT

Montmorillonite clays or bentonites are abundant clay minerals in nature whose origin is related to changes in volcanic ash. Polymeric compounds chemically altered with such clays create a clay-polymer fabric which can be designed to provide attractive alternatives to containment systems or structural applications. The objective of this study is to dock acrylonitrile-butadiene-styrene (ABS) with organophilic clay and investigate the variation of thermal diffusivity in relation to the concentration of surfactants present in clay. To determine the diffusivity, the photoacoustic technique was used. To do so, we developed a press with temperature and pressure control to produce the samples with thicknesses between 100 μm and 250 μm to produce the samples. The photoacoustic test showed a great variation of the diffusivity in samples with low concentrations of surfactants, reaching a saturation in concentrations above 5%. Such behavior may be associated with the manner in which the bentonite percolated into the polymer matrix.

KEYWORDS: ABS, Organophilic Clay, Press, Thermal diffusivity.

Klinsmann Scavinkí Baran

klinsmann.baran@gmail.com

Universidade Tecnológica
Federal do Paraná, Ponta Grossa,
Paraná, Brasil.

Romeu Miqueias Szmoski

rmszmoski@utfpr.edu.br

Universidade Tecnológica
Federal do Paraná, Ponta Grossa,
Paraná, Brasil.

Vinicius Mariani Lenart

vmilenart@gmail.com

Universidade Tecnológica
Federal do Paraná, Ponta Grossa,
Paraná, Brasil.

Daniele Toniolo Dias Ferreira

danieletdias@utfpr.edu.br

Universidade Tecnológica
Federal do Paraná, Ponta Grossa,
Paraná, Brasil

Recebido: 30 ago. 2018.

Aprovado: 04 out 2018.

Direito autoral:

Este trabalho está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.



INTRODUÇÃO

Os polímeros são agrupamentos de pequenas moléculas denominadas monômeros que ao se ligarem formam macrómeros. O ABS (acrilonitrilo-butadieno-estireno), por exemplo, é amplamente utilizado nas mais diversas formas de aplicação, desde brinquedos até aplicações aeroespaciais. Sua versatilidade reside na facilidade de moldagem e nas diferentes características que podem apresentar simplesmente misturando outro material [1]. Neste trabalho se concentra em dopar o ABS com argilas organofílicas cujas propriedades físicas e químicas, tem sido alvo de inúmeras pesquisas e aplicações.

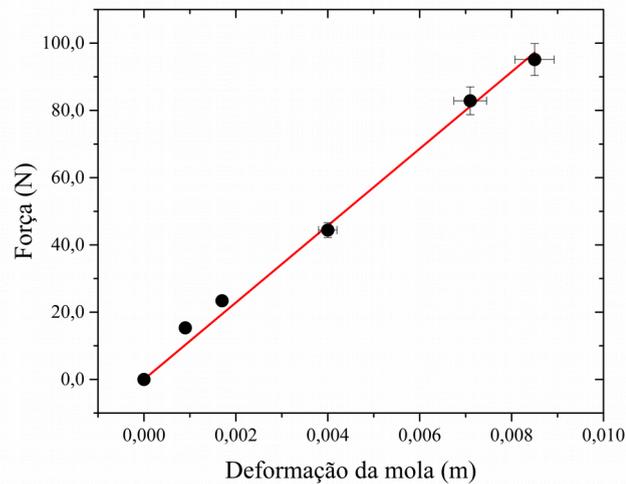
Argilas de filossilicato de alumínio (bentonita) tem sido uma boa escolha na adição de termoplásticos devido às propriedades hidráulicas e ao comportamento de resistência química que estas misturas apresentam. No entanto, a adição da bentonita na matriz polimérica depende de uma molécula de surfactante que facilita a quimissorção e a percolação no polímero. A modificação da matriz polimérica afeta diretamente as propriedades térmicas desses compostos [2]. Portanto, um dos objetivos deste trabalho é estudar as propriedades térmicas como a difusividade de misturas de ABS + bentonita em função da concentração de surfactante utilizado no tratamento da bentonita. No entanto, para obter tal quantidade física por meio da técnica de fotoacústica é necessário que as amostras tenham uma espessura de aproximadamente 200 micrometros. Então, para preparar as amostras foi necessário desenvolver uma prensa com controle de pressão e aquecimento. Portanto, nosso primeiro objetivo nesta primeira etapa da pesquisa foi construir a prensa, calibrar o sistema de controle e testá-la com base nas amostras obtidas.

METODOLOGIA

As amostras foram preparadas usando pellets de ABS natural. Foram sintetizadas 6 amostras, separando uma porção pellets para cada uma e adicionando 5,0 mL de acetona P.A. Imediatamente as amostras foram armazenadas em um contêiner e colocadas em um agitador tipo rotor a 6 rpm por 24 horas. Esse foi o tempo necessário para a completa dissolução do ABS. A argila organofilizada com diferentes tensoativos foi adicionada após essa etapa. A quantidade de 3% em massa de argila modificada foi misturada em cada amostra e homogeneizada primeiramente em um agitador tipo vórtex e posteriormente com outro período de 24h em um agitador tipo rotor. Por fim, as amostras foram despejadas em formas de silicone e secas em um forno a 50 °C por um período de 24 horas.

Para a construção da prensa utilizou-se um bloco de alumínio com duas resistências de cartuchos de 250 W, um termopar Tipo K com sonda de temperatura de aço inoxidável, um Arduino UNO e um controlador digital PID modelo REX-C100. Pequenas lâminas de aço inoxidável polidas foram utilizadas para colocar as amostras durante a prensagem e duas molas com constante elástica de 1100 N/m foram escolhidas para controlar a pressão sobre as lâminas. A constante elástica das molas foi determinada pressionando estas contra uma balança de precisão e medindo a massa e a deformação da mola para diferentes forças aplicadas. O gráfico 1 exibe a deformação da mola em função da força aplicada.

Figura 1 – Deformação da mola em função da força de compressão medida na balança



Fonte: Os autores

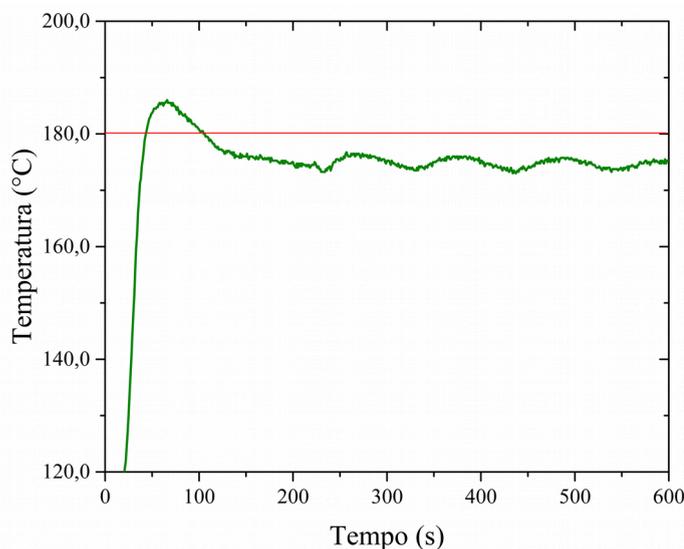
O aquecimento da amostra durante a prensagem foi controlado por meio do mecanismo PID que é um mecanismo genérico de controle do tipo "loop feedback", ou seja, é um sistema que leva em conta a resposta do processo durante o ajuste para modificar o seu comportamento. O PID calcula um erro, que é a diferença entre o valor corrente da variável a ser controlada no tempo t e o set point. Ele tenta então minimizar o erro ajustando o input do processo de controle. O algoritmo envolve o cálculo de três parâmetros o proporcional (K_p), o integral (K_i) e o derivativo (K_d). Matematicamente, o PID é expresso como:

$$MV = K_p \cdot E + K_i \int_0^t E \cdot dt + K_p p K_d d \frac{dE}{dt} S0 \quad \text{Equação 1}$$

em que, MV é a variável manipulada, E o erro ou desvio e $S0$ a saída inicial do controlador. A Figura 2 exibe a curva de aquecimento para uma escolha típica dos parâmetros, a saber $K_p = 25$, $K_i = 25$, $K_d = 30$ e set.point igual a 180°C .

Por último, para coletar os dados automaticamente foi escrito um algoritmo em linguagem Python e utilizado o microcontrolador Arduino.

Figura 2 – Comportamento temporal da temperatura da prensa com o controle PID para uma escolha típica dos parâmetros



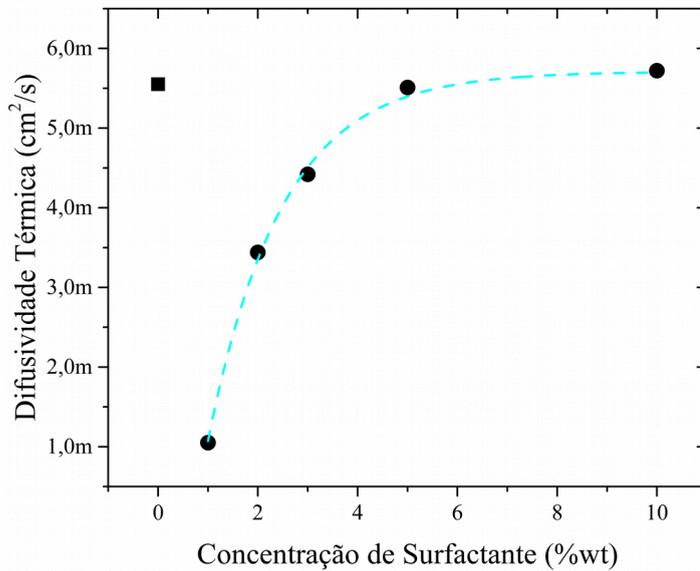
Fonte: Os autores

RESULTADOS E DISCUSSOES

As primeiras amostras de polímeros dopados com argila organofílica para as medidas de fotoacústica foram prensadas várias vezes para obter uma pastilha mais homogênea. A temperatura foi fixada em aproximadamente 140° C e exercida uma pressão constante durante o aquecimento de aproximadamente 85 N. Com isso foi possível obter amostras homogêneas de espessuras de 100 micrometros a 250 micrometros, ideais para o ensaio fotoacústico.

De posse das amostras a difusividade térmica foi investigada usando o método de fase fotoacústica de dois feixes. Neste método, um feixe de laser com controle TTL (300mW, 650 nm) é focado diretamente na amostra, a qual é fixada com gel de silicone em uma célula com um microfone de campo difuso. O microfone é conectado ao amplificador lock-in (SR830, Stanford Research Systems) que exhibe simultaneamente a magnitude e a fase do sinal. Este método foi adaptado para amostras transparentes forçando o coeficiente de absorção óptica na superfície da amostra, por exemplo, usando um revestimento metálico ou uma fina folha de alumínio [3]. A Figura 3 mostra um aumento da difusividade com a concentração de um dos surfactantes utilizados. [4]. Em outras palavras, pouco surfactante dificulta a mistura de argila com o polímero, formando aglomerado. Por outro lado, o aumento da quantidade de surfactante permite que a bentonita se difunda melhor, melhorando a passagem do calor. Em termos do caminho livre médio dos elétrons, a formação de clusters de argila possivelmente possui uma rede mais desordenada do que uma amostra homogênea, favorecendo a interação com a rede e, assim, perdendo mais energia.

Figura 3 - Difusividade térmica das amostras em função de concentração de surfactante por porcentagem de massa total.



Fonte: Os autores

CONCLUSÕES

A construção da prensa com controle de temperatura PID permitiu produzir as amostras poliméricas homogêneas com as espessuras de 100 μm a 200 μm necessárias ao ensaio fotoacústico. Usando o método de fase fotoacústica de dois feixes foi possível determinar a difusividade térmica das amostras e, com isso, observar o comportamento da difusividade com relação à concentração do surfactante. Os resultados obtidos mostraram um crescimento da primeira com o aumento da segunda, o que nos permite inferir sobre a presença de aglomerados e provável diminuição da distância Inter planar da cadeia polimérica. Para confirmar estes resultados outros testes ainda estão sendo realizados.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao DAFIS, Laboratório de propriedades Termo-ópticas (LAPTO) e DAMEC da UTFPR - PONTA GROSSA - PR, FINEP e CAPES

REFERÊNCIAS

- [1] Ibeh, Christopher C, *Thermoplastic materials: properties, manufacturing methods, and applications*. CRC Press, 2011.
- [2] Liu, Peng, Polymer modified clay minerals: A review. *Applied Clay Science*, **38**, 64-76, 2007.
- [3] Mansanares, AM and Bento, AC and Vargas, H and Leite, NF and Miranda, LCM, Photoacoustic measurement of the thermal properties of two-layer systems. *Physical Review B*, **42**, 4477, 1990.
- [4] Jessica A. McRory and Alaa K. Ashmawy, *Polymer Treatment of Bentonite Clay for Contaminant Resistant Barriers*. 2005.