

UNIVERSIDADE PRESBITERIANA MACKENZIE
MESTRADO PROFISSIONAL EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

MARCELA NAKASHIMA

**OBTENÇÃO EM ESCALA DE BANCADA DE UM NANOCOMPÓSITO DE
PSEUDOBOEMITA COM NYLON 6,12**

São Paulo

2008

Livros Grátis

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

MARCELA NAKASHIMA

**OBTENÇÃO EM ESCALA DE BANCADA DE UM NANOCOMPÓSITO DE
PSEUDOBOEMITA COM NYLON 6,12**

Exame de qualificação apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da Universidade Presbiteriana Mackenzie, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Antônio Hortêncio Munhoz Júnior

São Paulo

2008

MARCELA NAKASHIMA

**OBTENÇÃO EM ESCALA DE BANCADA DE UM NANOCOMPÓSITO DE
PSEUDOBOEMITA COM NYLON 6,12**

Exame de Qualificação para dissertação de
Mestrado apresentada à Universidade
Presbiteriana Mackenzie, como requisito parcial
para a obtenção do título de Mestre em Engenharia
de Materiais,

Aprovado em ____ de _____ de 20__

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Antônio Hortêncio Munhoz Jr
Universidade Presbiteriana Mackenzie

Prof. Dr. Francisco Rolando Valenzuela Diaz
Escola Politécnica da USP

Prof. Dra. Leila Figueiredo de Miranda
Universidade Presbiteriana Mackenzie

Dedico este trabalho à minha família e àqueles que me apoiaram e me muniram de forças para a realização e o sucesso desse novo desafio da minha vida.

AGRADECIMENTOS

Diante de todas as dificuldades que um desafio proporciona, há muito o que devo reconhecer, e muitos a quem devo agradecer pelo incentivo.

Apreendi que nunca seremos sábios o suficiente perante nossa ansiedade pelo conhecer. E que a Deus nos reconhecemos infinitamente pequenos pela imensidão do desconhecido.

Ao Dr. Antônio Hortêncio, pela impagável ajuda nessa dissertação, e que sem sua paciente orientação não teria nem conseguido superar esse obstáculo, nem alcançado tal objetivo.

Ao Dr. Mauro César Terence pela apresentação dessa imensurável oportunidade, e pelo primeiro voto de confiança.

À Dra. Leila Figueiredo de Miranda, pela jovialidade diante da sisudez do que se parecia tão complicado, pelas aulas e dicas importantíssimas para a confecção dessa dissertação, e pelos conselhos à vida.

Aos Mestres Doutores, Antônio Augusto Couto, Antônio Hortêncio Munhoz, Leila Figueiredo de Miranda, Mauro César Terence, Nilson Casimiro Pereira, Jan Vatavuk, Juan Alfredo Guevara Carrió, Sônia Braunstein Faldini e Waldemar Monteiro pelo altíssimo nível das aulas.

Aos colegas Luiz Henrique Silveira, Alexandre Pastro Alves e Maria Lioba Luciancencov Crespo, Abner Cabral Neto e Rogério Aparecido Lopes da Silva pela ajuda e incentivo quanto aos experimentos do laboratório.

Aos colegas Abner Cabral, Alexandre Pastro Alves, Dante Ribeiro, Francisco Ruiz, Luiz Eduardo Dias, Luiz Gustavo Campos, Luiz Henrique Silveira, Márcio Bartholomei, parabéns pela primeira turma do Mestrado Profissional de Engenharia de Materiais.

Aos muitos amigos que fiz na graduação da Escola de Engenharia Mackenzie, curso de Engenharia de Materiais, que me cobriram de boas intenções e desejos de sucesso.

Aos meus pais, meu porto seguro, que nunca me desacreditaram, mesmo nas horas mais adversas, a maior e melhor torcida que eu poderia ter.

À família, que sempre apoiaram todas minhas decisões, ampararam-me quando houveram os fracassos e aplaudiram-me os sucessos.

À uma pessoa em especial, que se não fosse sua superioridade e inteligência, eu não teria aceito esse desafio, e nem conseguido transpassá-lo.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Comparativo entre tipos de nylon.....	15
Tabela 2	Materiais utilizados.....	18
Tabela 3	Proporção de pseudoboemita a misturar com o polímero.....	24
Tabela 4	Valores de processamento da extrusora.....	26
Tabela 5	Corpos de prova injetados e aplicações.....	28
Tabela 6	Tipo de procedimentos para ensaio de flexão em três pontos.....	30
Tabela 7	Tipo de corpos de prova ensaio de resistência à tração.....	33
Tabela 8	Testes e Modelos de Ensaio de Impacto.....	37
Tabela 9	Valores médios obtidos pelo ensaio de flexão de 3 pontos.....	55
Tabela 10	Valores médios obtidos pelo ensaio de tração.....	57
Tabela 11	Valores médios obtidos pelo ensaio de compressão.....	60
Tabela 12	Valores médios obtidos pelo ensaio de índice de fluidez.....	61
Tabela 13	Valores médios obtidos pelo ensaio de impacto.....	62
Tabela 14	Valores obtidos pelo ensaio Vicat.....	64
Tabela 15	Valores obtidos pelo ensaio HDT.....	65

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Esquema 1	O Tamanho da Nanotecnologia.....	2
Esquema 2	Tipos de nanocompósitos	7
Esquema 3	Estratégias de síntese de nanocompósitos.....	7
Esquema 4	Formação de nanocompósitos por argilas organofílicas.....	8
Esquema 5	Formação de nanocompósito de nylon 6 por polimerização in situ (Processo Toyota)	9
Esquema 6	Proposta de formação do mecanismo PA66 + Montmorilonita	9
Desenho 1	Estrutura da pseudoboemita.....	11
Fluxograma 1	Seqüência de transformações de fase de hidróxidos de alumínio.....	13
Esquema 7	Polimerização do nylon.....	16
Fotografia 1	Filamentos de nylon 6,12.....	16
Esquema 8	Aplicação do nylon 6,12 em capeamento de cabos elétricos automotivos.....	17
Esquema 9	Fórmula PVAL.....	18
Esquema 10	Fórmula química do nylon 6,12.....	19
Fotografia 2	Grânulos de nylon 6,12.....	20
Fotografia 3	PVAL + H ₂ O.....	21
Fotografia 4	Precipitação de formação de pseudoboemita.....	22
Fotografia 5	Precipitação de formação de pseudoboemita.....	22
Fotografia 6	Precipitação total Al(NO ₃) ₃	23
Fotografia 7	Filtração e lavagem da pseudoboemita.....	23
Fotografia 8	Reômetro HAAKE.....	25
Fotografia 9	Injetora ROMI Primax 65R.....	27
Desenho 2	Temperaturas de injeção.....	27
Fotografia 10	Equipamento Netzsch-STA409C – Testes DSC e TG.....	29
Desenho 3	Configuração do ensaio de resistência à flexão.....	30

Desenho 4	Localização da máxima deflexão	30
Fotografia 11	Ensaio de flexão em 3 pontos – Aplicação.....	31
Fotografia 12	Ensaio de tração.....	32
Desenho 5	Corpos de prova para ensaios de tração	32
Desenho 6	Corpo de prova tipo I,II, III e V.....	33
Desenho 7	Corpo de prova tipo IV.....	33
Fotografia 13	Ensaio de tração.....	34
Fotografia 14	Ensaio de resistência à compressão.....	34
Fotografia 15	Plastômetro Ensaio de Índice de Fluidez.....	35
Fotografia 16	Recolhimento do material.....	36
Desenho 8	Corpo de prova IZOD	36
Fotografia 17	Equipamento Tinius Olsen modelo 892.....	37
Desenho 9	Carga de penetração ensaio Vicat.....	38
Fotografia 18	Ensaio Vicat.....	38
Fotografia 19	Ensaio Vicat.....	39
Desenho 10	Carga de deflexão ensaio HDT.....	39
Fotografia 20	Ensaio HDT.....	40
Fotografia 21	Ensaio de dureza Shore D.....	40
Fotografia 22	Gel de Pseudoboemita em escala de bancada.....	41
Fotografia 23	Grumos de pseudoboemita.....	42
Gráfico 1	DSC da amostra do pseudoboemita; linha vermelha (nitrogênio); linha verde (ar sintético).....	43
Gráfico 2	TG da amostra do pseudoboemita; linha verde (nitrogênio); linha vermelha (ar sintético).....	43
Gráfico 3	Espectroscopia de absorção na região do infravermelho.....	44
Fotografia 24	Pellet Nylon 6,12 Puro.....	45
Fotografia 25	Nylon 6,12 + 5% Pseudoboemita em massa.....	46

Fotografia 26	Nylon 6,12 + 5% Pseudoboemita em massa.....	46
Fotografia 27	Nylon 6,12 + 5% Pseudoboemita em massa.....	47
Gráfico 4	DSC/DTA Nanocompósitos Nylon 6,12 + Pseudoboemita.....	48
Micrografia 1	Micrografia 1 Nylon 6,12 + 1% pseudoboemita em massa – Resolução 100x.....	49
Micrografia 2	Micrografia 2 Nylon 6,12 + 1% pseudoboemita em massa – Resolução 1500x.....	50
Micrografia 3	Micrografia 3 Nylon 6,12 + 3% pseudoboemita em massa – Resolução 100x.....	51
Micrografia 4	Micrografia 4 Nylon 6,12 + 3% pseudoboemita em massa – Resolução 1500x.....	52
Micrografia 5	Micrografia 5 Nylon 6,12 + 5% pseudoboemita em massa – Resolução 100x.....	53
Micrografia 6	Micrografia 6 Nylon 6,12 +5% pseudoboemita em massa – Resolução 1500x.....	54
Gráfico 5	Comparação entre a carga de flexão máxima.....	55
Gráfico 6	Comparação entre a deformação até carga máxima.....	56
Gráfico 7	Comparação entre a resistência de urvatura.....	56
Gráfico 8	Comparação entre a carga de ruptura (Máxima).....	58
Gráfico 9	Comparação entre a deformação entre as proporções.....	58
Fotografia 28	Ensaio de tração em nylon 6,12 puro.....	59
Fotografia 29	Ensaio de tração.....	59
Gráfico 10	Comparação entre a carga de compressão até deformação máxima.....	60
Gráfico 11	Comparação entre a fluidez entre as proporções.....	61
Gráfico 12	Comparação entre a energia absorvida entre as proporções.....	62
Fotografia 30	Ensaio de impacto nylon 6,12 Puro.....	63
Fotografia 31	Ensaio de impacto nylon 6,12 + 5% PB.....	63
Gráfico 13	Gráfico 13 Comparação das temperaturas Vicat entre as proporções.....	64
Gráfico 14	Comparação das temperaturas HDT entre as proporções.....	65
Fotografia 32	Ensaio de HDT e Vicat.....	66
Gráfico 15	Comparação de Durezas Shore D.....	67

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
1.1	OBJETIVO GERAL.....	3
1.2	OBJETIVO ESPECÍFICO.....	3
1.3	JUSTIFICATIVA.....	3
1.4	METODOLOGIA.....	4
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1	NANOCOMPÓSITOS.....	5
2.2	PSEUDOBOEMITA OBTIDA PELO PROCESSO SOL-GEL.....	10
2.2.1	Transformações da pseudoboemita com o aumento da temperatura	11
2.3	SOBRE O NYLON.....	14
2.4	SOBRE O NYLON 6,12.....	16
3	MATERIAIS E MÉTODOS	18
3.1	MATERIAIS.....	18
3.1.1	Nylon 6,12 – Considerações	20
3.2	MÉTODOS.....	20
3.2.1	Obtenção da Pseudoboemita	20
3.2.2	Métodos de Caracterização da Pseudoboemita	24
3.2.3	Obtenção do Nanocompósito	24
3.2.3.1	Nylon 6,12 + pseudoboemita – Processo de Extrusão – <i>Pellets</i>	25
3.2.3.2	Nylon 6,12 + pseudoboemita – Processo de Injeção – Corpos de Prova.....	26
3.2.4	Caracterização dos compósitos	28
3.3	DADOS DE ENSAIOS MECÂNICOS.....	30
3.3.1	Ensaio de resistência à flexão em 3 pontos (ASTM D 790)	30
3.3.2	Ensaio de resistência à tração (ASTM D 638)	31
3.3.3	Ensaio de resistência à compressão (ASTM D 695)	34
3.3.4	Índice de fluidez (ASTM D 1238) (Índice de fluidez à 190°C e 2.16kg, condição E)	35
3.3.5	Ensaio de resistência ao impacto Izod (ASTM D256)	36
3.3.6	Ensaio de temperatura de amolecimento VICAT (ASTM D1525)	38
3.3.7	Ensaio de deflexão térmica HDT (ASTM D648)	39
3.3.8	Ensaio de dureza SHORE (ASTM D 2240)	40

4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	41
4.1	EXTRUSÃO DO NYLON COM A PSEUDOBOEMITA.....	41
4.2	ANÁLISES TÉRMICAS DA PSEUDOBOEMITA SINTETIZADA.....	42
4.3	ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO.....	44
4.4	ESPECTROFOTÔMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA.....	44
4.5	ANÁLISES TÉRMICAS DO NANOCOMPÓSITO.....	45
4.5.1	Análises térmicas dos compósitos (DSC e TG)	47
4.5.2	Microscopia eletrônica de varredura	48
4.6	ANÁLISES DAS CARACTERÍSTICAS MECÂNICAS DO NANOCOMPOSITO.....	55
4.6.1	Ensaio de resistência à flexão em 3 pontos (ASTM D 90)	55
4.6.2	Ensaio de resistência à tração (ASTM D 638)	57
4.6.3	Ensaio de compressão (ASTM D695)	60
4.6.4	Índice de fluidez (ASTM D1238) (Índice de fluidez à 190°C e 2.16kg, condição E)	61
4.6.5	Ensaio de resistência ao impacto Izod (ASTM D 256)	62
4.6.6	Ensaio de temperatura de amolecimento VICAT (ASTM D1525)	64
4.6.7	Ensaio de deflexão térmica HDT (ASTM D 648)	65
4.6.8	Ensaio de dureza SHORE (ASTM D 2240)	67
5	CONCLUSÕES	68
	REFERÊNCIAS	68

...

RESUMO

O presente trabalho trata-se do estudo de um nanocompósito à base de cerâmica (fase dispersa) + polímero (matriz), que tem como objetivo de analisar as propriedades mecânicas nanocompósito em relação às propriedades mecânicas do mesmo polímero sem a adição das nanopartículas de material cerâmico. As nanopartículas utilizadas foram de pseudoboemita, obtida pelo processo sol-gel. Na obtenção da pseudoboemita utilizou-se nitrato de alumínio como precursor e hidróxido de amônio com a adição de álcool polivinílico durante a precipitação. A matriz polimérica utilizada foi o nylon 6,12. As propriedades mecânicas avaliadas foram: resistência à tração, resistência a compressão e resistência ao impacto, índice de fluidez, dureza SHORE e densidade. Os resultados mostram que houve um aumento nos valores de propriedades mecânicas do material obtido em relação ao polímero sem adição de nanopartículas.

Palavras-chave: Pseudoboemita, Nanocompósito, Nylon 6,12.

ABSTRACT

This work is about a nanocomposite compound made with a ceramic material and a polymer used as matrix. The purpose of this work is evaluating the influence of the addition of the nanoparticles of the ceramic material in the nanocomposite. The ceramic material used was pseudoboehmite obtained by sol-gel process. The pseudoboehmite was obtained from aluminum nitrate and ammonium hydroxide using poly-vinyl alcohol during the precipitation. The polymer nylon 6,12 has used in this process. Mechanical properties also will be analyzed: tensile strength, compression strength, impact toughness, melt flow, SHORE hardness and density. The results has showed that increased values of the mechanical properties, was compared with the material without adding nanoparticles.

Keywords: Pseudoboehmite, Nanocomposite, Nylon 6,12

Comece fazendo o que é necessário, depois o que é possível, e de repente você estará fazendo o impossível.

São Francisco de Assis

1 INTRODUÇÃO

A nanotecnologia e a química supramolecular, vieram para revolucionar as áreas da química, da biologia, da física, e sem dúvida alguma, a engenharia, indústria e pesquisas. A utilização de materiais nanoestruturados de alto desempenho é uma realidade iminente. Entre as vantagens dos nanomateriais, podem-se citar (NALLI,2003):

- Controle das características desejáveis
- Otimização do uso de recursos
- Menor impacto ambiental
- Desenvolvimento de fármacos com menores efeitos colaterais
- Aumento da capacidade de processamento de sistemas computacionais

O início oficial dos estudos da nanotecnologia atribui-se a Richard Feynman, em palestra por ele proferida em 1959: “Há muito espaço lá embaixo” - “*There is plenty of room at the bottom*” - a partir de então, os diversos campos de pesquisa da área de física teórica, em particular da eletrodinâmica quântica, passaram a considerar o vasto assunto da nanotecnologia, criando uma nova rede de interações, investigações, divulgação e ensino (NALLI, 2003).

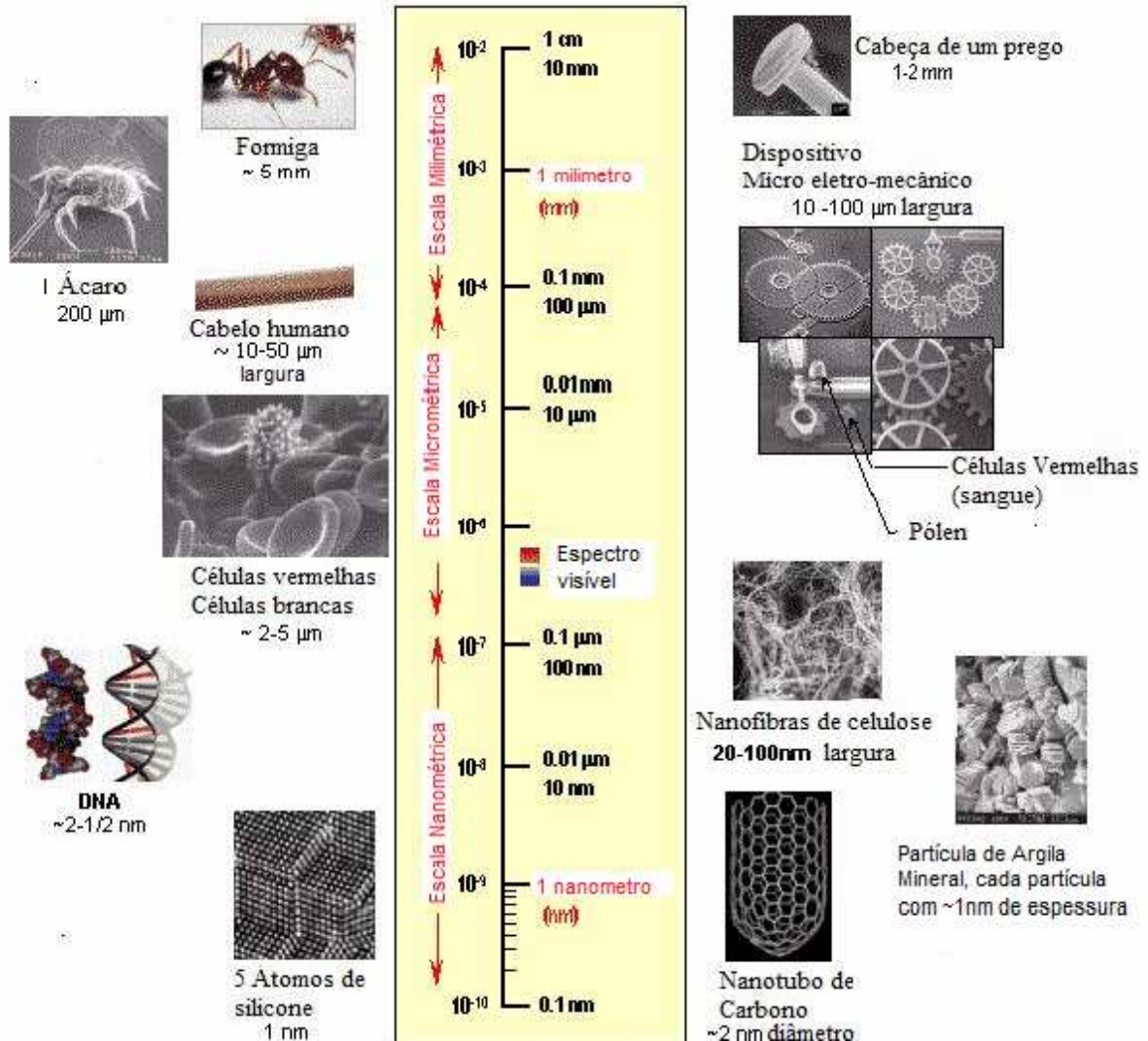
A nanotecnologia oferece avanços rápidos para muitas áreas da ciência e engenharia. Em um workshop realizado em dezembro de 2003, pelo US. NNI (United States National Nanotechnology Initiative), nos Estados Unidos, um importante relatório apresentou para representantes da indústria, governo, cientistas e engenheiros de várias áreas o quanto a nanotecnologia vinha crescendo, e quão tamanha seria sua importância para a sociedade (ROCO, BAINBRIDGE, 2005).

Esse mesmo relatório identificou que a qualidade de trabalho, vida e ambiente trariam aos cidadãos, pessoas comuns, uma consciência mais ampla sobre a relevância da nanotecnologia.

Nanotecnologia ajudaria na produção de alimentos, melhorando seu armazenamento, ajudaria na qualidade da água, permitindo uma utilização de baixa energia de purificação ou desalinização, reduzindo também o desperdício de água na manufatura de fármacos. Ou ainda, a nanotecnologia ajudaria a população na questão ambiental, remediando a poluição produzindo sistemas e materiais que usariam recursos mais eficientes, reciclariam os poluentes na obtenção de matéria-prima, e garantiriam segurança e sustentabilidade de novos materiais. Resumindo, contribuiriam com a melhoria de qualidade de vida. Todo e qualquer risco e

consequência inesperadas também deveriam ser monitoradas e incluídas na avaliação para todas as mudanças na qualidade de vida (ROCO, BAINBRIDGE, 2005).

O Esquema 1 ilustra onde e como a nanoescala é aplicada em relação a outras escalas, de uma forma bastante simplista e prática.



Para a comunidade científica, o valor da nanoescala foi cada vez mais apreciada. Uma série de documentos sobre a cinética das transformações de fases direcionaram para as cinéticas de nucleação e incremento. O entendimento sobre a porosidade da camada em nanoescala, para uma eventual aplicação de filtração e separação foi importante para a criação de equipamentos capazes de identificar e visualizar esse material, por exemplo.

O desenvolvimento de um modelo capaz de determinar a porosidade, volume e área de um poro, utilizando isotermas de nitrogênio, muito útil no estudo dos materiais nanométricos. Uma vasta literatura foi relacionada aos nanomateriais desde os primórdios da nanotecnologia de Feynman (KOSTOFF, 2006).

Nesse contexto os nanocompósitos terão um papel muito importante aliando as propriedades de diferentes materiais como, por exemplo, os cerâmicos (com elevada área específica) com materiais poliméricos visando a obtenção de novos materiais com propriedades cada vez melhores em relação aos materiais utilizados na obtenção destes nanocompósitos.

1.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo do presente trabalho é obter em escala de bancada um nanocompósito de pseudoboemita com nylon 6,12 para avaliar as propriedades mecânicas e térmicas em relação ao polímero utilizado para a obtenção do nanocompósito.

1.2 OBJETIVO ESPECÍFICO

Utilizando métodos de caracterização de materiais poliméricos, identificar, comparar, estabelecer propriedades mecânicas e térmicas do nanocompósito obtido pela proporção de mistura 1%, 3% e 5% em massa de pseudoboemita com o nylon 6,12.

A pseudoboemita será obtida por síntese em escala de laboratório.

1.3 JUSTIFICATIVA

Com a crescente necessidade do mercado na obtenção de novos nanomateriais, a pesquisa decorrente desse projeto poderá fornecer novas informações para enriquecer a demanda.

Com o presente estudo, poderemos verificar a utilidade desse novo compósito, e perceber suas melhorias ou não em comparação às suas características iniciais, seu processamento e maleabilidade.

Tendo esses valores disponíveis, pesquisas posteriores estarão habilitadas para a utilização e até a substituição do nylon 6,12 pelo nanocompósito obtido.

1.4 METODOLOGIA

A metodologia utilizada no desenvolvimento dessa dissertação baseou-se em diversas fontes importantes:

- Aulas teóricas enfáticas à Engenharia de Materiais;
- Pesquisa em bibliografias sobre o assunto nanocompósito;
- Utilização de pesquisa em websites de empresas especializadas;
- Parte laboratorial e obtenção de dados práticos;
- Informações com profissionais e conhecedores da área de Engenharia de Materiais e relacionados ao tema.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Os nanocompósitos constituem uma classe de materiais formados por híbridos de materiais orgânicos e inorgânicos, onde a fase inorgânica está dispersa em nível nanométrico em uma matriz polimérica que pode ser constituída de um polímero puro ou inclusive de uma blenda polimérica. A matriz polimérica é selecionada pela determinação da temperatura máxima de fusão, ou pela temperatura de degradação muito mais baixa do que o material de reforço(CALLISTER, 2002).

2.1 NANOCOMPÓSITOS

Os nanocompósitos começaram a ser estudados na década de 80 pelo Laboratório de Pesquisa da Toyota com o desenvolvimento de nanocompósitos de poliamida e argila (BEYER, 2002;BOURBIGOT, 2002). Devido às necessidades crescentes de materiais cada vez melhores aliando-se às propriedades de diferentes classes de materiais (polímeros, cerâmicos e metais), e ao fato de que características de polímeros não atendem à determinadas solicitações, a pesquisa de nanocompósitos poliméricos tem avançado muito nos últimos anos (ALEXANDRE; DUBOIS, 2000).

Atualmente, verifica-se uma vasta gama de criação de novos nanomateriais, e uma competição acirrada entre empresas e países que lançam seus produtos cada vez mais versáteis. Estudos de tendências tecnológicas em nanotecnologia aplicadas ao setor de materiais poliméricos, têm sua base em informações extraídas de documentos de patentes(BORSCHIVER, 2005).

Entre os nanocompósitos estudados estão, por exemplo, os nanocompósitos desenvolvidos com silicatos em camada (PINNAVAIA; BEALL, 2000). A adição de baixa concentração de argilas organofílicas (5% em massa) melhora as propriedades mecânicas, térmicas, de barreira e estabilidade dimensional dos nanocompósitos (BEYER, 2002; GILMAN, 1999; WANG 2002).

As nanopartículas têm uma área de superfície elevada, e quando dispersas em matrizes poliméricas, promovem alterações nas propriedades da matriz, relacionadas com a interação química específica entre as cargas e o polímero.

Conforme a aplicação pretendida, podem ser usados diversos tipos de cargas que diferem entre si, por exemplo, nas propriedades morfológicas ou em propriedades tais como a resistência térmica, ou reatividade química.

Algumas das cargas mais comuns em nanocompósitos de matriz polimérica, citam-se os carbonatos, os sulfatos, os já mencionados aluminossilicatos e os óxidos metálicos (Al_2O_3 , Fe_2O_3 , ZnO)

As argilas e os silicatos lamelares, como por exemplo, a montmorilonita e a hectorita, são outros tipos de cargas que têm sido muito estudadas por suas propriedades cerâmicas. As nanopartículas de semicondutores, tais como CdS , ZnS , ou CdSe , têm também sido muito usadas devido às suas propriedades ópticas. Alguns dos exemplos mais citados na literatura são nanopartículas de TiO_2 na preparação de compósitos com aplicação na indústria de revestimentos e tintas, e nanopartículas de SiO_2 , que podem conferir maior resistência mecânica ou características retardadoras de chama aos nanocompósitos (ESTEVEZ, 2004).

Entre as propriedades que melhoram pela adição dos nanocompósitos podem-se citar a melhoria das propriedades mecânicas, as propriedades térmicas como resistência a passagem do fluxo de calor e a redução da inflamabilidade, as propriedades de barreira para gases e líquidos entre outras (FORNES; PAUL, 2003).

A melhoria das propriedades mecânicas e de barreira está relacionada a morfologia das partículas, sendo as partículas nanométricas anisométricas responsáveis pelo efeito de reforço devido a sua interação com a matriz.

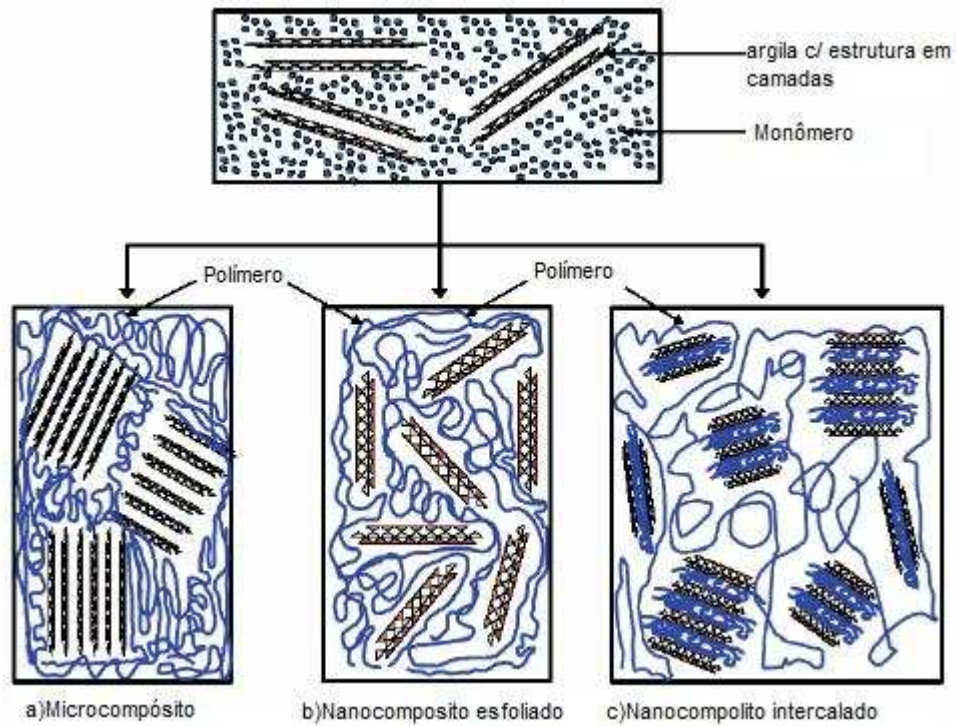
Na literatura, encontram-se dados em que a adição de 2 a 3% de partículas nanométricas resultou no incremento das propriedades mecânicas equivalente a adição de 30-50% de carga constituída de partículas não nanométricas (ULTRACKI, 2004).

As propriedades dos nanocompósitos, pelas diversas composições do material de reforço (exemplo o cerâmico), podem ter como influências o tamanho da partícula, a forma da partícula, o tipo de dispersão da partícula, o tipo de processo, o tipo de aditivo ou precursor ou ainda o par polimérico da partícula, no caso de blendas.

No Esquema 2, observamos a formação dos nanocompósitos, onde verificamos o tipo de composição e o tamanho das partículas de reforço (TAVARES, 2007).

Recentemente, dados obtidos sobre nanocompósitos de silicatos em camadas e nylon6, apresentaram melhoria na resistência à tração e na resistência ao impacto dos compostos. Silicatos originados da argila montmorilonita de partículas com 1nm de espessura, além de ótima dispersividade no polímero, apresentaram na composição do nanomaterial, uma alta taxa de camadas de aluminossilicatos.

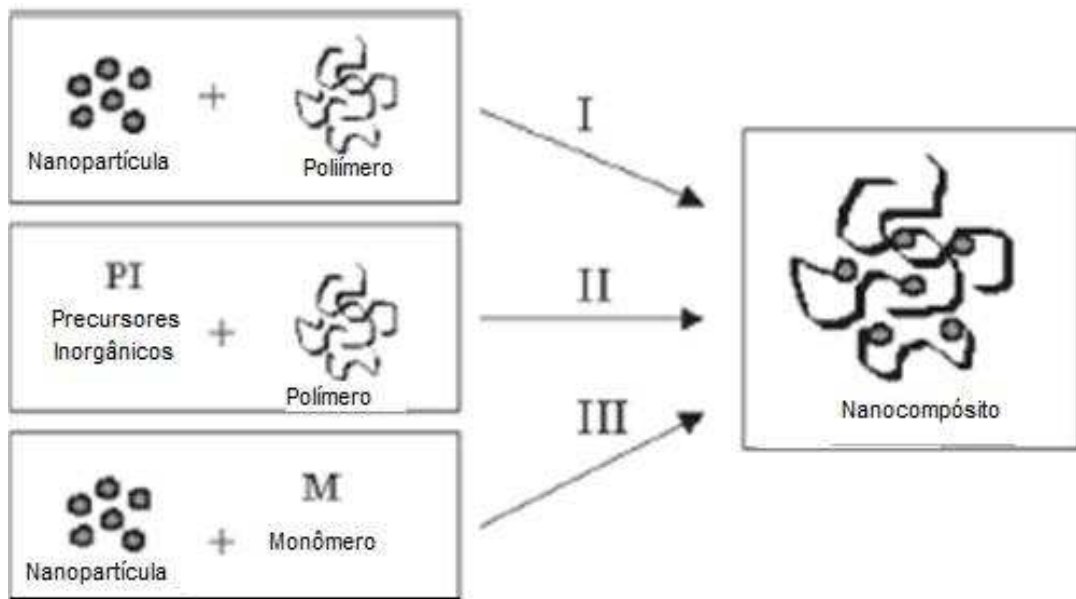
Entretanto, a comercialização desses materiais é limitada devido a pouco conhecimento da formação de nanocompósitos utilizando-se de processos práticos e econômicos (FORNES; PAUL, 2003).



Esquema 2 Tipos de nanocompósitos (TAVARES, 2007)

Para a formação e síntese de nanocompósitos, basta que um dos componentes seja em escala nanométrica.

No Esquema 3, acompanhamos o processo simplificado das estratégias de sínteses por alguns procedimentos de laboratório.



Esquema 3 Estratégias de síntese de nanocompósitos: I) mistura simples dos componentes; II) preparação de nanopartículas in situ e III) polimerização da matriz polimérica in situ (ESTEVES, 2004)

Muito interesse vem sendo focado nos nanocompósitos de silicatos em camadas para aplicação em larga escala. Sais quaternários de amônio vêm sendo utilizados para a obtenção de argilas organofílicas, uma vez que argilas esmectitas são abundantes no Brasil, e é um procedimento bastante simples (BARBOSA, 2006).

No Esquema 4, observamos um esquema de formação de nanocompósito a partir de uma argila organofílica.

A utilização de Nylon 6 como matriz polimérica e aluminossilicato como carga nanométrica, pode ter vários benefícios descritos tais como as demais características já citadas, melhorias das propriedades mecânicas, resistência ao calor, estabilidade dimensional, barreira e retardo de inflamação por chama.

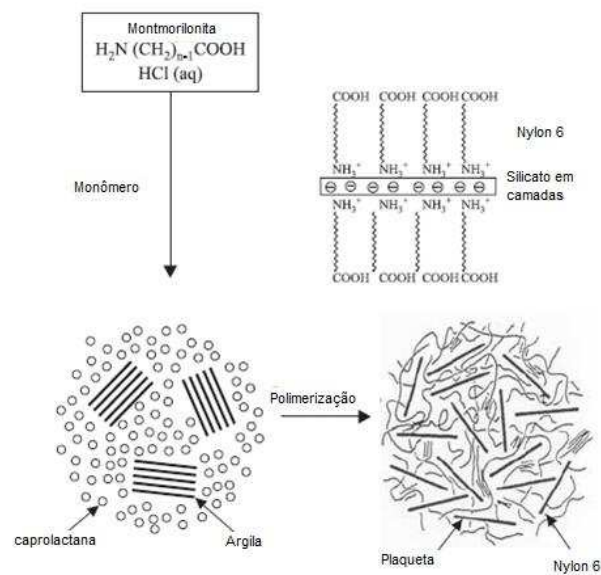


Esquema 4 Formação de nanocompósitos por argilas organofílicas
(FORNES, PAUL, 2003)

Pode-se dizer que essas propriedades se obtêm dependendo do grau de delaminação e dispersão da nanopartícula, que, por sua vez, depende da maneira em que foi processada (combinação de propriedades químicas e o processo otimizado). (FORNES; PAUL,2003).
Vide Esquema 5

A literatura sugere 2% em peso de argila modificada, para a poliamida 6 (BARBOSA, 2006).

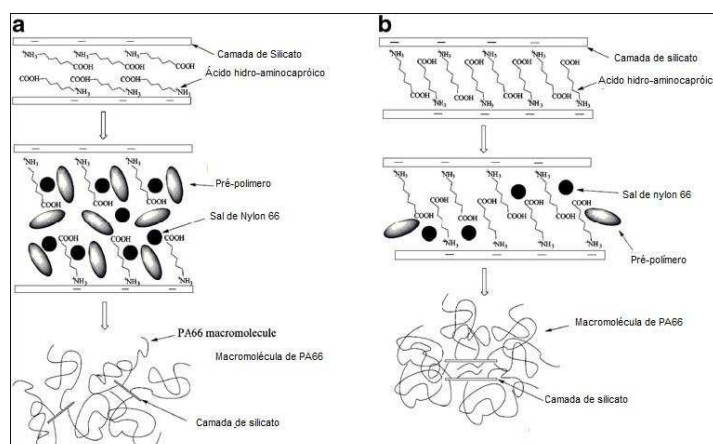
No caso de nanocompósitos de polímero com argila, os mesmos exibem em geral propriedades atraentes do ponto de vista óptico, elétrico e de barreira, além da redução de inflamabilidade das resinas em que são empregados (ARAÚJO,2006)



Esquema 5 Formação de nanocompósito de nylon 6 por polimerização in situ (Processo Toyota) (FORNES; PAUL, 2003)

A utilização de montmorilonita esfoliada em nanoescala com nylon 6,6 é um exemplo da acentuação das características térmicas e inflamabilidade do nanocompósito. Resultados caracterizados por difração de raio-X e microscopia de transmissão eletrônica indicaram um aumento à resistência ao calor, estabilidade térmica e retardamento de chama, em comparação ao nylon 6,6 puro (SONG, 2008).

A preparação de dois nanocompósitos com proporções diferentes de montmorilonita evidencia a diferença na determinação dos resultados de caracterização. No Esquema 6, são apresentadas as propostas de formação **a** e **b** da poliamida 66 (PA66), matriz polimérica nylon 6,6, e montmorilonita. A melhor orientação das plaquetas de silicato sugerem melhores características mencionadas (SONG, 2008).



Esquema 6 Proposta de formação do mecanismo PA66 + Montmorilonita (SONG; HU; YOU, 2008)

2.2 PSEUDOBOEMITA OBTIDA PELO PROCESSO SOL-GEL

A pureza e homogeneidade química em nível atômico, a textura, a morfologia e estrutura de materiais nanoparticulados podem ser controladas por processos de obtenção via úmida, com boa eficiência em escala industrial. A reprodutibilidade da composição química incluindo a adição de dopantes - impurezas que adicionadas em pequenas quantidades a uma substância pura, alteram as propriedades dessa substância - também é possível de ser viabilizada industrialmente (REED, 1995). Em virtude do pequeno tamanho, as nanopartículas são invisíveis a olho nu, podendo ser utilizadas na obtenção de compostos reforçados e transparentes.

O processo sol-gel é uma metodologia de preparação de cerâmicas porosas, vítreas e cristalinas partindo-se de precursores moleculares, no qual uma rede de óxidos pode ser obtida por meio de reações de polimerização inorgânica. Estas reações ocorrem em solução, e o termo “sol-gel” é utilizado para descrever a síntese de óxidos inorgânicos obtida por métodos de via úmida.

Uma característica importante do processo sol-gel é a obtenção de materiais com as características e propriedades pré-determinadas, dada a possibilidade de controle de todas as etapas, desde o precursor molecular até o produto final. É possível realizar controle estequiométrico, controle da porosidade, da estrutura cristalina e do tamanho das partículas, que são fatores que influenciam as propriedades mecânicas, elétricas, magnéticas e catalíticas do produto final.

Apesar de ter sido descoberto no século XIX, somente nas quatro últimas décadas, houve um crescimento significativo no interesse pelo processo sol-gel. Esta motivação deve-se ao fato que os materiais obtidos por este método apresentam alta pureza, boa homogeneidade, podendo-se obter fibras, filmes, monolitos e pós que tem aplicação na fabricação de revestimentos ópticos e filmes porosos e protetores entre outros.

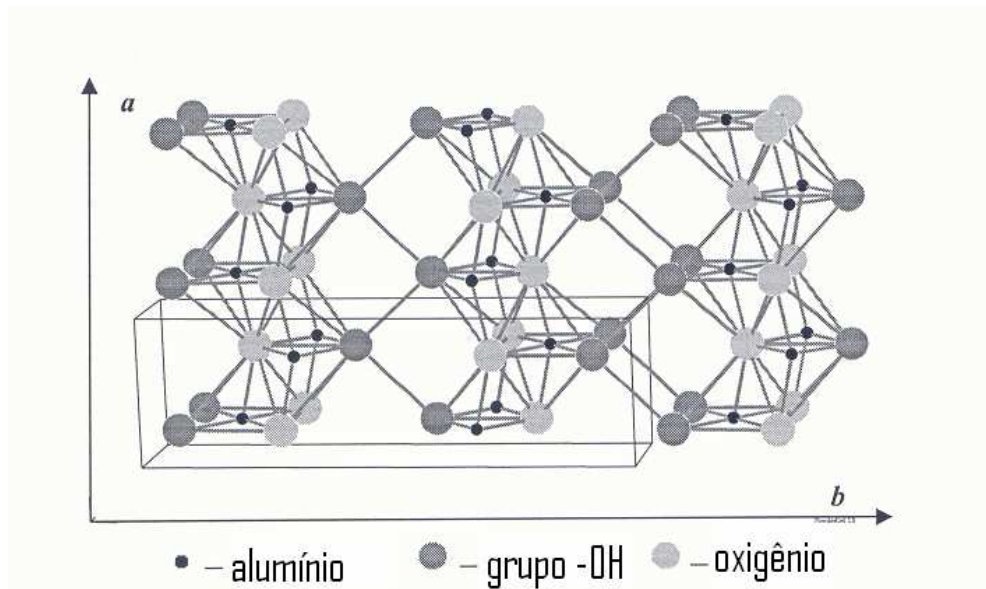
Uma grande vantagem deste processo é a obtenção de óxidos inorgânicos com propriedades desejadas como dureza, transparência óptica, durabilidade química, porosidade e resistência térmica, usando temperaturas de fusão muito inferiores às dos métodos tradicionais de produção de vidros e cerâmicas.

Vários exemplos de rotas práticas de obtenção de novos materiais, com propriedades únicas, via processo sol-gel, coincidem com o crescente reconhecimento de que os métodos de misturas e aquecimentos de pós, classicamente utilizados na obtenção de vidros e cerâmicas, apresentam limitações inerentes, no que diz respeito ao controle da homogeneidade e de aglomerações no material final resultante (RAHAMAN,2003).

2.2.1 Transformações da pseudoboemita com o aumento da temperatura

A Boemita possui a mesma estrutura da lepidocrocita (γ -FeO-OH). Sua estrutura é constituída de duas camadas de octaedros de oxigênio preenchidas parcialmente com cátions de alumínio, sendo ortorrômbica ($a=0,36936\text{nm}$, $b=1,2214\text{nm}$, $c=0,28679\text{nm}$). A diferença entre boemita e pseudoboemita é que a célula unitária da pseudoboemita é levemente maior que a da boemita. Este fato seria devido à incorporação de água na estrutura cristalina (THEO KLOPROGGE, 2006).

O Desenho 1 apresenta a estrutura da pseudoboemita segundo Moroz et al (MOROZ, 2006).



Desenho 1 Estrutura da pseudoboemita (MOROZ et al, 2006)

Para determinação da composição da superfície de materiais sólidos a técnica de *X-ray photoelectron spectroscopy* (XPS) é muito utilizada. Pela técnica de XPS pode ser feita a distinção entre boemita e pseudoboemita baseado na razão levemente maior de oxigênio/hidroxila e na maior quantidade de água presente na estrutura da pseudoboemita (THEO KLOPROGGE, 2006).

A obtenção da γ -alumina a partir de pseudoboemita é possível por calcinação. Aluminas ativadas possuem uma área superficial elevada, por exemplo, $250\text{-}300\text{ m}^2/\text{g}$ e uma estrutura de poro e superfície química muito adequada para serem utilizadas em catálise e adsorção. Um exemplo de aplicação, devido à sua capacidade de adsorção é na cromatografia. A alta afinidade da alumina ativada pela água é utilizada na secagem de gases e líquidos, podendo reduzir o teor de umidade nos gases abaixo de 1ppm (ALMEIDA FILHO, 1999).

Em catálise a alumina ativada é utilizada na recuperação de enxofre de H₂S no gás natural ou de refinaria nos conversores Claus, na desidratação de álcoois e como suporte de catalisadores nos conversores catalíticos dos escapamentos de veículos automotores.

O envelhecimento das pseudoboemitas confere propriedades importantes para as mesmas. Os resultados de área específica obtidos pelo método de Brunnauer-Emmett-Teller (BET) mostram que a área específica para as amostras de pseudoboemitas não envelhecidas é de 325,2 m²/g aumentando para 377,6m²/g para as amostras envelhecidas durante 4 horas (MARTENS, 2002). Teoh e outros, trabalhando com pseudoboemitas sintetizadas a partir de *i*-propóxido de alumínio e água em meio alcoólico, observou que o envelhecimento a temperatura ambiente, 50, 100 e 150° C não influenciou muito a morfologia das fibras. Entretanto com o aumento da temperatura ocorrem mudanças nas propriedades físicas como a redução da área específica de 340m²/g para 248m²/g e aumento do diâmetro dos poros de 12 para 18,4 nm (TEOH, 2007).

A partir de análise térmica, utilizando análise termogravimétrica, observa-se que a perda de massa associada com a perda de água diminui linearmente com o aumento do tamanho dos cristalitos. Observa-se experimentalmente que a razão água/alumina varia de 2,38H₂O:Al₂O₃ para as amostras não envelhecidas até 2,04H₂O:Al₂O₃ para as amostras envelhecidas por 4 horas (MARTENS, 2002).

A difração de raios-X pode ser utilizada para detectar as estruturas presentes com o aumento da temperatura.

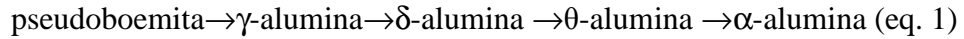
Martens e outros pesquisadores (MARTENS, 2002) trabalhando com alcóxido de alumínio estudaram a cinética de peptização da pseudoboemita. No estudo do envelhecimento da pseudoboemita, pela técnica de difração de raios-X avaliou-se a presença de pseudoboemita utilizando a primeira reflexão do difratograma (020) observada para 2θ=13°. A largura do pico a meia altura para a primeira reflexão da pseudoboemita diminui com o aumento do tempo de envelhecimento (MARTENS, 2002).

A temperatura de transformação de fase da pseudoboemita em corundum (αAl₂O₃) se reduz de aproximadamente 30° C quando é adicionado Fe³⁺ ou corundum, como germens de cristalização, ao sol de pseudoboemita. As partículas pequenas de αAl₂O₃ (~ 20 nm) atuam como centros de nucleação ativos enquanto que grãos maiores (200-400 nm) são menos eficazes (NOFZ, 2005).

As transformações de fase de fibrilas de pseudoboemita em função da temperatura e a morfologia das fibrilas foram exaustivamente estudadas por SANTOS e outros (SANTOS, 2002).

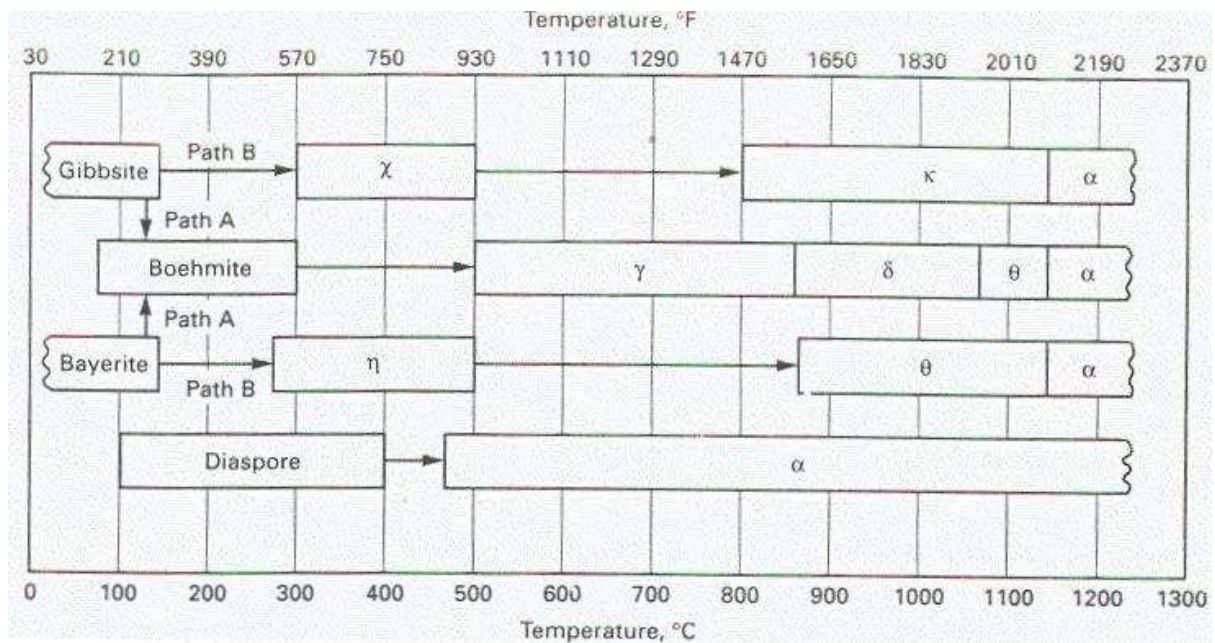
A pseudoboemita, obtida pelo processo sol-gel, pode ser utilizada para a obtenção de alumina. A calcinação do gel de pseudoboemita segue a seqüência de transformações de fase do hidróxido de alumínio, fornecendo as estruturas polimórficas da alumina.

As seguintes transformações de fase (eq. 1) são observadas com o aumento da temperatura:



Os óxidos de alumínio não se transformam diretamente na estrutura estável hexagonal do corundum (α -alumina). Os compostos de alumínio se decompõem nas aluminas de transição que são fases metaestáveis antes de se transformar em α -alumina.

Estas seqüências de transformações de fase para o hidróxido de alumínio, ($\text{Al}(\text{OH})_3$) como o mineral Gibbsita, para a Bayerita obtida pelo processo Bayer e para boemita (AlOOH) em aluminas são mostradas no Fluxograma 1 (WEFERS, 1972).



Fluxograma 1 Seqüência de transformações de fase de hidróxidos de alumínio (WEFERS; BELL, 1972).

Em condições hidrotérmicas, gibbsite e bayerite primeiro se decompõem em boemita (AlOOH) e então em $\gamma \rightarrow \delta \rightarrow \theta \rightarrow \alpha$ -alumina. A desidratação em torno de 250°C produz alumina com alta área específica, γ -alumina, a qual é utilizada em catálise.

A decomposição posterior, em temperaturas mais elevadas, desta fase reduz a área específica do pó obtido e finalmente a transformação de $\theta \rightarrow \alpha$ -alumina ocorre pelo processo de nucleação e crescimento terminando as transformações de fase da alumina. Souza Santos (SOUZA SANTOS, 2000), trabalhando com aluminas de transição da Alcoa concluíram que todas as amostras analisadas apresentavam poros.

A precipitação em pHs elevados favorecem a formação das boemitas, resultando em um produto que apresenta uma elevada temperatura de transformação das boemitas a γ -Al₂O₃ e as outras fases de transformação da alumina (PACEWSKA, 2005).

O envelhecimento das boemitas promove o aumento da área específica da alumina obtida pela calcinação da boemita e também aumenta a porosidade das aluminas obtidas.

Um método muito importante para preparar aluminas pelo processo sol-gel a partir de alcóxidos é o método desenvolvido por Yoldas (YOLDAS, 1975a; YOLDAS, 1975b). Outro método para obtenção de aluminas a partir de sais de alumínio (utilizando Al(NO₃)₃) pelo processo sol-gel com a utilização de ultrassom à temperatura ambiente foi desenvolvido por Nan Yao (NAN, 2001). O ultrassom foi utilizado para quebrar ligações fracas que causam a formação de agregados à temperatura ambiente.

As aluminas obtidas por este método possuem alta área específica.

De acordo com Rodriguez (RODRIGUEZ, 1992), a fase γ obtida a 500° C pela calcinação de pseudoboemitas sintetizados pelo processo sol-gel apresenta alta área específica. A utilização de aditivos orgânicos como álcool polivinílico (PVAL) e ácido oxálico no processo sol-gel para a obtenção do gel foi estudada por Kunze (KUNZE, 1991).

2.3 SOBRE O NYLON

O nylon foi a primeira fibra têxtil sintética produzida. Dos fios desse polímero fabricam-se o velcro e os tecidos usados em meias femininas, roupas íntimas, maiôs e biquínis.

Materiais sintéticos foram desenvolvidos em grande escala a partir de 1921, e o principal objetivo foi criar substitutos para materiais naturais e aprimorar o desempenho mecânico. Atribuí-se a Wallace Hume Carothers o início dos estudos de polimerização por condensação, patenteada pela empresa DuPont (KOHAN, 1973).

Curiosidade: várias são as histórias que explicam a etimologia dessa palavra. A mais famosa (ainda que não seja provada) conta que ele é assim chamado, pois a fábrica que inicialmente o produziu tinha sede tanto nos Estados Unidos (em Nova York) quanto na Inglaterra (em Londres). Os criadores dessa fibra, diante da necessidade de dar-lhe um nome, decidiram juntar as iniciais de New York, com as três primeiras letras de London, dando origem à palavra *nylon*. Outra possível explicação para o termo seria a de que durante a 2ª Guerra Mundial os EUA usaram o tecido nos pára-quadras. O "nylon" seria então uma abreviação de "Now you've lost, Old Nippon" (WIKIPEDIA, 2008).

O nylon consiste, também, no mais conhecido representante de uma categoria de materiais chamados poliamidas, que apresentam ótima resistência ao desgaste e à tração. O nylon e as demais poliamidas podem também ser moldados sob outras formas, além de fios, possibilitando a confecção de objetos como parafusos, engrenagens e pulseiras para relógios. Podem ser biorientados, o que aumenta suas propriedades físicas, barreira e transparência. As poliamidas não soldam com calor.

Tabela 1 Comparativo entre tipos de nylon

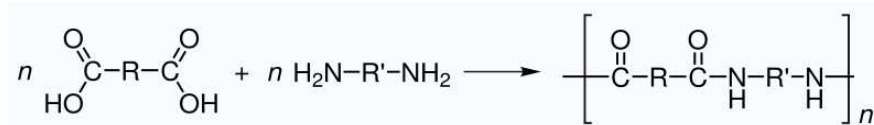
(Fonte: <http://www.polymerprocessing.com/polymers/alpha.html>)

	Nylon 6,6	Nylon 6	Nylon 6,12
Polimerização por condensação	Caprolactana	ácido adípico e hexametileno diamina	ácido adípico e hexametileno diamina
Características	Semicristalino comum em aplicações de fibras, como carpete, roupas e fios. Na engenharia para engrenagens e mancais.	Semicristalino utilizado em fios	Utilizado em tecidos, instrumentos de alta precisão e elevado desempenho mecânico
Monômero	$C_{12}H_{22}O_2N_2$	$C_6H_{11}ON$	$C_{18}H_{34}O_2N_2$
Fórmula	$\left(\begin{array}{c} H \\ \\ -N-(CH_2)_6-N-\overset{O}{\parallel}C-(CH_2)_4-\overset{O}{\parallel}C \end{array} \right)_n$	$\left(\begin{array}{c} H \\ \\ -N-(CH_2)_5-\overset{O}{\parallel}C \end{array} \right)_n$	$\left[\begin{array}{c} H \\ \\ -N-(CH_2)_6-N-\overset{O}{\parallel}C-(CH_2)_{10}-\overset{O}{\parallel}C \end{array} \right]_n$
Temperatura Vítrea	50°C	47°C	46°C
Temperatura de Fusão	255°C	220°C	224°C
Densidade Amorfa (a 25°C)	1.07 g/cm ³	1.084 g/cm ³	Não informado
Densidade de Cristalinidade(a 25°C)	1.24 g/cm ³	1.23 g/cm ³	Não informado
Massa molar do Monômero	226.32 g/mol	113.16 g/mol	310.48 g/mol

Também é muito utilizado para realização de suturas em ferimentos, uma vez que é um material inerte ao organismo e não apresenta reação inflamatória como outros fios de sutura (ex.: vicryl, cat-gut, seda, algodão).

O nylon é obtido em diferentes combinações de diaminas com ácidos dicarboxílicos, sendo comuns a reação de hexametildiamina com o ácido adípico ou com o cloreto de adipóila, para o nylon "6,6" (estes números referem-se ao número de carbonos de cada um de seus constituintes, e com o ácido sebácico ou o dicloreto de ácido sebácico, alternativamente para obter o nylon "6,10", entre outras variações.

A reação geral é apresentada no Esquema 7:



Esquema 7 Polimerização do nylon Fonte: <http://pt.wikipedia.org/wiki/N%C3%A1ilon>

Na Tabela 1 podemos verificar alguns dados dos diferentes tipos de nylon/poliamidas em função de suas características físicas.

Em conclusão, nylons ou poliamidas possuem boa resistência química a solventes não-ácidos apresentando alta absorção de água .

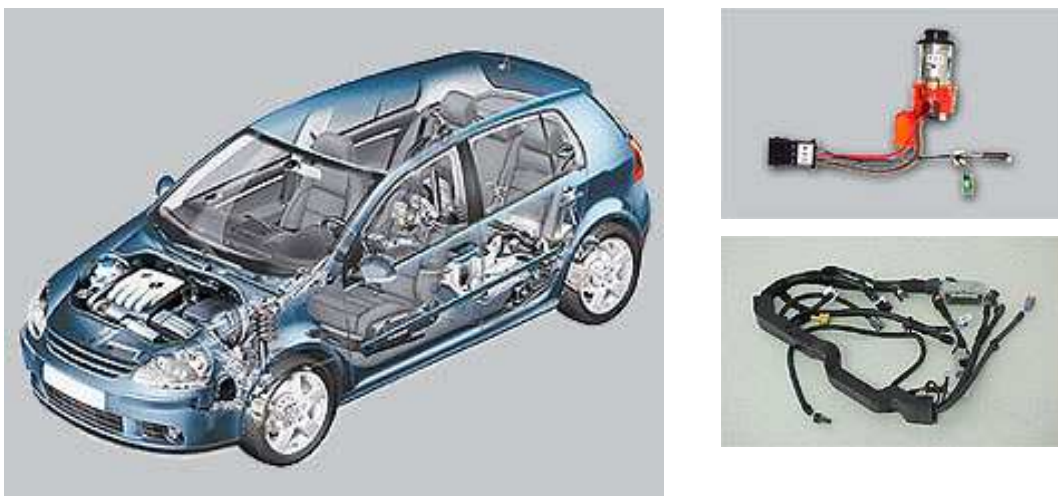
2.4 SOBRE O NYLON 6,12



Fotografia 1 Filamentos de nylon 6,12 (Fonte: Tanis Incorporated)

Nylon 6,12 é amplamente utilizado na fabricação de filamentos, com ótimas características de recobrimento, são inertes e atóxicos. A absorção de água é menos que 3% com pequena perda da rigidez, por isso, utilizado para aplicações com água, devido a curva de recuperação de suas características e resistência à abrasão, como exemplos pincéis e escovas (Fotografia 1).

Um exemplo que pode ser bem verificado, são os capeamentos de cabos elétricos da indústria automotiva, que isolam o componente contra intempéries e acidentes, devido à propriedades como resistência à tensão dielétrica e a citada abrasão, vistos no Esquema 8



Esquema 8 Aplicação do nylon 6,12 em capeamento de cabos elétricos automotivos

(Fonte: www.russfrei.de)

Por sua alta resistência química, é geralmente utilizado como reservatórios para combustível, óleos, lubrificantes, graxas e uma gama de solventes, excetos solventes polares. Peças mecânicas de equipamentos industriais submetidas à tensões variáveis de resistência, compressão e tração, tais como suportes e mancais, apresentam bons resultados com o nylon 6,12, exceto as submetidas às altas temperaturas.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

A Tabela 2 apresenta os principais reagentes e materiais utilizados para a realização da obtenção da pseudoboemita, características e dados técnicos. Equipamentos laboratoriais são descritos conforme sua utilização.

Tabela 2 Materiais utilizados

Material	Histórico	Características Técnicas
Nitrato de Alumínio	<p>Agente oxidante em forma de sal de alumínio, utilizado para processar couro, em antiperspirantes, inibidores de corrosão, na extração de urânio, refino de petróleo sendo também um agente de nitretação. É usual encontrar o material como nitrato de alumínio nona-hidratado, com a fórmula descrita: $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$</p>	<p>Fabricante: Dinâmica LTDA Massa Molecular: 375,13 g/mol Teor: 98,0 – 102,0 % em massa Limites de impureza: Insolúveis em H_2O: 0,005% Cloreto (Cl^-): 0,001% Sulfato (SO_4^{2-}): 0,005% Metais Pesados: 0,001% Como SO_4^{2-}: 0,05% Ferro (Fe): 0,002%</p>
Álcool Polivinílico	<p>Material também designado como Acetato de Polivinila, é um termoplástico quimicamente inerte, que, quando “atacado” por ácidos ou álcalis, afeta sua solubilidade em água, adesividade, sendo um plastificante utilizado para a conformação de um material cerâmico, melhorando a reologia (a consistência de espessamento está relacionada à massa molar) O Esquema 9 representa a fórmula química do PVAL</p>	<p>Fabricante: Vetec Química Fina Ltda Cinzas Máx: 0,4% em massa pH (4%) : 4.5 – 7.0</p>

$$\text{R} - \left[\begin{array}{c} \text{CH}_2 - \text{CH} \\ | \\ \text{O} \\ | \\ \text{COCH}_3 \end{array} \right]_n - \left[\begin{array}{c} \text{CH} - \text{CH}_2 \\ | \\ \text{O} \\ | \\ \text{COCH}_3 \end{array} \right]_n - \text{R}$$

Esquema 9 Fórmula PVAL

Fonte: <http://pt.wikipedia.org/wiki/PVA>

<p style="writing-mode: vertical-rl; transform: rotate(180deg);">Hidróxido de Amônio</p>	<p>Por definição, é uma base fraca solúvel (ou álcali) que libera hidroxila. Sua fórmula química é (NH₄OH).</p>	<p>Teor : min 28° Max de impureza Resíduos após ignição: 0,002% em massa Dióxidos de Carbono (CO₂):0,002% em massa Cloreto (Cl) : 0,00005% em massa Ferro (Fe) : 0,0002% em massa Fosfato (PO₄) : 0,002% em massa Enxofre total (como (SO₄)²⁻): 0,0002% em massa Lote: 0603154 Massa molar 35,05g P.A.: A.C.S. Fornecedor: Audaz Reagente Tecnológico</p>
<p style="writing-mode: vertical-rl; transform: rotate(180deg);">Nylon 6,12</p>	<p>As Poliamidas apresentam: Resistência a altas e baixas temperaturas; boa resistência a óleos e gorduras; boa resistência química; ótimas propriedades mecânicas; alta barreira a gases; baixa barreira ao vapor de água. O Esquema 10 apresenta a fórmula química do nylon 6,12.</p> <ul style="list-style-type: none"> Nylon 6,12 – lauro lactana $- \left[\overset{\text{H}}{\underset{ }{\text{N}}} - (\text{CH}_2)_6 - \overset{\text{H}}{\underset{ }{\text{N}}} - \overset{\text{O}}{\overset{ }{\text{C}}} - (\text{CH}_2)_{10} - \overset{\text{O}}{\overset{ }{\text{C}}} \right] -$ <p>Esquema 10: Fórmula química do nylon 6,12 Fonte: http://www.polymerprocessing.com/polymers/PA612.html</p>	<p>Fabricante: Evonik Degussa Vestamid DX9300 Densidade (ISO 1183): 1.06 g/cc Temperatura de fusão (<i>Melt point</i>): 215 °C</p>

3.1.1 Nylon 6,12 - Considerações

Os grânulos são cristalinos e duros (Fotografia 2) e devem ser mantidos à temperatura ambiente e lugares seco, pois por serem muito hidrocópio (absorvem umidade do ar), o que dificulta o seu processamento.



Fotografia 2 Grânulos de nylon 6,12

Após o processamento, nota-se que o material tornou-se bastante resistente à água.

3.2 MÉTODOS

3.2.1 Obtenção da Pseudoboemita

A pseudoboemita foi sintetizada em laboratório, tendo como precursor a solução de nitrato de alumínio, acrescido da solução de álcool polivinílico.

O PVAL (32g) foi solubilizado com água (368 g de água) por agitador magnético por meia-hora (Fotografia 3).

Após a solubilização do PVAL, o mesmo foi adicionado a uma solução aquosa de nitrato de alumínio .

O precursor, obtido pela mistura da solução de nitrato de alumínio com a solução de álcool polivinílico, foi utilizado na obtenção de pseudoboemita, gotejando a solução precursora em uma solução de hidróxido de amônio (NH_4OH) em água (28pp%), vide Fotografia 4.



Fotografia 3 PVAL+ H₂O

A solução de hidróxido de amônio foi mantida em um banho termostático resfriado a -9° C.

A precipitação à baixa temperatura facilita na etapa posterior de filtração e lavagem do produto obtido .

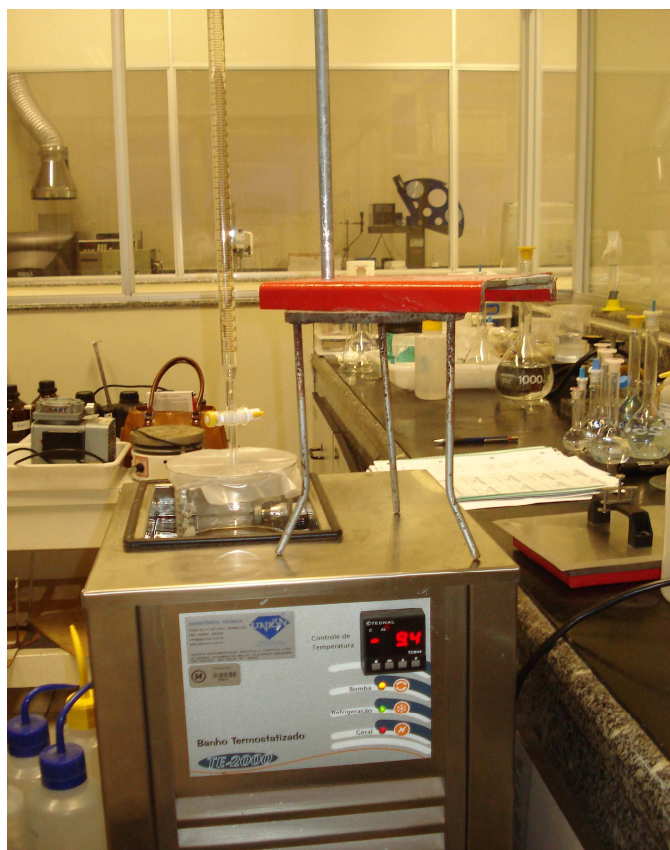
O gotejamento lento da solução de nitrato de alumínio garante a formação da pseudoboemita, vide Fotografia 5.

A solução de álcool polivinílico foi utilizada para aumentar a viscosidade da solução de nitrato de alumínio.

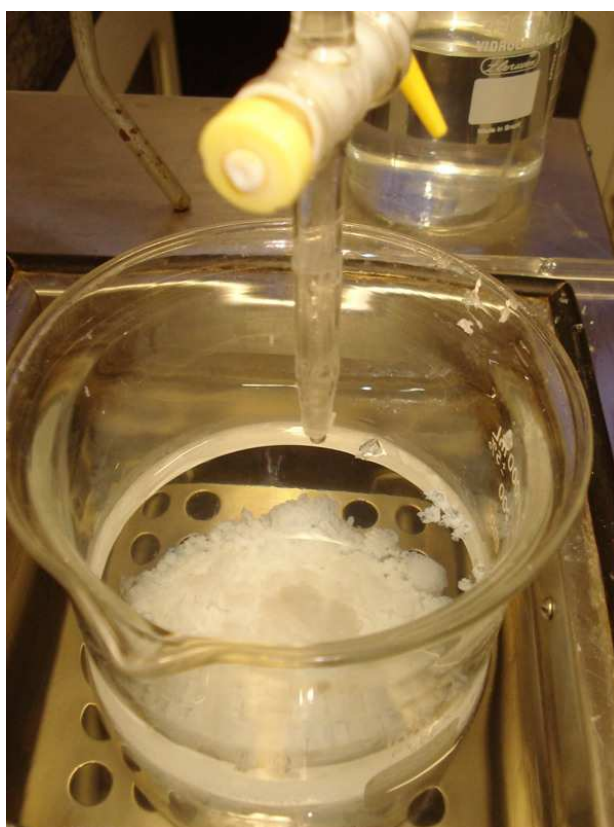
Não é recomendado a homogeneização da pseudoboemita enquanto precipitada, para não dificultar a lavagem posterior para a eliminação do amônio; e a Fotografia 6 apresenta o produto obtido ao término do experimento.

O pH final da obtenção de pseudoboemita é 9 a 10.

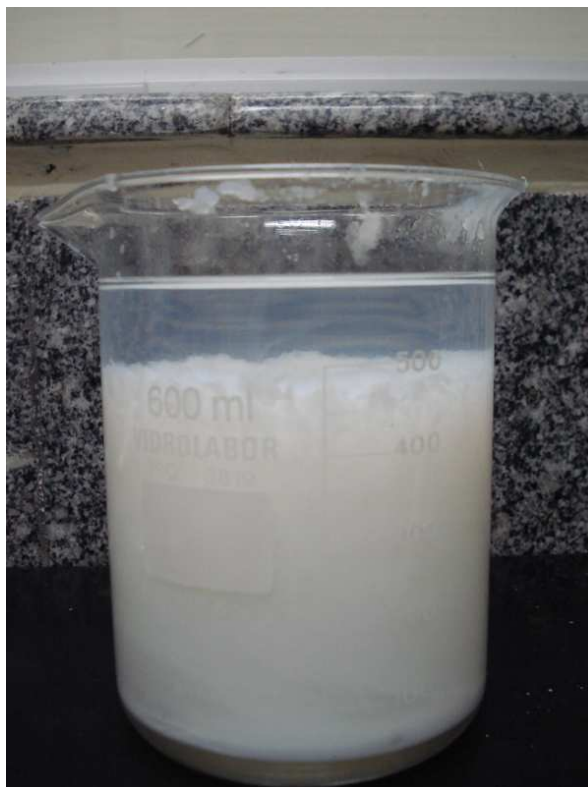
A temperatura inicial da precipitação total da pseudoboemita é 13 °C.



Fotografia 4 Precipitação de formação de pseudoboemita



Fotografia 5 Precipitação de formação de pseudoboemita



Fotografia 6 Precipitação total $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$

Após a precipitação o produto foi filtrado em um funil de Buchner (Fotografia 7) e lavado com água destilada até pH neutro, para a retirada de eventuais sobras de amônio.



Fotografia 7 Filtração e lavagem da pseudoboemita

Após lavagem com água, o produto foi lavado no próprio funil de Buchner com o solvente (acetona) para evitar a formação de aglomerados (MOHALLEM, 2008),

3.2.2 Métodos de Caracterização da Pseudoboemita

Os métodos de caracterização utilizados para a pseudoboemita foram a calorimetria exploratória diferencial (DSC), análise termogravimétrica (TG), Espectroscopia de absorção na região do infravermelho e Espectrofotometria de absorção atômica .

Análises térmicas: o produto da secagem a 70° C foi utilizado para as análises térmicas. As análises térmicas realizadas foram a calorimetria exploratória diferencial (DSC) e análise termogravimétrica (TG).

As análises foram realizadas em um equipamento Netzsch-STA409C. A temperatura inicial e final da análise foram 20°C e 1300° C respectivamente.

A razão de aquecimento utilizada foi de 20° C min⁻¹ utilizando uma vazão de 50cm³/min de gás nitrogênio ou ar sintético como o gás de arraste.

Espectroscopia de absorção na região do infravermelho: a espectroscopia de absorção na região do infravermelho foi determinada utilizando um equipamento Perkin Elmer modelo Spectrum BX.

Espectrofotometria de absorção atômica: A análise quantitativa dos metais da amostra calcinada a 1100° C, foi realizada utilizando um espectrofotômetro de absorção atômica com chama Analyst 200 da Perkin Elmer.

3.2.3 Obtenção do Nanocompósito

O nanocompósito foi obtido da mistura entre a pseudoboemita sintetizada e *pellets* do polímero nas proporções de 1%, 3% e 5% em massa de pseudoboemita.

Processamos 3kg de pellet do polímero Nylon 6,12 para cada proporção de pseudoboemita obtida no laboratório. Sendo x a proporção de pseudoboemita a se misturar, na Tabela 3, verificamos sua massa.

Tabela 3 Proporção de pseudoboemita a misturar com o polímero

3000g Nylon 6,12	99%	97%	95%
x	1%	3%	5%
Pseudoboemita hidratada (Al ₂ O ₃ .1,8H ₂ O)	115,9g	354,8g	603,8g

3.2.3.1 Nylon 6,12 + pseudoboemita – Processo de Extrusão - *Pellets*

As misturas entre o nylon 6,12 e as proporções foram feitas mecanicamente, e todas as amostras de nylon com as proporções foram para a estufa, para extinguir a umidade gerada pelo processo da mistura.

A temperatura de estufa foi em torno de 90°C, o material permaneceu por mais de 24 horas, até que o material não apresentou mais umidade.

A pseudoboemita, foi misturada ao polímero em forma de gel, aderiu de forma homogênea aos *pellets* de Nylon 6,12.

Após a secagem das amostras, os *pellets* foram processados pela extrusora marca HAAKE, Rheometer 252 (Fotografia 8)



Fotografia 8 Reômetro HAAKE

Os valores de processo de funcionamento da extrusora estão listados na Tabela 4 , foram obtidos experimentalmente, com base na temperatura de fusão do Nylon 6,12, citado no data sheet Evonik-Degussa entre 140°C e 220°C .

Tabela 4 Valores de processamento da extrusora

	Nylon 6,12	Nylon 6,12 + 1% PB	Nylon 6,12 + 3% PB	Nylon 6,12 + 5% PB
T ₁ (°C)	210	200	208	195
T ₂ (°C)	215	205	208	198
T ₃ (°C)	220	210	210	202
T ₄ (°C)	225	205	212	202
Torque (Nm)	6.4	23.0	19.0	20.8
V ₁ (RPM)	50	50	50	50
V ₂ (RPM)	15.75	26.8	23.8	26.8

T₁ – Temperatura de alimentação

T₂ – Temperatura de compressão

T₃ – Temperatura de dosagem

T₄ – Temperatura de extrusão

V₁ – velocidade da rosca

V₂ – Velocidade do puxador

Os *pellets* formados pelo nylon 6.12 e as devidas proporções de pseudoboemita foram processadas por extrusão e encaminhadas à estufa para eliminação de umidade.

A presença de umidade entre os grânulos pode influenciar no processo de injeção de corpos de prova quanto à formação de bolhas de ar entre o material e engripamento do fluxo devido a formação de bolhas de ar e água nos bicos injetores.

A pseudoboemita, após o processo de extrusão, teve sua cor incorporada ao nylon 6,12. Provavelmente pela alta temperatura de extrusão, sua cor ,enquanto gel, era branca, após a extrusão, e variando as proporções, tornou-se amarelada na proporção de 1% e por fim, marrom na proporção de 5%.

3.2.3.2 Nylon 6,12 + Pseudoboemita – Processo de Injeção – Corpos de Prova

O processo de injeção dos corpos de prova para nylon 6,12 puro e os compósitos nylon + proporções de pseudoboemita foi realizado com a Injetora ROMI, modelo Primax 65R (Fotografia 9).

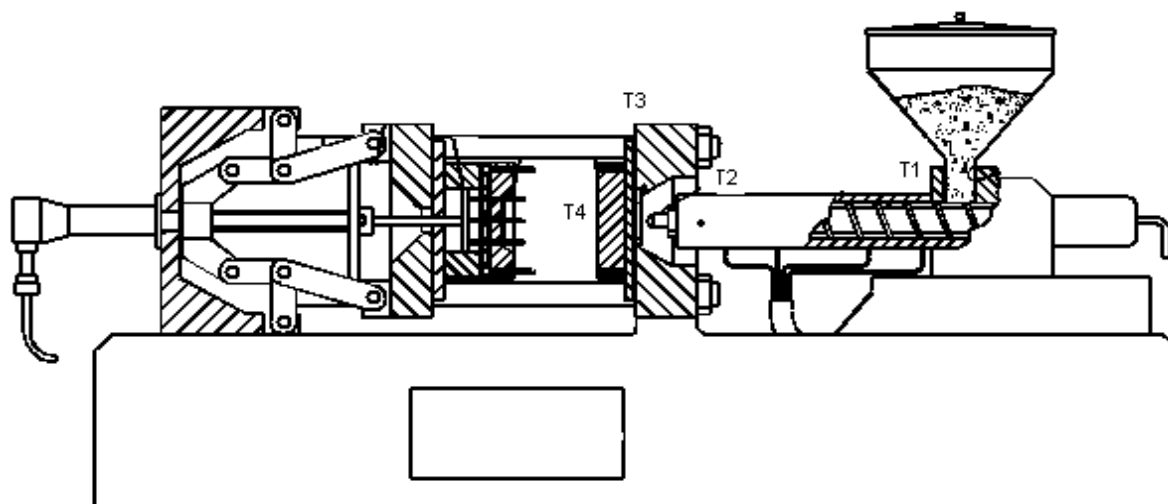


Fotografia 9 Injetora ROMI Primax 65R

As temperaturas de processo também foram baseadas no data sheet Evonik-Degussa.

No Desenho 2 visualizamos a posição das diferentes temperaturas de processo na injetora aplicadas no processamento do nylon e da misturas do nylon + pseudoboemitas.

São :



T₁ - Temperatura de alimentação = 200°C

T₂ – Temperatura de plastificação = 210°C





T₃ – Temperatura de compressão = 230°C

T₄ – Temperatura de recalque = 190°C

Desenho 2 Temperaturas de injeção

Desse processo de injeção, obtivemos os seguintes tipos de corpos de prova e suas aplicações, conforme Tabela 5.

Tabela 5 Corpos de prova injetados e aplicações

Tipo	Aplicação
	<ul style="list-style-type: none"> • Ensaio de resistência de flexão em 3 pontos • Ensaio de resistência à compressão • Dureza Shore D • Ensaio de amolecimento VICAT • Ensaio de deflexão térmica HDT
	<ul style="list-style-type: none"> • Dureza Shore D
	<ul style="list-style-type: none"> • Ensaio de resistência à tração • Dureza Shore D
	<ul style="list-style-type: none"> • Ensaio de resistência a impacto

3.2.4 Caracterização dos compósitos

A caracterização do compósito foi realizada com as seguintes técnicas:

- análises térmicas (DSC e TG)
- microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando detector de elétrons retroespalhados.

e caracterização física pelos seguintes ensaios mecânicos, utilizando a máquina de ensaios universal:

- ensaio de resistência à flexão em 3 pontos (ASTM D 790)
- ensaio de resistência à tração (ASTM D 638)
- ensaio de resistência à compressão (ASTM D 695)

e os demais ensaios mecânicos de caracterização:

- índice de fluidez (ASTM D 1238) (Índice de fluidez à 190°C e 2.16kg, condição E)
- ensaio de resistência ao impacto Izod (ASTM D 256)

- ensaio de temperatura de amolecimento VICAT ((ASTM D 1525)
- ensaio de deflexão térmica HDT (ASTM D 648)
- ensaio de dureza SHORE (ASTM D 2240)

Análises térmicas: o produto da secagem a 70° C foi utilizado para as análises térmicas. As análises térmicas realizadas foram a calorimetria exploratória diferencial (DSC) e análise termogravimétrica (TG).

As análises foram realizadas em um equipamento Netzsch-STA409C (Fotografia 10). A temperatura inicial e final da análise foram 20°C e 1300° C respectivamente.

A razão de aquecimento utilizada foi de 20° C min⁻¹ utilizando uma vazão de 50cm³/min de gás nitrogênio como o gás de arraste.



Fotografia 10 : Equipamento Netzsch-STA409C – Testes DSC e TG

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) produz imagens de alta definição de ampliação, com resolução bastante definida.

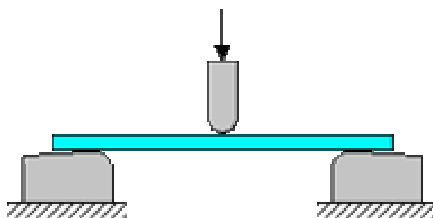
São de caráter virtual, pois é transcodificado a partir da energia emitida pelos elétrons retroespalhados.

As leituras por MEV foram realizadas utilizando detector de elétrons retroespalhados.

3.3 DADOS DE ENSAIOS MECÂNICOS

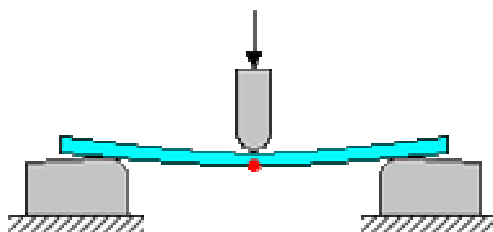
3.3.1 Ensaio de resistência à flexão em 3 pontos (ASTM D 790)

- Equipamento: Máquina Universal de Ensaaios
Marca: Q-Test
Modelo: DXL
- Metodologia: Ensaio de Resistência à flexão consiste em um corpo de prova apoiado pelas extremidades na horizontal e submetido a uma carga até que sua deflexão atinga 5% (Desenhos 3 e 4).



Desenho 3 Configuração do ensaio de resistência à flexão em 3 pontos

(fonte: <http://www.ides.com>)



Desenho 4 Localização da máxima deflexão

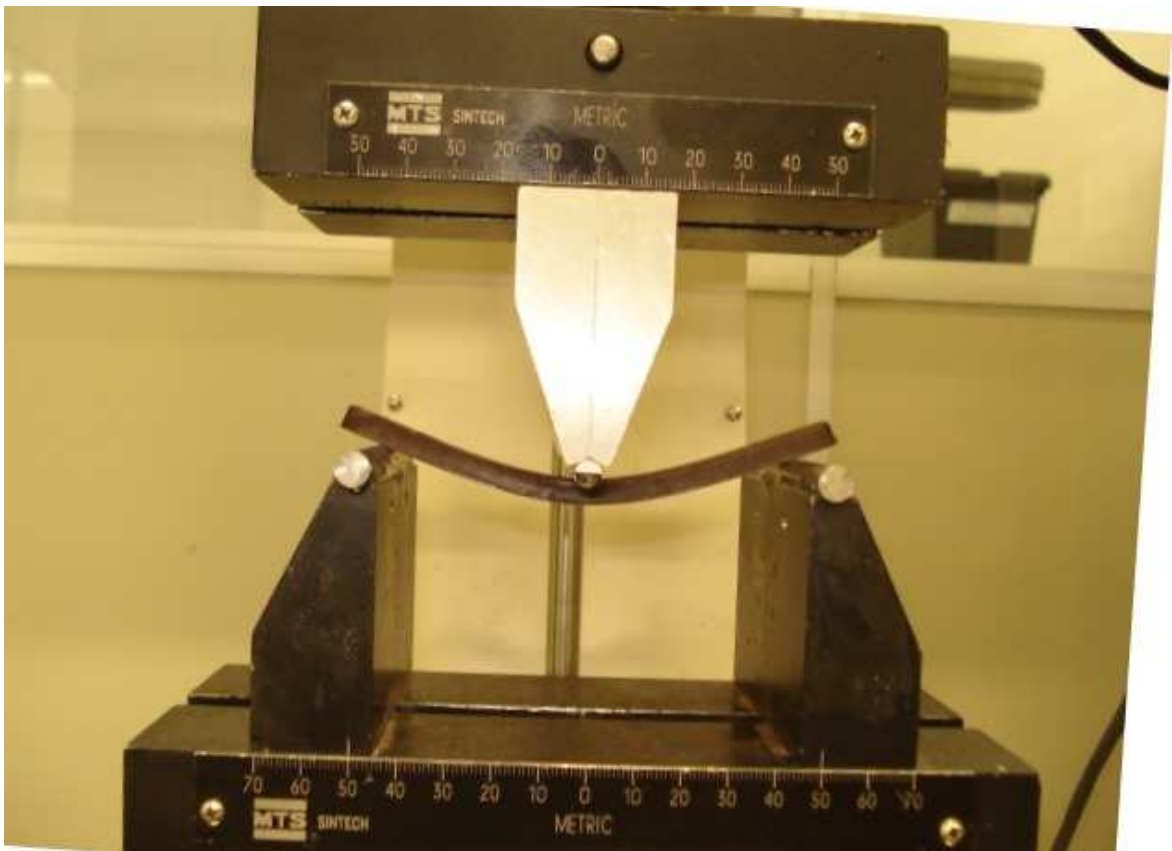
(fonte: <http://www.ides.com>)

Na Tabela 6, apresentam-se os tipos de procedimento para o ensaio de flexão.

Tabela 6 Tipo de procedimentos para ensaio de flexão em três pontos

Procedimento	Descrição	Índice de tensão aplicada
A	Para materiais que quebram com baixa deflexão relativa	0.01 mm/mm/min
B	Para materiais que possuem alta taxa de deflexão durante o ensaio	0.10 mm/mm/min

Na Fotografia 11 , a aplicação da carga até a deformação de 5% é observada.



Fotografia 11 Ensaio de flexão em 3 pontos – Aplicação

A verificação das propriedades também é feita por gráficos TensãoXdeformação.

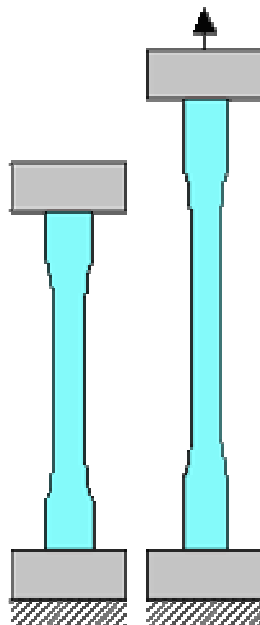
3.3.2 Ensaio de resistência à tração (ASTM D 638)

- Equipamento: Máquina Universal de Ensaios
Marca: Q-Test
Modelo: DXL
- Metodologia: Ensaios de Resistência à tração são caracterizados por alongamentos de corpos de provas presos por suas extremidades e medidas as cargas de carregamento, vide Fotografia 12 .



Fotografia 12 Ensaio de tração

No Desenho 5 , verifica-se o alongamento do corpo de prova conforme a aplicação da força de tração.



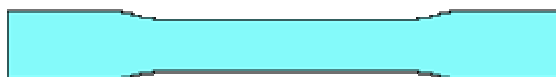
Desenho 5 Corpos de prova para ensaios de tração (fonte: <http://www.ides.com>)

Existem diferentes tipo de corpos de prova para o ensaio, listados na Tabela 7, e observamos seus formatos e dimensões nas Desenhos 6 e 7 .

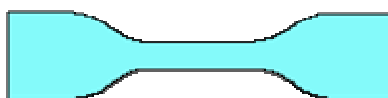
Tabela 7 Tipo de corpos de prova Ensaio de Resistência à tração

(fonte: <http://www.ides.com>)

Tipo	Utilização	Observações	Espessura
I	Rígido	Modelo mais usual	<7 mm
II	Rígido	Utilizado quando o corpo de prova tipo I não quebra na seção de estrangulamento	<7 mm
III	Rígido / Não-rígido	-	>7 mm <14 mm
IV	Rígido / Não-rígido	Utilizado para comparação entre materiais de diferentes durezas. Similar a corpos de prova de borracha vulcanizada segundo ASTM D412.	<4 mm
V	Rígido	Utilizado quando o material é pouco disponibilizado e/ou a área de ensaio é uma preocupação	<4 mm

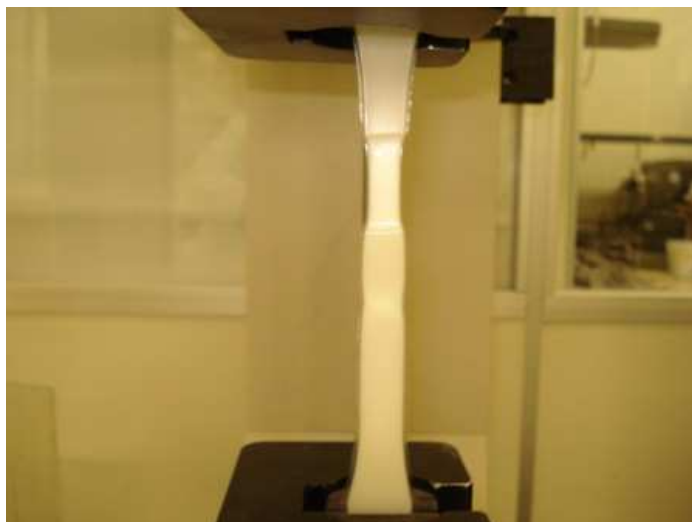


Desenho 6 Corpo de prova tipo I,II, III e V (fonte: <http://www.ides.com>)



Desenho 7 Corpo de prova tipo IV (fonte: <http://www.ides.com>)

Nos ensaios de tração de materiais dúcteis, é possível verificar o “empescoçamento” do material, conforme a aplicação da tração, vide Fotografia 13. Esse empescoçamento é o indício de onde o material se partirá. Nos materiais mais frágeis, como por exemplo os materiais cerâmicos, normalmente não há o empescoçamento.



Fotografia 13 Ensaio de tração

3.3.3 Ensaio de resistência à compressão (ASTM D 695)

- Equipamento: Máquina Universal de Ensaios
Marca: Q-Test
Modelo: DXL
- Metodologia: O teste de compressão é feito em amostras retangulares ou cilíndricas. Posicionadas entre os platôs da máquina universal de ensaios, serão submetidas a uma taxa de compressão constante de 1.3mm/min, como na Fotografia 14 .



Fotografia 14 Ensaio de resistência à compressão

3.3.4 Índice de fluidez (ASTM D 1238) (Índice de fluidez à 190°C e 2.16kg, condição E)

- Equipamento: Plastômetro (Fotografia 15)
Marca: Tinius Olsen
Modelo: MP993a
- Metodologia: Controlar a qualidade do polímero por taxa de fluidez em g/10min. Funde-se o polímero a temperatura padronizada e aplica-se peso sobre o material, de modo a se medir a quantidade de material vazado a uma determinada temperatura (Fotografia 16).



Fotografia 15 Plastômetro Ensaio de Índice de Fluidez

A temperatura é de 235°C, conforme norma ASTM D1238, e verificado em Tabela valores padronizados de massa; o material colhido a cada 30s de vazão, com formas irregulares e é medido em balança digital.



Fotografia 16 Recolhimento do material

3.3.5 Ensaio de resistência ao impacto Izod (ASTM D 256)

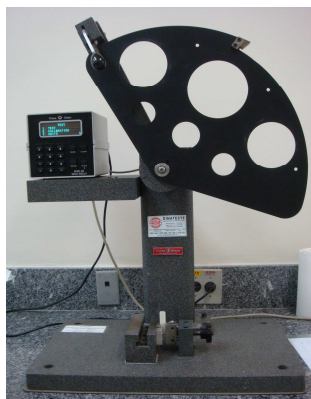
- Equipamento: Equipamento de impacto (Fotografia 17)
Marca: Tinius Olsen
Modelo: 892
- Metodologia: Um corpo de prova é submetido à quebra por impacto. Um pêndulo é solto à uma altura determinada e impacta sobre o material. A característica mecânica do corpo de prova é verificado com a energia cinética perdida durante o ensaio, que será igual à absorvida pelo corpo de prova. A Tabela 8 descreve diversos tipos de testes de impacto.

O método utilizado foi o IZOD (Desenho 16), segundo corpos de prova de acordo com a ASTM D256.



Desenho 8 Corpo de prova IZOD

(fonte: <http://www.ides.com>)



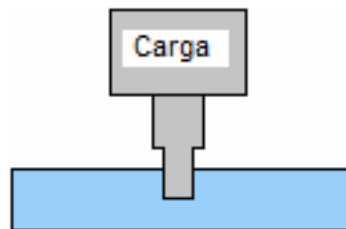
Fotografia 17 Equipamento Tinius Olsen modelo 892

Tabela 8 Testes e Modelos de Ensaio de Impacto (fonte: <http://www.ides.com>)

Método	Nome	Descrição do Teste	Diagrama
A	Impacto modelo IZOD	CP é preso na vertical e é quebrado pelo pêndulo. O impacto ocorre no lado do vinco do CP	
B	Impacto modelo CHARPY	CP é preso pelas extremidades e é quebrado pelo lado oposto ao vinco. Esse ensaio não é vinculado à ASTM D256, porém é reportado como tal.	
C	Impacto estimado Modelo IZOD	Idem ao método A. Exceto pela energia requerida para a quebra do CP é inclusa no cálculo da energia total.	
D	Teste de Sensibilidade do raio do nó	Indica a sensibilidade do nó. Calculado usando: $b = (E_2 - E_1) / (R_2 - R_1)$, onde E_1 e E_2 são a energia para a quebra de vincos de raios menores e maiores, R_1 e R_2 e são os raios menores e maiores. Unidade em J/m/mm	
E	Impacto Modelo IZOD reverso	Idem ao método A, exceto pela disposição do CP no ensaio. O impacto é feito no lado oposto ao vinco	
	Impacto Modelo IZOD sem vinco	Idem ao método A, exceto pelo CP não possuir vinco. Esse método é descrito no ASTM D4812, porém é comum ser reportado pelo ASTM D256	

3.3.6 Ensaio de temperatura de amolecimento Vicat (ASTM D 1525)

- Equipamento: Dinateste
Marca: Tinius Olsen
Modelo: HD94/398
- Metodologia: Submeter o corpo de prova até uma determinada temperatura que permita a penetração de uma agulha a 1mm de profundidade do material (Desenho 9). A carga e a taxa de calor são especificadas. A temperatura vicat pode ser usada para comparar a temperatura de penetração, características de diferentes materiais.



Desenho 9 Carga de penetração Ensaio Vicat

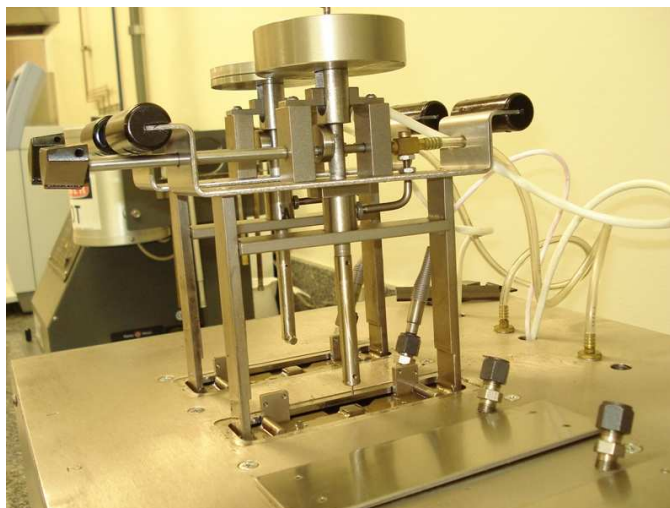
(fonte: <http://www.ides.com>)

Nas Fotografias 18 e 19, podemos verificar a máquina Dinateste para o ensaio vicat.

Para o nylon 6,12 e suas proporções foram utilizados a faixa de temperatura de 50°C a 230°C , e 9N como carga.



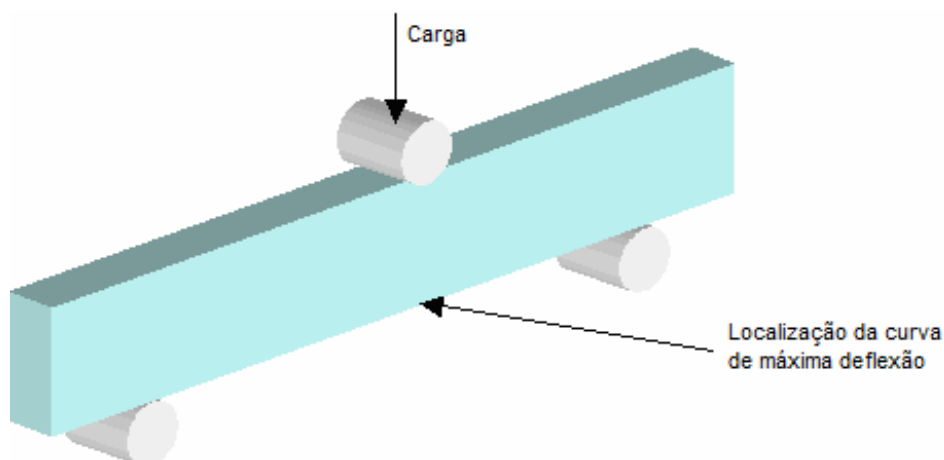
Fotografia 18 Ensaio Vicat



Fotografia 19 Ensaio Vicat

3.3.7 Ensaio de deflexão térmica HDT (ASTM D 648)

- Equipamento: Dinateste
Marca: Tinius Olsen
Modelo: HD94/398
- Metodologia: Submeter um corpo de prova preso em suas pontas à temperatura que determine uma deflexão de 0,25mm, com uma carga pré-estabelecida (no Desenho 10, aplicada em sua espessura, ou seja, HDT (*heat deflection temperature*). A carga externa utilizada para o teste podem ser: 0.455 MPa (66 psi) e 1.82 MPa (264 psi). A temperatura aumenta à taxa de 2 °C até que o corpo de prova apresente a deflexão esperada. A temperatura de deflexão é utilizada para determinar a resistência térmica do material.



Desenho 10 Carga de deflexão ensaio HDT

(fonte: <http://www.ides.com>)

Na Fotografia 20, a máquina de ensaio HDT pode ser a mesma do Vicat, e os ensaios podem ser feitos simultaneamente.



Fotografia 20 Ensaio HDT

3.3.8 Ensaio de dureza SHORE (ASTM D 2240)

- Equipamento: Durômetro (Fotografia 21)
Marca: Mitutoyo
Modelo: Hardmatic
- Metodologia: A medição da dureza é utilizada para determinar a dureza relativa de materiais leves, comumente plásticos ou borracha. O teste consiste na penetração de uma ponta rígida no material sob condições de força e tempo. A unidade de medida é o Shore A para materiais mais macios e Shore D mais rígidos.



Fotografia 21 Ensaio de dureza Shore D

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Fotografia 22 apresenta o gel de pseudoboemita obtida em escala laboratorial. Sua textura é bem dispersante ao atrito, devido à sua nanoestrutura. Têm elevada área específica, que facilita a adesão ao polímero quando misturados.



Fotografia 22 Gel de Pseudoboemita em escala de bancada

4.1 EXTRUSÃO DO NYLON COM A PSEUDOBOEMITA

A Fotografia 23 apresenta o início da precipitação, nota-se a formação de grumos de pseudoboemita, que se aglomeram no béquer de maneira empilhada.

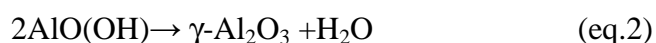
Notou-se, pela diminuição das temperaturas que, a cada proporção de pseudoboemita aplicada, a processabilidade do nylon pôde ser realizada em uma temperatura mais baixa. Vide Tabela 4.



Fotografia 23 Grupos de pseudoboemita

4.2 ANÁLISES TÉRMICAS DA PSEUDOBOEMITA SINTETIZADA

Os Gráficos 1 e 2 apresentam a DSC e a TG respectivamente para a amostra sintetizada. A curva típica da calorimetria exploratória diferencial para a pseudoboemita mostra um pico endotérmico em torno de 100° C, devido à vaporização da água. Um pico exotérmico em torno de 300° C devido ao início da decomposição do PVAL. Na análise DSC o pico endotérmico em torno de 300°C é devido a reação de transformação da pseudoboemita em γ -alumina segundo a reação (eq.2) (NAN, 2001).



A decomposição da PVAL e a transformação da pseudoboemita em γ -alumina em faixas de temperaturas próximas, resultam em picos complexos nesta faixa de temperatura. Os dados das análises térmicas são semelhantes aos dados publicados anteriormente na literatura por Almeida Filho e outros (ALMEIDA FILHO, 1999)

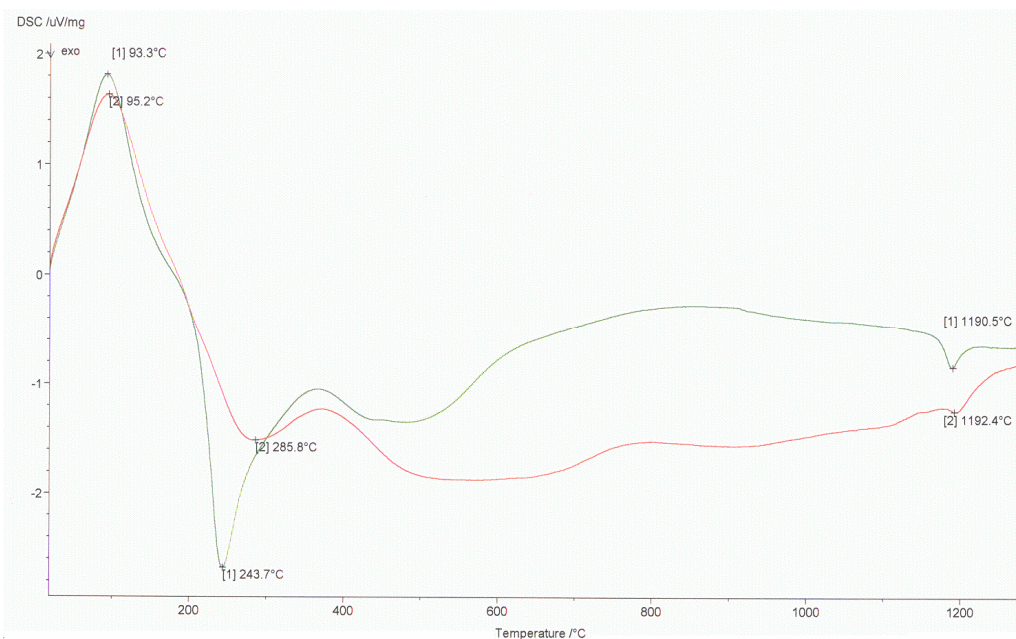


Gráfico 1 DSC da amostra da pseudoboemita. linha vermelha (nitrogênio); linha verde (ar sintético).

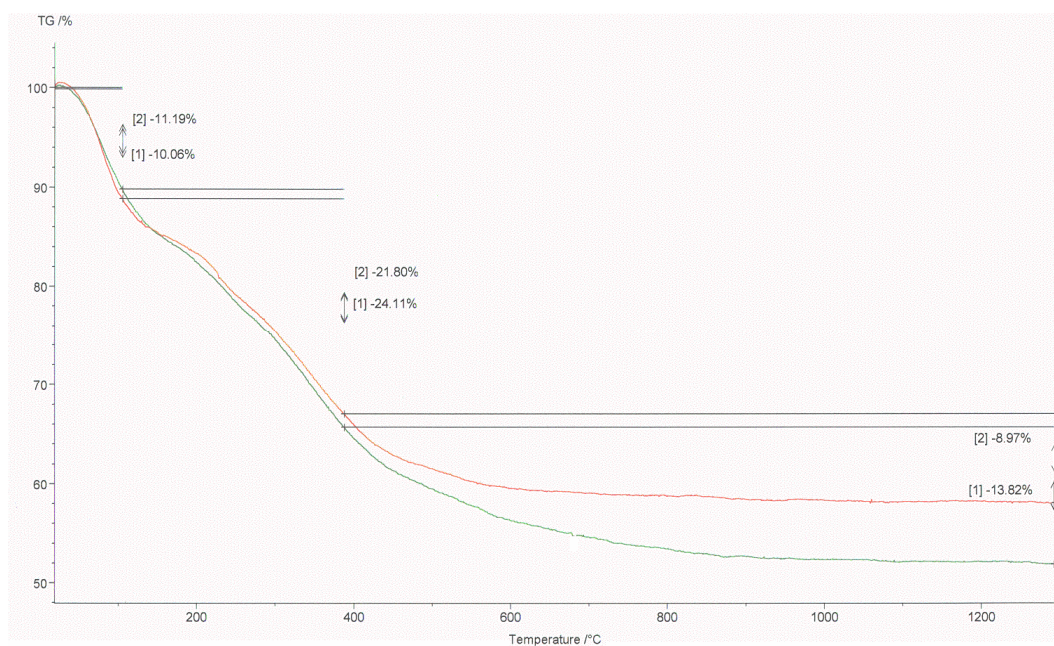


Gráfico 2 TG da amostra da pseudoboemita; linha verde (nitrogênio); linha vermelha (ar sintético)

A aproximadamente 1200° C, observa-se um pico atribuído a transformação da penúltima fase metaestável da alumina em α -alumina. A análise termogravimétrica, no Gráfico 2, mostra as perdas de massa correspondentes a perda de água e a formação das diferentes fases da alumina. Os resultados obtidos são muito semelhantes aos publicados por Almeida Filho et al. (ALMEIDA FILHO, 1999). Comparando as análises DSC, observa-se que as

transformações endo e exotérmicas para as análises realizadas com fluxo de nitrogênio ocorreram em temperaturas mais elevadas que as análises realizadas com fluxo de ar sintético.

4.3 ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO

Para a amostra não calcinada, foi observado a 980-1020 cm^{-1} o pico característico da ligação alumínio-oxigênio (Gráfico 3). Nas amostras calcinadas a 500° C, observa-se uma banda a 1650 cm^{-1} devido à presença de água. Este dado é coerente com o dado publicado na literatura (PACENSKA, 2005)

Nas amostras calcinadas a 1100° C não é observada a presença de água.

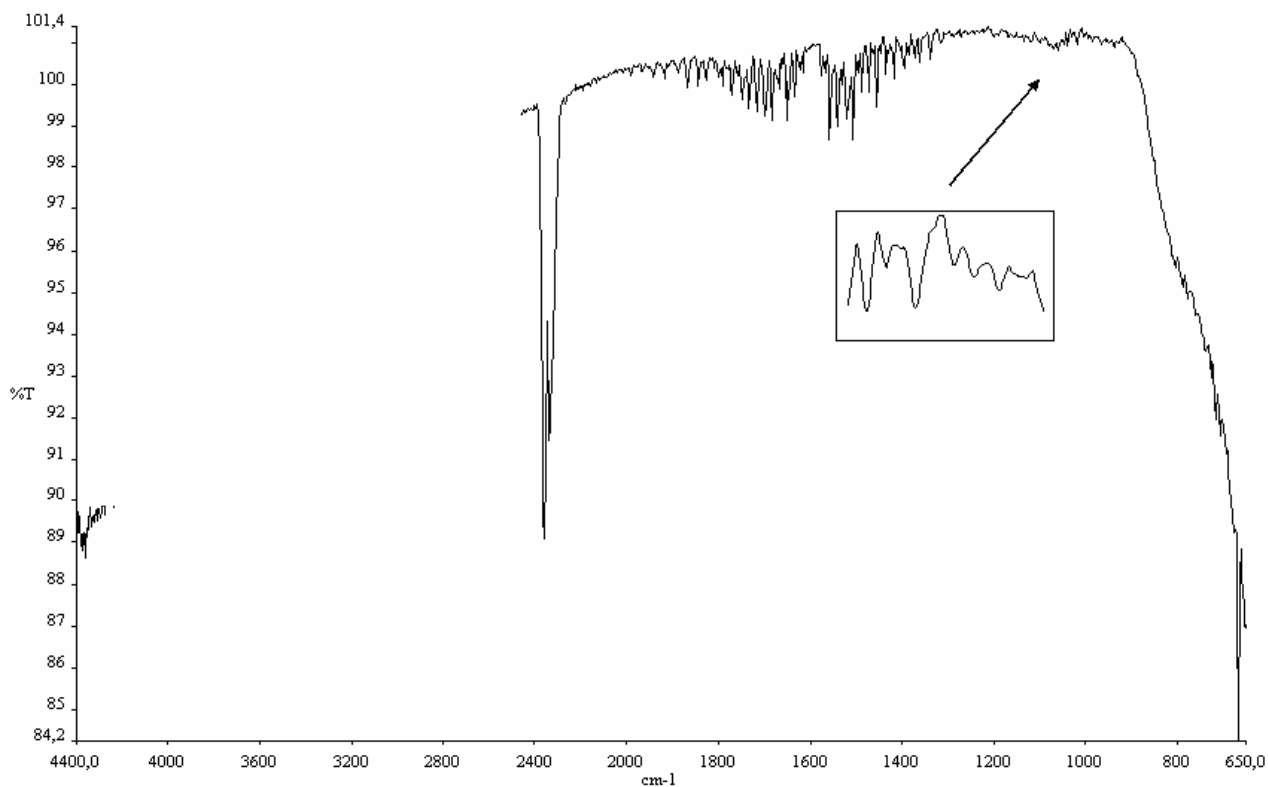


Gráfico 3 Espectroscopia de absorção na região do infravermelho

4.4 ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA

A análises qualitativa e quantitativa dos metais mostrou a presença somente de Alumínio.

Esta análise foi realizada para confirmar a pureza dos reagentes (P.A.) utilizados na síntese da pseudoboemita.

Essa dissertação trata principalmente da utilização do sol-gel da pseudoboemita para a obtenção de um nanocompósito com nylon 6,12. Mais dados sobre a caracterização da pseudoboemita podem ser encontrados nos artigos publicados pelo grupo de pesquisa do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Presbiteriana Mackenzie (MUNHOZ, 2006; CARRIÓ, 2007)

4.5 ANÁLISES TÉRMICAS DO NANOCOMPÓSITO

Na Fotografia 24, temos os *pellets* de nylon 6.12 puros de cor branca sem processamento.



Fotografia 24 Pellet Nylon 6,12 Puro

Analisando visualmente os *pellets* formados, constatou-se também fibras orientadas nas quebras dos *pellets*, nas proporções de 3% e 5%, indicando possível fragilidade do material e irregularidade do corte (Fotografias 25,26 e 27)



Fotografia 25 Nylon 6,12 + 1% Pseudoboemita em massa



Fotografia 26 Nylon 6,12 + 3% Pseudoboemita em massa



Fotografia 27 Nylon 6,12 + 5% Pseudoboemita em massa

4.5.1 Análises térmicas dos compósitos (DSC e TG)

Os nanocompósitos ne nylon com 1%, 3% e 5% de pseudoboemita foram submetidos aos ensaios de calorimetria exploratória diferencial (DSC) e análise termogravimétrica (TG).

Com o ensaio podemos avaliar a temperatura em que se inicia a fusão do material (TM= Melt Temperature, temperatura de fusão), e o início de sua degradação, até por fim a perda de massa por exposição à temperatura.

No Gráfico 4, observamos que o nylon puro inicia a sua fusão à temperatura de 218,0 °C, em um pico endotérmico. Comparando com dados do data-sheet da Degussa Evonik, verificamos que o valor obtido está próximo dos valores do catálogo (140°C a 220°C). O nylon com 1% de pseudoboemita, à 220,6°C; ao passo que o nylon com 3% inicia seu processo de fusão à temperatura de 215.5°C. Por fim, o nylon contendo 5% de pseudoboemita, funde-se à 215.2°C.

Na faixa de 400°C a 440°C, todas as amostras apresentaram picos exotérmicos, o que significam que iniciaram o processo de degradação do material. O que concordou com a análise termogravimétrica, onde o gráfico inicia a sua curva descendente.

Notou-se que durante o processamento, a adição de pseudoboemita reduziu a temperatura de extrusão do compósito (Tabela 4) . Este fato relacionou-se, provavelmente com a redução da temperatura de fusão do compósito (Gráfico 4)

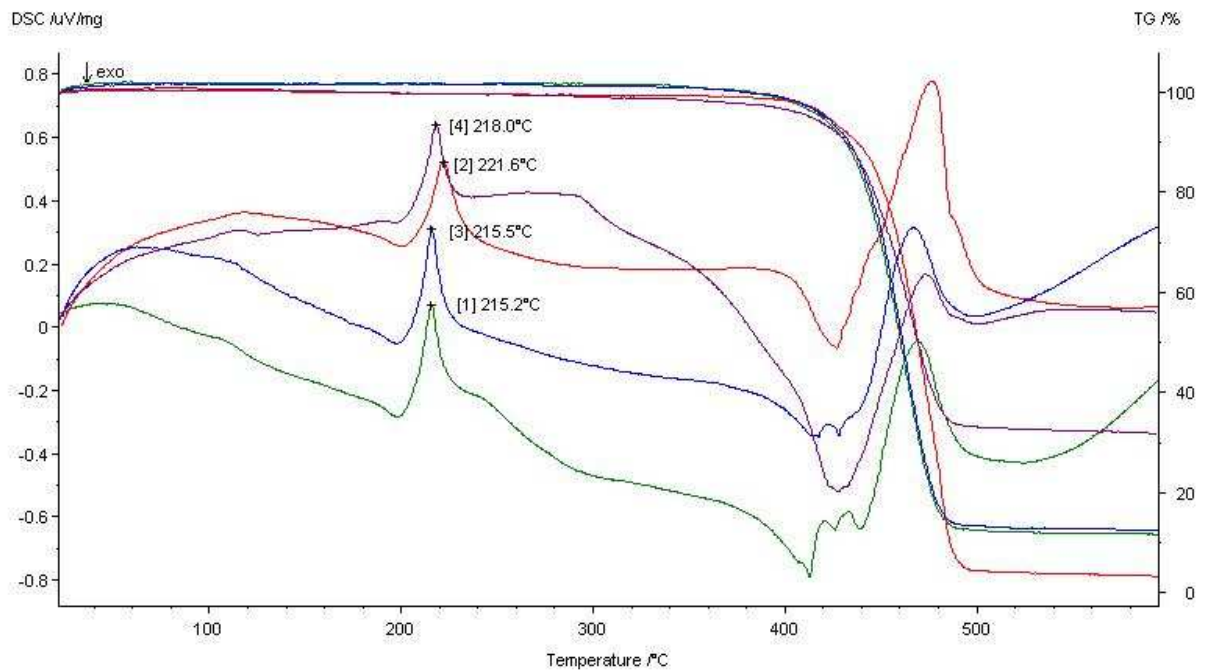


Gráfico 4 DSC/DTA Nanocompósitos Nylon 6,12 + Pseudoboemita

- Nylon 6,12 Puro
- Nylon 6,12 + 1% PB
- Nylon 6,12 + 3% PB
- Nylon 6,12 + 5% PB

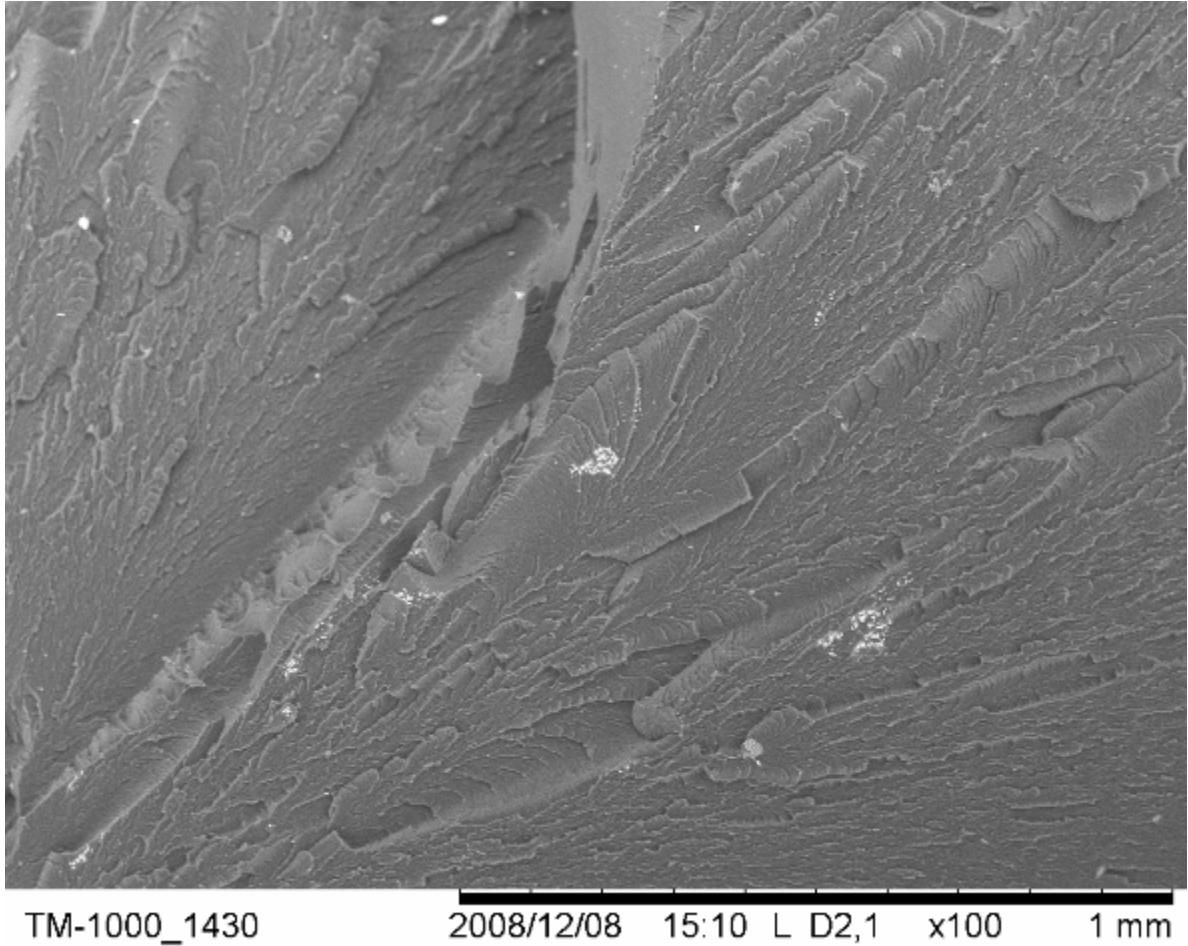
4.5.2 Microscopia eletrônica de varredura

Para o detector de elétrons retroespalhados, os pontos mais brilhantes (iluminados) são caracterizados por regiões com materiais que apresentam massa molar maior.

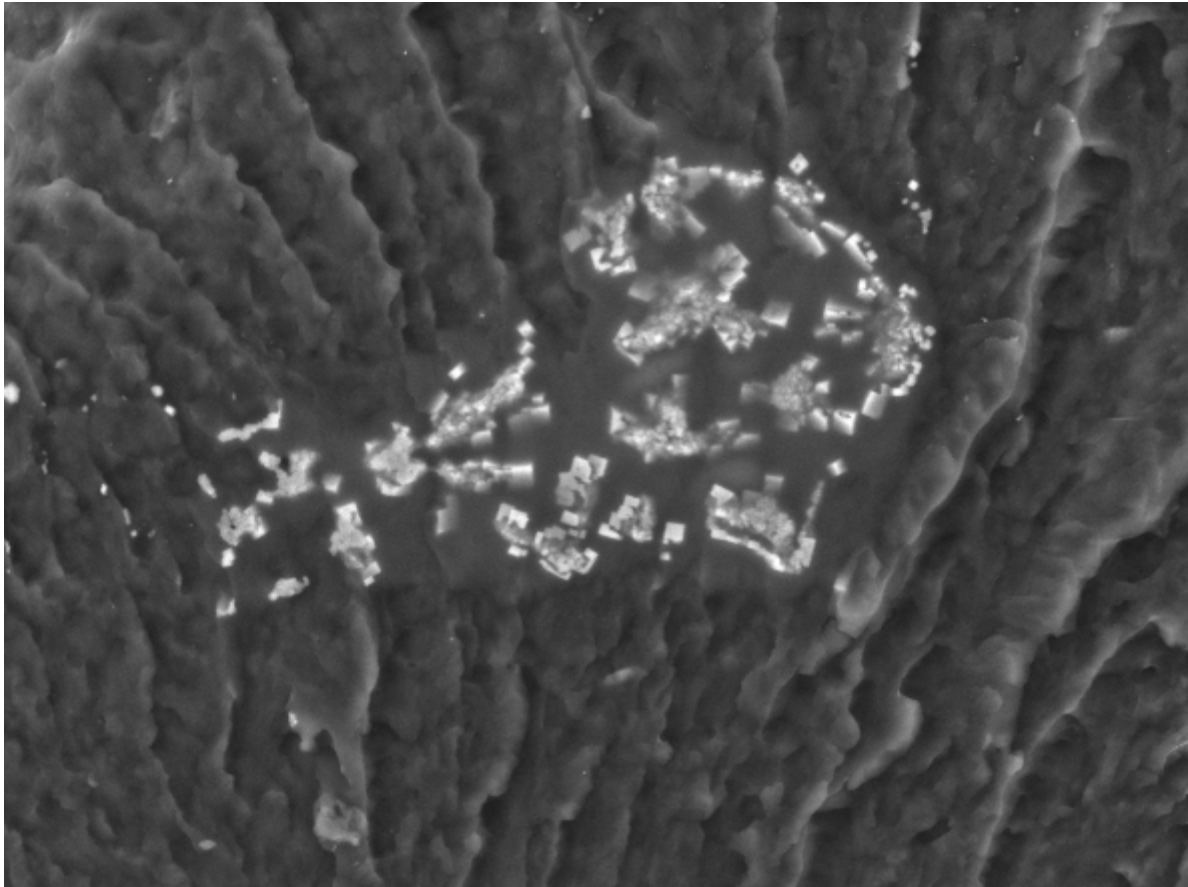
As Micrografias 1 e 2, representam a mistura Nylon com 1% de pseudoboemita, sendo que as partes brancas visíveis indicam que a pseudoboemita não foi bem dispersa ao polímero, talvez por não estar em escala nanométrica como suposição.

As Micrografias 3 e 4, que representam a proporção de 3% são mais visíveis a pouca dissolução da pseudoboemita ao polímero, devido ao tamanho dos pontos brancos.

Nas Micrografias 5 e 6, correspondem à proporção de 5%.



Micrografia 1 Nylon 6,12 + 1% pseudoboemita em massa – Resolução 100x



TM-1000_1431

2008/12/08

15:14

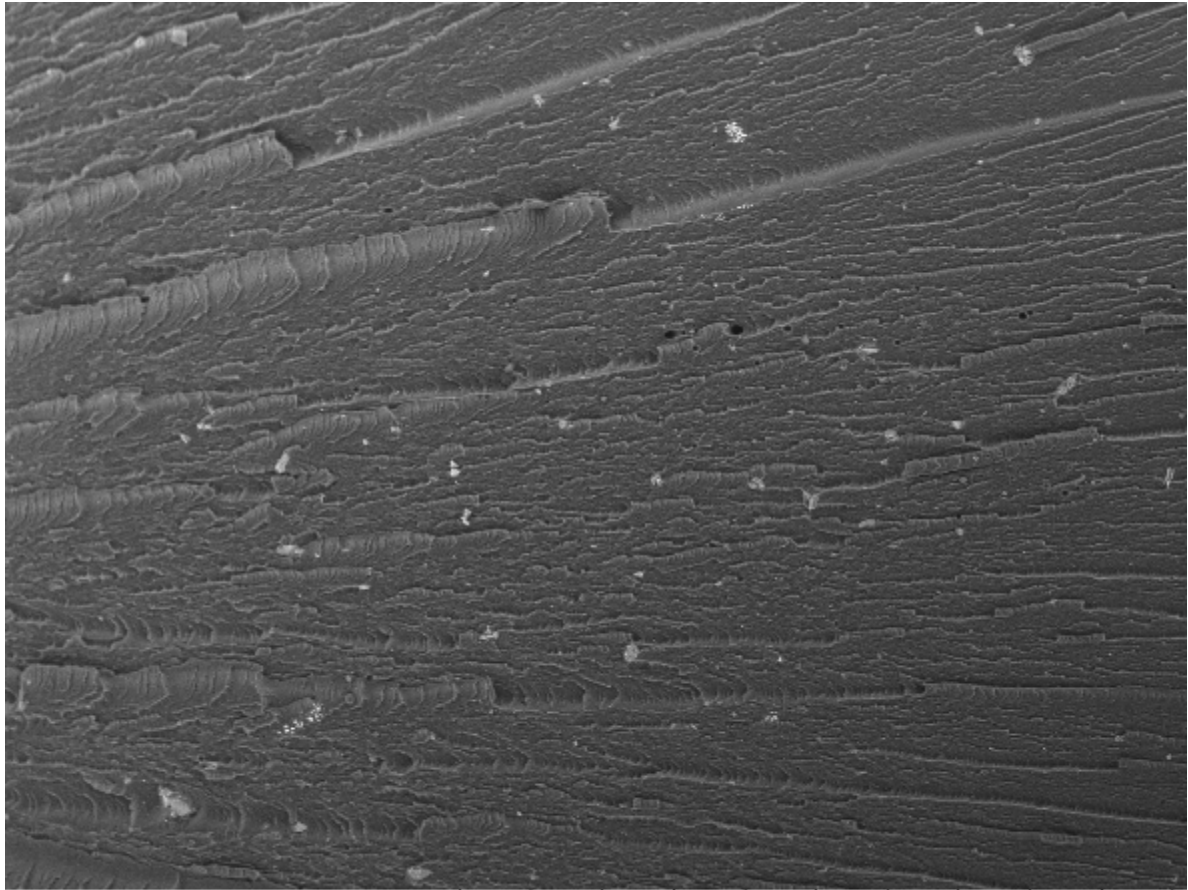
L

D2,1

x1,5k

50 um

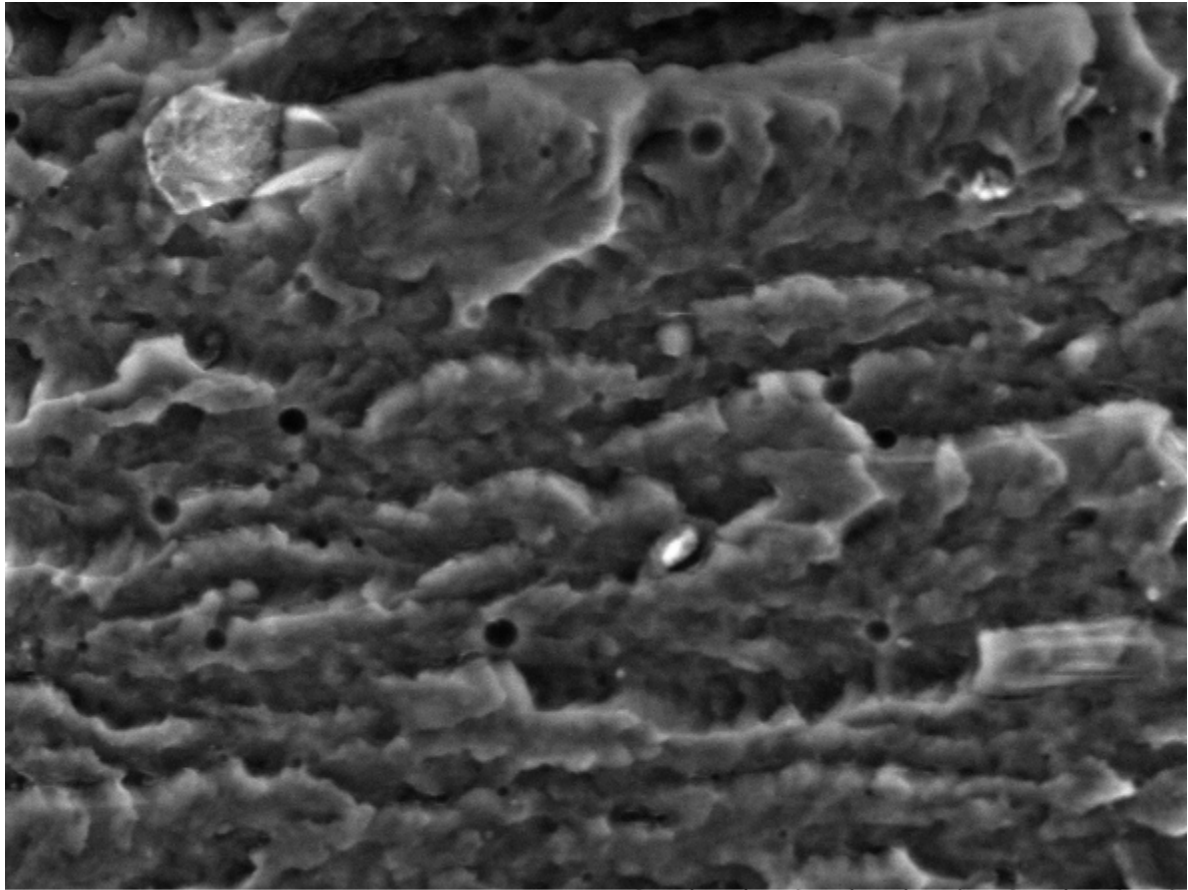
Micrografia 2 Nylon 6,12 + 1% pseudoboemita em massa – Resolução 1500x



TM-1000_1432

2008/12/08 15:30 L D2,0 x100 1 mm

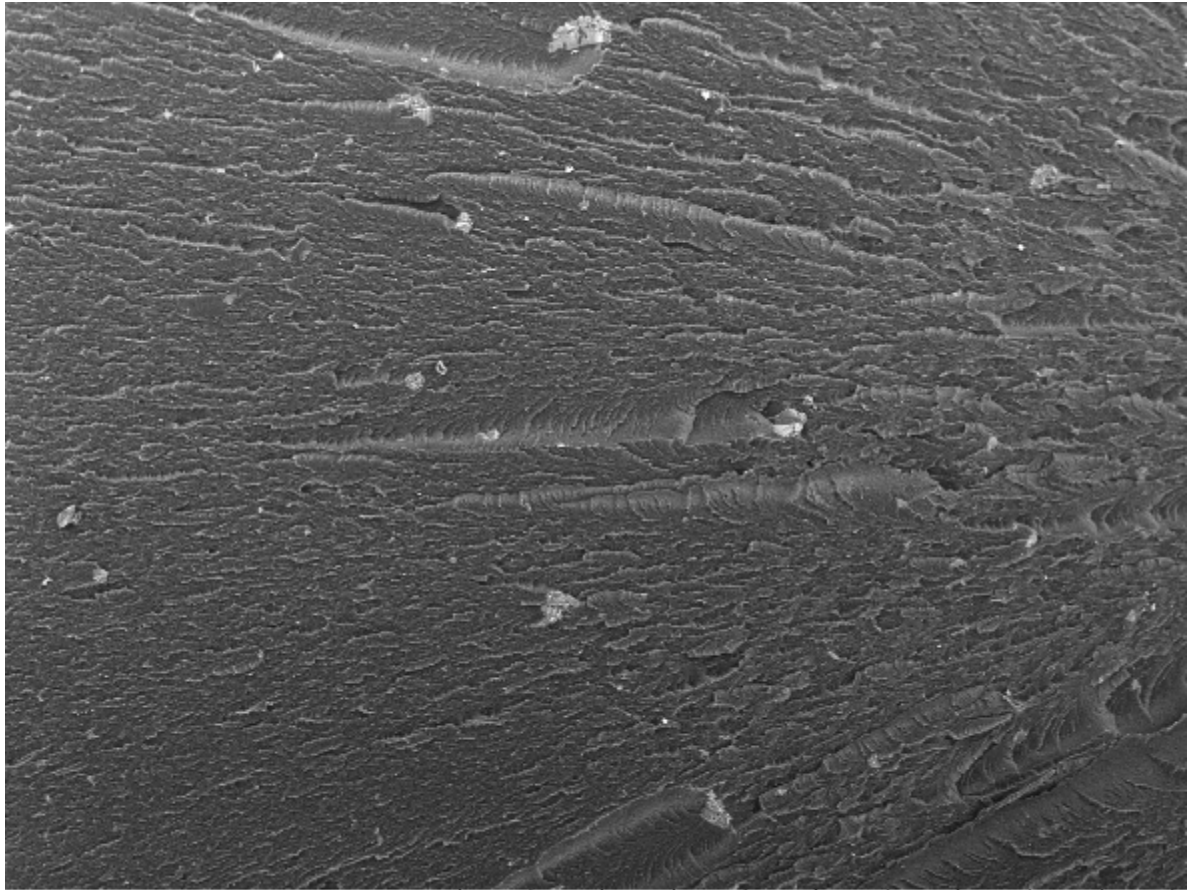
Micrografia 3 Nylon 6,12 + 3% pseudoboemita em massa – Resolução 100x



TM-1000_1433

2008/12/08 15:32 L D2,0 x1,5k 50 um

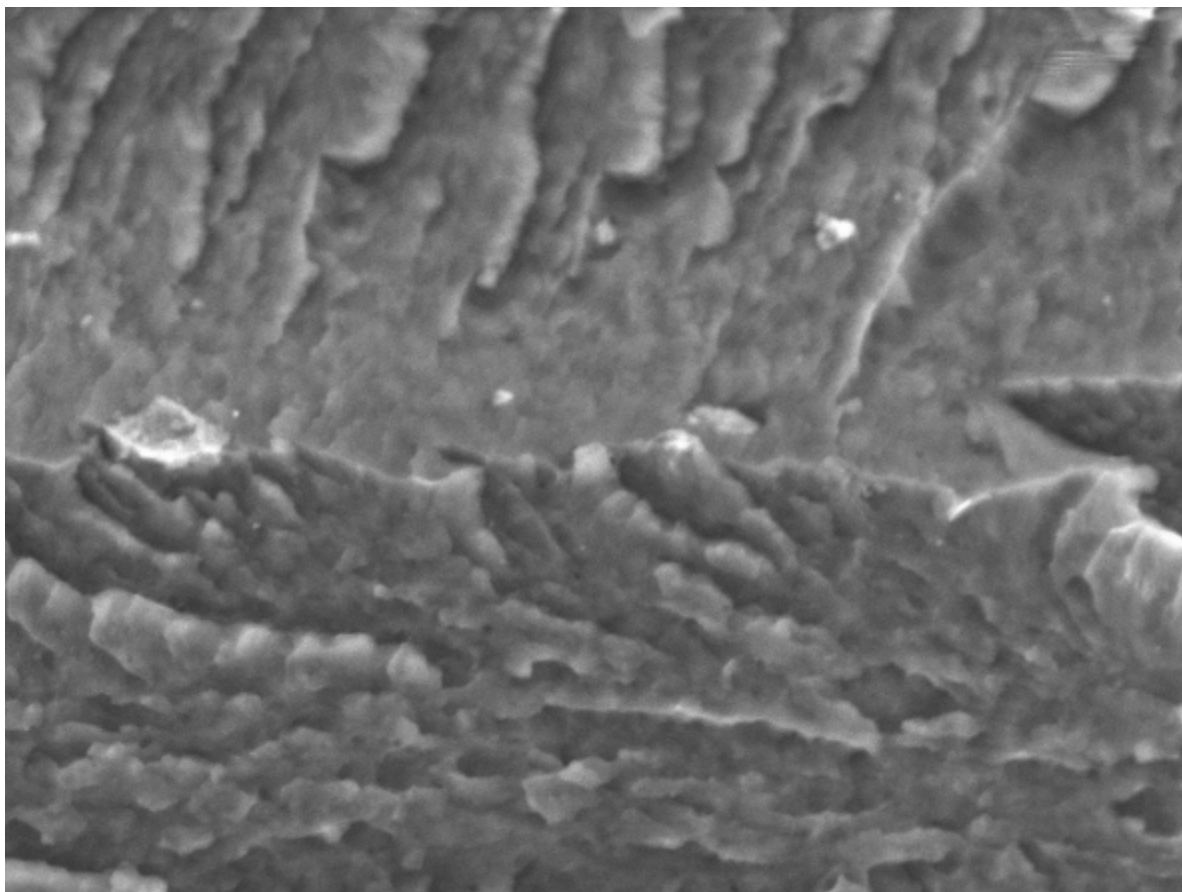
Micrografia 4 Nylon 6,12 + 3% pseudoboemita em massa – Resolução 1500x



TM-1000_1438

2008/12/08 16:08 L D1,9 x100 1 mm

Micrografia 5 Nylon 6,12 + 5% pseudoboemita em massa – Resolução 100x



TM-1000_1437

2008/12/08 16:06 L D1,9 x1,5k 50 um

Micrografia 6 Nylon 6,12 +5% pseudoboemita em massa – Resolução 1500x

4.6 ANÁLISES DAS CARACTERÍSTICAS MECÂNICAS DO NANOCOMPÓSITO

4.6.1 Ensaio de resistência à flexão em 3 pontos (ASTM D 790)

A Tabela 9 apresenta os resultados dos ensaios de flexão em 3 pontos e os Gráficos 5, 6 e 7 apresentam a comparação entre as proporções de pseudoboemita adicionada ao nylon 6,12 com o nylon 6,12 puro, quanto suas características mecânicas.

Tabela 9 Valores médios obtidos pelo ensaio de flexão de 3 pontos

	NYLON PURO		NYLON + 1% PB		NYLON + 3% PB		NYLON + 5% PB		Unidade
	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio	
Espessura	12,80	0,08	12,75	0,11	12,80	0,08	12,84	0,08	mm
Largura	6,13	0,06	5,99	0,06	6,02	0,07	6,11	0,11	mm
Carga máxima no pico	200,89	11,86	190,70	7,03	200,98	7,87	206,27	19,14	N
Resistência de curvatura	62,58	2,32	62,50	1,50	64,96	1,90	64,61	4,15	MPa
Deformação até a carga max	13,50	0,17	13,37	0,78	13,76	0,14	12,87	1,64	mm
Momento de ruptura	6,43	0,41	6,08	0,25	6,43	0,28	6,61	0,42	kN

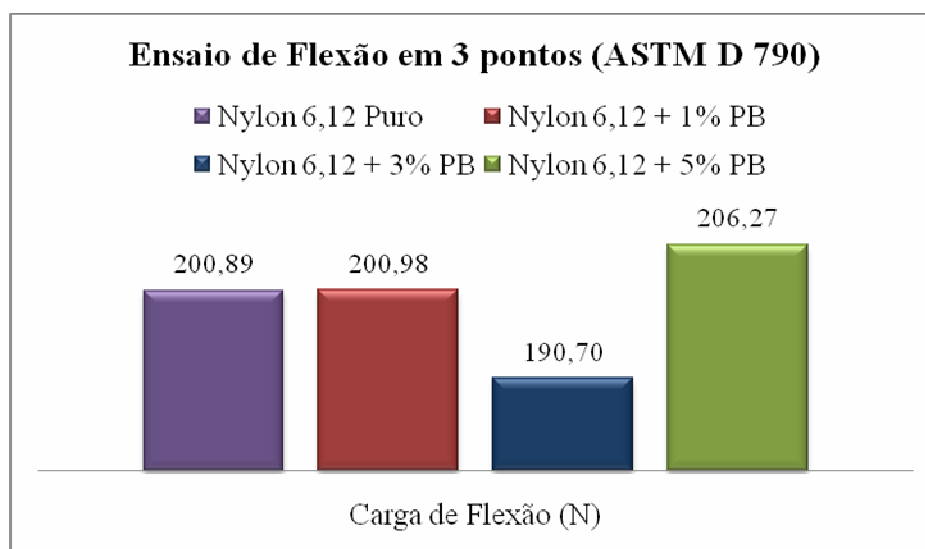


Gráfico 5 Comparação entre a carga de flexão máxima

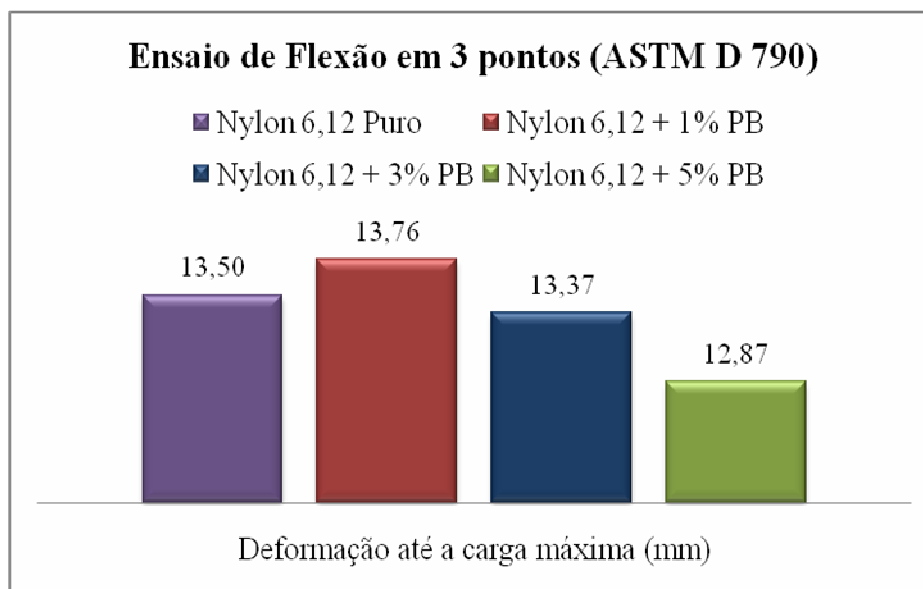


Gráfico 6 Comparação entre a deformação até carga máxima

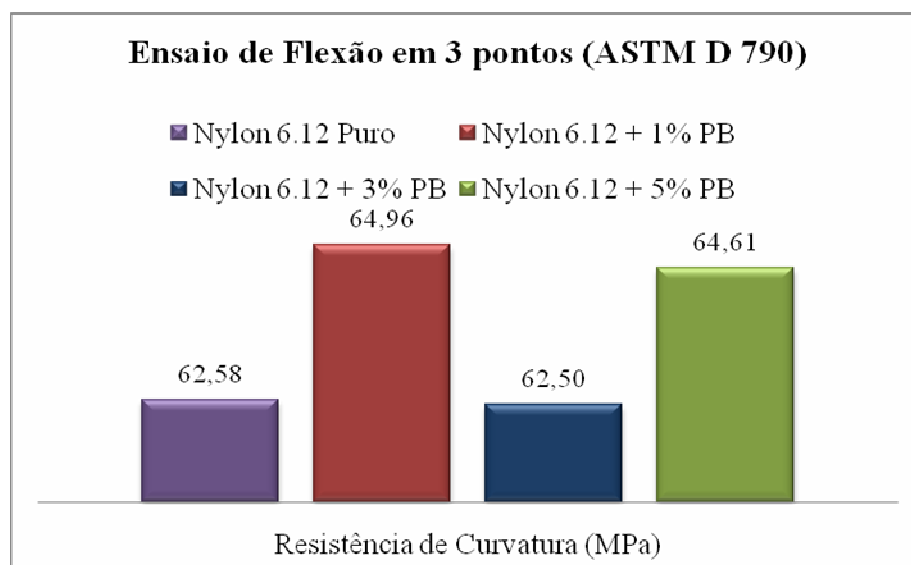


Gráfico 7 Comparação entre a resistência de curvatura

Por todas as medições feitas e listadas na Tabela 9 e valores extraídos dos Gráficos 5,6 e 7, analisamos e concluímos que:

- Pelos Gráfico 5,6 e 7, a proporção de 1% de pseudoboemita apresentou mais resistência à flexão, uma melhora de 3,8% em relação ao nylon 6,12 puro.
- O acréscimo da proporção de pseudoboemita, segundo os Gráficos 5 e 7, sugeriram que a proporção de 3% e 5% de pseudoboemita em massa misturada ao nylon 6,12 fragilizaram o material, perdendo a propriedade resiliente do nylon, diminuindo a capacidade de absorver carga.

4.6.2 Ensaio de resistência à tração (ASTM D 638)

A Tabela 10 apresenta os resultados dos ensaios de resistência à tração, e os Gráficos 8 e 9 apresentam a comparação entre as proporções de pseudoboemita adicionada ao nylon 6,12 com o nylon 6,12 puro, quanto suas características mecânicas.

Tabela 10 Valores médios obtidos pelo ensaio de tração

	NYLON PURO		NYLON + 1% PB		NYLON + 3% PB		NYLON + 5% PB		unidade
	Média	desvio	Média	desvio	Média	desvio	Média	desvio	
Espessura do CP	3,39	0,11	3,32	0,09	3,23	0,03	3,29	0,11	mm
Largura do CP	13,39	0,03	13,45	0,16	13,31	0,09	13,32	0,09	mm
Area	45,07	1,34	44,69	1,12	43,05	0,49	43,84	1,69	mm ²
Modulo	1023,43	90,22	1011,69	152,76	1115,09	152,70	1206,45	156,69	MPa
Tens_ Escoam.	22,30	4,08	22,54	8,68	21,78	5,58	14,92	2,48	MPa
Carga Maxima	2482,16	180,32	2441,40	232,25	1480,61	226,68	1191,17	108,44	N
Tens_ Maxima	54,69	3,26	54,64	5,06	34,40	5,28	27,21	2,75	MPa
Derform Final	40,79		17,75	-	3,82	0,58	2,93	-	%

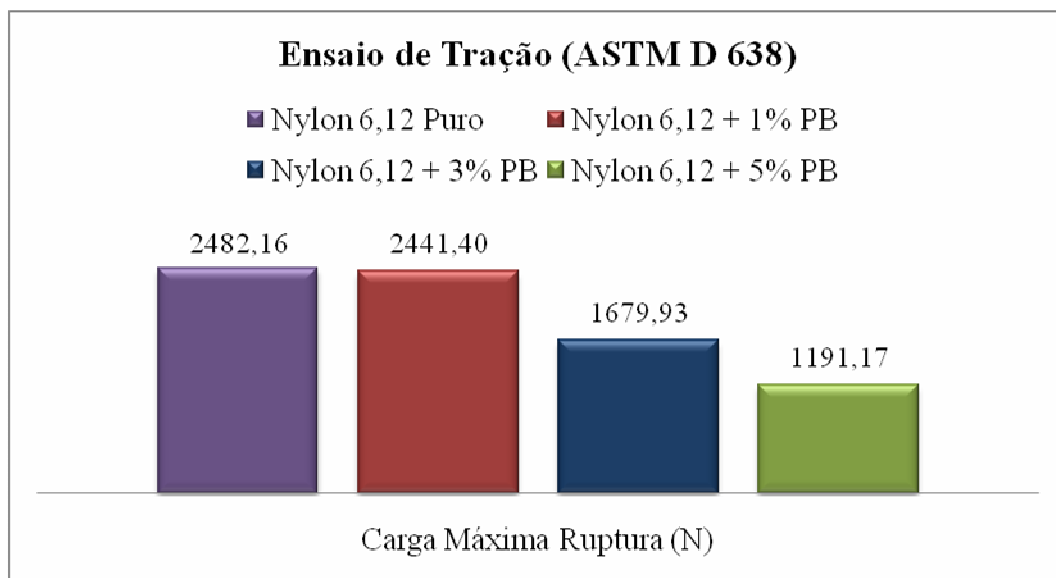


Gráfico 8 Comparação entre a carga de ruptura (Máxima)

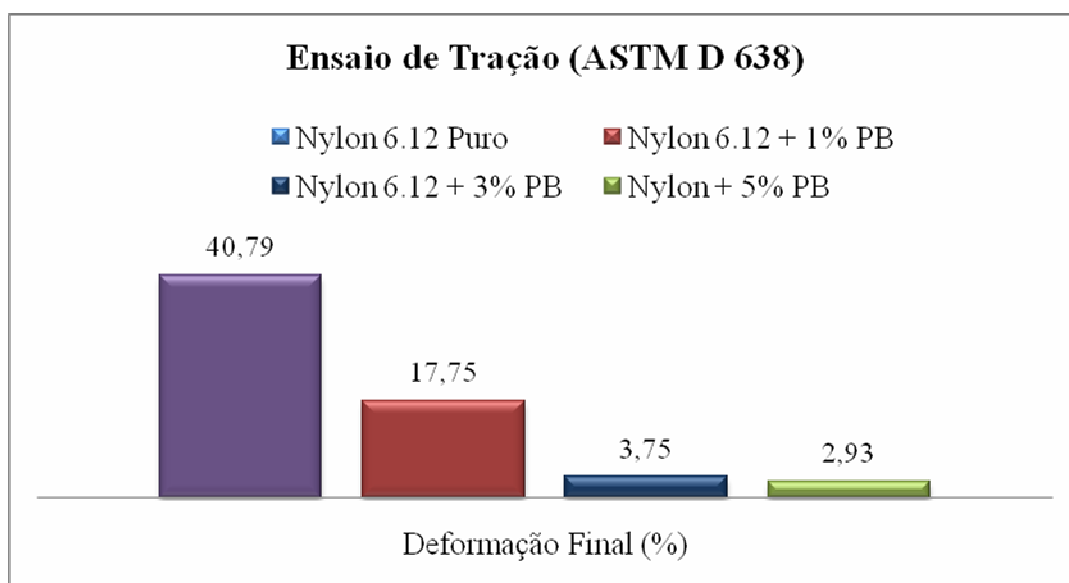


Gráfico 9 Comparação entre a deformação entre as proporções

Por todos as medições feitas e valores extraídos da Tabela 10 e dos Gráficos 8 e 9, analisamos e concluímos que:

- A medida em que se aumenta a proporção de pseudoboemita ao nylon, a solicitação de carga até a ruptura do material diminui, visto no Gráfico 8 .
- O Nylon 6.12 puro apresentou uma deformação plástica considerável, e apresentou um empescoamento antes de partir. A ductilidade do material caiu mais de 43 % ao se aumentar as proporções de pseudoboemita ao polímero, como podemos observar no Gráfico 9.

- A Fotografia 28 mostra a deformação pelo estiramento do nylon 6,12 puro. Notou-se a formação de um empescoamento na região onde houve a quebra.



Fotografia 28 Ensaio de tração em nylon 6,12 puro

- Na Fotografia 29, observamos o tipo de trinca na quebra do material com 1% de pseudoboemita. Praticamente não houve estiramento do material e a trinca foi do tipo frágil.



Fotografia 29 Ensaio de tração

4.6.3 Ensaio de compressão (ASTM D 695)

A Tabela 11 apresenta os resultados dos ensaios de resistência à compressão, e o Gráfico 10 apresenta a comparação entre as proporções de pseudoboemita adicionada ao nylon 6,12 com o nylon 6,12 puro, quanto suas características mecânicas.

Tabela 11 Valores médios obtidos pelo ensaio de compressão

	NYLON PURO		NYLON + 1% PB		NYLON + 3% PB		NYLON + 5% PB		unidade
	Média	desvio	Média	desvio	Média	desvio	Média	desvio	
Espessura	5,99	0,64	6,46	0,34	6,31	0,42	6,14	0,29	mm
Largura	6,57	0,49	6,24	0,30	6,18	0,29	6,23	0,41	mm
Carga máxima	1822,71	252,73	1912,00	280,94	1835,67	221,75	1707,00	348,31	N
Tensão máxima	4,64	4,99	47,31	5,40	47,09	4,56	44,46	6,95	MPa
Módulo	2237,77	159,02	2017,12	358,64	2200,89	261,79	2235,15	309,41	MPa

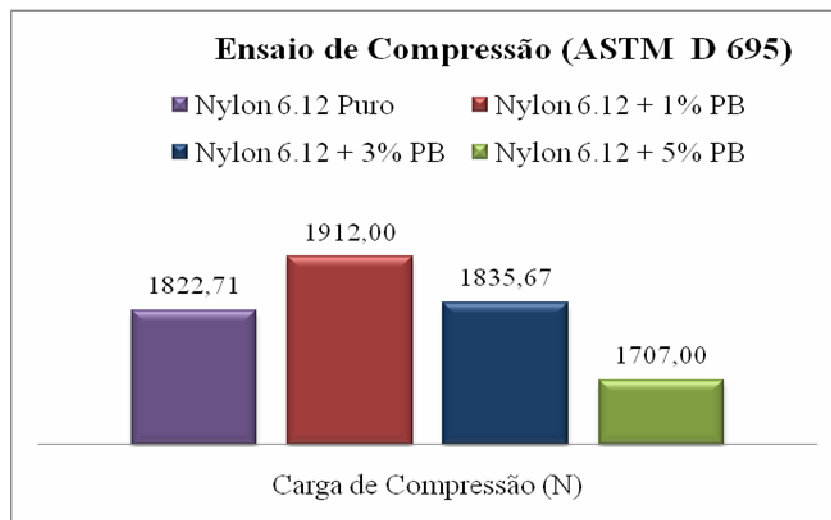


Gráfico 10 Comparação entre a carga de compressão até deformação máxima

Pelos ensaios, valores obtidos (Tabela 11, Gráfico 10), analisamos e concluímos que:

- A adição de 1 % de pseudoboemita em massa de nylon 6,12 foi o que apresentou melhora quanto á característica mecânica de resistência à compressão.
- A adição de mais proporção da pseudoboemita tendeu-se à não afetar e a diminuir a resistência à compressão.

4.6.4 Índice de fluidez (ASTM D 1238) (Índice de fluidez à 235°C e 1.0kg, condição Q)

A Tabela 12 apresenta os resultados dos ensaios de índice de fluidez e o Gráfico 11 apresenta a comparação entre as proporções de pseudoboemita adicionada ao nylon 6,12 com o nylon 6,12 puro, quanto suas características mecânicas.

Tabela 12 Valores médios obtidos pelo ensaio de índice de fluidez

NYLON PURO		NYLON + 1% PB		NYLON + 3% PB		NYLON + 5% PB		Unidade
Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio	
15,83	0,88	21,10	2,25	30,56	3,69	31,18	2,40	g/10min

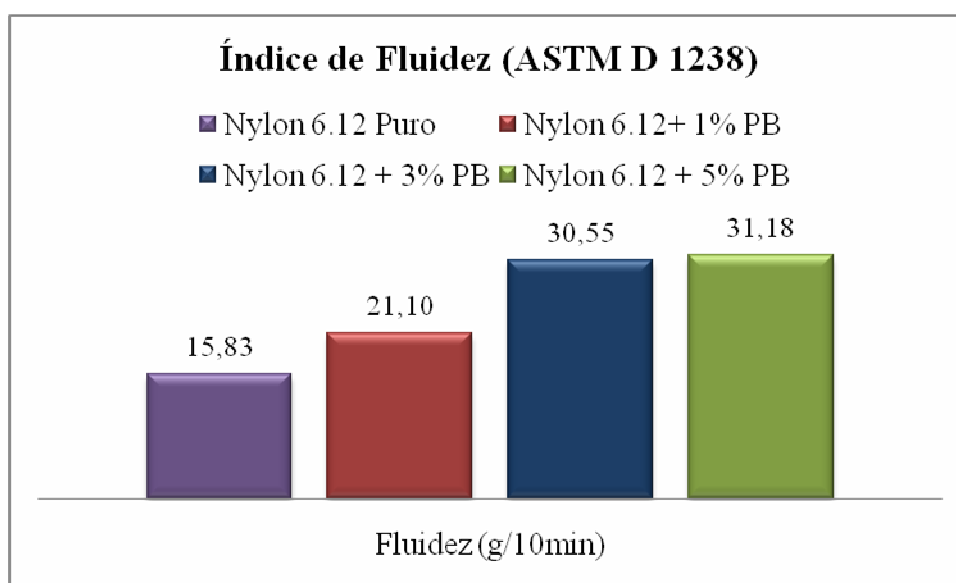


Gráfico 11 Comparação entre a fluidez entre as proporções

Pelos valores obtidos, segundo norma ASTM D1238 (Tabela 12, Gráfico 11), analisamos e concluímos que:

- A adição de proporções de pseudoboemita podem melhorar a fluência do nylon 6,12.
- Esse dado também é comprovado pelas temperaturas de processamento na extrusora (Tabela 4), que quanto maior foi a proporção de pseudoboemita adicionada processada, menor foi a temperatura indicada no equipamento.

4.6.5 Ensaio de resistência ao impacto Izod (ASTM D 256)

A Tabela 13 apresenta os resultados dos ensaios de resistência ao impacto e o Gráfico 12 apresenta a comparação entre as proporções, quanto suas características mecânicas.

Tabela 13 Valores médios obtidos pelo ensaio de impacto

		NYLON		NYLON		NYLON		Unidade
NYLON PURO		+		+		+		
		1% PB		3% PB		5% PB		
Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio	
77,819	18,884	41,490	11,576	27,782	5,258	20,878	6,087	J/m

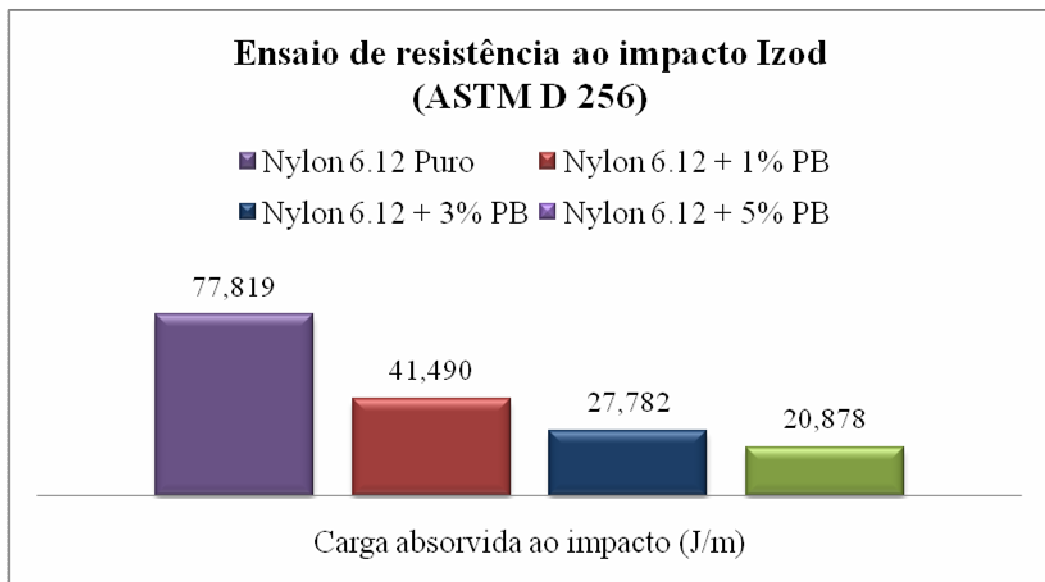


Gráfico 12 Comparação entre a energia absorvida entre as proporções

Em conclusão, de acordo com os valores obtidos (Tabela 13, Gráfico 12), analisamos e concluímos que:

- a adição de pseudoboemita diminuiu a resistência ao impacto do nylon 6,12 em 74%.
- O Nylon 6,12 puro absorveu maior energia no impacto, indicando sua resiliência. A fratura dúctil pôde ser visualizada após o impacto, Fotografia 30.
- Na Fotografia 31, os corpos de prova de nylon com 5% de pseudoboemita apresentaram uma fratura frágil, e o impacto foi mínimo, já que a energia absorvida foi consideravelmente menor que a energia absorvida pelo nylon puro.



Fotografia 30 Ensaio de Impacto Nylon 6,12 Puro



Fotografia31 Ensaio de Impacto Nylon 6,12 + 5% PB

4.6.6 Ensaio de temperatura de amolecimento VICAT (ASTM D 1525)

A Tabela 14 apresenta os resultados dos ensaios de temperatura de amolecimento VICAT e o Gráfico 13 apresenta a comparação entre as proporções de pseudoboemita adicionada ao nylon 6,12 com o nylon 6,12 puro, quanto suas características termo-mecânicas.

Tabela 14 Valores obtidos pelo ensaio Vicat

Amostra	Nylon Puro	Nylon + 1% PB	Nylon + 3% PB	Nylon + 5% PB	Unidade
1	208,3	206,0	203,8	202,7	°C
2	208,5	206,1	203,7	202,6	°C
3	208,4	206,0	204,2	202,9	°C
4	208,7	206,1	203,6	202,6	°C
5	206,8	206,5	203,9	203,0	°C
6	207,5	206,1	203,9	202,8	°C
média	208,033	206,133	203,850	202,767	°C
desvio	0,731	0,186	0,207	0,163	°C

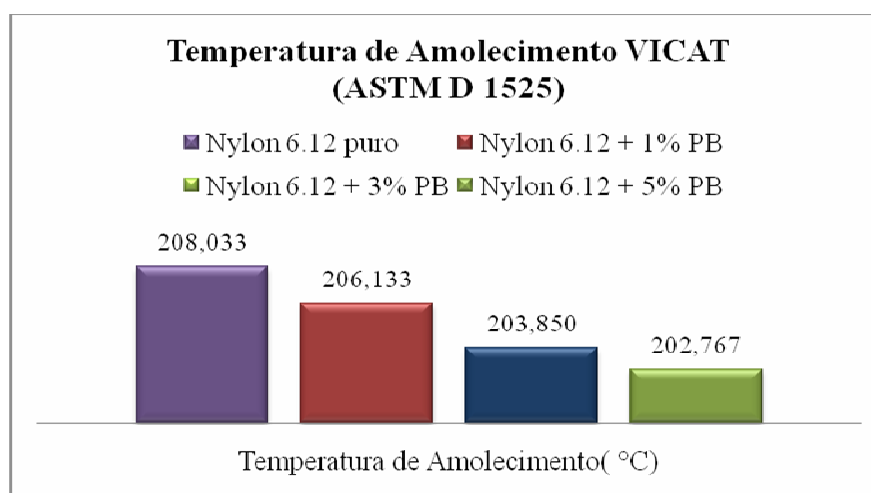


Gráfico 13 Comparação das temperaturas Vicat entre as proporções

De acordo com os valores obtidos no ensaio de vicat (Tabela 14, Gráfico13), analisamos e concluímos que:

- A temperatura de amolecimento do nylon 6,12 diminui à medida das misturas das proporções da pseudoboemita em 3%.
- Resultados de acordo com a diminuição de temperatura de processamento na extrusora (Tabela 4)

4.6.7 Ensaio de deflexão térmica HDT (ASTM D 648)

A Tabela 15 apresenta os resultados dos ensaios de deflexão térmica HDT e o Gráfico 14 apresenta a comparação entre as proporções de pseudoboemita adicionada ao nylon 6,12 com o nylon 6,12 puro, quanto suas características termo-mecânicas.

Tabela 15 Valores obtidos pelo ensaio HDT

Amostra	Nylon Puro	Nylon + 1% PB	Nylon + 3% PB	Nylon + 5% PB	Unidade
1	157,8	161,2	162,2	154,9	°C
2	160,4	160,2	170,7	165,4	°C
3	160,2	156,2	154,7	167,7	°C
4	158,7	165,3	170,9	168,6	°C
5	156,2	171,8	169,6	159,1	°C
6	139,5	155,8	168,0	158,2	°C
média	155,467	161,750	166,017	162,317	°C
desvio	7,976	6,042	6,406	5,662	°C

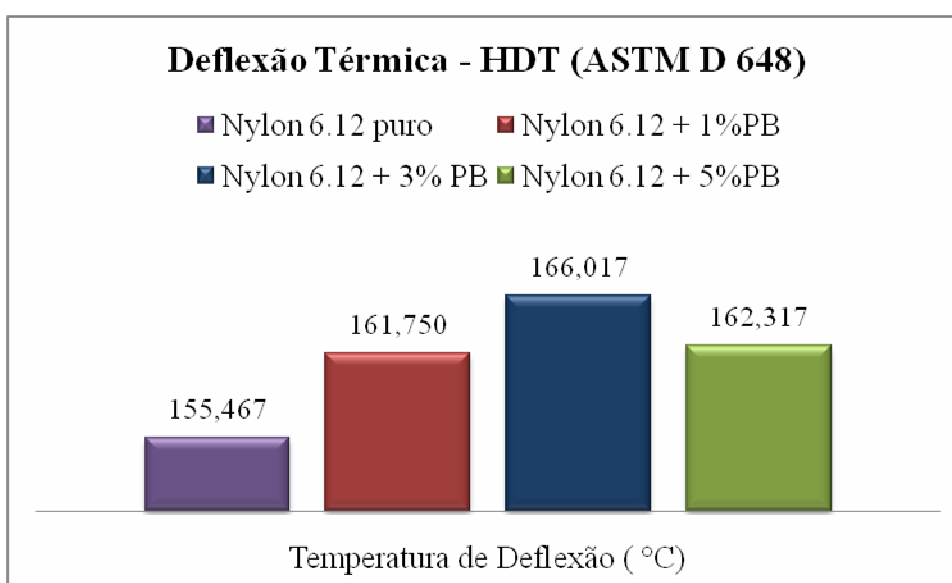
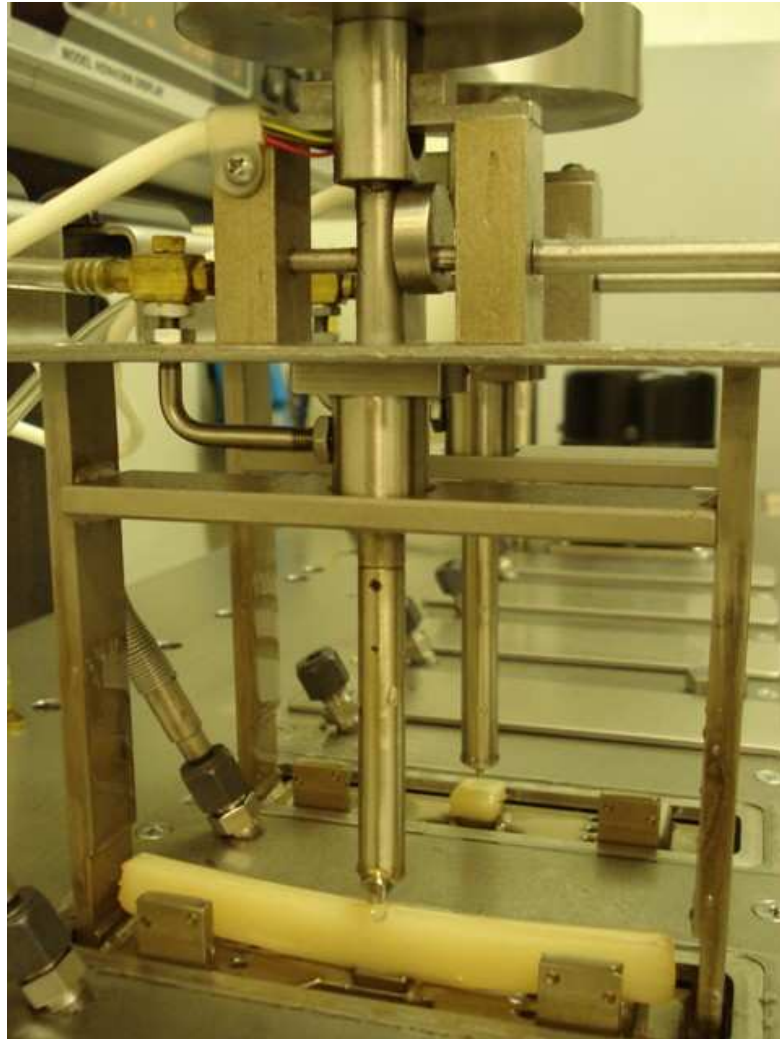


Gráfico 14 Comparação das temperaturas HDT entre as proporções

De acordo com os valores obtidos no ensaio de HDT (Tabela 15, Gráfico14), analisamos e concluímos que:

- A temperatura de deflexão térmica do nylon 6,12 aumenta à medida das misturas das proporções da pseudoboemitas em 3%, pois a resistência à temperatura aumenta em 6,8%



Fotografia 32 Ensaio de HDT e Vicat

Na Fotografia 32, a finalização dos ensaios de HDT e Vicat após o alcance da temperatura limite para a deflexão do corpo de prova e penetração da agulha, respectivamente para cada ensaio.

4.6.8 Ensaio de dureza SHORE (ASTM D 2240)

Gráfico 15 apresenta os valores de Dureza Shore D em comparação entre as proporções de pseudoboemita adicionada ao nylon 6,12 com o nylon 6,12 puro, quanto suas características mecânicas.

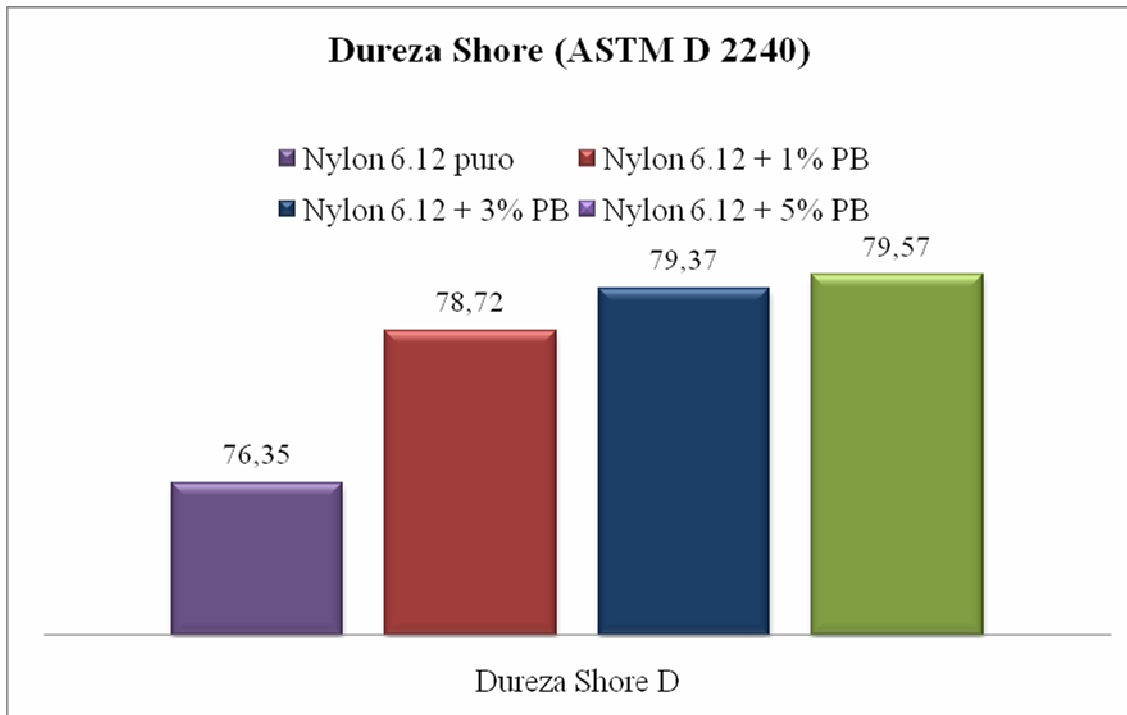


Gráfico 15 Comparação de Durezas Shore D

De acordo com o Gráfico 15, analisamos e concluímos sobre o ensaio de Dureza Shore que:

- A medida do aumento da proporção de pseudoboemita, verificamos um aumento da dureza do compósito;
- A dureza do nylon com 5% de pseudoboemita aumentou em 4.2% em relação ao nylon puro.

5 CONCLUSÕES

A partir dos dados obtidos para os reagentes e as condições estudadas, conclui-se que:

Com os gráficos sobre as análises de calorimetria exploratória diferencial e análises termogravimétricas, comparando com dados publicados literatura, concluiu-se que as amostras apresentaram a curva característica da pseudoboemita nas análises térmicas DSC e TG.

Os dados de Espectroscopia de absorção na região do infravermelho mostraram que as amostras apresentaram dados coerentes com a literatura.

A Espectrofotometria de absorção atômica comprovou a pureza dos reagentes utilizados na preparação das pseudoboemitas.

A adição de pequena porcentagem de pseudoboemita ao nylon 6,12 conferiu ao mesmo características de materiais cerâmicos. Isso pode ser comprovado pela fratura frágil, praticamente sem deformação plásticas nos ensaios de tração e de impacto, o aumento da dureza, aumento da resistência à compressão para as porcentagens de 1% e 3% de pseudoboemita, e a redução da resistência ao impacto.

No início dos processos de obtenção de corpos de prova para os ensaios mecânicos, já foi constatado que a temperatura de fusão (TM, melt point) do nylon 6,12, que pelo fornecedor Degussa-Evonik estaria na faixa de 140 °C a 220 °C, diminuiu conforme a adição da nanocarga. Os ensaios de Vicat, DSC e Índice de Fluidade comprovam a menor viscosidade do material com a adição de pseudoboemita no compósito.

As micrografias dos compósitos e suas proporções sugerem que as partículas de pseudoboemita não se dispersam homogeneamente ao polímero, porém, ainda assim, conferem as características cerâmicas já relatadas.

O teste de HDT (deflexão térmica) indicou que a resistência do nylon 6,12 à temperaturas foi maior na proporção de 3% de pseudoboemita, Em geral, concluímos que a mistura de pseudoboemita sintetizada em escala de bancada em laboratório e misturada à proporções de 1%, 3% e 5% em relação à massa de nylon 6,12 conferiu ao polímero características cerâmicas, perdendo algumas das características dos materiais poliméricos, tais como ductilidade, resistência à deformação plástica e tenacidade.

REFERÊNCIAS

AIROLDI, C.; FARIAS, R.F., *Alcóxidos como precursores na síntese de novos materiais aversvés do processo sol-gel*, Química Nova, vol. 27, no. 1, 84-88, 2004

ALEXANDRE, M.; DUBOIS, P. - *Materials science and engineering*, v.28,p. 1-63 (2000).

ALMEIDA FILHO, C.: *Anais do 43º Congresso Brasileiro de Cerâmica*, São Paulo: CBC, 1999. p.24901-24913.

ALMEIDA FILHO, C. *Síntese de alumina ativada via sol-gel*, Anais do 43º congresso Brasileiro de Cerâmica, 2 a 6/6/1999) – Florianópolis-SC, p.24-901-13-10, ABC, São Paulo, SP.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS – ASTM D 256 – Standard test method for determination the Izod pendulum impact resistance of plastics

_____-ASTM D 638 – Standard test method for tensile properties of plastics.

_____ - ASTM D 648 – Standard test method for heat distortion temperature and softening point.

_____- ASTM D 695 - Standard test method for compressive properties of rigid plastics.

_____-ASTM D 790 - Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials

_____-ASTM D 1238 – Standard test method for melt flow index.

_____-ASTM D 1525 – Standard test method for Vicat softening temperature of plastics.

_____-ASTM D 2240 – Standard test method for rubber property – Durometer Hardness.

ARAÚJO, E.M., MELO, T.J.A., OLIVEIRA, A.D., ARAÚJO, H.L.D., ARAÚJO, K.D., BARBOSA, R., *Preparação de argilas organofílicas e desenvolvimento de nanocompósitos com matrizes poliméricas de polietileno e nylon6. Parte 1:Comportamento Mecânico.* Polímeros: Ciência e Tecnologia, vol. 16, n° 1, p. 38-45, 2006

BARBOSA, B.; MAIA, L. F.; PEREIRA, O. D.; ARAUJO, E. M.; MELO, T. J. A.; ITO, E.N., *Morfologia de nanocompósitos de polietileno e poliamida-6 contendo argila nacional.* polímeros., v.16, n. 3, p. 246-251, 2006.

BEYER, G. - *Plastics Additives & Compounding*, p. 22-28, 2002.

BORSCHIVER, S.;GUIMARÃES, M.J.O.C.; SANTOS, T.N, SILVA; F.C. BRUM, P.R.C., *Patenteamento em nanotecnologia: Estudo do setor de materiais poliméricos nanoestruturados*, Polímeros: Ciência e Tecnologia, vol. 15, n° 4, p. 245-248, 2005

BOURBIGOT, S.; DEVAUX, E.; FLAMBARD, X. - *Polym. Degrad. And Stab.*, v. 75, p.397-402 (2002).

CALLISTER JR, W.D.; *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*, 5a. Ed., Rio de Janeiro, RJ, ed. LTC, 2002

CANEVAROLO Jr., S.V.;*Técnicas de Caracterização de Polímeros*, 2ª. Ed., São Paulo,SP, ed. AltLiber, 2004

CARRIÓ, J.A.G.; FALDINI, S.B.; MIRANDA, L.F.; KIYOHARA, P.K.; SILVA, L.G.; MUNHOZ JR, A.H.; *Structural analysis bby the rietveld method and SEM of irradiated pseudoboehmite*, Zitschrift für kristallographie, supp.26, p. 537-542, 2007.

ESTEVES, A.C.C., BARROS-TIMMONS, A, TRINDADE, T. *Nanocompósitos de Matriz Polimérica: Estratégias de Síntese de Materiais Híbridos*, Quim. Nova, Vol. 27, no. 5, 798-806, 2004

FORNES, T.D., PAUL, D.R., *Formation and Properties of Nylon 6 Nanocomposites*, vol.13, n° 4, p.212-217, 2003

GILMAN, J.W. - *Appl. Clay Sci.*, 15, p.31, 1999.

KOHAN, MELVIN IRA, *Nylon Plastics*, John Wiley & Sons Inc, Canada, 1973

KOSTOFF, R.N., MURDAY, J.S., LAU, C.G.Y., TOLLER, W.M., *The Seminal Literature of Nanotechnology Research*, Journal of Nanoparticle Research, 8:193-213, 2006

KUNZE, K., SEGAL, D. *Colloids and surfaces*, v.58, issue 4, p.327-337, 1991.

MARTENS, W.F.; KLOPROGGE, J.T.; FROST, R.L. e BARTLETT *A crystallite packing model for pseudoboehmite formed during the hydrolysis of trisecbutoxyaluminium to explain peptizability* Journal of colloid and interface Science, v. 247, p. 132-137, 2002

MOHALLEM, N.D.S. *Preparação e caracterização de aluminas nanoparticuladas para fins industriais*; in: Anais do 52º Congresso Brasileiro de Cerâmica, 12 páginas, Florianópolis, 2008.

MOROZ, E.M.; SHEFER, K.I.; ZYUZIN, DMITRY A.; IVANOVA, ALEKSANDRA S.; KULKO, EUGENIA V.; GOIDIN, VASILY V. and MOLCHANOV, VIKTOR V. *Local structure of pseudoboehmites*, React.Kinet.Catal.Lett, Vol. 87, No. 2, 367-375, (2006)

NALLI, MARCOS, *O “grau zero” da nanotecnologia A propósito de Feynman como precursor da nanotecnologia*. Departamento de Filosofia Universidade Estadual de Londrina/PR, 2003

MUNHOZ JR, A.H.; MIRANDA, L.F.; UEHARA, G.N.; *Study of pseudoboehmite by sol-gel synthesis*, AST-Advances in Science and Technology, v.45, p.260-265, 2006.

NAN YAO, *Catalysis Today*, v.68, p. 97-109, 2001.

NOFZ, M.; Stösser, R.; SCHOLZ, G.; DÖRFEL, I.; SCHULTZE, D. *The thermally induced transformation of pseudoboehmite gels—a comparison of the effects of corundum seeding and iron doping* Journal of the European ceramic society, v. 25, n.7, p.1095-1107, 2005

PACEWSKA,B.; KLUK-PLOSKONSKA,O.; SZYCHOWSKI, D. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, p. 1-9, 2005

PINNAVAIA; T.J. e BEALL, G. W. *Polymer-Clay Nanocomposites*, Toronto, John Wiley & Sons, , 2000.

RAHAMAN, M.N.; *Ceramic Processing and Sintering*, 2nd ed. , Missouri, USA, Taylor & Francis Press, 2003

REED, J. S.; *Principles of Ceramics Processing*, Second Edition, John Wiley & Sons, Inc., 1995

ROCO, M.C., BAINBRIDGE, *Societal Implication of Nanoscience and Nanotechnology: Maximizing Human Benefit*, Journal of Nanoparticle Research 7: 1-13, 2005

RODRIGUEZ, O. *Catalysis today*, v.14, p. 243-252, 1992.

SANTOS, P. S.; FARIA, F.P.; SOUZA SANTOS, H. *Spatial arrangement of fibrils in concentrated aqueous sols of fibrillar pseudoboehmite* Materials chemistry and physics, v.76, p.267-273, 2002

SONG, L., HU,Y.,HE, Q., YOU, F., *Study of nylon 66–clay nanocomposites via condensation polymerization*, Colloid Polym Sci, 286:721-727, 2008

SOUZA SANTOS, P; SOUZA SANTOS, H.; TOLEDO, S.P.; *Standard Transition Aluminas.Electron Microscopy Studies*. Materials Research, vol. 3, n° 4, p.104-114, 2000.

TAVARES, M.I.B., *Nanocompósitos Poliméricos – parte 1*, UFRJ – Instituto de Macromoléculas, Rio de Janeiro, 2007

TEOH, GEIK LING; LIEW, KONG YONG; e MARMOOD, WAN A. K. *Synthesis and characterization of sol-gel alumina nanofibers*. J.Sol-Gel Sci. Technol, v.44, p.177-186, 2007

THEO KLOPROGGE, J.; DUONG, L.V.; WOOD, B.J.; FROST, R.L. XPSS *Study of the major minerals in bauxite Gibbsite, bayerite and (pseudo-)boehmite*, Journal of colloid and interface Science, v. 296, p.572-576, 2006.

UTRACKI, L. A. *Clay-Containing Polymeric Nanocomposites*, United Kingdom, Rapra Technology Limited, , 2004.

WANG, S.F.; HU, Y.; SONG, L.; WANG, Z.Z.; CHEN, Z.Y. & FAN, W.C. -*Polym. Degrad. Stab.*, 77, p.423 (2002).

WEFERS, K.; BELL, G. M. Oxides and hydroxides of alumina. *Technical paper Alcoa Research Laboratories*. Pittsburgh, US, n° 19, 1972.

YOLDAS, B.E. *Am.Cer.Soc.Bull*, v. 54 (3) p. 286-288, 1975a.

YOLDAS, B.E. *J.Mat.Science*, vol. 10, p. 1856-1860, 1975b.

<http://www.sustainpack.com/nanotechnology.html>, acesso em 27/08/2008

<http://pt.wikipedia.org/wiki/N%C3%A1ilon>, acesso em 28/08/2008

www.polymerprocessing.com/polymers/ acesso em 21/10/2008

http://www.ides.com/property_deSCRIPTIONs/ASTMD638.asp acesso em 11/12/2008

http://www.russfrei.de/english/main02_3.php, acesso em 12/12/2008

Livros Grátis

(<http://www.livrosgratis.com.br>)

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)
[Baixar livros de Matemática](#)
[Baixar livros de Medicina](#)
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)
[Baixar livros de Meteorologia](#)
[Baixar Monografias e TCC](#)
[Baixar livros Multidisciplinar](#)
[Baixar livros de Música](#)
[Baixar livros de Psicologia](#)
[Baixar livros de Química](#)
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)
[Baixar livros de Serviço Social](#)
[Baixar livros de Sociologia](#)
[Baixar livros de Teologia](#)
[Baixar livros de Trabalho](#)
[Baixar livros de Turismo](#)