

AFIFAH BINTI ABU KASIM

MASTER OF SCIENCE

2018

**PREPARATION AND CHARACTERIZATION
OF TRIBUTYL(METHYL) PHOSPHONIUM-,
AND TETRAOCTYL PHOSPHONIUM-
MONTMORILLONITE/ POLY (METHYL
METACRYLATE) COMPOSITES VIA MELT
INTERCALATION TECHNIQUE**

AFIFAH BINTI ABU KASIM

**MASTER OF SCIENCE
UNIVERSITI MALAYSIA TERENGGANU**

2018

**PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF TRIBUTYL(METHYL)
PHOSPHONIUM-, AND TETRAOCTYL PHOSPHONIUM-
MONTMORILLONITE/ POLY(METHYL METACRYLATE) (PMMA)
COMPOSITES VIA MELT INTERCALATION TECHNIQUE**

AFIFAH BINTI ABU KASIM

**Thesis Submitted in Fulfillment of the Requirement for the Degree of Master of
Science in the School of Fundamental Science
Universiti Malaysia Terengganu**

2018

Abstract of thesis presented to the Senate of Universiti Malaysia Terengganu in fulfillment of the requirement for the degree of Master of Science

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF TRIBUTYL(METHYL) PHOSPHONIUM-, AND TETRAOCTYL PHOSPHONIUM-MONTMORILLONITE/ POLY(METHYL METACRYLATE) (PMMA) COMPOSITES VIA MELT INTERCALATION TECHNIQUE

AFIFAH BINTI ABU KASIM

2018

Main Supervisor : Mohd Aidil Adhha bin Abdullah, Ph.D.

School : School of Fundamental Science

Naturally, Na⁺ Montmorillonite (MMT) has hydrophilic properties due to the presence of inorganic cations on their surface. Thus, the surface modification becomes indispensable to enhance its interfacial interaction with the organic phase. Current commercial organo modified MMT products have stable temperature limitation of about 200 °C. In order to improve its thermal stability, this study proposed surface modification of MMT by using alkylphosphonium as surfactant due to the participation of its low energy *d*-orbitals in the processes of making and breaking bonds, which inhibits decomposition from easily occurring. Two types of alkylphosphonium surfactants; tributyl(methyl) phosphonium (TBMP) and tetraoctyl phosphonium (TOP) were used in this study as surface modifier of MMT via ion exchange reaction. The OMMT's formed characterized by TGA, XRD, FTIR, elemental analysis (CHNS) and ASAP analysis. The successful insertion of TBMP and TOP ions into the interlayer of MMT increased the interlayer distance and altered the nature of Na⁺-MMT from hydrophilic to organophilic MMT (OMMT) as well as exhibited substantially higher thermal stability in organic region in TGA thermogram compared to the commercial alkylammonium MMT. OMMT's were then underwent melt intercalation technique as nanofiller in poly(methyl methacrylate) (PMMA). The effects of OMMT loadings, mixing time, temperature

and rotor speed were investigated and optimized using XRD analysis. Mechanical and thermal properties of resulting composites were characterized by XRD, tensile and impact tester. Thermogravimetric analysis (TGA) used to evaluate effect of the interfacial interaction between MMT's with PMMA matrix, as well as the effect of clay loading on mechanical and thermal behavior enhancement. The dispersion of OMMT's showed great compatibility with the PMMA by formation of intercalated and exfoliated types of nanocomposites. Addition of OMMT's improved the tensile, impact and thermal properties of resulting composites compared to pristine PMMA since OMMT have better distribution of clay particles in the organic phases resulted in stronger polymer-clay interaction. With respect to its good thermal stability and compatibility with the PMMA matrix, both organo alkylphosphonium modified (OMMT) showed a great potential to be used as filler in industrial applications that requiring high processing temperature.

Abstrak tesis yang dikemukakan kepada Senat Universiti Malaysia Terengganu sebagai memenuhi keperluan untuk Ijazah Sarjana Sains

PENYEDIAAN DAN PENCIRIAN KOMPOSIT TRIBUTIL(METIL) FOSFONIUM-, DAN TETRAOKTIL FOSFONIUM MONTMORILONIT/ POLI(METIL METAKRILAT) MELALUI TEKNIK PENCAIRAN INTERKALASI

AFIFAH BINTI ABU KASIM

2018

Penyelia Utama : Mohd Aidil Adhha bin Abdullah, Ph.D.

Pusat Pengajian : Pusat Pengajian Sains Asas

Secara semulajadi, Na⁺ Montmorillonit (MMT) bersifat hidrofilik disebabkan kehadiran kation tak organik pada permukaannya. Oleh itu, pengubahsuaian permukaan sangat diperlukan bagi meningkatkan interaksi antara muka dengan fasa organik. Produk MMT terubahsuaai organik komersial semasa mempunyai kestabilan suhu yang terhad sekitar 200 °C sahaja. Bagi meningkatkan kestabilan terma, kajian ini mencadangkan pengubahsuaian permukaan MMT dengan menggunakan alkilfosfonium sebagai surfaktan disebabkan penglibatan orbital-*d* yang bertenaga rendah dalam proses pembentukan dan pemecahan ikatan, yang menghalang penguraian dari mudah berlaku. Dua jenis surfaktan alkilfosfonium iaitu; tributil(metil) fosfonium (TBMP) dan tetraoktil fosfonium (TOP) telah digunakan dalam kajian ini sebagai pengubah permukaan MMT melalui tindakbalas penukaran ion. OMMT yang terhasil telah dicirikan dengan TGA, XRD, FTIR, analisis unsur (CHNS) dan analisis ASAP. Kejayaan memasukkan ion TBMP dan TOP ke dalam antara lapisan MMT telah meningkatkan jarak antara lapisan serta mengubah sifat Na⁺-MMT daripada hidrofilik ke MMT organofilik (OMMT) serta memberikan kestabilan terma yang lebih tinggi pada kawasan organik pada termogram TGA berbanding alkilammonium MMT komersil. OMMT kemudiannya, melalui teknik pencairan interkalasi sebagai pengisi nano dalam poli(metil metakrilat) (PMMA). Kesan kandungan OMMT, masa pencampuran, suhu dan kelajuan pemutar telah dikaji dan dioptimumkan menggunakan analisis XRD. Sifat mekanikal dan terma

bagi komposit yang terhasil dicirikan dengan menggunakan XRD, pengujian tegangan dan hentaman. Analisis Termogravimetri (TGA) digunakan untuk menilai interaksi antara muka MMT dengan matriks PMMA, serta kesan kandungan tanah liat pada peningkatan sifat mekanikal dan terma. Penyebaran OMMT menunjukkan keserasian terbaik dengan PMMA melalui pembentukan nanokomposit jenis penyisipan dan terkelupas. Penambahan OMMT telah meningkatkan sifat tegangan, hentaman dan terma bagi komposit yang terhasil berbanding dengan PMMA tulen kerana OMMT mempunyai sebaran partikel tanah liat yang lebih baik dalam fasa organik melalui interaksi polimer-tanah liat yang lebih kuat. Berdasarkan kestabilan haba yang baik dan keserasian dengan matriks PMMA, kedua-dua organo alkilfosfonium (OMMT) menunjukkan potensi yang besar untuk digunakan sebagai pengisi dalam aplikasi perindustrian yang memerlukan suhu pemprosesan yang tinggi.