

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF
ALKYLPHOSPHONIUM MONTMORILLONITE
AS NANOFILLER FOR POLYMETHYL
METHACRYLATE ACID COMPOSITES

SITI AISYAH BINTI RUSLI

MASTER OF SCIENCE
UNIVERSITI MALAYSIA TERENGGANU

2018



[Faint, illegible text or a large watermark is visible in the center of the page.]

**PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF ALKYLPHOSPHONIUM
MONTMORILLONITE AS NANOFILLER FOR POLYMETHYL
METHACRYLATE ACID COMPOSITES**

SITI AISYAH BINTI RUSLI

**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 ALKYLPHOSPHONIUM
MONTMORILLONITE AS NANOFILLER FOR POLYMETHYL
METHACRYLATE ACID COMPOSITES**

SITI AISYAH BINTI RUSLI

2018

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

School : School of Fundamental Science

Sodium montmorillonite (Na^+ -MMT) is one of the natural clay uses worldwide as nano filler in polymer nanocomposite. Na^+ -MMT is naturally hydrophilic in nature and cannot dispersed easily in organic polymer matrix as polymer has hydrophobic characteristic. Thus surface of MMT must undergo certain modifications to improve its ability to disperse in polymer matrix in the form of organophilic MMT (OMMT). Currently commercial OMMT are modified from alkyl ammonium surfactant, which has low thermal stability which unable them to withstand high temperature for thermal polymer processing. Considering steric tolerance of phosphorus atom by participation of its low energy *d*-orbitals, in breaking and formation of bond, alkyl phosphonium surfactants are propose in this study as an alternative surface modifier to alkylammonium which expected to increase the thermal stability of modified clay. Triisobutyl(methyl)phosphonium (TBMP) and tetrabutylphosphonium chloride (TBP) were used as surface modifier in the modification of Na^+ -MMT *via* ion exchange reaction forming OMMT's. (TBMP-MMT and TBP-MMT). The Na^+ -MMT, OMMT and commercial MMT (Cloisite 93A) were characterized and compared based on their elemental composition (CHNS), chemical structure (FTIR, BET analysis) and morphology (XRD), and thermal properties (TGA). Organic

phase of OMMT's (TBMP-MMT and TBP-MMT) start decomposed at higher temperature than commercial OMMT (Cloisite 93) which required in preparation of PMMA composites via melt intercalation technique. In order to obtain optimum dispersion of Na⁺-MMT in polymer matrix, 5 wt% of TBMP-MMT and TBP-MMT have been fixed and undergo optimization parameters such as mixing time, speed and temperature. Results show that all of OMMT are efficient in reinforcing the PMMA matrix by the formation of intercalated and exfoliated types of nanocomposites, allowing the highest achievement of tensile and modulus strength. Furthermore, thermal stability of the PMMA nanocomposites was also improved. This could be related to the improved dispersion of MMT that allows greater matrix-filler interactions in the nanocomposite system.

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

**PENYEDIAAN DAN PENCIRIAN ALKILFOSFONIUM MONTMORILONIT
SEBAGAI PENGISI NANO UNTUK KOMPOSIT ASID POLIMETIL
METAKRILAT**

SITI AISYAH BINTI RUSLI

2018

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

Pusat Pengajian : Pusat Pengajian Sains Asas

Natrium montmorilonit (Na^+ -MMT) adalah salah satu daripada tanah liat semulajadi yang digunakan di seluruh dunia sebagai pengisi nano dalam menghasilkan nanokomposit polimer. Secara semulajadinya, Na^+ -MMT bersifat hidrofilik dan tidak boleh tersebar dengan mudah ke dalam polimer matrik organik yang lebih kepada bersifat hidrofobik. Justeru itu, permukaan Na^+ -MMT perlu diubahsuai untuk meningkatkan lagi keupayaannya supaya mudah tersebar dalam polimer matrik untuk membentuk organofilik MMT (OMMT). Pada masa terkini, alkil ammonia komersil yang telah diubahsuai mempunyai kestabilan terma yang rendah yang mana tidak boleh tahan pada suhu yang tinggi untuk melalui proses terma polimer. Merujuk kepada toleransi sterik pada atom fosforus dengan kehadiran *d*- orbital pada tenaga rendah dalam pemecahan dan pembentukan ikatan, surfaktan alkil fosfonium dalam kajian ini bertujuan digunakan sebagai alternatif dalam pengubahsuaian permukaan kepada alkil amonia untuk meningkatkan lagi stabiliti terma dalam tanah liat yang telah diubahsuai. Triisobutil (metil) fosfanium (TBMP) dan tetrabutylfosfonium klorida (TBP) telah digunakan sebagai pengubahsuaian permukaan dalam pengubahsuaian Na^+ -MMT melalui proses pertukaran ion bagi menghasilkan OMMT (TBMP- MMT) dan (TBP-MMT). Na^+ -MMT, OMMT dan komersial MMT (Cloisite 93A) telah dicirikan dan dibandingkan berdasarkan

komposisi elemen (CHNS), struktur kimia (FTIR, analisa BET), morfologi (XRD) dan ciri-ciri terma (TGA). Fasa organik pada OMMT (TBMP-MMT dan TBP-MMT) mula terurai pada suhu tinggi berbanding komersial OMMT (Cloisite 93) yang mana diperlukan dalam penyediaan komposit PMMA melalui teknik pencairan interkalasi. Untuk mencapai sebaran optimum oleh Na^+ -MMT dalam polimer matrik, 5 wt% TBMP-MMT dan TBP-MMT telah ditetapkan dan melalui parameter optimum seperti masa, kelajuan dan suhu. Keputusan telah menunjukkan OMMT sangat bagus sebagai bahan penguat dalam PMMA matrik dengan menghasilkan bentuk struktur dari jenis interkalasi dan terkelupas nanokomposit, yang mana dengan menghasilkan pencapaian tertinggi pada tensil dan kekuatan modulus. Tambahan pula, stabiliti terma pada PMMA nanokomposit juga telah meningkat. Ini terbukti bahawa sebaran MMT dapat menghasilkan hubungan matrik-pengisi yang lebih baik dalam sistem nanokomposit.